
**Transmissions hydrauliques — Étalonnage
des compteurs automatiques de particules
en suspension dans les liquides —
Procédures utilisées pour certifier le
matériau de référence normalisé SRM 2806**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Hydraulic fluid power — Calibration of liquid automatic particle counters —
Procedures used to certify the standard reference material SRM 2806*
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 16144:2002](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-
e85049cfdddd/iso-tr-16144-2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfdddd/iso-tr-16144-2002)



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/TR 16144:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfddd/iso-tr-16144-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfddd/iso-tr-16144-2002>

© ISO 2002

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

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Équipement et matériau.....	1
2.1 Poudre d'essai	1
2.2 Fluide d'essai.....	1
2.3 Boucle de préparation des échantillons	2
2.4 Appareillage pour la préparation des membranes	2
2.5 Microscope électronique à balayage et analyseur d'image.....	2
3 Validation de l'équipement.....	3
3.1 Validation de la préparation des échantillons.....	3
3.2 Validation de l'étalonnage du microscope	4
3.3 Validation de la préparation de la membrane	5
3.4 Membrane et essai de stabilité du SRM 2806.....	7
4 Protocole d'essai.....	7
4.1 Préparation de la suspension d'étalonnage SRM 2806.....	7
4.2 Préparation de la membrane.....	7
4.3 Examen de la membrane et comptage des particules.....	8
5 Traitement des données	12
Bibliographie.....	19
	ISO/TR 16144:2002
	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfddddd/iso-tr-16144-2002

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

Exceptionnellement, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique par exemple), il peut décider, à la majorité simple de ses membres, de publier un Rapport technique. Les Rapports techniques sont de nature purement informative et ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent Rapport technique 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.

L'ISO/TR 16144 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 131, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques*, sous-comité SC 6, *Contrôle de la contamination*.

Introduction

Dans les systèmes hydrauliques, la contribution des particules solides à l'usure est importante. L'industrie des transmissions hydrauliques, l'industrie aéronautique et le secteur militaire utilisent les technologies des compteurs optiques automatiques de particules (CAP) pour évaluer le degré de contamination de l'huile hydraulique par des particules en suspension. L'importance de la contamination est souvent liée à l'intégrité du système et à l'utilisation du fluide. Les CAP sont également employés dans divers essais de filtres à huile par leurs fabricants et leurs utilisateurs. La méthode normalisée ISO 4402:1991^[1] a été utilisée pendant près de 30 ans pour étalonner des compteurs optiques de particules en termes de granulométrie en fonction de la concentration des particules.

Le matériau d'étalonnage utilisé dans l'ISO 4402:1991 est de la fine poudre d'essai pour épurateur d'air (ACFTD) que produisait un département de l'entreprise General Motors. Ce matériau est constitué d'une poudre polydispersée ayant le plus grand nombre de particules, comme indiqué dans l'ISO 4402:1991, dans la plage de dimensions allant de 1 µm à 80 µm de diamètre (la concentration des particules augmente avec la diminution du diamètre). Au-delà d'environ 100 µm, on observe une faible concentration de particules. L'emploi de l'ACFTD a parfois posé des problèmes d'étalonnage à ces dimensions. Le premier sujet de préoccupation récurrent a été le manque d'exactitude de la distribution granulométrique dans le domaine de faible granulométrie (< 10 µm) de la distribution^{[2], [3], [4], [5]}. De nombreux chercheurs ont noté qu'il y a dans l'ACFTD plus de particules inférieures à 10 µm qu'indiqué dans l'ISO 4402:1991. Second facteur, non moins important, le fournisseur a cessé de produire l'ACFTD.

Il a été jugé indispensable de produire une nouvelle méthode normalisée (*Transmissions hydrauliques — Étalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides*) utilisant un nouveau matériau de référence normalisé (SRM)^[6]. Il a été demandé au National Institute of Standards and Technology (NIST) d'élaborer un SRM à utiliser par le secteur des transmissions hydrauliques. Les utilisateurs y gagneront en précision, le matériau unique ayant une provenance unique, et l'exactitude étant accrue du fait de la caractérisation des dimensions^[7]. Le nouveau SRM nommé le SRM 2806, est composé d'un matériau de référence normalisé (ISO MTD) en suspension dans un fluide hydraulique MIL-H 5606. Le nombre de particules par millilitre supérieur aux dimensions spécifiées a été déterminé pour ce matériau.

