



**Norme
internationale**

ISO 6868

**Air des lieux de travail —
Détermination quantitative du
quartz et de la cristobalite dans
les matériaux en vrac par des
méthodes de diffraction des rayons
X sur poudre**

*Workplace air — Quantitative determination of quartz and
cristobalite in bulk materials by X-ray powder diffraction
methods*

**Première édition
2026-08**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Matériel	3
5.1 Système de diffraction	3
5.1.1 Diffractomètre	3
5.1.2 Porte-échantillon	3
5.2 Balance	4
5.3 Matériaux de référence	4
5.3.1 Quartz et cristobalite	4
5.3.2 Étalon interne	4
5.3.3 Disque de correction de la dérive XRD	5
5.4 Matériel pour la préparation d'échantillons d'épaisseur infinie	5
5.4.1 Étuve de laboratoire	5
5.4.2 Marteau de maçonnerie, concasseur à mâchoires ou dispositif similaire	5
5.4.3 Broyeur de laboratoire	5
5.4.4 Autre matériel	5
5.5 Matériel pour la préparation des échantillons de faible épaisseur	6
5.5.1 Filtres d'analyse	6
5.5.2 Autre matériel	7
5.6 Matériel pour le traitement des échantillons et réactifs	8
5.6.1 Four	8
5.6.2 Réactifs	8
6 Échantillonnage	9
7 Préparation de l'échantillon à analyser	9
7.1 Généralités	9
7.2 Concassage	11
7.3 Broyage	11
7.4 Séchage	13
7.5 Pré-concentration et élimination des phases interférentes	13
7.6 Pesée et mise en place d'un échantillon d'épaisseur infinie	14
7.7 Pesée et dépôt de l'échantillon à couche mince sur le filtre	15
8 Analyse	16
8.1 Symboles	16
8.2 Paramètres d'une raie de diffraction	16
8.3 Conditions de mesure de l'instrument	17
8.4 Méthodes d'analyse	18
8.4.1 Choix de la méthode d'analyse	18
8.4.2 Échantillons étalon, diffractogrammes de référence et valeurs de référence	18
8.4.3 Identification du quartz et de la cristobalite: Analyse qualitative préliminaire	19
8.4.4 Analyse quantitative par la méthode de l'étalon externe	20
8.4.5 Analyse quantitative par la méthode de l'étalon interne	22
8.4.6 Analyse quantitative par la méthode de dopage	25
9 Caractéristiques de performance des méthodes	26
9.1 Limites de détection et de quantification	26
9.2 Incertitude de mesure	27
9.3 Équivalence des méthodes et exactitude interlaboratoires	27
10 Rapport d'essai	28

10.1	Exigences minimales pour le rapport	28
10.2	Données à archiver par le laboratoire	28
Annexe A (informative)	Positions attendues des raies et intensités relatives du quartz et de la cristobalite	29
Annexe B (informative)	Interférences sur les diffractogrammes du quartz et de la cristobalite	31
Annexe C (informative)	Stratégies de traitement des échantillons	35
Annexe D (informative)	Exemples d'analyses	37
Annexe E (informative)	Exemples d'équivalence des méthodes et d'exactitude interlaboratoires	52
Bibliographie		54

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 brevet 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 tout ou partie 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 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

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.

Introduction

L'exposition à la silice cristalline (SC) dans la fraction respirable de la poussière en suspension dans l'air inhalée présente un danger pour la santé des travailleurs de nombreuses industries. Pour les besoins du présent document, "SC" désigne les deux polymorphes les plus courants que sont le quartz et la cristobalite. Pour évaluer l'exposition d'une personne, des échantillons d'air individuels sont prélevés au cours d'une activité de travail, puis la quantité de SC alvéolaire est ensuite mesurée. En plus des procédures permettant de déterminer la concentration de la SC alvéolaire dans l'air en suspension dans l'atmosphère d'un lieu de travail, il peut être utile, voire exigé, d'évaluer la teneur en SC des matériaux en vrac qui présentent potentiellement le risque d'être respirés lorsqu'ils sont broyés ou manipulés.

