

---

---

**Analyse granulométrique — Méthodes par  
diffraction laser —**

**Partie 1:  
Principes généraux**

*Particle size analysis — Laser diffraction methods —  
Part 1: General principles*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13320-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>



## Sommaire

1	Domaine d'application .....	1
2	Référence normative .....	1
3	Termes, définitions et symboles .....	1
3.1	Termes et définitions .....	1
3.2	Symboles .....	3
4	Principe .....	4
5	Instrument de diffraction laser .....	4
6	Modes opératoires de fonctionnement .....	6
6.1	Prescriptions .....	7
6.2	Contrôle, préparation, dispersion et concentration de l'échantillon .....	7
6.3	Mesurage .....	10
6.4	Répétabilité .....	12
6.5	Exactitude .....	12
6.6	Sources d'erreurs; diagnostics .....	13
6.7	Résolution; sensibilité .....	15
7	Rapport des résultats .....	15
Annexe A	(informative) Arrière-plan théorique de la diffraction laser .....	17
Annexe B	(informative) Recommandations pour les spécifications des instruments .....	27
Annexe C	(informative) Liquides de dispersion utilisés pour la méthode de diffraction laser .....	30
Annexe D	(informative) Indice de réfraction de divers liquides et solides .....	31
Bibliographie	.....	36

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 13320-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454174-4a5c-4c6a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454174-4a5c-4c6a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13320 a été élaborée par le comité technique ISO /TC 24, *Tamis, tamisage, et autres méthodes de séparation granulométrique*, sous-comité SC 4, *Granulométrie par procédés autres que tamisage*.

L'ISO 13320 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse granulométrique — Méthodes par diffraction laser*:

— *Partie 1: Principes généraux*

— *Partie 2: Validation de procédures d'inversion*

Les annexes A à D de la présente partie de l'ISO 13320 sont données uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>

## Introduction

Aujourd'hui, les méthodes par diffraction laser sont largement utilisées pour différentes applications granulométriques. Le succès de cette technique est fondé sur le fait qu'elle peut être appliquée à de nombreux types de systèmes particuliers, qu'elle est rapide et peut être automatisée, et qu'en outre, de nombreux instruments sont commercialisés. Néanmoins, il convient de prendre toutes les précautions nécessaires lors de l'utilisation de l'instrument et de l'interprétation des résultats.

Il y a donc lieu d'établir une Norme internationale sur l'analyse granulométrique par des méthodes de diffraction laser. L'objectif de cette norme est de fournir une méthodologie relative au contrôle qualité des analyses granulométriques.

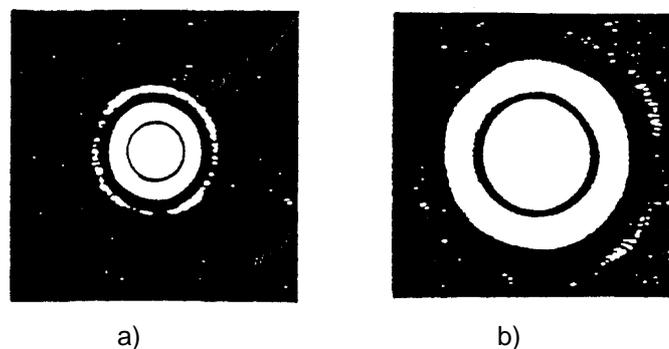
À l'origine, la technique de diffraction laser consistait à ne prendre en considération que la diffusion de la lumière à petits angles. Cette technique a ainsi pris les noms suivants:

- la diffraction de Fraunhofer;
- la diffusion de la lumière vers l'avant;
- la diffusion de la lumière laser à angle plat.

Toutefois, la technique s'est beaucoup développée en intégrant maintenant la diffusion de la lumière à des angles plus grands, ainsi que l'application de la théorie de Mie, qui vient s'ajouter aux théories plus approximatives telles que la diffraction de Fraunhofer ou la diffraction anormale.

La technique de diffraction laser est fondée sur le phénomène selon lequel les particules diffusent de la lumière dans toutes les directions, le type d'intensité dépendant de la dimension des particules. Tous les instruments actuellement disponibles partent du principe que les particules sont sphériques. La Figure 1 illustre les caractéristiques des motifs de diffusion d'une particule unique: alternance d'intensités faibles et élevées, les particules plus petites s'étendant selon des angles plus grands que les particules plus grandes [2-7, 10, 15 dans la Bibliographie].

