

---

---

**Céramiques techniques — Préparation de  
l'échantillon pour la détermination de la  
répartition granulométrique des poudres  
céramiques**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —  
Sample preparation for the determination of particle size distribution of  
ceramic powders*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 14703:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-  
6752cb72e930/iso-14703-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 14703:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Milieux de dispersion</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Désagglomération de l'échantillon</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Suspension et dispersion de l'échantillon</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Traitement de la suspension</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Notification des conditions préparatoires</b> .....	<b>6</b>

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

ISO 14703:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 14703 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

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

[ISO 14703:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000>

# Céramiques techniques — Préparation de l'échantillon pour la détermination de la répartition granulométrique des poudres céramiques

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une technique générale de préparation d'un échantillon aqueux, qui est commune aux analyses dimensionnelles de matériaux céramiques sous forme de poudres fines. L'analyse de la répartition granulométrique de particules fines dépend en grande partie de la préparation de l'échantillon.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 14703:2000

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

6752cb72e930/iso-14703-2000

ISO 8213:1986, *Produits chimiques à usage industriel — Techniques de l'échantillonnage — Produits chimiques solides de petite granulométrie et agglomérats grossiers.*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **particules fines**

particules dont les dimensions sont inférieures à quelques micromètres

### 3.2

#### **préparation de l'échantillon**

procédé comprenant la désagglomération, la dispersion d'un échantillon d'essai et le traitement de la suspension en différentes étapes, jusqu'à la prise d'essai

### 3.3

#### **échantillon d'essai**

partie représentative d'une quantité de matière

### 3.4

#### **prise d'essai**

quantité de matière prélevée dans l'échantillon d'essai, entièrement utilisée au cours de ce dernier

3.5

**milieu de dispersion**

liquide dans lequel l'échantillon est dispersé et mis en suspension

3.6

**Na-HMP**

hexamétaphosphate de sodium

**4 Échantillonnage**

La méthode d'échantillonnage, depuis une quantité de matière jusqu'à un échantillon d'essai, doit répondre aux exigences de l'ISO 8213. À défaut, les méthodes spécifiées dans une norme nationale, ou faisant l'objet d'accords mutuels, doivent être appliquées.

**5 Milieux de dispersion**

**5.1 Types de milieux de dispersion**

**5.1.1 Solution aqueuse de Na-HMP**

Il convient d'utiliser une solution de Na-HMP ayant une concentration en masse comprise entre 0,01 % à 0,1 % pour les échantillons insolubles ou pouvant être considérés comme tels. Le milieu de dispersion ne doit pas être âgé de plus de deux jours après sa préparation. Il convient que l'eau soit équivalente à l'eau de qualité 1 selon l'ISO 3696.

(standards.iteh.ai)

**5.1.2 Éthanol**

ISO 14703:2000

Il convient d'utiliser de l'éthanol de qualité analytique ou supérieure pour les échantillons solubles dans l'eau ou réactifs à l'eau.

<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60718370-310c-41f6-9075-6752cb72e930/iso-14703-2000>

**5.1.3 Autres milieux de dispersion**

Au cas où l'on n'obtiendrait pas d'effets de dispersion suffisants avec une solution aqueuse de Na-HMP ou avec de l'éthanol, il est possible d'utiliser d'autres milieux de dispersion tels qu'une solution de dispersant contenant des polymères, sous réserve de satisfaire aux conditions suivantes:

- a) le milieu de dispersion ne doit contenir aucune particule solide ou liquide;
- b) le milieu de dispersion doit imprégner entièrement le matériau de l'échantillon;
- c) l'échantillon ne doit pas provoquer de dissolution, de gonflement, de rétrécissement ou de coagulation du matériau particulaire;
- d) le milieu de dispersion ne doit pas mousser lors de l'agitation aux ultrasons;
- e) il convient d'utiliser des réactifs de qualité analytique ou supérieure pour élaborer le milieu de dispersion;
- f) pour les méthodes de sédimentation humide, le milieu de dispersion et le matériau de l'échantillon doivent être de masse volumique différente;
- g) pour la méthode de diffraction au laser, le milieu de dispersion et le matériau de l'échantillon doivent présenter un indice de réfraction différent.

## 5.2 Évaluation des états de dispersion pour la sélection du milieu de dispersion

Il convient de procéder à l'évaluation des états de dispersion en utilisant l'une ou plusieurs des techniques suivantes, afin de sélectionner le milieu de dispersion ou la concentration du dispersant.

- Mesurage du potentiel zêta: il faut utiliser la valeur absolue maximale du potentiel zêta, de préférence supérieure à 60 mV.
- Observation du processus de sédimentation: aucune limite nette ne doit être décelable entre le liquide surnageant et la suspension en cours de sédimentation (voir Figure 1).
- Observation du sédiment: le sédiment doit être aussi dense que possible (voir Figure 2).
- Mesurage de la distribution des tailles de particules: il faut obtenir une courbe de distribution des tailles de particules les plus fines en considérant celles dont la dispersion est la meilleure.

