
**Transmissions hydrauliques —
Étalonnage des compteurs
automatiques de particules en
suspension dans les liquides**

*Hydraulic fluid power — Calibration of automatic particle counters
for liquids*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11171:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e5f9df-c403-4627-9e46-39ca13af476a/iso-11171-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11171:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e5f9df-c403-4627-9e46-39ca13af476a/iso-11171-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Matériaux et équipement	2
5 Succession des opérations d'étalonnage des CAP	4
6 Mode opératoire d'étalonnage dimensionnel	7
7 Présentation des données	14
8 Phrase d'identification	14
Annexe A (normative) Contrôle préliminaire du CAP	15
Annexe B (normative) Mode opératoire de détermination de l'erreur de coïncidence	19
Annexe C (normative) Détermination des débits limites	24
Annexe D (normative) Détermination de la résolution	28
Annexe E (normative) Vérification de la précision du comptage de particules	34
Annexe F (normative) Préparation et vérification des flacons de suspensions d'étalonnage secondaire	37
Annexe G (informative) Essai interlaboratoires d'étalonnage de CAP	40
Annexe H (informative) Exemples de calculs	46
Annexe I (informative) Vérification de la distribution granulométrique des suspensions d'étalonnage	52
Bibliographie	54

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 appelée 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 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/foreword.html

L'ISO 11171 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 131, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques*, sous-comité SC 6, *Contrôle de la contamination*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11171:2010), qui a fait l'objet d'une révision mineure.

La présente édition inclut les principales modifications suivantes par rapport à l'édition précédente:

- En 6.8: définition de l'équation de la taille des particules (μm), Tableau 3 – révisé pour représenter les $\mu\text{m}(\text{b})$ et $\mu\text{m}(\text{c})$ à consigner.
- 7.1: révisé pour représenter la façon de consigner $\mu\text{m}(\text{b})$ et $\mu\text{m}(\text{c})$.

Introduction

Dans les systèmes de transmissions hydrauliques, l'énergie est transmise et commandée par l'intermédiaire d'un liquide sous pression circulant en circuit fermé. Ce fluide est à la fois un lubrifiant et un milieu de transmission de l'énergie. La fiabilité de fonctionnement d'un système exige un contrôle des contaminants présents dans le fluide. La quantification et la qualification des contaminants particuliers d'un échantillon de fluide requièrent que son prélèvement et la mesure de la distribution granulométrique et de la concentration des contaminants soient réalisés avec soin et précision. Les compteurs automatiques de particules (CAP) en suspension dans les liquides sont des moyens reconnus de détermination de la concentration et de la distribution granulométrique des contaminants particuliers. La précision de chaque CAP est établie par étalonnage.

La présente Norme internationale définit un mode opératoire d'étalonnage normalisé recommandé permettant de déterminer la précision de l'analyse granulométrique et du comptage de particules. L'étalonnage dimensionnel primaire est réalisé avec des suspensions NIST SRM 2806 ayant une distribution granulométrique certifiée par le National Institute of Standards and Technology (NIST) des États-Unis. Une méthode d'étalonnage secondaire, assurant la traçabilité au NIST, utilise des suspensions d'ISO MTD qui sont soumises à une analyse séparée au moyen d'un CAP étalonné selon la méthode primaire. Les concentrations limites sont déterminées en effectuant une série de dilutions d'une suspension concentrée. Les limites de fonctionnement et de performances sont également établies à l'aide de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11171:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e5f9df-c403-4627-9e46-39ca13af476a/iso-11171-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11171:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e5f9df-c403-4627-9e46-39ca13af476a/iso-11171-2016>

Transmissions hydrauliques — Étalonnage des compteurs automatiques de particules en suspension dans les liquides

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des modes opératoires portant sur les aspects suivants:

- l'étalonnage dimensionnel primaire, la résolution des capteurs et les performances de comptage des compteurs automatiques de particules (CAP) en suspension dans les liquides capables d'analyser des échantillons en flacon;
- l'étalonnage dimensionnel secondaire avec des suspensions vérifiées au moyen d'un CAP ayant fait l'objet d'un étalonnage primaire;
- l'établissement de limites acceptables de fonctionnement et de performances;
- la vérification des performances du détecteur de particules en utilisant de la poudre d'essai tronquée;
- la détermination des limites de coïncidence et de débit.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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 3722, *Transmissions hydrauliques — Flacons de prélèvement — Homologation et contrôle des méthodes de nettoyage*.

