
**Détermination de la distribution
granulométrique par les méthodes de
sédimentation par gravité dans un liquide —**

**Partie 3:
Méthode aux rayons X par gravité**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Determination of particle size distribution by gravitational liquid
sedimentation methods —*

Part 3: X-ray gravitational technique

[ISO 13317-3:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030d20/iso-13317-3-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030d20/iso-13317-3-2001>



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 13317-3:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030df20/iso-13317-3-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030df20/iso-13317-3-2001>

© ISO 2001

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 au 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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1	1
2	1
3	2
4	2
5	2
6	2
7	2
8	3
9	4
10	5
11	6
12	7
13	7

Annexe

A	iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)	9
Bibliographie.....		11

[ISO 13317-3:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030df20/iso-13317-3-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09043a08-9f63-4b2a-a036-95de2030df20/iso-13317-3-2001>

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 partie de l'ISO 13317 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 13317-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 24, *Tamis, tamisage et autres méthodes de séparation granulométrique*, sous-comité SC 4, *Granulométrie par procédés autres que tamisage*.

L'ISO 13317 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide*.

- *Partie 1: Principes généraux et lignes directrices*
- *Partie 2: Méthode de la pipette fixe*
- *Partie 3: Méthode aux rayons X par gravité*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 13317 est donnée uniquement à titre d'information.

Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide —

Partie 3:

Méthode aux rayons X par gravité

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — La présente partie de l'ISO 13317 n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 13317 d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13317 décrit une méthode de détermination de la distribution granulométrique d'une poudre dispersée dans un liquide, par la méthode de sédimentation par gravité. Le mesurage de la concentration du dépôt de solides présents dans une suspension liquide est effectué par contrôle de l'incrément d'absorption d'un signal provenant d'un faisceau de rayons X.

La méthode de détermination de la distribution granulométrique décrite dans la présente partie de l'ISO 13317 s'applique aux poudres pouvant être dispersées dans des liquides ou dans des poudres sous forme de boues. L'étendue granulométrique typique, utilisée pour l'analyse, est approximativement comprise entre 0,5 μm et 100 μm . Cette méthode s'applique aux matériaux contenant des particules de même composition chimique qui produisent une opacité aux rayons X adéquate.

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 partie de l'ISO 13317. 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 partie de l'ISO 13317 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 787-10, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 10: Détermination de la masse volumique — Méthode utilisant un pycnomètre.*

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

ISO 9276-1, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 1: Représentation graphique.*

ISO 13317-1, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide — Partie 1: Principes généraux et lignes directrices.*

ISO 14887, *Préparation de l'échantillon — Procédures pour la dispersion des poudres dans les liquides.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13317, les termes et définitions données dans l'ISO 13317-1 s'appliquent.

4 Symboles

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13317, les symboles donnés dans l'ISO 13317-1 ainsi que les suivants s'appliquent:

x_{St}	diamètre sphérique équivalent de Stokes (m) (unité pratique: micromètre, μm)
η	viscosité du liquide de suspension (Pa·s), (unité pratique: mPa·s)
h	hauteur de sédimentation (m)
ρ_s	masse volumique de l'échantillon [densité effective] ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
ρ_l	masse volumique du liquide ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
g	accélération due à la pesanteur ($9,807 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$)
t	durée de sédimentation (en secondes, s)
B	fonction du numéro atomique des constituants de l'échantillon dans le faisceau
C	concentration de l'échantillon dans le faisceau
I_0	atténuation du faisceau de rayons X émergent traversant le liquide de suspension
I	atténuation du faisceau de rayons X émergent à travers la suspension, à la hauteur de sédimentation (h), à l'instant t
D	densité de rayons X [$\lg(I_0/I)$]

5 Échantillonnage

La procédure d'échantillonnage doit être conforme à l'ISO 13317-1.

6 Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés conformément à l'ISO 9276-1.

