



# Diffraction laser pour détermination des répartitions granulométriques

**Dr. Günther Crolly, chef de produit ANALYSETTE 22 - FRITSCH GMBH • Broyage et Granulométrie • Industriestrasse 8 • 55743 Idar-Oberstein • Allemagne - Tel.: +49 6784 70 0 • Fax: +49 6784 70 11 • Courriel : info@fritsch.de • Internet: www.fritsch-laser.com**  
**Contact en France :** Walter de Oliveira • Tél./Fax : 01 69 09 72 27 • Portable : 06 60 23 89 94  
**Courriel :** deoliveira@fritsch-france.fr • **Internet :** www.fritsch-france.fr



### Une approche analytique optimale pour des résultats fiables

Après diffraction d'un faisceau de lumière dirigé sur les particules, les rayons diffractés (ou diffusés) arrivent sur un détecteur placé à l'arrière en présentant des zones alternativement sombres et claires selon un motif caractéristique, l'intensité de la lumière en chaque point de la figure de diffraction étant fonction de la taille des particules. La théorie de Mie permet de corrélater quantitativement ces mesures avec la taille des particules.

Le principe des appareils de diffraction laser pour la détermination des répartitions granulométriques est toujours le même : un faisceau laser traverse le milieu à mesurer et la lumière diffractée (diffusée) est reçue par le détecteur placé à l'arrière, détecteur constitué de plusieurs canaux circulaires d'éléments photo-sensibles. Dans le détail le banc optique présente deux variantes. On distingue en effet le banc optique dit conventionnel et le banc optique dit «Fourier inverse».

Dans le banc optique conventionnel la cellule de mesure est éclairée par un faisceau laser parallèle et la lumière diffusée est focalisée sur le détecteur par une lentille dite de Fourier. Dans cette configuration l'amplitude de la plage de mesure dépend essentiellement de la focale de la lentille «Fourier».

Dans la configuration dite «Fourier inverse» de plus en plus utilisée (figure 1), le faisceau laser passe par la lentille dite de Fourier avant d'atteindre la cellule de mesure, le faisceau lumineux rendu convergent traverse le milieu sous analyse et la lumière diffusée est focalisée sur le détecteur sans autre lentille. Cette configuration «Fourier inverse» offre

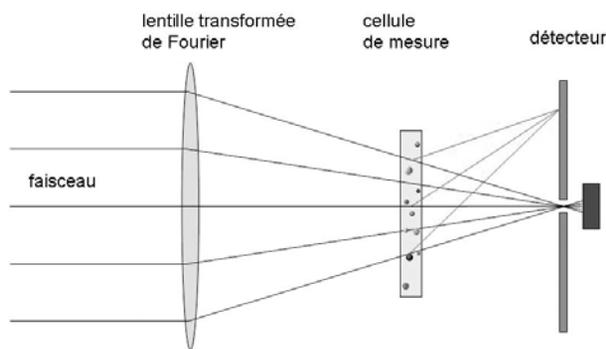


Figure 1: schéma du banc optique «Fourier inverse»

le grand avantage de pouvoir travailler d'une part sur de plus grands angles de diffraction, d'autre part de disposer du faisceau diffusé en sens inverse, ce qui constitue un point d'importance dans l'examen d'échantillon de très petites particules. Des détecteurs séparés sont donc souvent mis en place pour la réception de la lumière diffusée dans le trajet inverse, détecteurs ne comprenant que quelques éléments sensibles. L'inconvénient est que la plage angulaire effectivement couverte par l'appareil, conjuguée au fait que la résolution angulaire est fixe (compte tenu de la configuration du détecteur), ne permet d'atteindre qu'une résolution limitée dans la finesse d'analyse des répartitions granulométriques, quelque soit l'échantillon dont le diamètre des particules ne couvre qu'une petite partie de la plage de mesure totale.

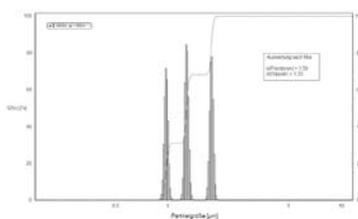


Figure 2 : mélange de composés à base de polystyrène en trois fractions.

Lors de la mesure avec une FRITSCH ANALYSETTE 22 NanoTec la cellule est déplacée sur neuf positions différentes. La plage de mesure s'étend de 0.1 à 75µm et comprend environ 450 classes granulométriques (intervalle de taille de particule). Les diamètres nominaux des fractions de polystyrol sont respectivement 0.98, 1.32 et 1.86µm.

### Mesures de particules très fines

Le positionnement variable de la cellule présente aussi des avantages pour les mesures dans la plage nanométrique.