1) Annulée en 1999 et remplacée par l'ISO 11171:1999.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 16144:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfddd/iso-tr-16144-2002>

Transmissions hydrauliques — Étalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides — Procédures utilisées pour certifier le matériau de référence normalisé SRM 2806

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique décrit les procédures utilisées par le National Institute of Standards and Technology (NIST) des États-Unis pour la certification du matériau d'étalonnage SRM 2806, qui est utilisé pour l'étalonnage primaire des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides.

Le SRM 2806 est une suspension d'ISO MTD dans un fluide hydraulique avec une distribution granulométrique en nombre certifiée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) et de techniques d'analyse d'image.

2 Équipement et matériel

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.1 Poudre d'essai

2.1.1 Matériau de référence normalisé SRM 2806

ISO/TR 16144:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049c61d1d/iso-tr-16144-2002>

Le matériau particulaire utilisé est une poudre de silice obtenue par broyage au jet de sable du désert d'Arizona, soumise ensuite à une classification par air pour donner une distribution granulométrique cohérente. Il existe plusieurs qualités de poudre selon leur granulométrie, et leurs propriétés sont spécifiées dans l'ISO 12103-1^[8].

La poudre utilisée pour préparer le SRM 2806 est une poudre ISO 12103-A3, également appelée ISO MTD; numéro de lot du fournisseur 4390C.

2.1.2 Matériaux de référence RM 8631 et RM 8632

Les matériaux de référence RM 8631 et RM 8632 sont composés d'ISO MTD et de poudre d'essai ISO ultra-fine, numéro de lot 4390C (même lot que le SRM 2806) et 4476 J, respectivement. Ces matériaux de référence (MR) servent de matériaux pour la préparation des étalons secondaires utilisés à l'appui de l'ISO 11171^[9] et du SRM 2806^[10]. Le MR a été reçu en bouteilles de 3,6 kg. La poudre a été séchée et fractionnée en 147 aliquotes de 20 g chacun. L'homogénéité du matériau a été examinée à l'aide de compteurs optiques de particules après mise en suspension dans une huile propre.

2.2 Fluide d'essai

Le fluide d'essai dans lequel l'ISO MTD est mis en suspension est un fluide hydraulique largement utilisé dans le monde entier pour les essais de filtres. Cette huile est définie dans les normes nationales américaine comme la MIL-H 5606 et française AIR 3520, ainsi que dans la spécification de l'OTAN H 515.

Ses propriétés physico-chimiques sont définies dans l'annexe A de l'ISO 16889:1999^[11].

Pour faciliter la dispersion des particules, une faible quantité (50 µg/g) d'agent antistatique est ajoutée à l'huile de façon que sa conductivité résiduelle soit de 1 500 pS/m ± 100 pS/m.

2.3 Boucle de préparation des échantillons

Compte tenu de la demande mondiale de SRM 2806 (livré en flacons de 400 ml) pendant de nombreuses années, il a été nécessaire de préparer et de stocker un grand nombre de flacons pour les ventes ultérieures.

En raison de la vitesse de sédimentation des gros grains de silice, une boucle de mélange spéciale a été réalisée, avec des composantes mécaniques et hydrauliques utilisées afin d'éliminer les particules en suspension broyées. Sa conception suit les recommandations de l'ISO 11943^[12].

Pour garantir l'homogénéité de l'échantillon d'un flacon à l'autre, un volume supplémentaire d'huile a été nécessaire pour l'échantillonnage des flacons de contrôle utilisés comme décrit en 3.1.2.

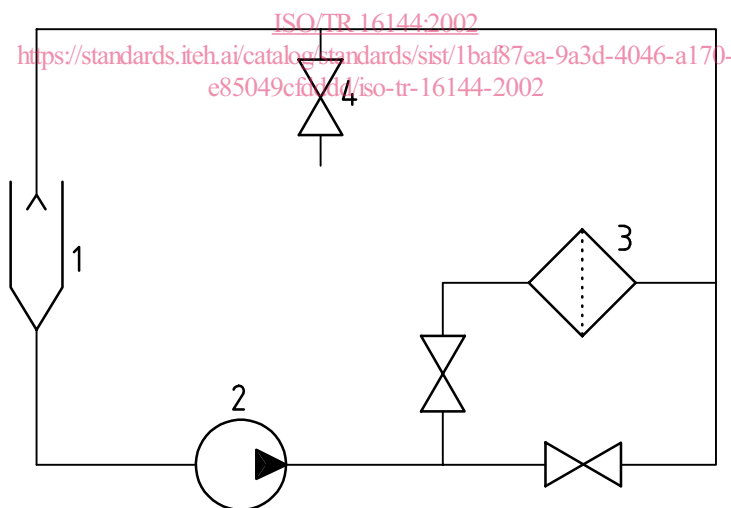
Le schéma de la boucle de préparation des échantillons est représenté à la Figure 1.