Dans certaines limites, le motif de diffusion d'un ensemble de particules est identique à la somme des motifs de diffusion de toutes les particules présentes. On calcule la distribution granulométrique volumétrique en utilisant un modèle optique pour calculer les motifs de diffusion pour les volumes d'unité de particules de catégories de tailles sélectionnées et une procédure de déconvolution mathématique; le motif de diffusion de cette distribution est le plus proche du modèle mesuré (voir aussi l'annexe A).



**Figure 1 — Motif de diffusion de deux particules sphériques: la particule qui génère le modèle (a) est deux fois plus grande que celle qui génère le modèle (b)**

Un instrument de diffraction laser type est constitué de différents éléments: un faisceau lumineux (généralement un laser), un dispositif de dispersion particulaire, un détecteur permettant de mesurer le motif de diffusion et un ordinateur pour, d'une part, commander l'instrument, et d'autre part calculer la distribution granulométrique. À noter

que la technique de diffraction laser ne distingue pas la diffusion par particules uniques et la diffusion par groupes de particules primaires formant un agglomérat ou un agrégat. Généralement, le résultat de la taille des particules d'un agglomérat correspond à la taille des particules regroupées, mais dans certains cas, la distribution granulométrique indique également la taille des particules primaires. Étant donné que la plupart des échantillons contiennent des agglomérats ou des agrégats et que l'étude concerne généralement la distribution granulométrique des particules primaires, les groupes sont généralement répartis en particules primaires avant d'être mesurés.

À l'origine, les instruments prenaient uniquement en compte les angles de diffusion inférieurs à 14°, ce qui limitait l'application à des particules supérieures à environ 1 µm, les particules plus petites développant la plus grande partie de leur diffusion distinctive à des angles plus grands (voir aussi l'annexe A). Les instruments plus récents permettent, pour beaucoup, d'effectuer des mesurages à des angles de diffusion plus grands, certains allant jusqu'à des angles d'environ 150°; c'est le cas notamment lors de l'utilisation d'un faisceau convergent, d'un plus grand nombre d'objectifs ou d'objectifs plus grands, d'un second faisceau laser ou d'un plus grand nombre de détecteurs. Ainsi, les particules plus petites (pouvant descendre jusqu'à environ 0,1 µm) peuvent être mesurées. Certains instruments contiennent des informations supplémentaires données par les intensités de diffusion et les différences d'intensité à différentes longueurs d'onde et différents plans de polarisation, afin d'améliorer la caractérisation granulométrique des particules dans la plage sous-micrométrique.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13320-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13320-1:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>

# Analyse granulométrique — Méthodes par diffraction laser —

## Partie 1:

## Principes généraux

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13320 fournit des directives sur le mesurage des distributions granulométriques effectué dans tout système bi-phase, par exemple poudres, pulvérisateurs, aérosols, matières en suspension, émulsions, bulles de gaz dans des liquides, par l'analyse de leurs motifs de diffusion de la lumière angulaire. Elle ne traite pas des prescriptions spécifiques relatives au mesurage granulométrique de produits particuliers. La présente partie de l'ISO 13320 s'applique aux particules dont la taille est comprise dans une plage approximative de 0,1  $\mu\text{m}$  à 3 mm.

Pour les particules non sphériques, le modèle optique de cette technique suppose que les particules sont sphériques; on obtient ainsi une distribution granulométrique équivalente à celle des particules sphériques. La distribution granulométrique obtenue peut être différente de celles obtenues avec les méthodes fondées sur d'autres principes physiques (par exemple sédimentation, tamisage).

### 2 Référence normative

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-491e3687c441/iso-13320-1-1999>

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 13320. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 13320 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 9276-1:1990, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 1: Représentation graphique.*

### 3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13320, les termes, définitions et symboles suivants s'appliquent.