ISO 5598, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques — Vocabulaire*.

ISO 12103-1, *Véhicules routiers — Poussière pour l'essai des filtres — Partie 1: Poussière d'essai d'Arizona*.

ISO 16889, *Transmissions hydrauliques — Filtres — Évaluation des performances par la méthode de filtration en circuit fermé*.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 5598 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 compteur automatique de particules CAP

instrument qui compte automatiquement et dimensionne les particules individuelles en suspension dans un fluide, reposant généralement sur les principes de la diffusion ou de l'absorption de lumière

Note 1 à l'article: Un CAP est constitué, au minimum, d'un détecteur de particules, d'un dispositif permettant de fournir un volume connu d'échantillon au capteur à un débit régulé, d'un processeur de signal, d'un analyseur qui transforme les tailles des particules individuelles fournies par le capteur en une distribution granulométrique, et d'un afficheur des résultats de distribution granulométrique de l'échantillon.

3.2

niveau de bruit de fond

réglage minimum de la tension du CAP pour lequel la fréquence observée de comptage des impulsions ne dépasse pas 60 comptages/min du fait de parasites en l'absence de débit dans le volume de détection

3.3

volume de détection

partie de la zone éclairée du capteur traversée par le flux de fluide et d'où le système optique capte la lumière

3.4

résolution

mesure de l'aptitude d'un CAP à différencier des particules de tailles similaires mais différentes

3.5

limite d'erreur de coïncidence

concentration maximale en NIST RM 8632 qu'un CAP peut compter avec moins de 5 % d'erreur due à la présence simultanée de plusieurs particules dans le volume de détection

3.6

débit d'utilisation

débit traversant le capteur pendant l'étalonnage dimensionnel et l'analyse des échantillons

3.7

taille des particules

diamètre des particules de surface projetée équivalente déterminé par microscopie électronique à balayage ou déterminé avec un compteur optique étalonné de particules en suspension dans les liquides

Note 1 à l'article: Sauf indication contraire, un CAP utilisé pour déterminer la taille des particules est étalonné conformément à la présente Norme internationale.

ISO 11171:2016

Note 2 à l'article: Le NIST utilise la microscopie électronique à balayage afin de déterminer le diamètre des particules de surface projetée équivalente dans ses matériaux de référence.

3.8

distribution granulométrique

concentration en nombre de particules, exprimée en fonction de la taille des particules

3.9

étalonnage primaire

étalonnage dimensionnel réalisé en utilisant le matériau de référence normalisé NIST 2806x

Note 1 à l'article: Le mode opératoire est spécifié à l'[Article 6](#).

Note 2 à l'article: Des détails sur le matériau de référence normalisé NIST 2806x sont donnés en [4.4](#).

3.10

étalonnage secondaire

étalonnage dimensionnel réalisé en utilisant des suspensions d'étalonnage

Note 1 à l'article: Le mode opératoire est spécifié à l'[Article 6](#) et les suspensions d'étalonnage sont préparées conformément à l'[Annexe F](#).

4 Matériaux et équipement

4.1 Billes de latex (polystyrène expansé), presque monodispersées, en suspension aqueuse. Les billes de latex (polystyrène expansé) d'un diamètre nominal de 10 µm sont requises dans l'[Annexe D](#) pour la détermination de la résolution, et les billes de latex (polystyrène expansé) d'autres diamètres nominaux, supérieurs à 50 µm, sont requises à l'[Article 6](#) si l'étalonnage dimensionnel concerne des particules de 50 µm et plus. Dans certains cas, il peut également être utile d'ajouter des billes de latex

d'autres tailles. Néanmoins, le coefficient de variation de chaque taille de bille de latex (polystyrène expansé) doit être inférieur à 5 %. Le fournisseur des billes de latex (polystyrène expansé) doit fournir avec chaque lot un certificat d'analyse indiquant que la taille de particules des billes a été déterminée en utilisant des techniques raccordées à des étalons nationaux ou internationaux.