Le présent document s'applique à l'analyse d'un matériau sélectionné pour être représentatif d'un produit, d'un sol, d'une roche, d'un minéral ou d'un déchet, selon la nature de l'investigation. Les matériaux en vrac existent généralement à l'état solide, mais peuvent aussi être constitués de mélanges aqueux de matières insolubles (barbotines, boues). Les matériaux en vrac peuvent avoir une diversité d'origines, de compositions, de tailles et de formes, telles que des blocs solides, des fragments, des plaques, du sable, des poudres et des farines.

La connaissance de la teneur en SC des roches naturelles et des sols est utile, par exemple, lors de l'évaluation de l'exposition potentielle par inhalation de poussière en suspension dans l'air conformément à la convention alvéolaire de l'ISO 7708^[1] dans les activités de travail qui impliquent des opérations d'installations d'excavation, de terrassement et de forage. Des expositions élevées à la SC alvéolaire sont souvent détectées dans les espaces confinés, tels que dans les mines et les tunnels. Le fait de connaître la fraction massique de SC dans les matériaux de construction et les roches ou sols naturels contribue à la caractérisation des sources potentielles de poussière en suspension dans l'air et permet de planifier des mesures de gestion des risques afin de réduire l'exposition potentielle à la poussière en suspension dans l'air.

Les méthodes décrites dans le présent document peuvent également être utilisées pour l'analyse d'échantillons, qui ont été collectés à des fins de classification et d'étiquetage des produits chimiques conformément au Système général harmonisé (SGH), lorsqu'une phase de SC est trouvée sous forme de "substance", ou dans des "mélanges" et des "articles", tels que définis dans le SGH.

Comme cela est nécessaire dans toute bonne analyse de routine, notamment lorsque les résultats peuvent avoir des incidences juridiques, il est utile d'établir des procédures normalisées pour analyser les échantillons. La littérature technique mentionne plusieurs méthodes pour la détermination du quartz et de nombreuses procédures peuvent être élaborées, mais aucune procédure unique n'est applicable à toutes les situations. Il est difficile de normaliser des procédures pour l'analyse des matériaux en vrac par diffraction des rayons X sur poudre (XRPD), qui soient applicables à tous les matériaux, en raison de la variabilité des matrices et de leurs interférences potentielles. Par conséquent, il convient de soumettre la méthode choisie à des essais rigoureux en laboratoire dans les conditions spécifiques.

Le problème lié au traitement d'échantillons contenant du quartz ou de la cristobalite, ou les deux, est pratiquement identique à celui du traitement des échantillons de matériaux en vrac en général, et le problème majeur réside dans la préparation d'un sous-échantillon qui soit représentatif du matériau en vrac. L'exactitude potentielle pouvant être obtenue à partir d'un sous-échantillon de matériau en vrac est liée au nombre effectif de particules détectées par le faisceau de rayons X, qui dépend de la distribution granulométrique des particules et de leurs coefficients d'absorption.

Air des lieux de travail — Détermination quantitative du quartz et de la cristobalite dans les matériaux en vrac par des méthodes de diffraction des rayons X sur poudre

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie trois méthodes de mesure quantitative du pourcentage de teneur en masse des principaux polymorphes (quartz et cristobalite) de la silice cristalline (SC) dans les échantillons en vrac, en utilisant la diffraction des rayons X sur poudre (XRPD). Ce document fournit également des informations générales sur les capacités et les limites de pertinence des laboratoires travaillant dans le cadre des essais de routine.

Seuls les diffractomètres à rayons X à géométrie de Bragg-Brentano sont pris en compte. Les techniques XRPD sont utilisées pour caractériser les échantillons se présentant sous forme de poudres libres, lorsque la granulométrie médiane est comprise entre 1 µm et 10 µm de diamètre physique. Les échantillons massifs ne sont pas étudiés.

Bien qu'un certain nombre de méthodes d'analyse soient considérées dans le présent document, d'autres méthodes d'analyse par XRPD peuvent être envisagées, sous réserve de démontrer qu'elles produisent des résultats équivalents.