#### 3.1 Termes et définitions

##### 3.1.1

##### **absorption**

diminution de l'intensité d'un faisceau lumineux traversant un milieu par conversion de l'énergie dans le milieu

##### 3.1.2

##### **coefficient de variation**

mesure relative (%) de la précision: écart-type divisé par la valeur moyenne de la population et multiplié par 100 (pour les distributions normales de données, la médiane est égale à la moyenne)

**3.1.3****indice de réfraction complexe**

$N_p$   
indice de réfraction d'une particule, constitué d'une partie réelle et d'une partie imaginaire (absorption):

$$N_p = n_p - ik_p$$

**3.1.4****indice de réfraction relatif**

$m$   
indice de réfraction complexe d'une particule, rapporté à celui du milieu:

$$m = N_p/n_m$$

**3.1.5****déconvolution**

procédure mathématique selon laquelle la distribution granulométrique d'un ensemble de particules est déduite des mesurages du motif de diffusion

**3.1.6****diffraction**

étalement de la lumière sur les contours d'une particule, en deçà de son ombre géométrique, avec un faible écart par rapport à la propagation rectiligne

**3.1.7****extinction**

atténuation du faisceau lumineux traversant un milieu par absorption et diffusion

**3.1.8****matrice de motif**

matrice contenant les vecteurs de diffusion de lumière pour des volumes d'unité de différentes classes de tailles, mis à l'échelle par rapport à la géométrie du détecteur telle qu'elle est dérivée du calcul du motif

**3.1.9****diffusion multiple**

diffusion ultérieure de la lumière sur plusieurs particules, entraînant la formation d'un motif de diffusion qui ne correspond plus à la somme des motifs de toutes les particules individuelles (par opposition à la diffusion unique)

**3.1.10****obscurcissement****concentration optique**

pourcentage ou fraction de la lumière incidente atténuée en raison de l'extinction (diffusion et/ou absorption) par les particules

**3.1.11****modèle optique**

modèle théorique utilisé pour calculer la matrice du modèle pour des sphères optiquement homogènes avec, si nécessaire, un indice de réfraction complexe spécifié: par exemple la diffraction de Fraunhofer, la diffraction anormale, la diffusion de Mie

**3.1.12****réflexion**

renvoi d'une radiation par une surface, sans modification de la longueur d'onde

**3.1.13****réfraction**

changement de direction de propagation de la lumière, déterminée par le changement de vitesse de propagation en passant d'un milieu à un autre, conformément à la loi de Snell:

$$n_m \sin \theta_m = n_p \sin \theta_p$$

### 3.1.14 diffusion

terme général décrivant le changement de propagation de lumière à l'interface de deux milieux

### 3.1.15 motif de diffusion

motif angulaire ou spatial des intensités lumineuses [ $I(\theta)$  et  $I(r)$  respectivement] dont l'origine est la diffusion, ou valeur de l'énergie liée, en tenant compte de la sensibilité et de la géométrie des éléments du détecteur

### 3.1.16 diffusion unique

diffusion par laquelle la contribution d'un membre unique de la population de particules au motif de diffusion de la population entière est indépendante des autres membres de la population

### 3.1.17 amplitude de la distribution granulométrique normale

écart-type (valeur absolue) ou coefficient de variation (pourcentage relatif) de la distribution granulométrique

NOTE Dans le cas des distributions normales, environ 95 % de la population tombe dans l'intervalle de  $\pm 2$  écarts-types par rapport à la valeur moyenne, et environ 99,7 % de  $\pm 3$  écarts-types de la valeur moyenne

## 3.2 Symboles

$c$	Concentration particulaire volumétrique, en pour-cent
$f$	Distance focale de l'objectif, en millimètres
$I(\theta)$	Distribution de l'intensité angulaire de la lumière diffusée par des particules (motif de diffusion)
$I(r)$	Distribution de l'intensité spatiale de la lumière diffusée par des particules sur les éléments du détecteur (motif de diffusion mesuré par le détecteur)
$i$	Indication de la partie imaginaire de l'indice de réfraction
$i_n$	Courant photoélectrique de l'élément du détecteur $n$ , en microampères
$k$	Répétence, égale à $2\pi/\lambda$
$k_p$	Partie imaginaire (absorption) de l'indice de réfraction des particules
$l$	Longueur de chemin illuminé contenant les particules, en millimètres
$L$	Vecteur de courants photoélectriques ( $i_1, i_2, \dots, i_n$ )
$m$	Indice de réfraction complexe relatif d'une particule au milieu
$n_m$	Partie réelle de l'indice de réfraction du milieu
$n_p$	Partie réelle de l'indice de réfraction des particules
$N_p$	Indice de réfraction complexe d'une particule
$r$	Distance radiale du point focal dans le plan focal, en micromètres
$v$	Vitesse des particules dans un dispositif de dispersion à sec
$x$	Diamètre de la particule, en micromètres
$x_{50}$	Diamètre de la particule médiane, en micromètres, utilisée ici sur une base volumétrique, c'est-à-dire que, par volume, 50 % des particules sont inférieures au diamètre, et 50 % sont supérieures

