

TPN°3 : Caractérisation par granulométrie laser

I-Principe-appareillage

La granulométrie laser est une technique créée dans les années 1970. C'est une technique de choix pour mesurer des objets dont la taille est comprise approximativement entre 100 nm et 1000 μm . Le granulomètre laser permet de déterminer la distribution granulométrique d'objets dispersés au sens large (dispersion solide / air, solide / liquide ou liquide / liquide). En pratique elle permet de mesurer le diamètre en volume (D_v) de particules solides ou éventuellement de gouttelettes émulsionnées. La dispersion des échantillons est assurée par l'un des modules associés au banc laser, à savoir soit un module pour voie liquide qui assure en continu l'agitation de l'émulsion ou de la suspension, soit le module pour voie sèche qui permet la dispersion dans l'air de poudre sèche. Le mode de dispersion doit être adapté à la poudre à analyser afin de ne pas modifier la répartition granulométrique (en cassant les particules ou en provoquant leur agglomération).

La mesure de si petits objets est rendu possible par leur propriété particulière à dévier un faisceau lumineux de type laser (phénomènes de diffraction, diffusion et réflexion). L'appareil applique ensuite un modèle mathématique afin de rendre des résultats corrects, il convient de choisir convenablement le modèle mathématique appliqué qui se base sur deux théories principales :

- **La théorie de Fraunhofer** qui doit être utilisée si les particules sont de taille élevée par rapport à la longueur d'onde. L'absorption et la diffusion ne sont pas considérées devant le phénomène de diffraction largement prédominant. Dans cette théorie, les particules sont donc considérées comme étant des particules sphériques, opaques et non poreuses. Cette théorie appliquée à de très fines particules peut engendrer des erreurs sur la mesure de la taille. Ainsi la présence de populations réellement absentes ou un décalage de la distribution granulométrique vers les grosses particules sont les principales conséquences d'utilisation de ce modèle et définissent ses limites d'utilisation.

- **La théorie de Mie** doit être utilisée si les particules sont transparentes, le plus souvent leur taille est proche voire plus petites que la longueur d'onde utilisée. Cependant cette théorie s'applique aussi dans le cas de grosses particules lorsque celles-ci sont transparentes. Cette théorie tient compte tant de la diffraction que de la diffusion de la lumière autour de la particule dans son milieu. Il est alors possible de corréler la taille des particules à la façon dont elles dévient la lumière, en considérant ces particules comme sphériques et en connaissant leurs propriétés optiques (indice de réfraction et d'absorption). Cette théorie est plus complexe et ne saurait s'appliquer à une poudre composée de plusieurs phases ou si l'indice de réfraction est inconnu.

Ainsi l'angle de diffraction est inversement proportionnel à la taille des particules et la quantité de lumière déviée est proportionnelle à la taille :

- Les grosses particules diffractent de fortes quantités de lumière sur des petits angles.
- Les petites particules diffractent de très faibles quantités de lumière qui s'étalent de façon décroissante de 0° à des angles plus larges.

L'intensité de la lumière absorbée par l'échantillon est fonction de sa concentration, elle est définie par l'opacification. Elle ne doit pas être trop faible sinon les résultats risquent de ne pas être représentatifs ni trop élevée (souvent $< 35\%$). L'intensité de la lumière déviée enregistrée par chacun des détecteurs permet de constituer une image de diffraction en 2 dimensions qui est ensuite analysée à l'aide de modèle(s) mathématique(s) implantés dans le logiciel du granulomètre utilisé. De cette analyse ressort la distribution granulométrique en volume de l'échantillon.

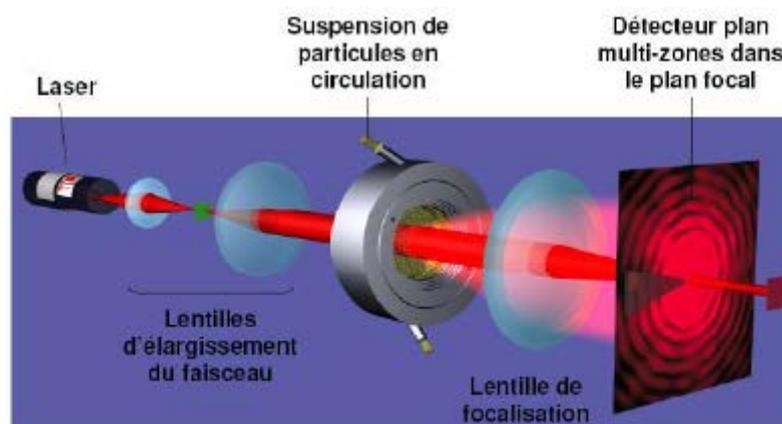


Figure 1 : Schéma d'un granulomètre laser

Pour réaliser une mesure de taille au moyen du granulomètre laser, il est impératif que les particules passant devant le faisceau laser soient individualisées et donc bien dispersées. Les modules de dispersion ont pour rôle d'assurer par des moyens mécaniques (pression, agitation, vibrations) la dispersion de l'échantillon.