Avec de petits écarts de position de la cellule, l'échantillon est illuminé par le faisceau laser venant de l'arrière par une fente très fine au centre du détecteur et la lumière diffusée en sens inverse est mesurée avec une grande résolution angulaire par le détecteur positionné à quelques millimètres. Point important, lorsque le diamètre des particules sous examen est nettement plus petit que la longueur d'onde du faisceau laser, une bonne part de la lumière diffusée étant émise dans le sens inverse. Dans ce cas la théorie de Mie est exploitée pour le traitement des mesures.

La figure 4 montre un exemple de mesure sur des particules d'un diamètre nominal de 58 nm. La mesure a été menée avec une ANALYSETTE 22 NanoTec avec mesure sur le faisceau diffusé en sens inverse.

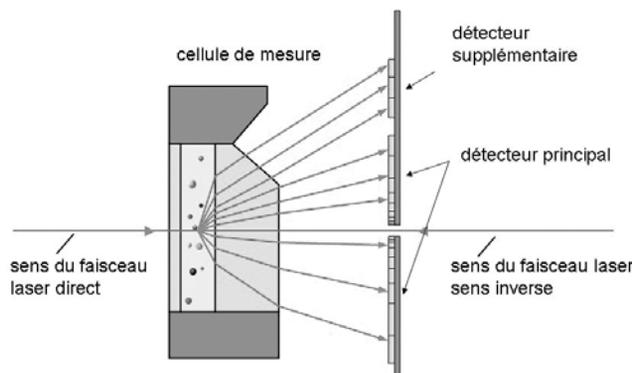


Figure 3 : disposition de la cellule de mesure et du détecteur de l'ANALYSETTE 22 NanoTec. Avec de petits déplacements de la cellule, la lumière diffusée peut être mesurée sur une très grande plage angulaire dans le sens direct comme dans le sens inverse.



### L'univers des métaux précieux

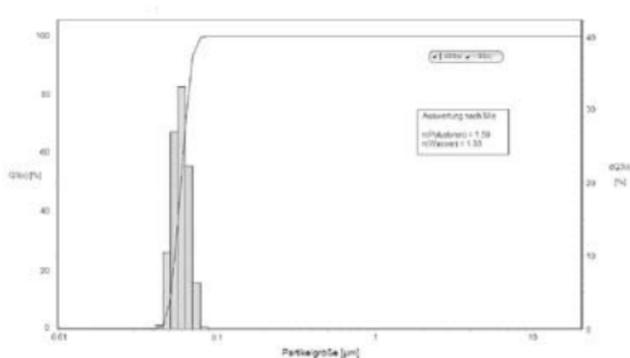
Appareils de laboratoire en platine  
Electrodes \* Demi-produits  
Fils thermocouples \* Doigts de gant  
Affinage / Recyclage



[www.oegussa.at](http://www.oegussa.at)

ÖGUSSA Österreichische Gold- und Silber-Scheideanstalt Ges.m.b.H.  
Liesinger Flur-Gasse 4, 1235 Vienne/Autriche  
t/f +43/1/86646-4209, -4224  
platin@oegussa.at

Une entreprise du groupe umicore



**Figure 4 : mesure du polystyrol  
en milieu aqueux avec diffraction  
en sens inverse**

### Un point essentiel : l'échantillonnage

Une cause d'erreur très fréquente dans la détermination de distributions granulométriques réside dans la manière de faire l'échantillonnage et des déviations qui s'ensuivent si celui-ci est mal fait. Il est toujours étonnant de constater la fréquente négligence avec laquelle on procède à la prise

d'échantillon et le manque d'esprit critique dans l'interprétation des résultats.

On est souvent tenté de mettre en doute l'appareil lorsque la répétabilité des mesures sur un même échantillon est mauvaise alors que l'origine de cette dispersion réside tout simplement dans l'inhomogénéité des échantillons (échantillons non représentatifs).

Les résultats ne sont reproductibles que lorsque l'échantillon pour l'analyse est absolument représentatif du produit ou du composé à examiner. Après un échantillonnage effectué dans les règles de l'art, il faut déterminer avant tout la méthode optimale de dispersion pour l'échantillon.

En fonction des caractéristiques du composé à analyser ou d'autres considérations analytiques, on déterminera la méthode de dispersion appropriée, soit par voie sèche, soit par voie humide en milieu aqueux ou dans un solvant. D'autre part on évaluera l'influence de différents paramètres intervenant dans la phase de dispersion, tels que le niveau des ultrasons ou le type de tensio-actif mis en œuvre.

# SPE

- Une préparation d'échantillons simplifiée
- Une purification efficace
- Extrêmement reproductible