7 Principe

La concentration de l'échantillon dispersé est mesurée par l'atténuation d'un faisceau de rayons X. Un faisceau collimaté, étroit et stable de rayons X traverse la suspension de l'échantillon; il est détecté à une hauteur définie par rapport au sommet de la cuve pour échantillon. Pendant toute la durée de l'analyse, la cuve est entièrement remplie avec la suspension d'échantillon. La hauteur de décantation, h , à laquelle est déterminée la concentration des particules, C , peut être abaissée au cours de l'analyse afin d'obtenir une analyse plus rapide que ne le permettraient des mesurages tous effectués à une même valeur, h . Le pourcentage cumulé en masse d'échantillon à une hauteur de sédimentation donnée est déterminé en continu. L'atténuation du signal fourni par les rayons X à la hauteur connue est comparée à l'atténuation obtenue avec le liquide de suspension, ainsi qu'à l'atténuation obtenue avec l'échantillon dispersé de manière homogène dans le liquide. L'atténuation du faisceau de rayons X émergent est proportionnelle à la masse de poudre présente dans le faisceau, et elle est exprimée par la formule suivante:

$$I = I_0 \exp(-BC) \quad (1)$$

ou

$$C = (-1/B) \ln(I/I_0) \quad (2)$$

La densité de rayons X, D , est exprimée sous la forme suivante:

$$D = -BC \lg e \quad (3)$$

et

$$D = \lg(I_0/I) \quad (4)$$

donc

$$D = -BC \lg e = \lg(I_0/I) \quad (5)$$

Le diamètre de Stokes x_{St} correspondant à la densité de rayons X à la hauteur de sédimentation h et à l'instant t , est calculé ainsi:

$$x_{St} = \left[\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_l) g t} \right]^{1/2} \quad (6)$$

La densité D de rayons X est proportionnelle à la concentration C , et donc à la masse d'échantillon dans le faisceau. Un graphique de la densité D de rayons X, relevé en fonction de la durée t et de la hauteur h , par rapport à

$$\sqrt{18\eta h / (\rho_s - \rho_l) g t}$$

donne la distribution en masse cumulée en fonction du diamètre sphérique équivalent.

8 Appareillage

8.1 Appareillage principal

L'appareillage principal (voir Figure 1) se compose généralement d'un compartiment d'analyse thermostaté, d'une chambre de mélange, d'un système de canalisations permettant la circulation du liquide de suspension ou de la suspension d'échantillon, d'un système détecteur/source de rayons X et d'un module de commande permettant de commander l'appareillage, d'acquies et de traiter les données. La cuve de sédimentation à l'intérieur du compartiment d'analyse thermostaté peut être repositionnée par rapport au détecteur et à la source de signal au cours de l'analyse, pour diminuer la durée de cette dernière. Il est également possible d'utiliser d'autres modèles, comme celui dans lequel le détecteur et la source de rayons X se déplacent, alors que la cuve de sédimentation demeure stationnaire.

Il convient d'éviter l'emploi d'un agitateur magnétique, si l'on doit soumettre à l'essai des particules sensibles aux champs magnétiques. Dans ce cas, la dispersion peut être maintenue au moyen d'un agitateur mécanique.

8.2 Appareillage auxiliaire

Bain à ultrasons, sonde ou agitateur mécanique à vitesse rapide, capable d'effectuer 500 tours à 1 000 tours par minute.

