

---

---

**Industries du pétrole et du gaz naturel —  
Fluides de forage — Spécifications et  
essais**

*Petroleum and natural gas industries — Drilling fluid materials —  
Specifications and tests*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13500:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-e6ba7ab20d34/iso-13500-1998>



## Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives.....	1
3 Définitions et abréviations.....	2
4 Prescriptions.....	2
5 Étalonnage.....	3
6 Produits emballés.....	14
7 Baryte.....	16
8 Hématite.....	25
9 Bentonite.....	35
10 Bentonite non traitée.....	38
11 Bentonite de qualité OCMA.....	41
12 Attapulgite.....	44
13 Sépiolite.....	48
14 Carboxyméthylcellulose technique de basse viscosité (CMC-LVT).....	51
15 Carboxyméthylcellulose technique de haute viscosité (CMC-HVT).....	53
16 Amidon.....	57
<b>Annexe A</b> (informative) Impuretés minérales dans la baryte.....	62
<b>Annexe B</b> (informative) Fidélité des essais.....	63
<b>Annexe C</b> (informative) Exemples de calculs.....	68

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 13500 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 67, *Matériel, équipement et structures en mer pour les industries du pétrole et du gaz naturel*, sous-comité SC 3, *Fluides de forage et de complétion, et ciments à puits*.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-c08a7a626d74-iso-13500-1998)

[c08a7a626d74-iso-13500-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-c08a7a626d74-iso-13500-1998)  
Les annexes A, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

## Introduction

La présente Norme internationale couvre les produits habituellement utilisés dans les fluides de forage, pour la production de pétrole et de gaz naturel. Ces produits, utilisés en grandes quantités, peuvent provenir de sources multiples et sont disponibles en tant que produits de commerce. La présente Norme internationale ne concerne pas les produits provenant de source unique ou limitée, ni les produits de spécialité.

Les Normes internationales sont publiées pour faciliter la communication entre les acheteurs et les fabricants, pour assurer l'interchangeabilité entre des équipements et produits similaires achetés auprès de différents fabricants et/ou à différentes périodes, et pour garantir un niveau de sécurité adéquat lorsque les équipements ou les produits sont utilisés de la manière et dans le but prévus. La présente Norme internationale fournit des exigences minimales et n'a pas pour objet d'empêcher quiconque d'acheter ou de produire des produits conformes à d'autres normes.

La présente Norme internationale est essentiellement basée sur l'API Spec. 13A, 15<sup>ème</sup> édition du 1<sup>er</sup> mai 1993. Le but de la présente Norme internationale est de fournir des spécifications de produits pour la baryte, l'hématite, la bentonite, la bentonite non traitée, la bentonite de qualité OCMA (Oil Companies Materials Association), l'attapulgite, la sépiolite, la carboxyméthylcellulose technique de basse viscosité (CMC-LVT), la carboxyméthylcellulose technique de haute viscosité (CMC-HVT) et l'amidon.

Le but du document était d'incorporer toutes les normes internationales relatives aux produits utilisés dans les fluides de forage, dans une norme ISO. Une étude de l'industrie a montré que seul l'American Petroleum Institute (API) a publié des procédures d'essai et des normes de spécifications relatives à ces produits.

Des références aux produits de l'OCMA ont été inclus dans les travaux de l'API, étant donné que les comités permanents de l'OCMA et les comités suivants ont été dissous, et que toutes les spécifications ont été soumises à l'API en 1983.

# Industries du pétrole et du gaz naturel — Fluides de forage — Spécifications et essais

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale couvre les propriétés physiques et les procédures d'essais relatives aux produits fabriqués en vue d'être utilisés dans les fluides de forage des puits de pétrole et de gaz. Les produits concernés par la présente norme sont la baryte, l'hématite, la bentonite, la bentonite non traitée, la bentonite de qualité OCMA, l'attapulgite, la sépiolite, la carboxyméthyl-cellulose technique de basse viscosité (CMC-LVT), la carboxyméthylcellulose technique de haute viscosité (CMC-HVT) et l'amidon. La présente Norme internationale est destinée à être utilisée par les fabricants des produits cités.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6780:1988, *Palettes d'usage général pour le transport de marchandises — Dimensions principales et tolérances (Amendement 1-1994)*

API RP 13B-1, *Recommended Practice Standard Procedure for field testing water-based drilling fluids (second edition, 1997)*<sup>1)</sup>

API RP 13K, *Recommended Practice for chemical analysis of barite (Second edition, 1996)*

APME 1993, *(Association of Plastic Manufacturers in Europe)*

ASTM D422, *Standard Test Method for particle-size analysis of soils (1963)*

ASTM E11, *Standard Specification for wire-cloth sieves for testing purposes (1995)*

ASTM E77, *Standard Test Method for inspection and verification of liquid-in-glass thermometers (1992)*

ASTM E691, *Standard practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method (1992)*

ASTM E177, *Standard Practice for use of the terms precision and bias in ASTM test methods (1990)*

NIST (NBS) *Monograph 150*

1) ISO 10414-1, en cours de préparation.