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 14488, *Matériaux particuliers — Échantillonnage et division des échantillons pour la caractérisation des propriétés particulières*

ISO 18158, *Qualité de l'air — Terminologie*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 18158 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 bloc

pièce massive composée de particules ou de cristallites agrégées

[SOURCE: EN 13925-1:2003,^[2] 3.2]

3.2

échantillon (analysé)
sous-échantillon

portion d'échantillon tel qu'il va être utilisé sur le diffractomètre pour une procédure d'acquisition de données spécifique

[SOURCE: EN 13925-1:2003,^[2] 3.3, modifié — Le terme "prise d'essai" a été remplacé par "échantillon (analysé)" et "sous-échantillon".]

3.3

phase**phase cristallographique****phase thermodynamique**

partie d'un système physique ayant une structure moléculaire et intermoléculaire commune quelle que soit sa distribution morphologique et granulométrique

[SOURCE: EN 13925-1:2003,^[2] 3.4]

3.4

raie

pic

réflexion

réflexion de Bragg

région d'un diffractogramme contenant un maximum d'intensité et correspondant à la diffraction par une famille de plans cristallins

[SOURCE: EN 13925-1:2003,^[2] 3.5]

4 **Principe**

La technique expérimentale utilisée dans le présent document pour déterminer le diffractogramme d'un échantillon est la "technique de dispersion angulaire", dans laquelle les rayons X sont monochromatiques et la mesure est effectuée en balayant l'angle de diffraction. Les diffractomètres à géométrie de Bragg-Brentano travaillant en géométrie de réflexion doivent être utilisés avec le présent document; la géométrie de transmission n'est pas prise en compte.

Deux types d'échantillons de poudre sont examinés en ce qui concerne leur épaisseur:

- les échantillons à "épaisseur infinie";
- les échantillons à "couche mince" déposés sur des filtres.

NOTE Les termes "épaisseur infinie" et "couche mince" sont définis par les étapes de préparation dans le présent document.

L'identification des phases est une étape préliminaire à toute analyse quantitative des phases et fournit les informations nécessaires à la prise de décision concernant la sélection de la procédure d'analyse quantitative. L'identification du quartz et de la cristobalite dans un échantillon inconnu par XRPD repose sur des comparaisons visuelles ou assistées par ordinateur de parties de son diffractogramme de rayons X sur poudre qui devrait inclure au moins deux pics principaux, par rapport aux diffractogrammes expérimentaux des matériaux de référence de quartz et de cristobalite.

Dans l'analyse quantitative des phases, les pourcentages en masse de quartz et de cristobalite sont déterminés sur la base des intensités intégrées d'une ou plusieurs raies individuelles de chaque phase. Ces intensités sont comparées aux valeurs correspondantes des échantillons étalon. Trois méthodes sont décrites:

- méthode de l'étalon externe pour les échantillons à couche mince déposés sur des filtres (comparaison de la réponse de l'échantillon avec la réponse de la courbe d'étalonnage pour le matériau de référence de quartz ou de cristobalite, voir [8.4.4](#));

- méthode de l'étalon interne, pour les échantillons d'épaisseur infinie (ajout d'une quantité connue d'un matériau en phase cristalline dont il a été démontré qu'il n'était pas présent dans l'échantillon d'origine, voir [8.4.5](#));
- méthode de dopage, également appelée méthode des ajouts dosé", pour les échantillons d'épaisseur infinie et les teneurs en quartz inférieures à environ 20 %, en fonction de la matrice (ajout d'une quantité connue de quartz ou de cristobalite à l'échantillon étudié, voir [8.4.6](#)).

Plusieurs méthodes appliquées à un seul échantillon peuvent être utilisées pour vérifier les analyses. L'analyse du diffractogramme complet de la poudre et les méthodes de référence (méthode Rietveld, par exemple) ne sont pas examinées dans le présent document.