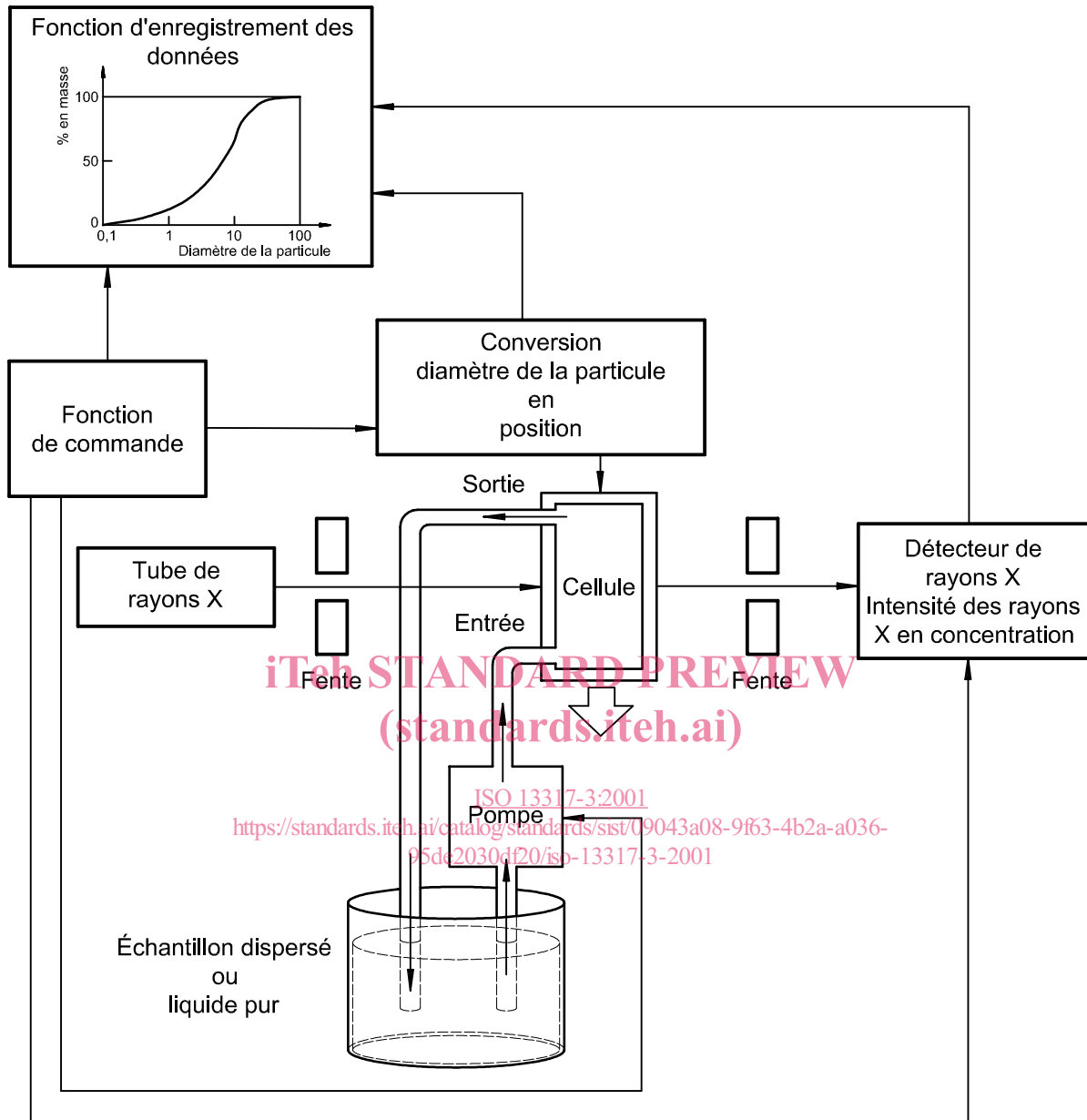


Figure 1 — Schéma de l'appareillage type pour la méthode aux rayons X par gravité

9 Préparation de l'échantillon

Un échantillon représentatif doit être prélevé conformément à l'ISO 8213. Il doit être dispersé conformément à l'ISO 14887, dans un milieu de suspension d'une viscosité et d'une transparence aux rayons X appropriées. Le recours à des agents dispersants et à une agitation mécanique ou par ultrasons pour faciliter la dispersion doit être précisé dans le rapport d'essai. De manière générale, l'analyse nécessite un échantillon dispersé de 50 ml. La concentration de l'échantillon est préparée conformément aux instructions du fabricant. Des concentrations d'échantillon plus élevées peuvent être nécessaires avec les poudres ayant un faible coefficient d'absorption des rayons X. Il n'est pas nécessaire de connaître la concentration exacte de l'échantillon, mais il convient de contrôler l'influence de celle-ci. Il est préférable d'utiliser la concentration minimale de la suspension compatible avec la méthode de mesurage (voir l'ISO 13317-1). La concentration d'échantillon requise produit généralement une réduction du signal fourni par le faisceau de 10 % à 30 % par rapport au signal observé avec le liquide de suspension. L'échantillon peut être dispersé dans un milieu aqueux ou organique. Il est possible d'utiliser tout liquide compatible avec les matériaux cons-