### 3 Définitions et abréviations

#### 3.1 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

##### 3.1.1

##### **réactif de qualité ACS**

produits chimiques de qualité ACS (American Chemical Society) satisfaisant aux normes de pureté, telles que définies par l'ACS

##### 3.1.2

##### **côté bavure d'estampage**

côté contenant un résidu (bavure) d'estampage; également, côté présentant des indentations concaves

#### 3.2 Abréviations

ACS	American Chemical Society
API	American Petroleum Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
EDTA	Acide éthylènediaminetétracétique
CAS	Chemical Abstracts Service
CMC-HVT	Carboxyméthylcellulose — Qualité technique haute viscosité
CMC-LVT	Carboxyméthylcellulose — Qualité technique basse viscosité
OCMA	Oil Companies Materials Association
NBS	National Bureau of Standards
NIST	National Institute of Standards and Technology
TC	Pour contenir
TD	Pour délivrer

### 4 Prescriptions

#### 4.1 Instructions relatives au contrôle de la qualité

Toutes les opérations de contrôle de la qualité doivent être conformes aux instructions documentées du fabricant qui comprennent la méthodologie appropriée et les critères d'acceptation quantitatifs ou qualitatifs.

#### 4.2 Utilisation des produits pour étalonnage des essais dans les procédures d'essais de vérification

**4.2.1** Il est possible d'obtenir les lots 001 et 002 de baryte pour étalonnage des essais et la bentonite pour étalonnage des essais en contactant l'API<sup>2)</sup> Les produits pour étalonnage des essais sont expédiés dans des récipients en plastique de 7,6 litres (2 gallons).

NOTE Une baryte 001 pour étalonnage des essais sera généralement fournie jusqu'à épuisement des stocks, puis une baryte 002 pour étalonnage des essais la remplacera.

2) American Petroleum Institute (API), 1220 L Street NW, Washington, D.C, 20005-4070, USA.

**4.2.2** Le bureau de l'API transmettra la demande au fabricant désigné afin qu'il poursuive le traitement. Les produits pour étalonnage des essais seront fournis avec un certificat d'étalonnage spécifiant les valeurs établies pour chaque propriété ainsi que les limites de confiance dans lesquels doivent tomber les résultats de laboratoire.

**4.2.3** Le fabricant doit fournir un certificat d'analyse pour chaque échantillon.

**4.2.4** Se reporter à 5.2.11 et 5.3.10 pour ce qui concerne les exigences d'étalonnage des produits API pour étalonnage des essais.

**4.2.5** Argile de base d'évaluation standard API - (Anciennement argile de base OCMA, et non bentonite de qualité OCMA): Des stocks d'argile de base d'évaluation standard API ont été réservés et peuvent être commandés par l'intermédiaire de l'American Petroleum Institute (API).

### 4.3 Conservation des enregistrements

Tous les enregistrements spécifiés dans la présente Norme internationale doivent être conservés pendant une durée minimale de cinq ans à compter de la date de préparation.

## 5 Étalonnage

### 5.1 Domaine d'application

**5.1.1** Cet article couvre les procédures d'étalonnage et les intervalles d'étalonnage relatifs aux appareillages de laboratoire et réactifs spécifiés. En ce qui concerne les articles de laboratoire qui ne sont pas cités, le fabricant doit développer des procédures lorsque cela semble approprié.

**5.1.2** Le fabricant doit contrôler, étalonner, vérifier et entretenir les appareillages de laboratoire et les réactifs utilisés dans la présente norme pour évaluer la conformité des produits aux prescriptions de la norme.

**5.1.3** Le fabricant doit conserver et utiliser les appareillages de laboratoire et les réactifs de telle manière que l'incertitude de mesure soit connue et conforme à la capacité de mesure requise.