5 Matériel

5.1 Système de diffraction

5.1.1 Diffractomètre

Le présent document a été élaboré pour être utilisé avec un diffractomètre à géométrie de parafofocalisation Bragg-Brentano, où l'échantillon et la fente de réception se situent toutes sur le cercle de focalisation. Les configurations $\theta:\theta$ ou $\theta:2\theta$ verticales sont les plus avantageuses pour la manipulation des échantillons de poudre. Un diffractomètre comporte généralement:

- un goniomètre;
- une source de rayons X qui comprend l'alimentation en tension, le générateur de haute tension et le tube à rayons X. Un tube scellé à rayons X conventionnel est souvent utilisé, et le matériau d'anode du tube le plus couramment utilisé est le cuivre;
- une optique de faisceau incident, qui peut comprendre la monochromatisation ou le filtrage, la collimation et la focalisation ou le parallélisme du faisceau;
- la platine porte-échantillon: l'échantillon est contenu dans un porte-échantillon, qui est conçu pour permettre une rotation de l'échantillon autour de l'axe approprié;
- une optique de faisceau diffracté, qui peut comprendre la monochromatisation ou le filtrage, la collimation et la focalisation ou le parallélisme du faisceau;
- un détecteur;
- un système d'acquisition de données.

Les procédures d'alignement des instruments et de caractérisation des performances des diffractomètres de Bragg-Brentano sont décrites dans l'EN 13925-3^[3].

5.1.2 Porte-échantillon

Plusieurs types de porte-échantillons peuvent être utilisés pour l'analyse par diffraction. Les porte-échantillons circulaires standard suivants sont recommandés lorsque les méthodes d'analyse décrites dans le présent document sont utilisées.

- Porte-échantillons pour poudre libre avec cavité; chargement par le haut, l'arrière ou le côté. Pour le chargement de la poudre par l'arrière, un porte-échantillon se compose d'une plaque inférieure qui supporte la poudre, et d'un anneau. Le diamètre de la cavité à remplir varie généralement entre 15 mm et 30 mm, et l'épaisseur de la poudre est au minimum de 1 mm (pour un échantillon d'épaisseur infinie).
- Porte-échantillons pour filtre de 25 mm (pour les échantillons à couche mince), où la base de support du filtre, ou le filtre lui-même, est un disque en métal (argent, zinc ou aluminium, par exemple).

5.2 Balance

Une microbalance capable de peser $\pm 1 \mu\text{g}$ ou offrant une meilleure précision sur la plage de 0 g à 5 g est requise pour la préparation d'échantillons déposés sur des filtres de 25 mm (couche mince). Pour la préparation d'échantillons d'épaisseur infinie, par mélange de poudres, il convient de peser les matériaux dans des flacons tarés en verre munis de couvercles; des capacités de 5 ml à 15 ml sont généralement requises, de sorte que la masse totale dépasse 5 g. Par conséquent, il convient que la plage opérationnelle de la balance s'étende jusqu'à 20 g, et une sensibilité analytique de $10 \mu\text{g}$ est suffisante. Un dispositif de neutralisation des charges électrostatiques est nécessaire lors de la pesée.

5.3 Matériaux de référence

5.3.1 Quartz et cristobalite

Il faut utiliser des matériaux de référence de quartz et de cristobalite purs dont la taille médiane des particules est comprise entre $1 \mu\text{m}$ et $10 \mu\text{m}$, de préférence inférieure à $5 \mu\text{m}$, et similaire à la taille médiane des particules contenues dans les échantillons. Les matériaux de référence peuvent être préparés en laboratoire à partir de cristaux de quartz et de cristobalite purs, à condition que la taille des particules obtenues soit correcte et que la pureté des phases soit caractérisée.

NOTE L'Institut national américain des sciences et technologies (NIST) a élaboré des matériaux de référence normalisés (SRM) pour le quartz alvéolaire (série 1878) et la cristobalite alvéolaire (série 1879) avec une pureté de phase certifiée¹⁾.

5.3.2 Étalon interne

Pour la méthode de l'étalon interne, il convient que la phase minérale choisie présente une raie entièrement résolue, ne chevauchant aucune raie des phases de la SC et exempte de micro-absorption (c'est-à-dire qu'elle doit présenter des particules de très petite taille ou une absorption similaire à celle de l'échantillon) et d'extinction. Il est donc essentiel que la taille de la cristallite de la poudre de l'étalon interne soit comprise entre $1 \mu\text{m}$ et $10 \mu\text{m}$, de préférence inférieure à $5 \mu\text{m}$, et similaire à la taille médiane des particules contenues dans les échantillons. Les matériaux de référence pour l'étalon interne, le quartz et la cristobalite sont généralement préparés en laboratoire à partir de cristaux purs broyés jusqu'à ce que la classe granulométrique optimale soit atteinte. Il convient de préparer une quantité suffisante de chaque matériau de référence, puis de les soumettre à essai, de les stocker et de les ajouter aux échantillons à analyser.

