
Poudres pour revêtement —
Partie 13:
Analyse granulométrique par
diffraction laser

Coating powders —

Part 13: Particle size analysis by laser diffraction
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8130-13:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb7d056d-31bc-4879-a729-1ed9ae132db0/iso-8130-13-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8130-13:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb7d056d-31bc-4879-a729-1ed9ae132db0/iso-8130-13-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	2
7 Conditions d'essai	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Généralités.....	3
8.2 Précautions.....	3
8.3 Essai.....	3
8.3.1 Préparation de l'échantillon.....	3
8.3.2 Mesurage.....	3
8.3.3 Performance de l'appareil.....	3
8.3.4 Sélection d'un modèle optique approprié.....	3
9 Analyse	4
9.1 Généralités.....	4
9.2 Matériaux de référence.....	4
9.3 Exactitude.....	4
9.4 Fidélité.....	5
9.4.1 Répétabilité.....	5
9.4.2 Reproductibilité.....	5
10 Sources d'erreur	5
11 Expression des résultats	5
12 Rapport d'essai	5
Bibliographie	7

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8130-13:2001), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- ajout d'articles relatifs aux précautions, à l'exactitude, aux matériaux de référence et aux sources d'erreur;
- les exigences relatives à l'analyseur (5.1) incluent davantage de détails et la description de l'essai (8.3) a été étendue;
- le rapport d'essai a été révisé en vue d'inclure davantage de détails;
- le texte a fait l'objet d'une révision d'ordre rédactionnel et les références normatives ont été actualisées.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 8130 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Poudres pour revêtement —

Partie 13: Analyse granulométrique par diffraction laser

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination par diffraction laser de la distribution granulométrique, en diamètre sphérique équivalent, de poudres pour revêtement, pour des tailles de particules comprises entre 1 μm et 300 μm .

NOTE Il y a une possibilité que les tailles de particules > 300 μm nécessitent l'utilisation d'un modèle optique différent.

Le présent document est spécifiquement destiné au mesurage de poudres pour revêtement et attire également l'attention sur l'ISO 13320, qui fournit des recommandations relatives à l'évaluation de l'appareil et à la distribution granulométrique.

La diffraction laser ne convient pas à la détermination du refus, qui peut être vérifiée au moyen d'une analyse par tamisage telle que décrite dans l'ISO 8130-1 ou par analyse d'images dynamiques telle que décrite dans l'ISO 13322-2.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 8130-13:2019

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 8130-14, *Poudres pour revêtement — Partie 14: Vocabulaire*

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

ISO 9276-2, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 2: Calcul des tailles/diamètres moyens des particules et des moments à partir de distributions granulométriques*

ISO 9276-4, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 4: Caractérisation d'un processus de triage*

ISO 13320, *Analyse granulométrique — Méthodes par diffraction laser*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 8130-14, de l'ISO 13320 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 **obscurcissement**

pourcentage ou fraction de la lumière incidente qui est atténué en raison de l'extinction (diffusion et/ou absorption) provoquée par les particules au cours d'un mesurage par diffraction laser

4 Principe

Un échantillon de poudre pour revêtement est analysé par diffusion dynamique de la lumière. Les particules de poudre diffusent la lumière et leurs intensités sont mesurées sous divers angles à l'aide d'un détecteur multicanal pour obtenir un motif de diffusion. Ce motif est ensuite transformé en valeurs numériques, à l'aide d'un modèle optique et d'un mode opératoire mathématique appropriés, afin d'obtenir la proportion du volume total de particules pour un nombre discret de classes de taille formant une distribution granulométrique en volume.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire ainsi que les éléments suivants:

5.1 Analyseur de taille de particules par diffraction laser, tel que spécifié dans l'ISO 13320, avec une plage de tailles s'étendant de 1 µm à 300 µm.

Il convient que l'appareil soit placé dans un environnement propre et exempt de courants d'air pour éviter la contamination par les particules et qu'il soit exempt de vibrations, de sorte que le rapport signal/bruit ne soit pas compromis. Des recommandations plus spécifiques figurent dans l'ISO 13320.

L'appareil doit être muni d'une unité d'alimentation adaptée aux poudres pour revêtement présentant diverses formes de particules et d'une unité de dispersion garantissant un écoulement constant et sans agglomération de la poudre pour revêtement.

Avec les poudres pour revêtement, de l'air comprimé ou le vide est utilisé afin de disperser les particules de poudre, et il est essentiel que l'air comprimé soit exempt de toute contamination susceptible d'influer sur le mesurage.

5.2 Ordinateur, pour enregistrer le modèle optique aux fins de l'analyse, généralement sous la forme d'une matrice de modèle contenant des vecteurs de diffusion de la lumière par unité de volume par classe de taille, adapté à la géométrie et à la sensibilité du détecteur, et pour le calcul de la distribution granulométrique.