**5.1.4** Le fabricant doit établir et conserver des documents relatifs aux procédures d'étalonnage, y compris les détails des appareillages de laboratoire et le type de réactif, le numéro d'identification, la fréquence des contrôles, les critères d'acceptation et l'action corrective devant être mise en œuvre lorsque les résultats sont jugés non satisfaisants.

**5.1.5** Le fabricant doit déterminer la responsabilité relative au programme d'étalonnage et la responsabilité relative à l'action corrective, et établir les documents correspondants.

**5.1.6** Le fabricant doit établir et conserver les documents relatifs aux enregistrements d'étalonnage des appareillages de laboratoire et des réactifs. Il doit réviser régulièrement ces documents afin d'analyser les tendances, les décalages brusques ou tout autre signe annonciateur d'un dysfonctionnement. Il doit également identifier chaque article à l'aide d'un indicateur approprié ou d'un enregistrement d'identification approuvé afin d'indiquer l'état d'étalonnage.

### 5.2 Appareillage et réactifs

#### 5.2.1 Verrerie volumétrique

La verrerie volumétrique de laboratoire, utilisée pour la réception finale, y compris les fioles de Le Chatelier, les pipettes et les burettes, est généralement étalonnée par le fournisseur. Les fabricants de produits couverts par la présente Norme internationale doivent fournir les documents prouvant l'étalonnage de la verrerie avant son utilisation. La certification du fournisseur est acceptable. L'étalonnage peut être contrôlé par gravimétrie. Il n'est pas nécessaire d'effectuer un réétalonnage périodique.

### 5.2.2 Thermomètres de laboratoire

Le fabricant doit étalonner tous les thermomètres de laboratoire utilisés lors de l'évaluation de la conformité des produits aux normes, par rapport à un second thermomètre de référence. Il est nécessaire de prouver que le second thermomètre de référence a été étalonné par rapport à des instruments étalons certifiés NIST, conformément aux procédures définies par l'ASTM E77-92 et la monographie 150 de la NSB (NIST).

### 5.2.3 Balances de laboratoire

Le fabricant doit étalonner périodiquement les balances de laboratoire dans la plage d'utilisation, en utilisant des poids NIST de classe P, qualité 3, ou mieux. Le fabricant doit également entretenir et régler les balances chaque fois que l'étalonnage révèle un problème.

### 5.2.4 Tamis conformes à l'ASTM E11

Leurs dimensions sont d'environ 76 mm de diamètre et 69 mm du haut du cadre à la toile métallique. Les fabricants de baryte (article 7) et d'hématite (article 8) doivent étalonner les tamis de 75 µm en utilisant une baryte API pour étalonnage des essais pour laquelle les valeurs de résidu retenu sont établies. Les fabricants d'hématite (article 8) doivent étalonner les tamis de 45 µm, en utilisant une quantité appropriée d'hématite homogène. Les fabricants de bentonite (article 9), de bentonite de qualité OCMA (article 11), d'attapulgite (article 12) et de sépiolite (article 13) doivent étalonner les tamis de 75 µm, en utilisant une bentonite API pour étalonnage des essais. L'étalonnage des tamis n'est pas nécessaire pour les CMC techniques de basse et haute viscosité et l'amidon dans la mesure où aucun produit de référence et aucun étalonnage de tamis n'ont été établis.

### 5.2.5 Aréomètre

Le fabricant doit étalonner chaque aréomètre à l'aide de la solution dispersante utilisée dans la procédure de sédimentation.

### 5.2.6 Viscosimètre à lecture directe, entraîné par moteur

Le fabricant doit étalonner chaque viscosimètre à l'aide d'huiles de silicone standards certifiées, présentant respectivement une viscosité de 20 mPa·s et de 50 mPa·s.

### 5.2.7 Dispositif de mesure de la pression en laboratoire

Le fabricant doit fournir les documents prouvant l'étalonnage du dispositif de mesure de la pression en laboratoire, avant son utilisation.

**5.2.8 Mélangeur** (par exemple, Multimixer<sup>®</sup> Modèle 9B<sup>3)</sup> avec palettes d'agitation 9B29X, ou appareillage équivalent, monté côté bavure d'estampage vers le haut)

Le fabricant doit vérifier que toutes les broches tournent à une vitesse de 11 500 tr/min ± 300 tr/min, en l'absence de charge et lorsqu'une broche fonctionne. Chaque broche sera munie d'une palette d'agitation de forme ondulée, d'environ 25 mm de diamètre, montée côté bavure d'estampage vers le haut. Avant leur installation, les nouvelles palettes d'agitation doivent être pesées; leur poids ainsi que la date doivent être enregistrés.