NOTE 1 La définition d'une raie "entièrement résolue" n'entre pas dans le domaine d'application du présent document. L'expérience de l'analyste peut l'aider à évaluer et traiter cet aspect de l'analyse.

NOTE 2 La granulométrie peut être mesurée en utilisant l'une des techniques décrites en 7.3 NOTE 4, et la pureté peut être caractérisée par XRPD.

NOTE 3 Le corindon est une phase minérale souvent utilisée comme étalon interne. Le NIST SRM 676a est une poudre d'alumine à structure corindon principalement destinée à être utilisée comme étalon interne pour les déterminations quantitatives par XRPD²⁾.

1) 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

2) 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

5.3.3 Disque de correction de la dérive XRD

Il convient d'utiliser un disque polycristallin en aluminium ou silicium, ou en tout autre matériau robuste adapté, pour corriger la dérive de l'intensité du rayonnement XRD au fil du temps.

NOTE Le disque d'alumine frittée NIST SRM 1976b est fréquemment utilisé.³⁾

5.4 Matériel pour la préparation d'échantillons d'épaisseur infinie

5.4.1 Étuve de laboratoire

Pour les étuves à tirage forcé, il convient que la circulation de l'air ne soit pas trop importante pour éviter le transport de particules.

5.4.2 Marteau de maçonnerie, concasseur à mâchoires ou dispositif similaire

Un traitement initial est souvent nécessaire pour réduire le matériau à la taille requise pour le broyage. Un fractionnement (à l'aide d'un marteau de maçonnerie ou d'un concasseur à mâchoires, par exemple) du matériau en plus petits morceaux peut être effectué à sec, bien qu'il convienne d'effectuer un traitement impliquant un broyage "en voie humide" plutôt qu'une action de concassage afin de réduire le risque de détérioration de la structure cristalline.

5.4.3 Broyeur de laboratoire

Plusieurs types de dispositifs de broyage mécanique, entraînés par un moteur, peuvent produire l'action de broyage requise en déplaçant librement des pièces de broyage (c'est-à-dire des billes et des tiges) dans une chambre de broyage cylindrique entièrement fermée. Le dispositif tourne à une vitesse donnée et la réduction de la taille est obtenue par impact et cisaillement entre les pièces de broyage, dont l'efficacité est améliorée par vibration. Il convient que le matériau de la chambre et des pièces de broyage soit identique. Les matériaux durs tels que le carbure de tungstène, le nitrure de silicium, l'oxyde de zirconium et le corindon sont recommandés, alors qu'il convient d'éviter l'agate en raison d'une contamination potentielle. Les chambres de broyage ont généralement un volume compris entre 80 ml et 500 ml, et le matériau de remplissage peut généralement représenter entre 15 et 50 % du volume de la chambre (il convient de respecter les instructions du fabricant). Un broyeur dit de "micronisation" peut également être utilisé. Ce broyeur utilise généralement des éléments de broyage cylindriques en corindon dans un petit pot en polypropylène étanche à l'air qui permet de traiter un volume d'échantillon de 4 ml (ou 10 g). Le broyage en voie humide (eau, 2-propanol ou cyclohexane) est la méthode de broyage préférée pour un broyeur de micronisation.

NOTE La quantité minimale de matériau qui peut être broyée est un paramètre important. Par exemple, si une chambre de broyage de 250 ml est utilisée, un remplissage minimum de 30 ml est généralement suggéré. Ce volume minimal correspond à une masse d'environ 40 g pour un échantillon de sable fin de densité moyenne ($2,6 \text{ g cm}^{-3}$). Par conséquent, si la masse de l'échantillon est inférieure à 40 g, il ne peut pas être broyé dans la chambre décrite.

5.4.4 Autre matériel

5.4.4.1 Mortier et pilon pour broyage et mélange manuels. Ils sont fabriqués à partir de nombreux matériaux différents, mais les mortiers en matériaux durs, tels que le carbure de bore, sont recommandés, tandis que l'agate peut introduire une contamination et il convient donc de l'éviter.

