
**Pigments et matières de charge —
Mode opératoire de dispersion pour la
détermination granulométrique basée
sur la sédimentation des pigments ou
matières de charge en suspension par
des méthodes de sédimentation dans
un liquide**

Pigments and extenders — Dispersion procedure for sedimentation-based particle sizing of suspended pigment or extender with liquid sedimentation methods

[ISO 20427:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a935b139-2712-4c93-bf10-b9a4778b8993/iso-20427-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a935b139-2712-4c93-bf10-b9a4778b8993/iso-20427-2023>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 20427:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a935b139-2712-4c93-bf10-b9a4778b8993/iso-20427-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a935b139-2712-4c93-bf10-b9a4778b8993/iso-20427-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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
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 | 2 |
| 4 Principes de dispersion | 3 |
| 4.1 Principes de la dispersion aux ultrasons | 3 |
| 4.2 Principe de dispersion à l'aide d'un broyeur à jets en voie humide | 3 |
| 4.3 Principe de dispersion par agitateur | 4 |
| 5 Principes des techniques basées sur la sédimentation pour l'analyse granulométrique | 4 |
| 5.1 Analyse de sédimentation de Stokes | 4 |
| 5.2 Centrifugeuses à disque | 4 |
| 5.3 Centrifugeuses à cuve | 4 |
| 5.4 Méthodes de sédimentation par gravité | 5 |
| 5.5 Méthode de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge | 5 |
| 6 Appareillage | 5 |
| 7 Réglages pour la dispersion | 8 |
| 7.1 Mode opératoire de dispersion aux ultrasons utilisant un sonicateur de type sonde | 8 |
| 7.2 Mode opératoire de dispersion aux ultrasons utilisant un sonicateur de type bain | 9 |
| 7.3 Mode opératoire de dispersion par agitateur | 9 |
| 8 Mode opératoire de dispersion | 10 |
| 8.1 Généralités | 10 |
| 8.2 Échantillonnage pour la dispersion | 10 |
| 8.3 Réactifs | 10 |
| 8.4 Recommandations pour la préparation des échantillons | 11 |
| 9 Échantillonnage | 11 |
| 10 Mesurage et expression des résultats | 11 |
| 11 Rapport d'essai | 11 |
| Annexe A (normative) Protocole pour la détermination de l'énergie entrante | 13 |
| Annexe B (informative) Limites pour le mode opératoire de dispersion aux ultrasons | 17 |
| Annexe C (informative) Modes opératoires pour la dispersion des pigments de TiO₂ | 18 |
| Annexe D (informative) Mode opératoire pour la dispersion du CaCO₃ par broyage à jets en voie humide | 19 |
| Annexe E (informative) Mode opératoire pour la dispersion de Fe₂O₃ avec une sonde à ultrasons | 20 |
| Annexe F (informative) Mode opératoire pour la dispersion du noir de carbone | 21 |
| Annexe G (informative) Mode opératoire général pour la dispersion du pigment ou de la matière de charge | 22 |
| Bibliographie | 25 |

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 256, *Pigments, colorants et matières de charge*.

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/fr/members.html.

Pigments et matières de charge — Mode opératoire de dispersion pour la détermination granulométrique basée sur la sédimentation des pigments ou matières de charge en suspension par des méthodes de sédimentation dans un liquide

1 Domaine d'application

Le présent document décrit des méthodes de préparation d'échantillon pour la détermination de la distribution granulométrique de particules séparées d'un pigment ou d'une matière de charge unique, qui est dispersé(e) dans un liquide en appliquant un mode opératoire de dispersion normalisé à l'aide d'un dispositif à ultrasons, d'un agitateur ou d'un broyeur à jets en voie humide.

Les méthodes de préparation d'échantillon décrites sont optimisées pour les mesurages effectués avec une technique de détermination granulométrique basée sur la sédimentation. Cette technique repose sur la migration des particules due à la gravité ou aux forces centrifuges et nécessite un contraste de densité entre les particules et la phase liquide.