### 5.2.9 Produits chimiques et solutions

Les produits chimiques et les solutions doivent, le cas échéant, satisfaire aux critères de qualité pour réactif défini par l'ACS.

### 5.2.10 Eau déminéralisée (ou distillée)

Le fabricant doit développer, documenter et mettre en œuvre une méthode permettant de déterminer la dureté de l'eau. L'eau ne doit pas être utilisée si on mesure une dureté.

---

3) Multimixer<sup>®</sup> Modèle 9B est un exemple d'appareillage approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

### 5.2.11 Produits API pour étalonnage des essais

Le fabricant doit soumettre la baryte API et/ou (lorsque cela est applicable) la bentonite API à des essais afin de contrôler les propriétés énumérées sur leurs certificats d'analyse.

## 5.3 Intervalles d'étalonnage

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13500:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-e6ba7ab20d34/iso-13500-1998>

### 5.3.1 Généralités

Tout instrument soumis à des déplacements susceptibles d'altérer son étalonnage doit être réétalonné avant utilisation.

### 5.3.2 Thermomètres

### 5.3.9 Dispositifs de mesure de la pression en laboratoire

Le fabricant doit fournir les documents prouvant l'étalonnage des dispositifs de mesure de la pression en laboratoire avant leur mise en service, puis une fois par an.

### 5.3.10 Produits API pour étalonnage des essais

Le fabricant doit soumettre à l'essai le(s) produit(s) API pour étalonnage des essais applicable(s), au moins une fois tous les trois mois.

## 5.4 Procédure d'étalonnage — Thermomètres

**5.4.1** Placer le thermomètre à étalonner à côté du thermomètre secondaire de référence, dans un bain d'eau à température constante (ou dans un récipient approprié d'une contenance minimale de 4 l, rempli d'eau, et installé sur une paille dans une salle à température constante) et laisser les thermomètres s'équilibrer pendant au moins une heure.

**5.4.2** Lire les deux thermomètres et enregistrer les valeurs.

**5.4.3** Répéter les mesures sur une période d'au moins une heure afin d'obtenir au moins quatre mesures.

**5.4.4** Calculer la moyenne et la plage des mesures pour chaque thermomètre. L'écart entre les plages de mesures de chaque thermomètre ne doit pas être supérieur à 0,1 °C, ou ne doit pas être supérieur au plus petit intervalle de graduation du thermomètre soumis à l'étalonnage.

**5.4.5** Calculer l'écart moyen de lecture du thermomètre par rapport à la lecture du thermomètre secondaire de référence. Calculer et établir les documents relatifs à la correction pour chaque thermomètre.

## 5.5 Procédure d'étalonnage — Tamis de 75 µm (voir 5.2.4) pour la baryte, l'hématite, la bentonite, la bentonite de qualité OCMA, l'attapulgite et la sépiolite

NOTE La bentonite est soumise à l'essai à l'aide de cette procédure d'étalonnage, en appliquant les modifications suivantes:

- prélever au moins trois échantillons, d'environ 10 g chacun, de bentonite pour étalonnage des essais, conformément à 9.8;
- soumettre à l'essai chaque échantillon conformément à 9.8, en utilisant le tamis certifié décrit en 5.5.1;
- poursuivre la procédure décrite de 5.5.4 à 5.5.10.

**5.5.1** Se procurer un tamis de 75 µm avec une valeur médiane certifiée.

**5.5.2** Prélever au moins trois échantillons de baryte API sèche pour étalonnage des essais, d'environ 50 g chacun.

**5.5.3** Soumettre à l'essai chacun des échantillons, conformément à 7.9, en utilisant le tamis certifié décrit en 5.5.1.