5.4.4.2 Kit de préparation pour la mise en place de la poudre dans le porte-échantillons - Ce kit comprend généralement un "support de préparation" de l'échantillon sur laquelle un anneau porte-échantillons est serré, un bloc de compression de poudre et une spatule pour retirer l'excédent de poudre (voir [7.6](#)).

3) 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

5.4.4.3 Tamis de contrôle en acier inoxydable utilisés pour vérifier la taille des fragments avant de les broyer dans le broyeur de laboratoire; un bac de réception est utilisé pour recueillir le matériau tamisé.

NOTE Les fragments de moins de 10 mm peuvent généralement être broyés, mais une taille initiale plus petite améliore le résultat du broyage. Il est suggéré d'utiliser un tamis de contrôle avec une ouverture de maille de 2,0 mm à 2,8 mm lorsqu'un broyeur à boulets ou à barres est utilisé. Si un broyeur de "micronisation" est utilisé, l'échantillon peut être passé à travers un tamis à mailles de 0,4 mm avant d'être broyé.

5.5 Matériel pour la préparation des échantillons de faible épaisseur

5.5.1 Filtres d'analyse

Les filtres doivent présenter un diamètre de 25 mm. Les types de filtres généralement utilisés pour l'analyse par XRPD de SC, ainsi que leurs avantages et inconvénients, sont énumérés dans le [Tableau 1](#). La nature des filtres n'interfère généralement pas avec le mesurage des raies principales du quartz (101), (100) et (112), et de la cristobalite (101), (200 et 112) et (102). Dans tous les cas, il convient de soumettre à essai les lots de filtres afin de détecter les interférences potentielles, car des impuretés peuvent être introduites au cours du processus de fabrication des filtres. Ces essais sont également utiles pour vérifier les niveaux de fluctuation du bruit de fond car ils ont un effet sur la lisibilité des pics de diffraction, ce qui dégrade la limite de détection de la SC. Les filtres en argent présentent la variabilité la plus faible et les niveaux de bruit de fond les plus bas. Ils sont donc utiles dans les situations où de basses limites de détection sont requises. Cependant, les raies combinées de la cristobalite (200 et 112) peuvent parfois être difficiles à mesurer car elles sont situées à l'extrémité de la raie de l'argent (100). Les filtres en argent et en mélanges d'esters de cellulose sont rigides et faciles à manipuler lors de la pesée et du chargement dans le porte-échantillons. Les filtres en PVC et notamment en polycarbonate sont souples et doivent être manipulés avec précaution. Un filtre en argent utilisé pour l'analyse permet une correction effective de l'absorption (voir [8.4.4.3](#)). Lorsqu'un filtre organique présentant une transparence élevée ou moyenne aux rayons X (voir [Tableau 1](#)) est utilisé pour l'analyse, une correction effective de l'absorption peut encore être effectuée en mesurant l'intensité d'une raie de diffraction de la base métallique sous-jacente (argent, zinc ou aluminium, par exemple).

get full document from standards.iteh.ai

Tableau 1 — Exemples de filtres pour analyse de la SC

Nature du filtre et porosité ^a	Pic d'interférence						Indice de fluctuation du bruit de fond ^b		Correction d'absorption massique
	Quartz			Cristobalite			Quartz		Indice de transparence du filtre ^c
	101	100	112	101	200	102	101	100	
Argent (Ag) 0,45 µm	non	non	non	non	oui	non	1	1	1
Polychlorure de vinyle (PVC) 5 µm	non	non	non	non	oui ^d	non	1,5	1	0,72
Mélanges d'esters de cellulose (MCE) 0,8 µm	non	non	non	non	oui ^d	non	2,4	1,7	0,78
Polycarbonate (PC) 0,4 µm	non	non	non	non	oui ^d	non	1,3	2,2	0,98
Polytétrafluoroéthylène (PTFE) 0,5 µm	non	oui	non	oui	oui ^d	non	2,5	ND	0,74

^a Il convient que l'analyste garde à l'esprit que, quelle que soit la porosité du filtre, la récupération ne sera peut-être pas complète.