Après ouverture, les suspensions de billes de latex (polystyrène expansé) doivent être utilisées dans un délai de trois mois, à moins que la distribution granulométrique et la propreté de la suspension aient été vérifiées.

NOTE 1 La distribution granulométrique et la propreté des billes de latex (polystyrène expansé) peuvent être vérifiées en appliquant la méthode décrite en [D.13](#).

NOTE 2 La durée de conservation des billes de latex (polystyrène expansé) en suspension aqueuse est limitée. Elle dépend d'un certain nombre de facteurs, notamment la température et la contamination microbienne de la suspension.

4.2 Fluide de dilution propre, se composant du fluide d'essai utilisé dans l'ISO 16889 et d'un additif antistatique donnant une conductivité de $2\,500\text{ pS/m} \pm 1\,000\text{ pS/m}$ à température ambiante. Le fluide doit contenir moins de 0,5 % de particules de tailles égales ou supérieures aux plus petites tailles d'intérêt que l'on s'attend à trouver dans les échantillons.

4.3 Fluide de dilution propre aérosol OT, pour déterminer la résolution du capteur à l'[Annexe D](#) (le fluide de dilution propre décrit en [4.2](#) étant utilisé pour toutes les autres opérations de la présente Norme internationale). Il est préparé à partir d'une solution concentrée obtenue en ajoutant 120 g d'aérosol OT à chaque litre de fluide de dilution propre ([4.2](#)). Chauffer la solution concentrée à environ 60 °C et le remuer jusqu'à dissolution complète de l'aérosol OT. Préparer le fluide de dilution aérosol OT en diluant la solution concentrée avec le fluide de dilution propre ([4.2](#)) pour obtenir une concentration finale de 12 g d'aérosol OT par litre. Les niveaux de propreté du fluide de dilution propre aérosol OT doivent être identiques à ceux du fluide de dilution décrit en [4.2](#).

ATTENTION — Prendre les précautions de sécurité de manipulation et d'utilisation décrites sur la fiche de sécurité des matériaux (fiche disponible auprès du fournisseur d'aérosol OT).

L'aérosol OT (dioctylsulfosuccinate, sel de sodium) est une substance solide paraffineuse hygroscopique. S'il est humide ou a absorbé de l'eau avant utilisation, le sécher pendant au moins 18 h à environ 150 °C.

4.4 Suspension d'étalonnage primaire de matériau de référence normalisé NIST 2806x (SRM 2806x), où x est la lettre utilisée par le NIST pour désigner le numéro de lot de la suspension d'étalonnage primaire certifiée, disponible auprès du NIST. Pour les étalonnages primaires, le SRM 2806 doit être utilisé.

NOTE L'ISO/TR 16144 décrit les modes opératoires utilisés afin de certifier le matériau de référence normalisé SRM 2806.

4.5 Poudre de référence NIST 8631 (RM 8631), préparée par séchage pendant au moins 18 h à une température comprise entre 110 °C et 150 °C, nécessaire si un étalonnage secondaire doit être réalisé (voir [6.1](#)).

4.6 Poudre d'essai moyenne ISO (MTD) conforme à l'ISO 12103-1, séchée pendant au moins 18 h à une température comprise entre 110 °C et 150 °C avant emploi.

4.7 Poudre de référence NIST 8632 (RM 8632), préparée par séchage pendant au moins 18 h à une température comprise entre 110 °C et 150 °C avant emploi, si nécessaire à la détermination de la limite d'erreur de coïncidence ou dans les [Annexes B, C et E](#).

NOTE Les matériaux de référence spécifiés en [4.4](#), [4.5](#), [4.6](#) et [4.7](#) sont créés à l'aide de documents « vivants » modifiables pendant la production de nouveaux lots. Les utilisateurs de la présente Norme internationale sont encouragés à s'assurer d'utiliser le dernier lot disponible.