**5.5.4** Calculer le pourcentage retenu pour chaque échantillon à l'aide de l'équation suivante:

$$\% \text{ de résidu, } R = 100 \frac{(\text{masse de résidu, g})}{(\text{masse de l'échantillon, g})} \quad (1)$$

**5.5.5** Calculer le pourcentage moyen de produit pour étalonnage des essais retenu par le tamis certifié,  $S$ , à l'aide de l'équation suivante:

$$S = \frac{R_1 + R_2 + R_3 + \dots}{N} \quad (2)$$

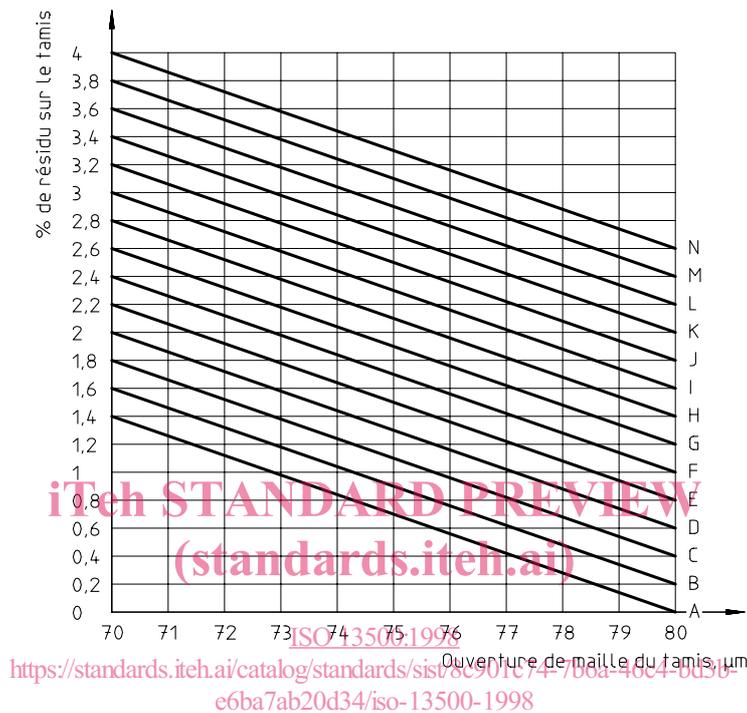
où

$R_1+R_2+R_3$  est la somme des résultats de chaque essai individuel;

$N$  est le nombre d'échantillons soumis à l'essai.

Les valeurs correspondant à chaque échantillon individuel doivent se trouver dans une plage comprise entre  $\pm 0,2$  de la valeur moyenne. Si ce n'est pas le cas, il est nécessaire de revoir la technique de la procédure d'essai et le fonctionnement des équipements afin de trouver les sources d'erreur. Effectuer les corrections requises et renouveler l'essai.

**5.5.6** À partir de l'intersection entre le pourcentage retenu et l'ouverture de maille du tamis certifié, sur le graphique d'étalonnage du tamis (figure 1), déterminer la ligne d'étalonnage (A, B, C, etc.) devant être utilisée pour le récipient de produit spécifique pour étalonnage des essais. Enregistrer ces données et identifier le récipient avec cette valeur.



**Figure 1 — Graphique d'étalonnage du tamis 75 µm**

**5.5.7** Répéter les opérations de 5.5.2 à 5.5.4, en remplaçant le tamis certifié par le tamis devant être étalonné.

**5.5.8** Calculer le pourcentage moyen de produit pour étalonnage des essais,  $R_a$ , retenu par le tamis de travail, en utilisant l'équation suivante:

$$R_a = \frac{R_1 + R_2 + R_3 + \dots}{N} \quad (3)$$

Les valeurs correspondant à chaque échantillon individuel doivent se trouver dans une plage à  $\pm 0,2$  de la valeur moyenne. Si ce n'est pas le cas, il est nécessaire de revoir la technique de la procédure d'essai et le fonctionnement des équipements afin de trouver les sources d'erreur. Effectuer les corrections requises et répéter l'essai.

**5.5.9** À partir du graphique d'étalonnage du tamis, figure 1, déterminer l'ouverture de maille du tamis de travail qui est égale à la valeur entière la plus proche de l'intersection entre le pourcentage retenu et la ligne d'étalonnage, comme indiqué en 5.5.6 ci-dessus. Enregistrer l'ouverture de maille du tamis de travail et identifier le tamis étalonné ainsi que le récipient de produit pour étalonnage des essais.

**5.5.10** À partir du tableau 1, déterminer la valeur de correction (C) relative au tamis de travail. Enregistrer cette valeur et l'identifier avec la référence du tamis étalonné et du conteneur de produit pour étalonnage des essais spécifié.

NOTE La valeur de correction relative au tamis, obtenue comme spécifié à l'aide du tableau 1, est un nombre qui doit être ajouté au pourcentage retenu obtenu sur un échantillon d'essai. (Les valeurs négatives doivent être soustraites.)