2 Références normatives

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

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 orientation*

ISO 13317-2, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide — Partie 2: Méthode de la pipette fixe*

ISO 13317-3, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide — Partie 3: Méthode aux rayons X par gravité*

ISO 13317-4, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation par gravité dans un liquide — Partie 4: Méthode de la balance*

ISO 13318-1:2001, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation centrifuge dans un liquide — Partie 1: Principes généraux et lignes directrices*

ISO 13318-2, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation centrifuge dans un liquide — Partie 2: Méthode photocentrifuge*

ISO 13318-3, *Détermination de la distribution granulométrique par les méthodes de sédimentation centrifuge dans un liquide — Partie 3: Méthode centrifuge aux rayons X*

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

ASTM D5965, *Standard Test Methods for Density of Coating Powders (disponible en anglais seulement)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

échelle nanométrique

échelle de longueur s'étendant approximativement de 1 nm à 100 nm

Note 1 à l'article: Les propriétés qui ne constituent pas des extrapolations par rapport à des dimensions plus grandes sont principalement manifestes dans cette échelle de taille. Pour ces propriétés, les limites dimensionnelles sont approximatives.

Note 2 à l'article: Dans cette définition, on indique une limite inférieure (approximativement 1 nm) pour éviter que des atomes isolés et de petits groupes d'atomes soient désignés comme nano-objets ou éléments de nanostructures, ce qui peut être le cas en l'absence d'une telle limite inférieure.

[SOURCE: ISO 80004-1:2023, 3.1.1, modifié — les Notes 1 et 2 à l'article ont été ajoutées.]

3.2

nanoparticule

nano-objet dont toutes les dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.1) et dont les longueurs du plus grand et du plus petit axes ne diffèrent pas de façon significative

Note 1 à l'article: Si les dimensions diffèrent de façon significative (généralement d'un facteur supérieur à trois), des termes tels que nanofibre ou nanoplaque sont préférés au terme nanoparticule.

[SOURCE: ISO 80004-1:2023, 3.3.4, modifié — «et dont les longueurs du plus grand et du plus petit axes ne diffèrent pas de façon significative» a été ajouté à la définition.]

3.3 <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a935b139-2712-4c93-bf10-b9a4778b8993/iso-20427-2023>

agglomérat

ensemble de particules faiblement ou moyennement liées, dont l'aire de la surface externe résultante est similaire à la somme des aires de surface de chacun des composants individuels

Note 1 à l'article: Les forces assurant la cohésion d'un agglomérat sont faibles, par exemple des forces de Van der Waals ou des forces résultant d'un simple enchevêtrement physique.

Note 2 à l'article: Les agglomérats sont également appelés particules secondaires et les particules sources initiales sont appelées particules *primaires* (3.5).

[SOURCE: ISO 80004-1:2023, 3.2.4]

3.4

agrégat

particule composée de particules fortement liées ou fusionnées, dont l'aire de la surface externe résultante est significativement plus petite que la somme des aires de surface de chacun des composants individuels

Note 1 à l'article: Les forces assurant la cohésion d'un agrégat sont puissantes, par exemple des liaisons covalentes ou ioniques, ou des forces résultant d'un frittage ou d'un enchevêtrement physique complexe, ou sinon d'anciennes *particules primaires* (3.5) combinées.

Note 2 à l'article: Les agrégats sont également appelés particules secondaires et les particules sources initiales sont appelées *particules primaires* (3.5).

[SOURCE: ISO 80004-1:2023, 3.2.5, modifié — «ou sinon d'anciennes particules primaires combinées» a été ajouté à la Note 1 à l'article.]

3.5

particule primaire

nano-objet isolé avec au moins une des trois dimensions externes à l'échelle nanométrique

Note 1 à l'article: Parfois, si la particule primaire est présente sous forme cristalline, elle contient également des limites jumelées.

3.6

liquide de centrifugation

liquide inerte qui est injecté dans le disque d'un photosédimentomètre centrifuge à disque avant l'échantillon afin de définir un certain gradient de viscosité dépendant du rayon pour la sédimentation

Note 1 à l'article: Les conditions alcalines réduisent au minimum l'agglomération des agrégats dispersés dans la plupart des cas.