4.8 Compteur automatique de particules (CAP) en suspension dans les liquides, avec passeur d'échantillon en flacon.

4.9 Flacons de prélèvement propres, qui ferment (bouchons de flacon appropriés, par exemple), et **verrerie volumétrique**, au moins de classe B. Les niveaux de propreté des flacons, des bouchons et de la verrerie doivent être inférieurs à 0,5 % du nombre de particules (plus grand que la plus petite taille d'intérêt) que l'on s'attend à trouver dans les échantillons. Les niveaux de propreté doivent être vérifiés selon l'ISO 3722.

4.10 Agitateur mécanique, tel qu'un agitateur à peintures ou de laboratoire, à même de disperser les suspensions.

4.11 Bain à ultrasons, ayant une puissance volumique comprise entre 3 000 W/m² et 10 000 W/m² de surface de fond.

4.12 Papier graphique arithmétique ou logiciel informatique de tracé graphique.

4.13 Papier graphique logarithmique ou logiciel informatique de tracé graphique.

4.14 Balance d'analyse ou électronique répondant au minimum aux spécifications suivantes:

- a) lisibilité: 0,05 mg;
- b) précision (concordance avec la masse réelle): $\pm 0,05$ mg;
- c) fidélité (répétabilité): $\pm 0,05$ mg;
- d) portes avant et latérales et couvercle pour éliminer l'effet des courants d'air.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9e5f9df-c403-4627-9e46-39ca13af176a/iso-11171-2016>

5 Succession des opérations d'étalonnage des CAP

5.1 La [Figure 1](#) donne la séquence recommandée d'étapes à suivre pour effectuer l'étalonnage complet d'un nouveau CAP. Appliquer les modes opératoires du présent article à réception d'un nouveau CAP ou à la suite de la réparation ou d'un nouveau réglage d'un CAP ou d'un capteur (voir [Tableau 1](#)). Passer à l'[Article 6](#) si aucune réparation ou aucun nouveau réglage du CAP ou du capteur n'a été effectué, si aucune modification perceptible des caractéristiques de fonctionnement ne s'est produite depuis le dernier étalonnage dimensionnel, ou si les modes opératoires des [Annexes A, B, C, D](#) et [E](#) ont déjà été réalisés sur le CAP et que les résultats ont été documentés. L'ordre précis des Annexes et des Articles spécifiés à la [Figure 1](#) et dans le [Tableau 1](#) est une recommandation. L'opérateur peut suivre un ordre différent, tant que toutes les étapes requises sont réalisées.

NOTE 1 Les [Annexes A, B, C](#) et [D](#) peuvent être réalisées par un laboratoire individuel ou par le fabricant du CAP avant livraison.

Une modification des caractéristiques de fonctionnement du CAP peut être détectée par plusieurs méthodes distinctes, notamment (liste non exhaustive):

- a) étude des résultats de comptage de particules sur des échantillons de contrôle prélevés dans le temps et d'une carte de contrôle de processus statistique, par exemple une carte de plage de mouvements d'individus (IMR), pour détecter les modifications significatives de l'étalonnage;
- b) comparaison des courbes d'étalonnage dans le temps pour détecter une modification significative de l'étalonnage;
- c) retour du CAP au fabricant pour évaluation et analyse de la modification de l'étalonnage;
- d) analyse d'une suspension d'étalonnage primaire ou secondaire conformément à [6.2](#) et [6.3](#), puis comparaison des données de concentration en particules ainsi obtenues à la distribution

granulométrie de l'échantillon. Si les résultats concordent avec les limites de D_Q maximale admissible données dans le [Tableau C.2](#), l'aptitude du CAP à dimensionner et compter les particules n'a pas été affectée de manière significative. En cas de non-concordance des résultats, une modification significative s'est produite et l'opérateur doit procéder comme indiqué dans le [Tableau 1](#);

- e) analyse d'une suspension d'étalonnage primaire ou secondaire et des données obtenues tel que décrit en d), puis en analysant un échantillon d'ISO UFTD préparé conformément à l'[Annexe A](#) et en comparant les données de concentration en particules ainsi obtenues aux limites indiquées dans le [Tableau A.1](#). Si les résultats sont dans les limites du [Tableau A.1](#), l'aptitude du CAP à dimensionner et compter les particules n'a pas été affectée de manière significative. En cas de non-conformité des résultats avec les limites du [Tableau A.1](#), le CAP a subi une modification significative et l'opérateur doit procéder comme indiqué dans le [Tableau A.1](#).