**5.5.10.1** Exemple de détermination de la valeur de correction d'un tamis pour baryte:

Ouverture de maille du tamis certifié: 73 µm

Pourcentage moyen de baryte pour étalonnage des essais retenu par le tamis certifié:  $S = 2,0 \%$

Ligne d'étalonnage: F

Pourcentage moyen de baryte pour étalonnage des essais retenu par le tamis de travail:  $R_a = 1,3 \%$

Ouverture de maille du tamis de travail (déterminé à partir du graphique d'étalonnage, figure 1) = 78 µm

Valeur de correction (déterminée à partir du tableau 1):  $C = + 0,4 \%$

**5.5.10.2** Exemple d'application de la valeur de correction d'un tamis:

Valeur de correction du tamis:  $C = + 0,4 \%$

Pourcentage d'échantillon d'essai retenu:  $R_s = 2,8 \%$

Pourcentage corrigé d'échantillon d'essai retenu:  $R_c = 2,8 \% + 0,4 \% = 3,2 \%$

Ces valeurs de correction sont valables pour des pourcentages retenus par le tamis compris entre 0 % et 4 %.

NOTE Les valeurs de correction sont arrondies au dixième le plus proche.

**Tableau 1 — Valeurs de correction relatives aux tamis de 75 µm<sup>4)</sup>**

Taille du tamis de travail Ouverture moyenne de maille <sup>a</sup> , µm	Valeur de correction <sup>b</sup> :	
	Baryte/Hématite	Bentonite
70	- 0,7	- 0,3
71	- 0,6	- 0,2
72	- 0,4	0
73	- 0,3	0
74	- 0,1	0
75	0	0
76	+ 0,1	0
77	+ 0,3	0
78	+ 0,4	0
79	+ 0,6	+ 0,2
80	+ 0,7	+ 0,3

<sup>a</sup> Déterminée à partir du graphique d'étalonnage de tamis, figure 1.

<sup>b</sup> Valeur devant être ajoutée au résultat d'essai de l'échantillon soumis à l'essai sur le tamis afin de convertir les résultats aux valeurs équivalentes pour un tamis de 75 µm. (Les valeurs négatives sont soustraites.)

**5.6 Procédure d'étalonnage — Tamis de 45 µm (voir 5.2.4) pour hématite**

**5.6.1** Se procurer un tamis de 45 µm avec une valeur médiane certifiée.

**5.6.2** Se procurer une quantité d'hématite homogène suffisante pour durer au moins 6 mois. Mélanger soigneusement l'hématite et la stocker dans un conteneur fermé. Identifier ce récipient comme «Hématite homogène pour étalonnage de tamis de 45 µm». Prélever au moins trois échantillons d'hématite sèche, d'environ 50 g chacun.

4) Les spécifications ASTM relatives aux tamis autorisent une variation de ± 5 µm.

**5.6.3** Soumettre à l'essai chacun des échantillons, conformément à 8.9, en utilisant le tamis certifié décrit en 5.6.1.

**5.6.4** Calculer le pourcentage retenu pour chaque échantillon à l'aide de l'équation suivante:

$$\% \text{ de résidu, } R = 100 \frac{(\text{masse de résidu, g})}{(\text{masse de l'échantillon, g})} \quad (1)$$

**5.6.5** Calculer le pourcentage moyen de produit pour étalonnage des essais retenu par le tamis certifié,  $S$ , à l'aide de l'équation suivante:

$$S = \frac{R_1 + R_2 + R_3 + \dots}{N} \quad (2)$$

où:

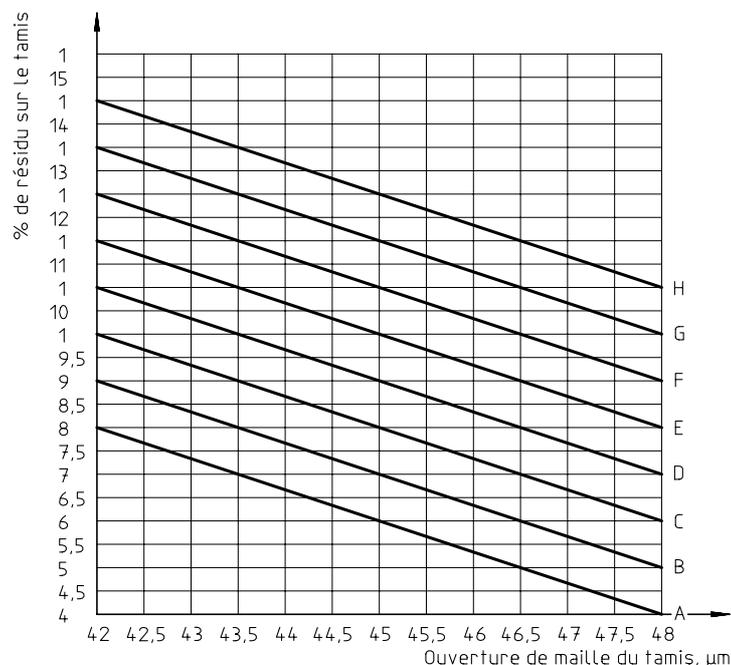
$R_1+R_2+R_3$  est la somme des résultats de chaque essai individuel;