3.7

broyage à jets en voie humide

méthode de dispersion des particules en phase liquide qui utilise la force de cisaillement complexe résultant du flux turbulent dans le canal et la cavitation due au changement brusque de pression

Note 1 à l'article: Cette méthode est aussi appelée méthode de l'homogénéisateur à haute pression.

4 Principes de dispersion

4.1 Principes de la dispersion aux ultrasons

Un matériau céramique piézo-électrique est entraîné par un champ électrique à courant alternatif appliqué pour se dilater et se rétracter périodiquement à une fréquence ultrasonore comprise entre 15 kHz et 80 kHz et plus. Ce mouvement crée des ondes acoustiques se déplaçant à travers la dispersion, qui produisent des bulles de cavitation. L'effondrement de ces bulles de cavitation entraîne localement de puissants effets thermiques et une contrainte de cisaillement, responsables de la destruction des agglomérats et même des agrégats.

La densité d'énergie de la sonication, la température et la concentration volumique des particules de la dispersion sont des paramètres critiques de la sonication et il convient de les maintenir strictement aux valeurs préconisées.

Outre les sonicateurs de type sonde, il existe également des bains à ultrasons (US), des sondes cup-horn et des sonicateurs «VialTweeter». Les bains à ultrasons, les disperseurs à sonde cup-horn et les sonicateurs «VialTweeter» sont connus comme des disperseurs indirects, où l'énergie sonore est introduite via la paroi du récipient. Déterminer l'énergie entrante de ces disperseurs est beaucoup plus difficile que pour la sonication par sonde, mais la contamination est réduite^[9].

4.2 Principe de dispersion à l'aide d'un broyeur à jets en voie humide

La méthode de broyage à jets en voie humide est un broyage de type humide destiné à désintégrer les agglomérats d'échantillons de poudre dans un liquide. Dans cette méthode, les particules en suspension dans un milieu liquide sont passées à travers un canal étroit à haute pression. Ensuite, la suspension des particules est améliorée par la force de cisaillement complexe résultant du flux turbulent dans le canal. De plus, la pression élevée dans le canal étroit induit les bulles de cavitation dues au changement brusque de pression. L'éclatement des bulles de cavitation permet ensuite de disperser les échantillons de poudre dans la phase liquide, comme dans la méthode d'ultra-sonication. L'avantage de cette technique de dispersion est qu'elle produit des suspensions avec une faible contamination, contrairement à la méthode de l'homogénéisateur ultrasonique. La plage de pression est le facteur important pour disperser les échantillons de poudre dans la phase liquide. Généralement, la plage de pression va de 80 MPa à 245 MPa^{[10][11]}.

4.3 Principe de dispersion par agitateur

Il convient que l'agitateur soit construit comme une plaque avec des supports pour les flacons en polyéthylène haute densité (HDPE) (voir [Annexe B](#)). Une dispersion réussie est obtenue lorsque la plaque induit une agitation verticale de l'arrière vers l'avant avec une amplitude de vibration d'au moins 32 mm et une fréquence de 660 Hz.

Les aspects importants sont les suivants:

- inclusion de billes de broyage à charge élevée;
- limites de dispersion des particules: agglomérats/agrégats < 100 µm dans un liquide (milieu visqueux);
- les billes de broyage sont agitées par un mouvement de rotation, de culbute et/ou de vibration 2D du conteneur/récipient;
- contrainte de cisaillement et d'élongation sur les agglomérats lors de l'écrasement du liquide entre les billes de broyage en collision et de l'échange d'impulsions lors de collisions d'agglomérats avec les billes de broyage^{[12][13]}.

5 Principes des techniques basées sur la sédimentation pour l'analyse granulométrique

5.1 Analyse de sédimentation de Stokes

Pour tous les modes opératoires basés sur la sédimentation destinés à la détermination granulométrique cités dans le présent document, l'analyse de sédimentation de Stokes des dispersions est utilisée. L'ISO 13318-1:2001, 4.1 décrit en détail le mode opératoire général et les calculs utilisés pour approcher une distribution granulométrique des particules dispersées.