NOTE Il est souhaitable que la méthode de mesurage du potentiel zêta soit conforme aux méthodes spécifiées dans une norme nationale, ou définies selon un accord mutuel.

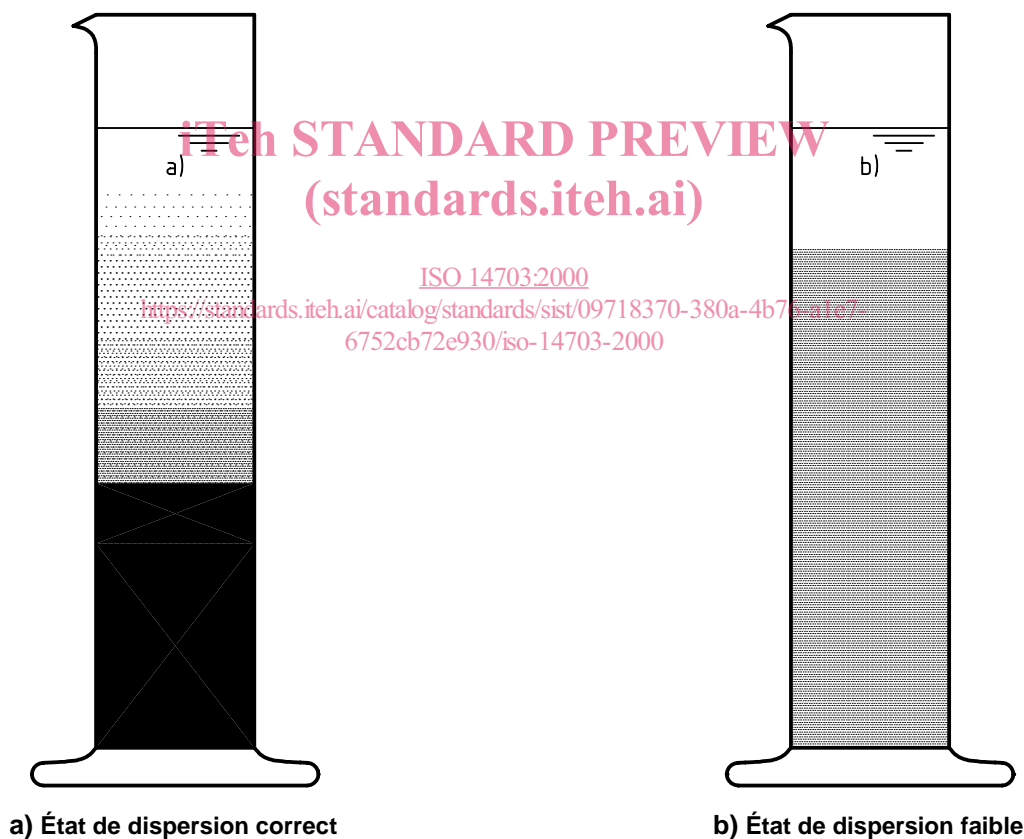


Figure 1 — Processus de sédimentation

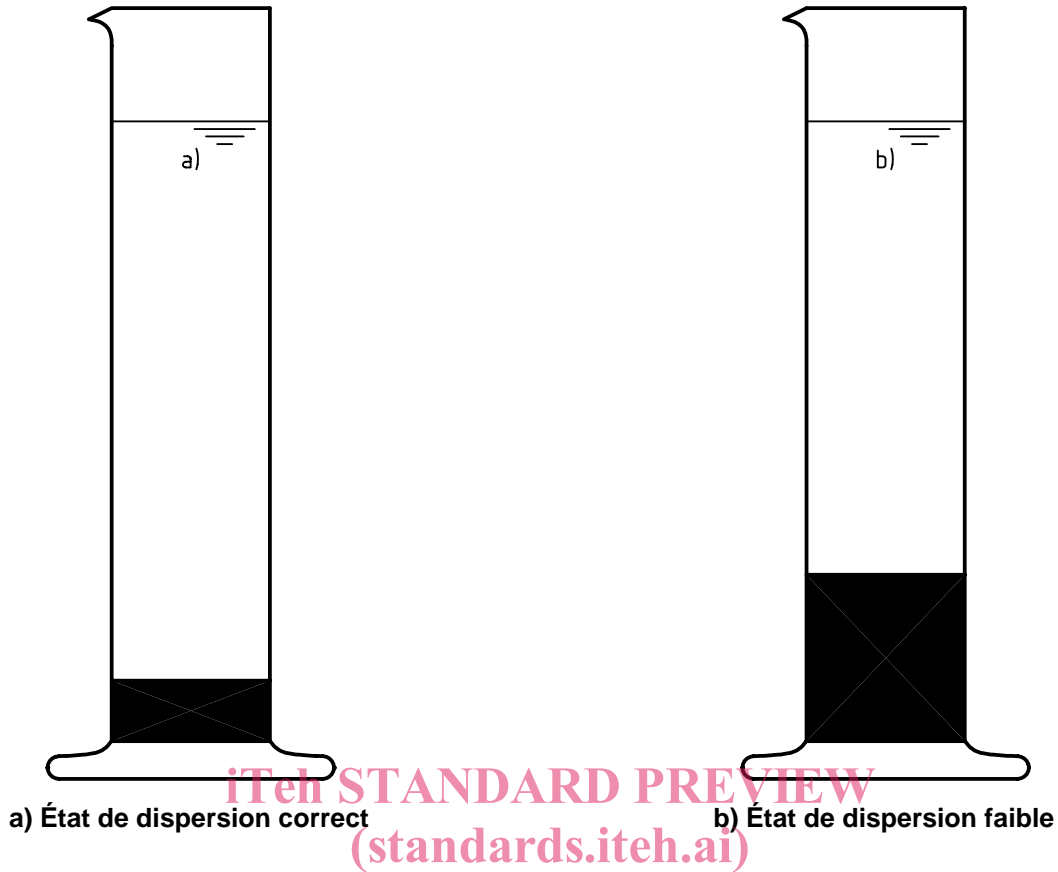


Figure 2 — Sédiments

ISO 14703:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09718370-380a-4b76-a1e7-6752cb72e930/iso-14703-2000>

## 6 Désagglomération de l'échantillon

**6.1** Pour améliorer la reproductibilité de l'analyse dimensionnelle, il convient que l'échantillon soit désaggloméré à l'aide d'un mortier et d'un broyeur, d'après le mode opératoire suivant.

**6.2** Placer l'échantillon pesé sur un mortier anhydre.

**6.3** Désintégrer vigoureusement l'échantillon à l'aide d'un pilon, en utilisant toute la paroi interne du mortier, jusqu'à ce que la plus grande partie de l'échantillon y adhère.

**6.4** Racler l'échantillon adhérent au mortier à l'aide d'une spatule ou d'un ustensile équivalent, et le recueillir au fond du mortier.

**6.5** Répéter cinq fois les opérations 6.3 et 6.4.

NOTE 1 Si l'on sait que l'échantillon est constitué de particules primaires séparées, la désagglomération n'est pas nécessaire.

NOTE 2 La désagglomération n'est pas nécessaire pour déterminer les tailles de particules de l'échantillon «à l'état reçu» ou «comme tel».



## 7 Suspension et dispersion de l'échantillon

### 7.1 Suspension de l'échantillon

L'échantillon doit être mis en suspension dans le milieu de dispersion à une concentration donnée. La concentration doit être diluée, mais de masse volumique supérieure à la concentration appropriée pour la technique instrumentale utilisée. Du fait que la contenance du récipient et la quantité de suspension peuvent influencer sur l'état de dispersion, ces données doivent être consignées.

### 7.2 Agitation aux ultrasons de l'échantillon

#### 7.2.1 Agitation aux ultrasons de l'échantillon

Procéder à la dispersion de l'échantillon à l'aide d'un ou plusieurs des appareils suivants.

- Bains d'ultrasons: la dispersion doit être effectuée en contrôlant la qualité de l'eau contenue dans le bain aux ultrasons de manière à produire l'effet de dispersion le plus puissant, et en ajustant la position du récipient pour produire la plus forte intensité ultrasonique.