^b Indice de fluctuation du bruit de fond $I_{BF} = F_{B,filter} / F_{B,Ag}$ et $F_{B,filter}$ sont les écarts-types des intensités XRD mesurées dans les plages de profils de pics de quartz primaire (Qz1) et secondaire (Qz2) (anode en Cu) sur un filtre témoin en argent et sur un filtre témoin du matériau en essai placé sur un filtre en argent, respectivement. $I_{BF} = 1$ est utilisé comme référence pour les filtres en argent.

^c Indice de transparence du filtre $I_{FT} = I_{filter,Ag} / I_{filterAg,Ag}$, où $I_{filterAg,Ag}$ et $I_{filter,Ag}$ sont les intensités XRD mesurées dans la plage du profil du pic primaire de l'argent (anode en Cu) sur un filtre témoin en argent et sur un filtre témoin du matériau en essai placé sur un filtre en argent, respectivement. $I_{FT} = 1$ est utilisé comme référence pour les filtres en argent.

^d L'interférence est due au filtre en argent placé sous le filtre du matériau en essai.

5.5.2 Autre matériel

5.5.2.1 Hotte aspirante, pour contenir les poussières, les vapeurs et les gaz.

5.5.2.2 Bêchers, gants en latex, pinces et spatules à poudre.

5.5.2.3 Bac à ultrasons, pour désagréger les particules agglomérées des échantillons contenus dans les bêchers.

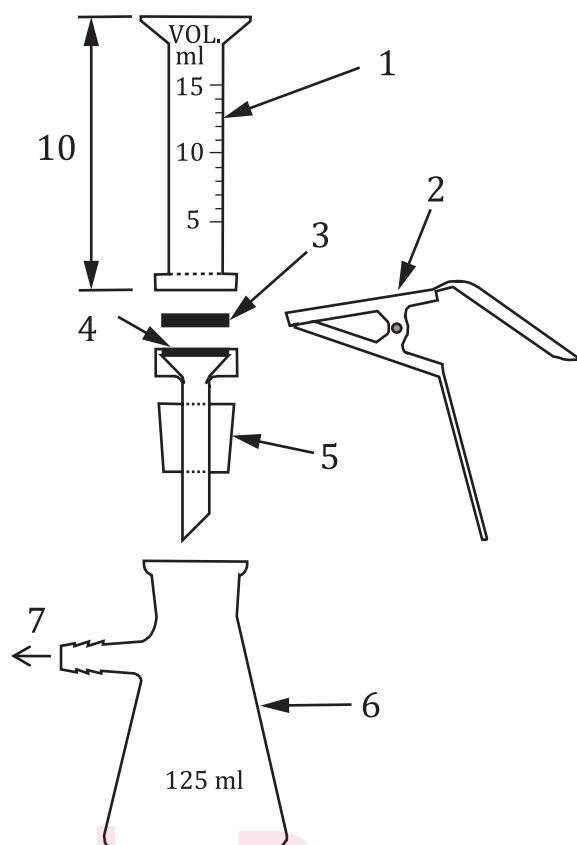
5.5.2.4 Agitateur magnétique, muni d'un couvercle thermiquement isolé, pour assurer une répartition homogène des particules dans les suspensions de 2-propanol contenues dans les fioles jaugées.

5.5.2.5 Pipettes volumétriques, pour les aliquotes souhaitées.

5.5.2.6 Fioles jaugées, munies de bouchons en polyéthylène, pour la préparation de suspensions de poudres d'étalonnage dans le 2-propanol.

5.5.2.7 Pompe, pour générer un vide et filtrer rapidement la suspension.

5.5.2.8 Ensemble de filtration sous vide. Un ensemble type constitué d'un vase de Dewar à bras latéral, muni d'un porte-filtre de 25 mm, est représenté sur la [Figure 1](#). Lorsqu'il est utilisé, le vase est fixé à un support de cornue pour éviter qu'il ne tombe et est raccordé à la pompe par un tube à vide.