2.4 Appareillage pour la préparation des membranes

Les particules sont filtrées sur des membranes de polycarbonate de 25 mm de diamètre, de diamètre de pore 0,2 µm, au moyen de l'appareillage communément utilisé pour déterminer la contamination particulaire des fluides hydrauliques par la méthode gravimétrique de l'ISO 4405^[13] ou par comptage au microscope selon l'ISO 4407^[14]

2.5 Microscope électronique à balayage et analyseur d'image

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilisé pour examiner les particules est un modèle JEOL 840. Les images ont été produites par rétrodiffusion électronique, recueillies sur un MicroVax et analysées avec LISPIX, logiciel de traitement de données du domaine public développé au NIST. LISPIX fonctionne actuellement sur n'importe quel ordinateur.



Légende

- 1 Réservoir de fluide (200 l)
- 2 Pompe de circulation
- 3 Filtre de dépollution
- 4 Prise d'échantillon

Figure 1 — Schéma de la boucle de préparation de la suspension d'étalonnage

3 Validation de l'équipement

3.1 Validation de la préparation des échantillons

3.1.1 Généralités

L'assurance de la qualité tant en production qu'en essai a été établie par un groupe de travail composé de membres américains de deux fabricants de filtres, un fabricant de compteurs de particules, un laboratoire indépendant et le NIST. Les mesurages au CAP ont été effectués par le laboratoire indépendant et par le NIST, ce dernier étant chargé de l'analyse des données.

3.1.2 Essai d'homogénéité/criblage des lots

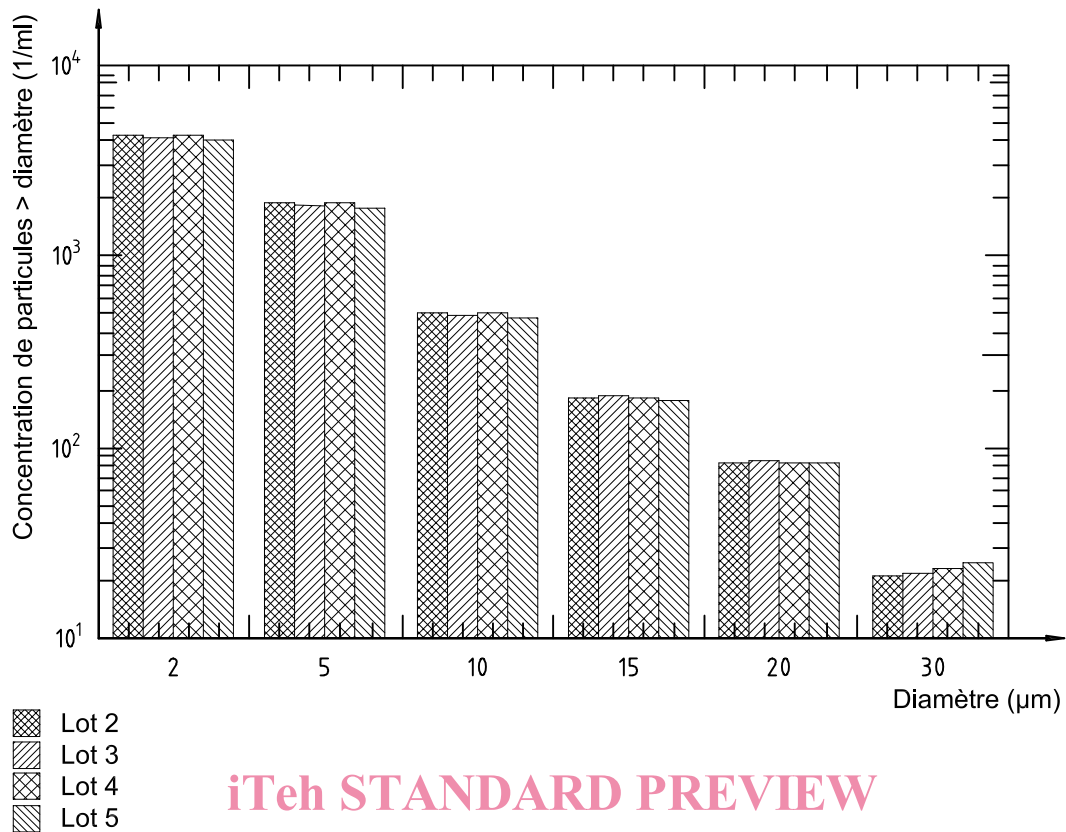
Un modèle d'échantillonnage expérimental a été conçu et mis en œuvre au NIST pour mesurer l'homogénéité de flacon à flacon et, dans le même temps, identifier les erreurs de mesure systématiques possibles. Dans le processus de production, quatre flacons (a, b, c, d) ont été remplis ensemble à un moment donné. Au total, 320 flacons par lot ont été étiquetés séquentiellement avec des numéros de 1 (a, b, c, d), 2 (a, b, c, d), ..., 80 (a, b, c, d) au fur et à mesure de leur production. Un choix de flacons prélevés dans chaque lot a été soumis à l'essai d'homogénéité dans le laboratoire indépendant et au NIST, au moyen de plusieurs CAP munis de capteurs à absorption de lumière, étalonnés selon l'ISO 4402:1991. Quatre flacons (a, b, c, d) ont été prélevés et analysés à partir des quatre points approximatifs suivants dans le cycle de production: 5 %, 30 %, 60 % et 95 %. Une autre série de quatre flacons contigus aux quatre premiers a été analysée. Par exemple, les 16 premiers flacons 5 a, 5 b, 5 c, 5 d, 25 (a, b, c, d), 50 (a, b, c, d) et 75 (a, b, c, d) ont été analysés dans cet ordre. Ensuite les flacons 6 (a, b, c, d), 26 (a, b, c, d), 51 (a, b, c, d) et 76 (a, b, c, d) sont analysés par le même CAP étalonné. Avec trois sous-échantillons pour chaque flacon, il a été procédé au total à 96 mesurages. Chaque lot de 320 flacons a été soumis à ce mode opératoire ou à une version modifiée de cet essai. Un lot de matériaux a été jugé homogène si le coefficient de variation pour le nombre de particules supérieur à 5 µm, 7 µm, 10 µm, 20 µm et 30 µm ne dépassait pas 4 %, 4 %, 4 %, 5 % et 7 %, respectivement, et si aucune variation systématique n'était présente dans le lot. La distribution granulométrique cumulée a été déterminée dans la plage de dimensions nominales (diamètres) de particule de 1 µm à 80 µm et les mesures ont été comparées pour le même lot de matériaux.