5.3 Spatule ou cuillère, afin d'introduire la poudre pour revêtement dans l'unité d'alimentation.

6 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit soumis à essai, tel que spécifié dans l'ISO 15528. Une quantité de 3 g à 5 g est normalement suffisante pour chaque détermination; il convient que cela concorde avec les recommandations du fournisseur de l'appareil.

7 Conditions d'essai

Il convient que les mesurages soient réalisés dans une atmosphère normale 23/50 de classe 2, telle que spécifiée dans l'ISO 291, ou selon accord entre les parties intéressées.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Il convient que l'opérateur soit familiarisé avec les modes opératoires spécifiés dans l'ISO 13320 ainsi qu'avec les instructions d'utilisation du fabricant de l'appareil.

8.2 Précautions

Respecter toutes les consignes de sécurité applicables fournies par le fabricant de l'appareil, en portant une attention particulière à la mise à la terre afin d'éviter l'inflammation des poussières causée par les décharges électrostatiques.

Accorder au laser un temps de préchauffage et veiller au bon alignement des composants du système de diffraction laser, conformément aux instructions fournies.

Vérifier que l'unité de dispersion génère un débit massique constant de particules de poudre sur la base des valeurs d'obscurcissement.

8.3 Essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.3.1 Préparation de l'échantillon

Préparer et disperser un échantillon conformément à l'Article 6. L'échantillon doit être représentatif du lot de produit dans un intervalle de confiance donné tel que spécifié dans l'ISO 15528. Il convient que la quantité d'échantillon d'essai corresponde au moins au minimum requis pour la fidélité. Il convient que les conditions de dispersion permettent une désagglomération complète sans broyage.

À l'aide de la spatule ou de la cuillère (5.3), placer de la poudre dans l'unité d'alimentation et ajuster le débit de poudre selon les recommandations du fournisseur de l'appareil.

8.3.2 Mesurage

Démarrer l'essai conformément aux instructions de l'appareil. Il convient que le niveau d'obscurcissement soit compris entre 1 % et 10 %.

8.3.3 Performance de l'appareil

Évaluer la performance de l'appareil en matière de fidélité et d'exactitude à intervalles réguliers, en mesurant un matériau de référence dont la distribution granulométrique est connue; consigner la date et les résultats de ce mesurage. À défaut de matériau de référence, utiliser un échantillon connu provenant d'un essai antérieur.

Nettoyer soigneusement l'appareil après la détermination.

8.3.4 Sélection d'un modèle optique approprié

On utilise soit l'approximation de Fraunhofer soit la théorie de Mie pour le calcul d'une matrice de diffusion, qui représente le signal sur chaque élément détecteur par unité de volume de particules dans une classe de taille donnée.

Ce choix dépend de la plage de tailles des particules de poudre pour revêtement à mesurer, de leurs propriétés optiques et de leur forme.

Un mauvais choix de modèle optique ou de valeurs de l'indice de réfraction peut biaiser significativement la distribution granulométrique obtenue. Ce biais se traduit souvent par des quantités inappropriées de matériau attribuées aux classes de taille figurant à l'extrémité inférieure de la distribution des tailles.

Généralement, l'approximation de Fraunhofer est utilisée avec les poudres pour revêtement pour lesquelles il n'est pas nécessaire de fournir des données détaillées sur les indices de réfraction, car le modèle suppose que le matériau absorbe toute la lumière et qu'il n'y a ni transmission ni réfraction.

En revanche, la théorie de Mie exige que l'indice de réfraction des particules de poudre soit déterminé, en particulier dans la plage inférieure de tailles de particules, où la lumière peut être à la fois transmise et réfractée. Le modèle Mie donne une meilleure approximation de la taille à l'échelle micrométrique et submicrométrique.

Les conditions instrumentales pour le mesurage de la distribution granulométrique doivent être choisies en tenant compte de l'[Article 8](#) ou selon accord entre les parties intéressées.

9 Analyse

9.1 Généralités

Les systèmes de diffraction laser reposent sur des principes élémentaires et l'analyse est effectuée sur des particules sphériques idéalisées afin de déterminer leur taille. La forme des particules ou différentes orientations de particules non sphériques produisent des modèles de diffusion différents et donc des résultats de taille de particules variables. L'ISO 13320 donne de plus amples informations à ce sujet.

9.2 Matériaux de référence

(standards.iteh.ai)

Le mesurage de la taille des particules dépend fortement de l'étalonnage de l'appareil, pour lequel il est nécessaire de disposer d'étalons certifiés et appropriés. Des étalons de poudre peuvent être utilisés pour contrôler la performance de l'appareil et pour mesurer des poudres pour revêtement présentant une distribution granulométrique similaire.