Lors de l'utilisation d'un granulomètre laser, il faut toujours garder en mémoire les hypothèses des théories mises en œuvre, notamment que les particules sont assimilées à des sphères (ce qui n'est en réalité pas souvent le cas) pour éviter les erreurs d'interprétation. Par ailleurs, de manière à valider les résultats obtenus, il est préférable de les comparer à des observations en microscopie optique ou électronique quand cela est possible.

II- Expression des résultats

Il est préférable de ne rendre le résultat qu'après avoir effectué trois mesures d'un même échantillon.

Les résultats peuvent être rendus sous forme de nombreux paramètres calculés. Le rapport d'analyse par défaut mentionne:

- L'ensemble de la distribution granulométrique, exprimée en volume (%) en fonction des classes de taille (D_v = diamètre d'une sphère équivalent à la particule) sur une échelle de 0.02 μm à 2000 μm .
- Le $D_v(10)$, $D_v(50)$ et $D_v(90)$ qui correspondent respectivement aux diamètres en dessous desquels se situe 10, 50 et 90% du volume des particules.
- Le $D_v[4,3]$ correspond au diamètre moyen en volume.
- Le span, défini comme $[D_v(90) - D_v(10)] / D_v(50)$, donne une indication sur la largeur de la distribution granulométrique.
- L'uniformité est une déviation par rapport à la médiane, donne également une indication sur la largeur de la distribution granulométrique.
- La surface spécifique, qui n'est ici pas une réelle mesure mais plutôt une extrapolation basée sur le diamètre moyen et sur la masse volumique.

III- But :

Le but du TP consiste à déterminer la répartition granulométrique par la technique de diffraction de la lumière laser en utilisant un granulomètre laser Malvern Mastersizer 2000 après mise en suspension de l'échantillon dans un dispersant. Les particules passant devant un faisceau au laser, provoquent une déviation de la lumière. La quantité de la lumière déviée est proportionnelle au nombre et à la taille des particules. Ce type d'appareil permet de mesurer les particules sphériques de 0.02 à 2000 μm et décrire correctement une distribution en volume.

IV. Matériel et Produits

IV.1. Produits :

- Poudre de l'oxyde LaCoO_3 , Hexamétaphosphate de sodium $(\text{NaPO}_3)_6$ dispersant, eau distillée

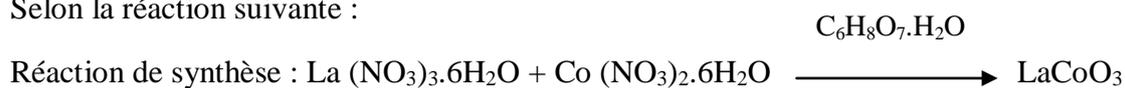
IV.2. Matériel :

Balance électronique, spatule, coupelle ou un verre de montre, éprouvette graduée, bécher de 800ml, granulomètre laser Malvern Mastersizer 2000.

V- Mode opératoire :

Afin d'effectuer une étude granulométrique qui vise l'identification de la distribution granulométrique des particules de l'échantillon du poudre de l'oxyde LaCoO_3 élaborée par la méthode sol-gel dite citrate calcinée à température 1000C° pendant 6 h.

Selon la réaction suivante :



On a procédé les étapes suivantes :

Acide citrique

1. Prélever à l'aide d'une spatule un peu de dispersant Hexamétaphosphate de sodium.
2. Peser en utilisant une balance électronique et une coupelle ou un verre de montre une masse de 0.6 g de dispersant.
3. mesurer un volume de 600ml de l'eau distillé à l'aide d'une éprouvette graduée.
4. Verser le volume mesuré de l'eau distillé dans un bécher propre à l'appareil Malvern Mastersizer 2000.
5. Introduire la masse pesée dans le bécher.
6. Placer le bécher dans l'appareil.
7. Mettez le banc optique en marche.
8. Agiter la solution de dispersant en appuyant sur le bouton de vitesse.
9. Mettez l'ordinateur en marche, puis démarrez le logiciel en cliquant deux fois sur l'icône Mastersizer 2000.
10. sélectionnez **Mesure-Manuelle**.
11. Mettre la poudre en suspension dans 600 ml d'eau additionnée d'hexamétaphosphate de sodium sous l'action des ultrasons pendant 15 minutes afin d'homogénéiser la dispersion de la poudre
12. Pressez le bouton **Démarrer** pour faire démarrer la mesure.
13. A la fin de mesure on obtient les résultats basés sur le volume.