titutifs de la cuve, et dont le pouvoir d'absorption des rayons X est faible. Les liquides généralement utilisés sont l'eau, les glycols, le kérosène, le pétrole brut, les alcools et l'éther de pétrole. Il est recommandé que la viscosité du milieu de suspension ait une valeur telle que le nombre de Reynolds de la plus grande particule à mesurer soit $\leq 0,25$ (voir l'ISO 13317-1). Il convient de réduire au maximum les variations de température de la suspension au cours du mesurage (voir 10.3).

La viscosité et la masse volumique du liquide de suspension à la température d'analyse sont indiquées dans le rapport d'essai, de même que la densité effective de l'échantillon. Le liquide de suspension, y compris les agents dispersants à la concentration d'analyse, peut être utilisé comme fluide de déplacement pour déterminer expérimentalement la densité effective de l'échantillon.

10 Mode opératoire

10.1 Généralités

Se référer à l'ISO 13317-1 en ce qui concerne les lignes directrices relatives aux limites de tailles supérieure et inférieure et aux conditions d'essai. La validité du mesurage dépend de la relation de Stokes applicable à l'écoulement fluide de la suspension étudiée. La limite de taille inférieure est en partie fonction de la capacité du système à réduire au maximum les effets de convection thermique et les effets mécaniques. De plus, pour la fraction de granulométrie fine, des effets de mouvement brownien peuvent contribuer à disperser verticalement des particules de même granulométrie provenant de la même hauteur de sédimentation.

10.2 Détermination de la ligne de base

Déterminer l'atténuation du signal fourni par les rayons X en utilisant que le liquide de suspension dans la cuve (0 % de solides). Quand cela est possible, il est recommandé de procéder à un balayage de la ligne de base de toute la partie de mesurage de la cuve, afin de pouvoir procéder ultérieurement à la correction des données relatives à la suspension d'échantillon correspondant. Le balayage de la ligne de base de toute la partie de mesurage de la cuve est recommandé parce qu'il permet une correction optimale de la variation de l'épaisseur de la fenêtre de la cuve, ou de l'alignement non parallèle des fenêtres de la cuve.

10.3 Équilibrage de la température

Introduire la suspension d'échantillon dispersée dans la chambre de mélange, et faire circuler la suspension dans la cuve pour échantillon pendant 60 s à 90 s. Vérifier que le compartiment d'analyse fonctionne dans la plage de température spécifiée, de préférence dans une intervalle de ± 1 K par rapport au point de consigne de la température.

10.4 Élimination des bulles

Vérifier par voie manuelle ou automatique la présence de bulles d'air dans la cuve. Si des bulles d'air sont détectées, les éliminer de manière manuelle ou automatique. Si des bulles d'air sont de nouveau détectées, effectuer un nouveau contrôle avant le début de l'analyse. Répéter ces opérations de détection et d'élimination des bulles jusqu'à confirmation de l'absence de bulles.

10.5 Réglage de la concentration

Pendant que la suspension continue de circuler dans la cuve pour échantillon, déterminer le réglage de la concentration de l'échantillon initial à 100 %, conformément aux instructions du fabricant. En fonction de l'appareillage, ce réglage est effectué couramment soit par tracé manuel du point 100 % sur le graphique d'enregistrement de l'échantillon, soit par détection et stockage automatiques du signal en vue du calcul ultérieur. Il est possible d'effectuer un balayage de la totalité de la partie de mesurage de la cellule pour le réglage de la concentration à 100 %, parce qu'il permet de corriger de manière optimale la variation de l'épaisseur de la fenêtre de la cellule, ou l'alignement non parallèle des fenêtres, lorsqu'on l'associe à un balayage similaire de la ligne de base.