NOTE 2 Pour les besoins du présent article, la réparation ou le nouveau réglage d'un CAP font référence aux opérations d'entretien courant ou de réparation affectant l'aptitude du CAP à dimensionner et compter les particules avec précision.

En cas de réglage, réparation ou remplacement de la source lumineuse ou d'une partie du système optique, les modes opératoires de l'[Article 6](#) et des [Annexes A, B, D et E](#) doivent être répétés.

En cas de réglage, réparation ou remplacement du capteur ou de l'électronique de comptage, les modes opératoires de l'[Article 6](#) et des [Annexes A, B, C, D et E](#) doivent être répétés.

En cas de réparation, remplacement ou nouveau réglage du système de mesure du volume, les modes opératoires de l'[Annexe A](#) doivent être répétés.

Il est inutile de répéter ces modes opératoires à la suite d'un nettoyage normal, de la fixation de câbles ou d'un équipement périphérique, du remplacement de tuyauteries ou de raccords ou de toute autre opération n'entraînant pas le démontage du CAP, du capteur ou du système de mesure de volume.

5.2 Effectuer le contrôle préliminaire du CAP, y compris la précision du volume, conformément à l'[Annexe A](#).

5.3 Déterminer les limites d'erreur de coïncidence du CAP conformément à l'[Annexe B](#).

5.4 Effectuer l'étalonnage dimensionnel conformément à l'[Article 6](#).

5.5 Déterminer les débits limites du CAP conformément à l'[Annexe C](#).

5.6 Déterminer la résolution du CAP conformément à l'[Annexe D](#).

5.7 Vérifier la précision du comptage de particules conformément à l'[Annexe E](#).

5.8 Pour satisfaire aux exigences de la présente Norme internationale, le CAP doit:

- a) être étalonné conformément à [5.4](#);
- b) être conforme aux spécifications de précision de volume, de résolution et de performances du capteur déterminées en [5.2](#), [5.6](#) et [5.7](#);
- c) fonctionner en utilisant la courbe d'étalonnage déterminée en [5.4](#) dans les limites d'erreurs de coïncidence et de débit déterminées en [5.3](#) et [5.5](#).