3.1.3 Homogénéité

Afin que l'ensemble des utilisateurs dispose d'une capacité de mesurage de haute précision, il convient qu'un matériau de référence normalisé soit aussi homogène que possible. Des efforts particuliers ont été déployés pour assurer que ce matériau soit produit avec une faible variation d'un flacon à l'autre dans le lot. La variabilité du SRM au sein du lot est présentée dans le Tableau 1, exprimée sous la forme de l'écart-type relatif pour les mesurages au sein du lot. La Figure 2 représente la comparaison entre lots sous la forme d'un histogramme. Cet histogramme est constitué des valeurs moyennes des comptages cumulés des particules pour le même volume de fluide analysé.

Tableau 1 — Variabilité observée au sein d'un lot de matériaux

Supérieur à la dimension µm	Écart-type relatif %
5	1,1
10	1,3
15	2,0
20	3,8
30	6,7



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 2 — Comptage des particules dans quatre lots d'ISO MTD pour vérifier l'homogénéité entre flacons

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1baf87ea-9a3d-4046-a170-e85049cfddddd/iso-tr-16144-2002>

3.2 Validation de l'étalonnage du microscope

3.2.1 Étalonnage du microscope

Le SRM 484d, étalon pour grossissement au microscope électronique à balayage (MEB) du NIST, est monté dans les directions x et y (orthogonale) sur la platine porte-échantillon du MEB et utilisé conjointement avec chaque échantillon afin d'étalonner la longueur x-y pour la mesure dimensionnelle des particules. Le SRM 1960, constitué de billes de polystyrène de 1 µm, a été examiné selon les mêmes modes opératoires que ceux utilisés pour les particules de poudre, afin de vérifier le mode opératoire. L'analyse élémentaire est conduite sur un sous-ensemble de particules de poudre de l'échantillon de filtre par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie, pour garantir, dans les limites de l'expérience, que seule la poudre minérale est analysée et qu'aucun autre matériau particulaire contaminant n'est présent.