$N$  est le nombre d'échantillons soumis à l'essai.

Les valeurs correspondant à chaque échantillon individuel doivent se trouver dans une plage à  $\pm 0,5\%$  de la valeur moyenne. Si ce n'est pas le cas, il est nécessaire de revoir la technique de la procédure d'essai et le fonctionnement des équipements afin de trouver les sources d'erreur. Effectuer les corrections requises et renouveler l'essai.

**5.6.6** À partir de l'intersection entre le pourcentage retenu et l'ouverture de maille du tamis certifié, sur le graphique d'étalonnage du tamis, figure 2, déterminer la ligne d'étalonnage (A, B, C, etc.) devant être utilisée pour le récipient spécifique de produit pour étalonnage des essais. Enregistrer ces données et identifier le récipient avec cette valeur.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 13500:1998  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c901c74-7b6a-46c4-bd3b-e6ba7ab20d34/iso-13500-1998>



**Figure 2 — Graphique d'étalonnage du tamis 45 µm**

**5.6.7** Répéter les opérations de 5.6.2 à 5.6.4, en remplaçant le tamis certifié par le tamis de travail devant être étalonné.

**5.6.8** Calculer le pourcentage moyen de produit pour étalonnage des essais,  $R_a$ , retenu par le tamis de travail, en utilisant l'équation suivante:

$$R_a = \frac{R_1 + R_2 + R_3 + \dots}{N} \quad (3)$$

Les valeurs correspondant à chaque échantillon individuel doivent se trouver dans une plage à  $\pm 0,2$  de la valeur moyenne. Si ce n'est pas le cas, il est nécessaire de revoir la technique de la procédure d'essai et le fonctionnement des équipements afin de trouver les sources d'erreur. Effectuer les corrections requises et renouveler l'essai en commençant par l'opération décrite en 5.6.7.

**5.6.9** A partir du graphique d'étalonnage du tamis, figure 2, déterminer l'ouverture de maille du tamis de travail, égale à la valeur entière la plus proche de l'intersection entre le pourcentage retenu et la ligne d'étalonnage, comme indiqué en 5.6.6 ci-dessus. Enregistrer l'ouverture de maille du tamis de travail et identifier le tamis étalonné ainsi que le récipient de produit pour étalonnage des essais.

**5.6.10** A partir du tableau 2, déterminer la valeur de correction ( $C$ ) relative au tamis de travail. Enregistrer cette valeur et l'identifier avec la référence du tamis étalonné et du récipient de produit spécifique pour étalonnage des essais.

NOTE La valeur de correction relative au tamis, obtenue comme spécifié à l'aide du tableau 2, est un nombre qui doit être ajouté au pourcentage retenu obtenu sur un échantillon d'essai. (Les valeurs négatives sont soustraites.)

**Tableau 2 — Valeurs de correction relatives aux tamis de 45  $\mu\text{m}^5$**

Taille du tamis de travail Ouverture moyenne de maille <sup>a</sup> $\mu\text{m}$	Valeur de correction <sup>b</sup> Hématite
42,0	- 2,0
42,5	- 1,7
43,0	- 1,3
43,5	- 1,0
44,0	- 0,7
44,5	- 0,3
45,0	0,0
45,5	+ 0,3
46,0	+ 0,7
46,5	+ 1,0
47,0	+ 1,3
47,5	+ 1,7
48,0	+ 2,0

NOTE Les valeurs de correction sont arrondies au dixième le plus proche.

<sup>a</sup> Déterminée à partir du graphique d'étalonnage de tamis, figure 2.