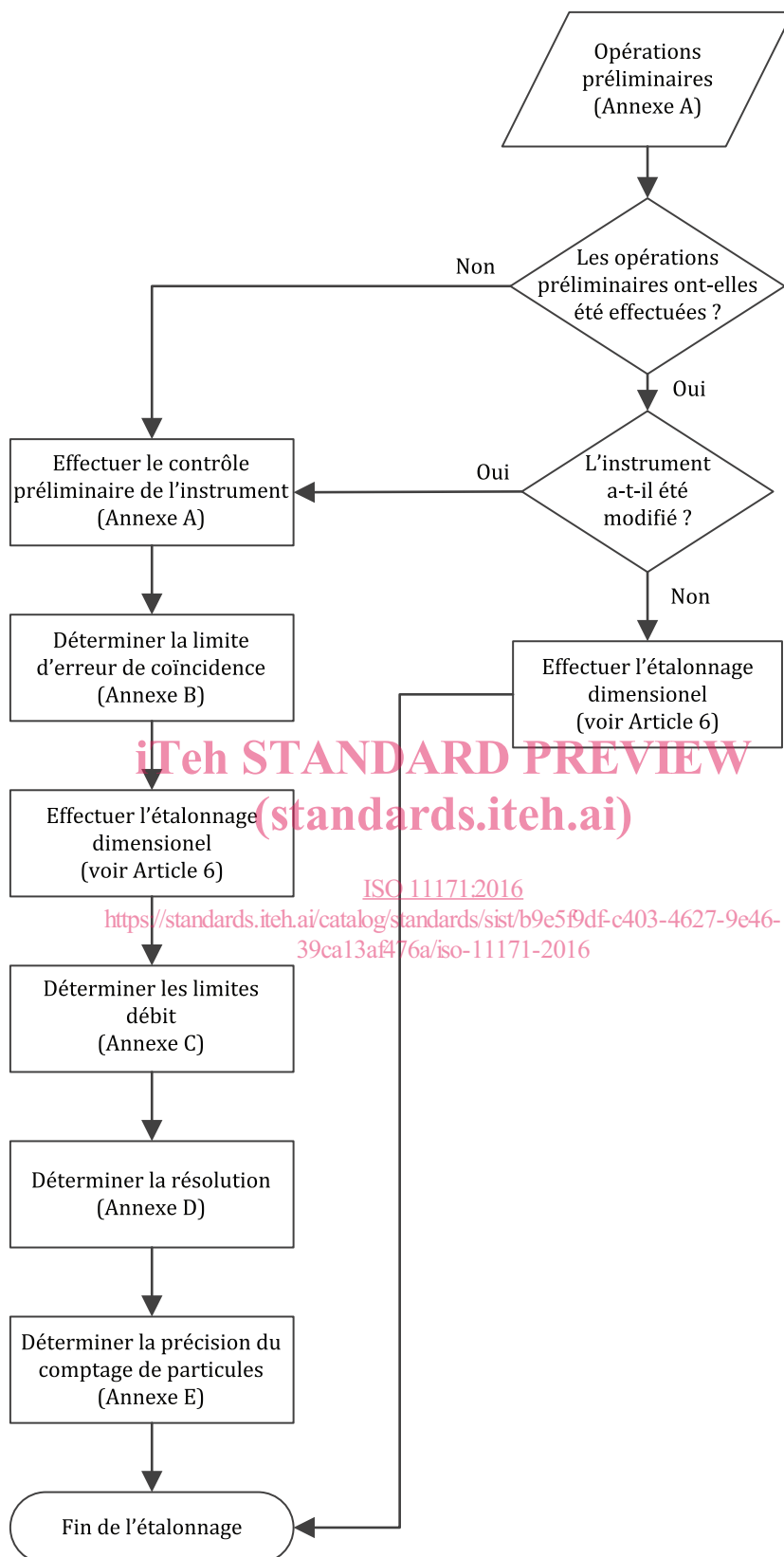


Figure 1 — Succession des opérations d'étalonnage des CAP

Tableau 1 — Planning des opérations d'étalonnage des CAP

État du CAP ^a	Article et Annexes pertinents de la présente Norme internationale					
	Article 6	Annexe A	Annexe B	Annexe C	Annexe D	Annexe E
	Étalonnage dimensionnel	Contrôle préliminaire du CAP	Limites d'erreur de coïncidence	Débits limites	Résolution	Précision
Nouveau CAP ou CAP existant non étalonné conformément à la présente Norme internationale	x	x	x	x	x	x
Dernier étalonnage effectué il y a plus de 6 mois à 12 mois	x	—	—	—	—	—
Étalonnage soupçonné d'avoir changé de manière significative	x	—	—	—	—	—
Réparation ou nouveau réglage du système optique (y compris la source lumineuse)	x	x	x	—	x	x
Réparation ou nouveau réglage du capteur ou de l'électronique de comptage	x	x	x	x	x	x
Réparation ou nouveau réglage des organes de mesure de volume (par exemple débitmètre, burette, détecteurs de niveau)	—	x	—	—	—	—
Nettoyage du capteur	Aucune action nécessaire					
Fixation de câbles ou d'équipements périphériques	Aucune action nécessaire					
Remplacement de tuyauteries ou de raccords	Aucune action nécessaire					
Opération n'entraînant pas le démontage du CAP, du capteur ou du système de mesure du volume	Aucune action nécessaire					

^a La réparation ou le nouveau réglage font uniquement référence aux opérations d'entretien courant ou de réparation affectant l'aptitude du CAP à dimensionner et compter les particules avec précision. Pour vérifier l'aptitude d'un CAP à dimensionner et compter les particules avec précision, analyser une suspension d'étalonnage primaire ou secondaire conformément à 6.2 et 6.3, puis comparer les données de concentration en particules ainsi obtenues à la distribution granulométrique de l'échantillon. Si les résultats concordent avec les limites de D_Q maximale admissible du [Tableau C.2](#), l'aptitude du CAP à dimensionner et compter les particules n'a pas été affectée de manière significative. En cas de non-concordance des résultats, procéder comme indiqué dans ce tableau.