5.2 Centrifugeuses à disque

Les particules se déposent à l'intérieur d'un disque rotatif optiquement transparent. Lorsque les particules approchent du bord extérieur du disque rotatif, elles bloquent/dispersent une partie d'un faisceau lumineux ou d'un faisceau de rayons X qui traverse le disque. La variation d'intensité lumineuse doit être enregistrée en continu et convertie par le logiciel d'exploitation en une distribution granulométrique, conformément à l'ISO 13318-1.

Au lieu de détecter la concentration locale de particules comme la turbidité optique, l'absorption des rayons X doit être utilisée dans certains instruments, avec l'avantage d'une dépendance directe de la masse des particules, conformément à l'ISO 13318-3.

5.3 Centrifugeuses à cuve

La centrifugeuse à cuve est une centrifugeuse analytique spéciale qui mesure instantanément la concentration des particules en une ou plusieurs positions radiales dans la cuve de sédimentation en rotation.

Par exemple, l'extinction en espace et en temps résolu de la lumière transmise sur toute la longueur de l'échantillon permet d'analyser les distributions de vitesse des particules et des gouttelettes pour les phénomènes d'écémage et de sédimentation sans avoir besoin de données matérielles. Ce procédé effectue également une détermination granulométrique conformément à l'ISO 13318-2.

La vitesse centrifuge de ces instruments est généralement comprise entre 50 min⁻¹ et 60 000 min⁻¹. Les instruments dont la vitesse centrifuge est inférieure à 10 000 min⁻¹ sont généralement appelés centrifugeuses à cuve. Les dispositifs qui peuvent tourner à une vitesse supérieure à 10 000 min⁻¹ sont dits ultracentrifuges. Pour les vitesses centrifuges supérieures à 6 000 min⁻¹, la détection de la granulométrie est limitée à 1 µm ou moins.

5.4 Méthodes de sédimentation par gravité

La sédimentation par gravité dans un liquide doit être réalisée en utilisant quatre techniques différentes: la méthode de la pipette fixe conformément à l'ISO 13317-2, la méthode aux rayons X par gravité conformément à l'ISO 13317-3, la méthode de la balance conformément à l'ISO 13317-4 et la photosédimentation par gravité.

Avec la méthode de la balance ainsi qu'avec la méthode de la pipette conformément à l'ISO 13317-2, une résolution inférieure à 1 µm est critique en raison des limites des mécanismes de détection utilisés. La méthode aux rayons X quant à elle dépend de l'isolation contre les vibrations et de la qualité du détecteur. Une résolution de 100 nm est possible, comme avec la photosédimentation.

Par conséquent, seule la méthode aux rayons X dans un liquide conformément à l'ISO 13317-1 et à l'ISO 13317-3 est incluse dans le présent document.

La concentration d'un échantillon dispersé est mesurée par l'atténuation du faisceau de rayons X. Un faisceau collimaté monochromatique, étroit et stable, de rayons X traverse une suspension de l'échantillon et est détecté à une distance connue du sommet de la cellule d'échantillon. La cellule d'échantillon est complètement remplie de la suspension d'échantillon pendant la durée de l'analyse. La hauteur de sédimentation à laquelle la concentration des particules est déterminée peut être réduite pendant l'analyse afin d'obtenir une analyse plus rapide par rapport à une analyse où tous les mesurages sont effectués à la même valeur de hauteur. Le pourcentage massique cumulé de l'échantillon présent à une hauteur de sédimentation donnée est déterminé en continu. L'atténuation du signal de rayons X à la hauteur connue est comparée à l'atténuation dans le liquide en suspension ainsi qu'à l'atténuation dans l'échantillon dispersé de manière homogène présent dans le liquide. L'atténuation du faisceau de rayons X émergent est proportionnelle à la masse de la poudre dans le faisceau.