<sup>b</sup> Valeur devant être ajoutée au résultat d'essai de l'échantillon soumis à l'essai sur le tamis afin de convertir les résultats en valeurs équivalentes pour un tamis de 45  $\mu\text{m}$ . (Les valeurs négatives sont soustraites.)

**5.6.10.1** Exemple de détermination de la valeur de correction d'un tamis pour hématite

Ouverture de maille du tamis certifié: 46,5  $\mu\text{m}$ ;

Pourcentage moyen d'hématite pour étalonnage des essais retenu par le tamis certifié:  $S = 7,0 \%$

Ligne d'étalonnage: C

5) Les spécifications ASTM relatives aux tamis autorisent une variation de  $\pm 3 \mu\text{m}$ .

Pourcentage moyen d'hématite pour étalonnage des essais retenu par le tamis de travail:  $R_a = 9,7 \%$ ;

Ouverture de maille du tamis de travail (déterminée à partir du graphique d'étalonnage du tamis, figure 2):  $42,5 \mu\text{m}$ ;

Valeur de correction (déterminée à partir du tableau 2):  $C = -1,7 \%$

#### 5.6.10.2 Exemple d'application de la valeur de correction d'un tamis

Valeur de correction du tamis:  $C = -1,7 \%$ ;

Pourcentage d'échantillon d'essai retenu:  $R_s = 8,8 \%$ ;

Pourcentage corrigé d'échantillon d'essai retenu:  $R_c = 8,8 \% + (-1,7 \%) = 7,1 \%$

## 5.7 Procédure d'étalonnage — Aréomètres

**5.7.1** Étalonner chaque aréomètre devant être utilisé en faisant appel à une solution dispersante présentant la même concentration que celle utilisée dans l'essai, à des températures comprises dans la plage de températures d'essai prévues, et en lisant les valeurs au niveau du sommet du ménisque plutôt qu'au niveau de sa base. Étalonner chaque aréomètre en appliquant le mode opératoire décrit ci-après.

**5.7.2** Préparer un litre de solution dispersante, comme suit.

**5.7.2.1** Introduire  $125 \text{ cm}^3 \pm 2 \text{ cm}^3$  ( $125 \text{ g} \pm 2 \text{ g}$ ) de solution dispersante provenant de la procédure d'essai (voir 7.11.1) dans une fiole jaugée de 1 l.

**5.7.2.2** Diluer cette solution avec de l'eau déminéralisée jusqu'au repère  $1\ 000 \text{ cm}^3$ . Mélanger soigneusement.

**5.7.3** Placer la solution dispersante dans une éprouvette de sédimentation. Placer ensuite l'éprouvette dans un bain à température constante. Régler la température du bain à la température minimale prévue pour un essai réel. Laisser la solution atteindre cette température d'équilibre  $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Plonger l'aréomètre devant être étalonné et attendre au moins 5 min afin que l'aréomètre et la solution atteignent la température du bain.

**5.7.4** Relever la mesure de l'aréomètre au sommet du ménisque formé par la tige, et relever la mesure du thermomètre. Répéter ces relevés de mesures à intervalles minimum de 5 min afin d'obtenir au moins quatre mesures de chaque paramètre.

**5.7.5** Calculer la mesure moyenne de l'aréomètre et la désigner par  $R_1$ . Calculer la mesure moyenne de température et la désigner par  $T_1$ .

**5.7.6** Répéter les opérations selon 5.7.3 et 5.7.4, en réglant cette fois la température du bain à la température maximale d'essai prévue. Calculer la moyenne des mesures indiquées par l'aréomètre et le thermomètre, et les désigner respectivement par  $R_2$  et  $T_2$ .

**5.7.7** Calculer la pente de la courbe de correction ( $M_c$ ) relative à l'aréomètre, à l'aide de l'équation suivante:

$$M_c = 1000 \frac{(R_1 - R_2)}{(T_2 - T_1)} \quad (4)$$

où

$R_1$  est la mesure moyenne à l'aréomètre, à la température la plus basse;

$R_2$  est la mesure moyenne à l'aréomètre, à la température la plus élevée;

$T_1$  est la mesure moyenne de température, à la température la plus basse;

$T_2$  est la mesure moyenne de température, à la température la plus élevée.

NOTE Il est possible de mesurer la température en degrés Celsius ou en degrés Fahrenheit, du moment que toutes les mesures et tous les calculs sont effectués avec les mêmes unités (y compris l'utilisation ultérieure de l'aréomètre pour les essais de routine).