Légende

- 1 entonnoir en verre
- 2 pince à ressort
- 3 filtre de 25 mm
- 4 base sous vide avec disque fritté
- 5 bouchon en caoutchouc
- 6 ballon collecteur
- 7 vers la pompe sous vide

Figure 1 — Exemple d'appareil de filtration adapté pour le dépôt de poudres sur des filtres

5.6 Matériel pour le traitement des échantillons et réactifs

5.6.1 Four

Un four pouvant fonctionner jusqu'à 1 000 °C peut être requis pour éliminer les substances interférentes (voir [Annexe C](#)). Le matériau est placé dans des creusets en platine ou en céramique émaillée munis de couvercles.

5.6.2 Réactifs

5.6.2.1 Eau déionisée.

5.6.2.2 2-propanol.

5.6.2.3 HCl 2 M, d'une fraction volumique de 16,4 % (dissolution du carbonate).

5.6.2.4 Acide acétique glacial, d'une fraction volumique de solution à 10 % (dissolution du carbonate).

6 Échantillonnage

Il convient que l'échantillon de matériau en vrac soumis à l'analyse soit aussi représentatif que possible du matériau complet. L'échantillonnage des matériaux particuliers doit être effectué conformément à l'ISO 14488. Selon sa taille et son état physique, cet échantillon doit être conservé dans un sac ou un récipient approprié, et une étiquette d'identification doit être apposée pour permettre une traçabilité jusqu'à la source.

Il convient de définir, avant l'échantillonnage, la quantité minimale de matériau en vrac à prélever. Contacter le laboratoire d'analyse pour déterminer la quantité nécessaire, sur la base d'une discussion sur la méthode choisie pour l'analyse (voir NOTE en [5.4.3](#)) et la finalité des résultats.

Il convient de fournir au laboratoire d'analyse autant d'informations que possible sur l'échantillon.

NOTE Par exemple, des indications peuvent être données sur la façon dont l'échantillon a été prélevé, les polymorphes de la silice et les interférences éventuelles qu'il peut contenir, la façon dont l'échantillon a été formé, y compris la température et la pression, le cas échéant. Ces informations peuvent être basées sur des analyses antérieures ou sur la connaissance de l'échantillon et du processus concerné. Si l'échantillon contient des matières premières naturelles qui n'ont pas réagi ou si l'échantillon a subi un traitement (chimique, thermique ou autre), cette information est importante pour suggérer les phases qui seront éventuellement présentes (voir [Annexe B](#)).

Si les résultats ont des incidences juridiques, des procédures normalisées de prélèvement et de traitement des échantillons peuvent être exigées, et il convient de spécifier au laboratoire les niveaux minimaux souhaités (pourcentages de fraction) pour les déterminations quantitatives du quartz et de la cristobalite.

7 Préparation de l'échantillon à analyser

7.1 Généralités

La préparation de l'échantillon est l'une des étapes les plus critiques de l'analyse quantitative XRPD, et le succès de l'analyse dépend en grande partie de la préparation correcte du sous-échantillon analysé. Dans le laboratoire d'analyse, l'échantillon en vrac est réduit en poudre libre et un sous-échantillon est préparé pour l'analyse. Il faut s'assurer que l'état physique et la composition du sous-échantillon préparé sont aussi proches que possible de ceux de l'échantillon d'origine. Il convient que les mesures prises pour homogénéiser et sous-échantillonner l'échantillon en vue de l'analyse soient conformes aux procédures de l'ISO 14488 et il est recommandé de les documenter.

Bien qu'il soit souhaitable d'obtenir les informations requises en traitant l'échantillon le moins possible, la préparation de l'échantillon peut comporter un certain nombre d'étapes, telles que:

- concasser un bloc de matériau;
- broyer le matériau écrasé;
- traiter la poudre pour éliminer les interférences;
- sécher la poudre si elle est humide;
- déposer la poudre sur un filtre (échantillon à couche mince) ou la placer dans un porte-échantillons (échantillon d'épaisseur infinie).

Deux types de préparations d'échantillon sont décrits dans le présent document:

- échantillon d'épaisseur "infinie", monté dans un porte-échantillons;
- échantillon à couche "mince", déposé sur un filtre.

Un échantillon est dit d'épaisseur infinie lorsque son épaisseur est supérieure à la profondeur de pénétration du faisceau, c'est-à-dire, selon l'EN 13925-2,⁴ lorsque l'intensité diffractée est au moins égale à 99,9 % du