6 Mode opératoire d'étalonnage dimensionnel

6.1 La Figure 2 donne le diagramme du mode opératoire d'étalonnage dimensionnel. Effectuer l'étalonnage dimensionnel tous les trois à six mois, à réception d'un nouveau CAP ou à la suite d'une réparation ou d'un nouveau réglage d'un CAP ou d'un capteur. Pour les étalonnages primaires, utiliser

des suspensions d'étalonnage NIST (voir 4.4). Pour les étalonnages secondaires, utiliser des suspensions d'étalonnage préparées conformément à l'Annexe F.

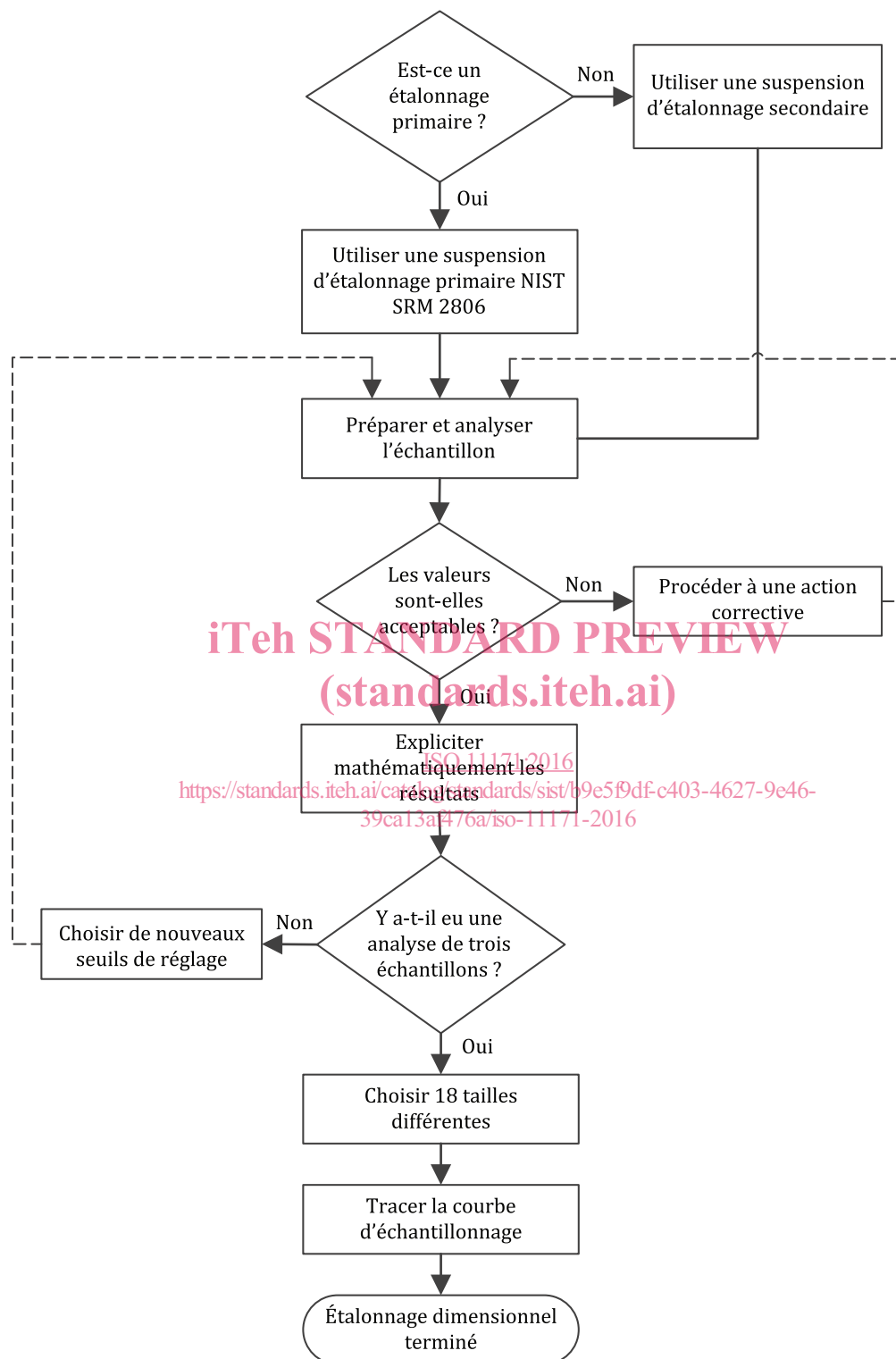


Figure 2 — Mode opératoire d'étalonnage dimensionnel

Après avoir établi un historique de l'étalonnage d'un CAP et d'un capteur, il est possible de réduire progressivement la fréquence d'étalonnage, mais l'intervalle entre des étalonnages successifs ne doit pas dépasser un an.