- Homogénéiseur aux ultrasons: la suspension ne doit être contaminée par aucune particule étrangère produite par l'embout. L'orifice de sortie, la taille et la position de l'embout peuvent influencer sur l'état de dispersion et doivent donc être consignés.

NOTE 1 Lorsque les particules étrangères sont des particules magnétiques, elles peuvent être éliminées au moyen d'un agitateur magnétique.

NOTE 2 Lorsque l'agitation aux ultrasons provoque une élévation notable de la température à raison de plusieurs degrés Celsius, il convient de refroidir l'échantillon avec de l'eau refroidie brusquement par de la glace.

#### 7.2.2 Temps d'agitation aux ultrasons

La suspension contenant l'échantillon doit être agitée jusqu'à ce que la taille des particules obtenue, par exemple le diamètre médian, devienne définitivement indépendante du temps d'agitation. Si la taille des particules ne devient pas constante et continue à décroître avec le temps d'agitation, il est possible d'arrêter l'agitation en un point donné, après lequel il convient de procéder à l'analyse dimensionnelle en mentionnant ce point.

NOTE L'agitation aux ultrasons n'est pas nécessaire pour l'analyse dimensionnelle de l'échantillon «à l'état reçu» ou «comme tel».

## 8 Traitement de la suspension

### 8.1 Contrôle de la concentration

Après l'agitation aux ultrasons, la concentration doit être ajustée à l'aide du même milieu de dispersion, jusqu'à ce qu'elle soit appropriée pour la technique instrumentale qui précède immédiatement le mesurage dimensionnel.

### 8.2 Modifications au fil du temps

La suspension doit être maintenue en agitation afin d'éviter la sédimentation des grosses particules et la réagglomération, qui se produisent lorsque la suspension est au repos. Lorsque la réagglomération ne peut pas être empêchée par une agitation, il convient de revoir le type et la concentration du dispersant.

### 8.3 Prélèvement de la prise d'essai

Lorsqu'une prise d'essai est prélevée dans la suspension de l'échantillon d'essai, la suspension doit être agitée suffisamment pour éviter la séparation.