5.5 Méthode de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge

Le fractionnement par couplage flux-force est une méthodologie de séparation basée sur le flux. Le fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge (CF3) est une technique de séparation qui utilise un champ centrifuge appliqué perpendiculairement à un canal circulaire qui tourne autour de son axe pour obtenir une séparation granulométrique des particules entre les limites de 10 nm et 50 µm. Dans cette méthode, la séparation est régie par une combinaison de granulométrie et de masse volumique effective des particules, indiquant que la plage granulométrique applicable dépend de la masse volumique effective des particules et est limitée par celle-ci. Dans le CF3, la phase mobile et l'analyte s'écoulent longitudinalement à travers le canal. Le canal est conçu pour séparer les composants de l'échantillon sur sa longueur, ce qui entraîne l'élution des constituants à différents moments. Le canal et son grand rapport d'aspect sont conçus pour favoriser un écoulement laminaire parabolique ou quasi-parabolique entre deux plans infinis dans des conditions de fonctionnement normales. Le fractionnement est réalisé pendant le passage à travers le canal, sur la base du profil de vitesse d'écoulement, après quoi la phase mobile contenant les constituants séparés sort vers des détecteurs en ligne et/ou un collecteur de fractions pour analyse hors ligne. Les détecteurs couramment utilisés pour l'analyse du pigment et de la matière de charge comprennent l'absorbance ultraviolette-visible (UV-Vis), la fluorescence, la diffusion multi-angle de la lumière (MALS), la diffusion dynamique de la lumière (DLS) et les détecteurs d'éléments tels que le spectromètre de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS). L'analyse combinatoire des détecteurs de granulométrie et d'évaluation de la concentration, ainsi que l'analyse de la distribution granulométrique, ont été réalisées en utilisant cette méthode conformément à l'ISO/TS 21362.

6 Appareillage

Utiliser l'appareillage de laboratoire courant, ainsi que ce qui suit.

6.1 Appareillage pour la dispersion aux ultrasons

6.1.1 Sonicateur de type sonde, d'une puissance minimale de 100 W et d'une fréquence de 10 kHz à 100 kHz.

Ce type de sonicateur s'est avéré être un moyen efficace de disperser des matières particulières dans une dispersion liquide à partir d'agglomérats en particules primaires discrètes et/ou en agrégats. Il convient de maintenir la température de la dispersion au cours de la sonication aussi basse que possible, autour de la température ambiante typique, afin de maintenir les conditions d'une bonne stabilité des agents dispersants.

6.1.2 Sonicateur de type bain, d'une puissance d'au moins 50 W et d'une fréquence de 10 kHz à 100 kHz.

6.2 Appareillage pour la dispersion par broyage à jets en voie humide

L'appareil de broyage à jets en voie humide est conçu pour disperser, écraser, émulsifier et modifier la surface du matériau pressurisé à un maximum de 245 MPa^{[14][15]}. Cet appareil est constitué de différents composants contenant chacun une section à haute tension et une section à ultra-haute pression. Dans l'appareil de broyage à jets en voie humide, la suspension de poudre pressurisée par l'intensificateur de pression est dirigée dans la chambre de l'appareil et accélérée par la buse dans la chambre de sorte que les dispersions entrent en collision les unes avec les autres pour obtenir une micronisation. La pression maximale du jet dépend du diamètre de la buse. Les valeurs types du diamètre de la buse sont comprises entre 0,05 mm et 0,15 mm. Des matériaux dont le diamètre des particules est inférieur au diamètre de la buse peuvent être appliqués afin d'éviter l'obstruction de la buse. Il est recommandé que le diamètre maximal des particules soit inférieur à la moitié du diamètre de la buse. Il convient que l'appareil soit équipé d'un capteur de fuite. Lorsqu'une fuite de liquide du cylindre à haute pression est découverte, l'instrument arrête le broyage. La quantité manipulée type est d'environ 0,1 l/min et les solvants applicables pour ce système sont à la fois des solvants organiques et des solvants aqueux. Cependant, il est recommandé d'utiliser de l'eau comme solvant en principe; l'utilisation d'un solvant organique tel que l'acétone, un acide ou un alcool peut influencer les sections d'étanchéité de l'appareillage de broyage à jets en voie humide.