Toutes les phases de l'étalonnage doivent être réalisées au même débit. L'Annexe C détermine les débits limites du CAP. Toutes les valeurs obtenues à des débits se situant en dehors de ces limites doivent être éliminées et la partie correspondante du mode opératoire doit être répétée en utilisant le bon débit.

Effectuer l'étalonnage dimensionnel en utilisant le même volume d'échantillon qu'en 5.2. En cas d'utilisation d'un volume différent, le mode opératoire de 5.2 doit être répété en utilisant le nouveau volume d'échantillon afin d'éviter des erreurs de mesurage du volume.

Il est recommandé de déterminer le niveau de bruit de fond du CAP à l'aide de la méthode indiquée en A.2 avant de passer à 6.2. Une variation éventuelle de plus de 30 % du niveau de bruit de fond depuis la dernière détermination peut être une indication d'un changement d'étalonnage du CAP et de la nécessité de le réparer. L'absence de contrôle du niveau de bruit de fond avant de passer à 6.2 peut entraîner une perte de temps en essayant d'étalonner un CAP défectueux et la nullité des résultats de comptage de particules.

6.2 Mettre le CAP en mode cumulé et, en utilisant au moins six canaux différents, régler comme suit les tensions de seuil:

- a) le seuil le plus bas du CAP doit être réglé à 1,5 fois son niveau de bruit de fond, ce qui détermine la taille minimale de particule détectable;
- b) le réglage du seuil le plus élevé est limité par la plage de tension d'utilisation du CAP (consulter le fabricant du CAP pour déterminer cette plage), la distribution granulométrique et le volume de la suspension d'étalonnage;
- c) des valeurs intermédiaires de seuils doivent être choisies afin de couvrir la plage de dimensions d'intérêt.

Préparer un échantillon de suspension d'étalonnage en vue de l'analyse. Agiter énergiquement l'échantillon à la main. Disperser l'échantillon aux ultrasons pendant au moins 30 s, puis l'agiter sur un agitateur mécanique pendant au moins 1 min afin de disperser la poudre dans le liquide. Continuer à agiter l'échantillon jusqu'à son analyse.

Le mode opératoire décrit de 6.2 à 6.8 suppose un étalonnage manuel d'un CAP avec un petit nombre de seuils. L'étalonnage peut également être effectué en utilisant un analyseur multicanal (AMC) ou un logiciel utilisant le même mode opératoire. En cas d'utilisation d'un AMC, il est primordial d'établir d'abord la relation entre la tension mesurée par l'AMC et les seuils de comptage du CAP. D'une manière générale, les méthodes utilisant un logiciel ou un AMC tendent à être plus rapides et plus précises que les méthodes manuelles.

6.3 Dégazer sous vide ou aux ultrasons l'échantillon jusqu'à ce que les bulles atteignent la surface et retourner doucement le flacon de prélèvement au moins cinq fois, en veillant à ne pas introduire de bulles d'air dans le liquide. Effectuer successivement au moins cinq comptages de particules d'au moins 10 mL chacun et 10 000 particules pour le réglage du seuil le plus bas.

Calculer le nombre total, N , de particules comptées pour chaque canal à l'aide de la Formule (1):

$$N = 5\bar{X}V \quad (1)$$

où

$\bar{X}$ est la concentration moyenne, en particules par millilitre, des cinq comptages pour un canal donné;

V est le volume d'échantillon, en millilitres, pour un comptage individuel.

La valeur de N doit être supérieure ou égale à 1 000 afin d'obtenir des résultats statistiquement significatifs pour le canal concerné.