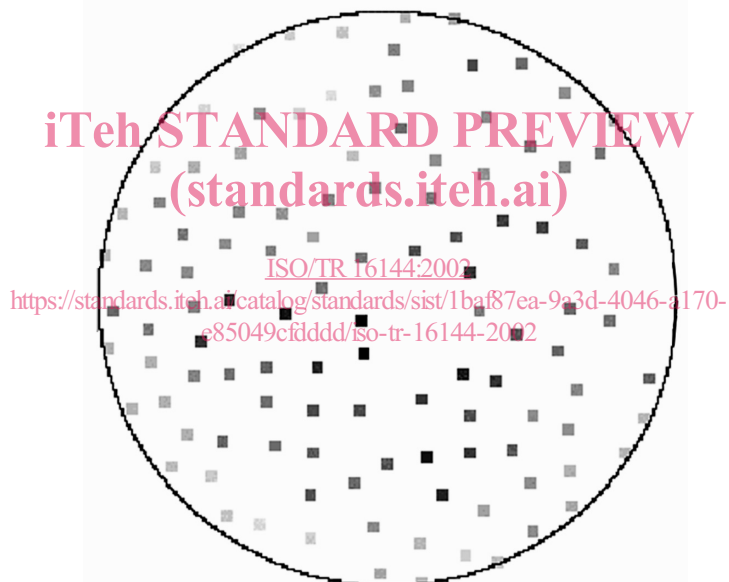
3.2.2 Traçabilité

La granulométrie est traçable jusqu'à un mesurage primaire, l'interférométrie optique, avec le SRM 484d du NIST^[15]. L'image de cet étalon SRM a été saisie pour chaque série de données recueillies et pour chaque grossissement. À partir des longueurs certifiées et du nombre de pixels mesurés, une relation pixel-longueur a été calculée pour convertir les images des particules, représentées en pixels, en surfaces en micromètres carrés. Les incertitudes ont été déterminées pour ces conversions (et consignées sous forme d'incertitudes de longueur). Elles sont constituées d'une combinaison de l'incertitude de la détermination des pixels et de l'incertitude déclarée dans le SRM^{[10], [15]}.

3.3 Validation de la préparation de la membrane

3.3.1 Échantillonnage à partir du filtre

Un facteur de l'incertitude totale de mesure découle de l'échantillonnage. L'analyse d'un grand nombre de champs a indiqué la présence d'une répartition de particules non uniforme sur le filtre. Un dépôt non uniforme de particules est observé sur bon nombre de filtres après séparation des particules de l'huile hydraulique. Il est supposé qu'il s'agit du résultat d'un rinçage vigoureux avec un solvant propre qui a pour effet de rassembler les particules au centre du filtre. Pour remédier à ce problème d'échantillonnage, le MEB a été réglé pour choisir au hasard des champs d'observation des particules sur la surface du filtre. La Figure 3 représente un schéma du filtre, avec les régions sur lesquelles les images micrographiques du champ d'observation ont été échantillonnées et le comptage correspondant de particules représentées sous forme de carrés en niveaux de gris. Les champs les plus sombres contiennent le nombre de particules le plus élevé et sont en général situés vers l'intérieur du filtre alors que les champs à faible nombre de particules se situent plus près du bord du filtre. Dans ce cas, un échantillonnage non aléatoire des seuls champs intérieurs donnerait une concentration élevée de particules. À noter que les champs d'observation situés sur les bords, qui chevauchent les limites exemptes de particules, sont inclus dans la population de l'échantillonnage. La correction de la surface de ces zones limites est opérée en soustrayant la zone exempte de particules observée dans les micrographes.



NOTE Les carrés les plus sombres correspondent aux champs où le nombre de particules comptées est le plus élevé et les carrés gris clair indiquent une faible répartition de particules.

Figure 3 — Schéma d'une surface de filtre représentant l'emplacement où chaque champ a été échantillonné et où des micrographies ont été obtenus

3.3.2 Analyse d'image

L'analyse d'image a été effectuée sur les images d'origine. Aucune caractéristique des particules n'a été modifiée ou renforcée. Le seuillage a été réalisé à l'œil nu pour chaque image afin de maximiser la surface grisée de particules sans introduire de pixels de fond ou de fausses particules dans l'analyse. Une fois le seuillage réglé, le logiciel a déterminé le nombre de pixels occupé par les particules, c'est-à-dire les surfaces. Chaque grossissement qui recouvre un segment de la distribution granulométrique est analysé séparément. Les particules présentent des zones périphériques plus claires que les zones intérieures, comme illustré à la Figure 4. Le balayage horizontal des pixels est représenté en encadré dans la figure. Ce phénomène est observé dans les micrographies électroniques en raison du fait que les électrons du faisceau de diffusion peuvent s'échapper plus facilement des contours des particules et être détectés alors que la probabilité de détecter les électrons qui pénètrent dans la