Pour la détermination de la taille de particules lors du contrôle du procédé de poudres pour revêtement similaires, il est admis d'utiliser un échantillon de poudre pour revêtement mesuré antérieurement avec la même distribution granulométrique et dans les mêmes conditions d'analyse.

9.3 Exactitude

L'exactitude relative aux poudres pour revêtement peut être difficile à évaluer et dépend de l'échantillonnage de l'éprouvette de poudre pour revêtement ainsi que des conditions instrumentales. Après l'échantillonnage, c'est le mécanisme de dispersion de l'appareil, qui utilise de l'air comprimé ou le vide afin de réaliser une dispersion semi-homogène des particules de poudre pour revêtement aux fins de mesurage par le laser, qui a une influence majeure sur l'exactitude. Au cours de la dispersion, les particules de poudre pour revêtement peuvent être fractionnées sous l'effet de contraintes mécaniques et/ou physiques liées à la pression de l'air appliquée; il convient de noter qu'une dispersion incomplète influe également sur l'exactitude. Dans une situation idéale, on peut s'attendre à une dispersion homogène de particules sphériques présentant une taille similaire. Cependant, les poudres pour revêtement ne sont pas toutes fabriquées de la même manière, ce qui se traduit par des particules de poudre et des distributions granulométriques non homogènes.

Il convient de déterminer les effets des contraintes physiques dues à la pression de l'air appliquée en vue de disperser la poudre pour revêtement, afin de définir une pression de dispersion appropriée. Une séquence de mesurage peut être réalisée par paliers de 0,5 bar sur toute la plage de pression ou de vide adaptée à la poudre pour revêtement. La pression/le vide de dispersion produisant la plus faible variation de la fraction de particules fines, inférieures à 10 µm, doit être choisie pour les mesurages et l'analyse ultérieure.

9.4 Fidélité

9.4.1 Répétabilité

Avec des conditions de dispersion appropriées (voir 9.2) et un mode opératoire de mesure cohérent, il convient que la répétabilité associée à une même poudre pour revêtement présente l'écart-type relatif (RSD) suivant en fonction du volume cumulé de particules de poudre. Il est possible d'utiliser les RSD ci-dessous ou une valeur convenue entre les parties intéressées concernant une poudre pour revêtement donnée. L'ISO 13320 donne de plus amples informations à ce sujet.

Pour une taille de particules moyenne x_{10} , représentant 10 % du volume des particules, le RSD est ≤ 3 %.

Pour une taille de particules moyenne x_{50} , représentant 50 % du volume des particules, le RSD est ≤ 1 %.

Pour une taille de particules moyenne x_{90} , représentant 90 % du volume des particules, le RSD est ≤ 3 %.

Des valeurs de RSD ≤ 3 % impliquent une bonne maîtrise de l'appareil, un mesurage cohérent et un bon mode opératoire d'échantillonnage.

9.4.2 Reproductibilité

La reproductibilité de poudres pour revêtement similaires dépend du procédé de fabrication, de l'échantillonnage et du mécanisme de dispersion. En raison de la variabilité décrite à l'Article 9, la reproductibilité peut être faible si aucune précaution particulière n'est prise. Afin d'améliorer la reproductibilité, il est essentiel que l'échantillonnage soit régulier et que les conditions de dispersion soient harmonisées entre les échantillons de poudre pour revêtement. Il convient que la validation des résultats de mesurage obtenus dans des conditions de reproductibilité soit convenue entre les parties intéressées.

10 Sources d'erreur

Une évaluation détaillée des erreurs est spécifiée dans l'ISO 13320.

Certaines erreurs concernant les poudres pour revêtement sont décrites à l'Article 8 et à l'Article 9. Les plus importantes sont liées à l'échantillonnage de la poudre pour revêtement et aux poudres pour revêtement similaires produites selon des méthodes de fabrication différentes.

11 Expression des résultats

Exprimer les résultats tel que spécifié dans l'ISO 9276-1 et dans l'ISO 9276-2. Calculer les valeurs x_{10} , x_{50} , x_{90} et d'autres percentiles de taille présentant un intérêt dans la plage s'étendant de x_{10} à x_{90} , selon accord. Consigner toutes les informations et tous les résultats relatifs à l'opération.

12 Rapport d'essai

Consigner les résultats tel que spécifié dans l'ISO 9276-1, l'ISO 9276-2 et l'ISO 9276-4, de sorte que les mesurages puissent être reproduits par différents opérateurs dans différents laboratoires. D'autres informations peuvent être ajoutées à partir de l'ISO 13320 ou selon accord entre les parties intéressées.

Les valeurs de taille caractéristiques inférieures à x_5 et supérieures à x_{95} sont susceptibles d'être affectées par l'incertitude en raison des limites inhérentes à la diffraction laser.

La mention de la valeur x_{100} par diffraction laser ne doit pas se référer au présent document.

Le rapport doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 8130-13:2019;