AVERTISSEMENT — Le fait de ne pas tenir compte des précautions de sécurité et une mauvaise manipulation ou utilisation peut provoquer des blessures graves ou mineures et endommager cet appareil ou d'autres propriétés.

AVERTISSEMENT — Ne pas faire fonctionner l'appareillage lorsque le point d'ébullition du solvant est dépassé. L'éclatement du matériau ou l'échappement du solvant provoqué par un choc ou un dommage à l'équipement causé par de la vapeur à haute pression peut conduire à des blessures corporelles.

Voir l'[Annexe D](#) pour un exemple de mode opératoire détaillé de dispersion par broyage à jets en voie humide, ainsi qu'une description détaillée de l'estimation énergétique.

6.3 Appareillage pour la dispersion par agitateur, tel que le Disperser DAS¹⁾.

6.4 Balance analytique, permettant des pesées à 0,1 mg.

6.5 Bécher, selon la taille du sonicateur, de 50 cm³ à 300 cm³.

6.6 Agitateur magnétique avec barreau agitateur

1) Disperser DAS est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

6.7 **Seringues**, pipettes correspondantes de 1 cm³, 2 cm³, 10 cm³ et 20 cm³ ou mieux.

6.8 **Bain refroidi**

6.9 **Systèmes de détection basée sur la sédimentation dans un liquide pour le mesurage de la granulométrie**

Le [Tableau 1](#) et le [Tableau 2](#) présentent des exemples de dispositifs de mesurage basés sur la sédimentation dans un liquide qui sont disponibles au moment de la publication du présent document.

Tableau 1 — Exemples d'instruments de mesurage actuellement disponibles

| Type | Photocentrifugeuse | | Centrifugeuse à rayons X | Ultra-centrifugeuse analytique |
|---|--|---|--|--|
| | Centrifugeuse à disque | Centrifugeuse à cuve | Centrifugeuse à disque | |
| Longueur d'onde | 405 nm ou 470 nm ou 650 nm | Longueurs d'onde multiples 405 nm à 870 nm | Données à fournir par le fabricant de l'appareillage | Optique Longueurs d'onde multiples ou lumière au xénon |
| Plage d'accélération au fond Non préféré: Vitesse de rotation | 600 min ⁻¹ à 24 000 min ⁻¹ | 500 min ⁻¹ à 4 000 min ⁻¹ 5 fois à 2 300 fois la gravité terrestre (au fond de la cellule) | 600 min ⁻¹ à 18 000 min ⁻¹ | (milieu de la cellule) 1 000 min ⁻¹ à 60 000 min ⁻¹ |
| Type de détection | Extinction de la lumière en fonction du temps | Extinction de la lumière en fonction du temps et de la position | Extinction des rayons X en fonction du temps | Extinction de la lumière ou indice de réfraction en fonction du temps |
| Volume de l'échantillon | 100 µl à 400 µl | 100 µl à 2 000 µl | 100 µl à 400 µl | 350 µl à 400 µl |
| Concentration d'échantillon type en volume | 0,01 % à 10 % (fraction volumique) | 0,01 % à 20 % (fraction volumique) | 0,1 % à 30 % | 0,01 % à 1 % (fraction massique) |
| Volume de liquide de centrifugation | 10 ml à 20 ml | - | 10 ml à 40 ml | - |
| Nombre d'échantillons | 1 | Jusqu'à 12 | 1 | Jusqu'à 14 |
| Confinement de l'échantillon | Rotor à disque | Cellules jetables ou réutilisables | Rotor à disque | Cellules réutilisables |
| Contrôle de la température | Non | 4 °C à 60 °C (±0,5 °C) | Non | 0 °C à 40 °C (±0,5 °C) |
| Plage granulométrique | 5 µm à 50 nm | 500 µm à 50 nm | 5 µm à 50 nm | 800 nm à 2 nm |