- $x_{10}$  Diamètre de la particule correspondant à 10 % de la distribution cumulative des tamisats (ici, par volume), en micromètres
- $x_{90}$  Diamètre de la particule correspondant à 90 % de la distribution cumulative des tamisats (ici, par volume), en micromètres
- $\alpha$  Paramètre de taille sans dimension, égal à  $\pi x/\lambda$
- $\theta$  Angle de diffusion par rapport à la direction vers l'avant, en degrés
- $\theta_m$  Angle limité, par rapport à la perpendiculaire, du faisceau lumineux dans le milieu (tel qu'il est utilisé dans la loi de Snell; voir réfraction), en degrés
- $\theta_p$  Angle limité, par rapport à la perpendiculaire, du faisceau lumineux de la particule (tel qu'il est utilisé dans la loi de Snell; voir réfraction), en degrés
- $\lambda$  Longueur d'onde de la source lumineuse d'éclairage dans le milieu (c'est-à-dire liquide ou gaz/air), en nanomètres
- $\omega$  Vitesse de rotation des particules dans le dispositif de dispersion à sec

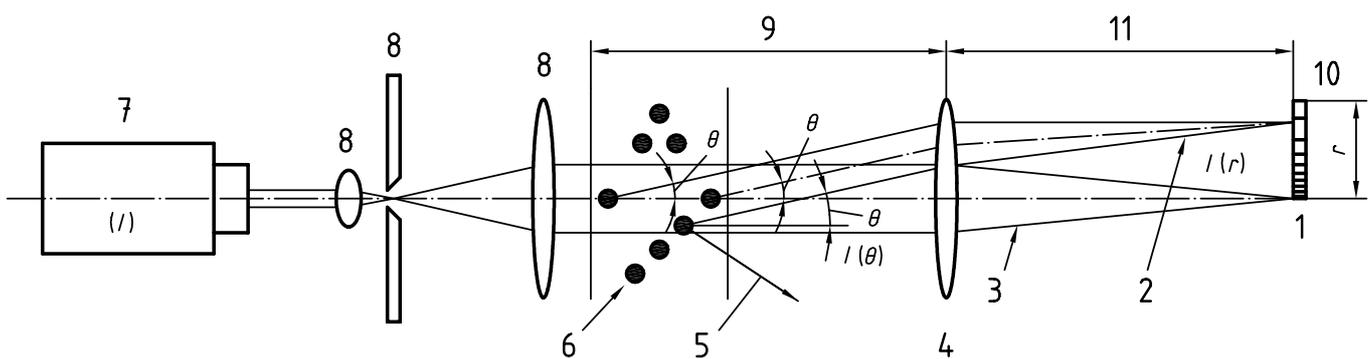
**4 Principe**

Un échantillon représentatif, dispersé à une concentration adéquate dans un liquide ou un gaz adapté, passe à travers le faisceau d'une source lumineuse monochromatique, généralement un laser. La lumière diffusée par les particules à divers angles est mesurée par un détecteur multi canaux, et les valeurs numériques liées au motif de diffusion sont alors enregistrées pour être ensuite analysées. Ces valeurs numériques de diffusion sont ensuite transformées à l'aide d'un modèle optique approprié et suivant une procédure mathématique, de façon à répartir la proportion du volume total dans un nombre discret de catégories de tailles formant une distribution granulométrique volumétrique.

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>

**5 Instrument de diffraction laser**

La Figure 2 présente le schéma de montage d'un instrument de diffraction laser type.



**Légende**

- |   |   |    |                                     |
|---|---|----|-------------------------------------|
| 1 | Détecteur d'obscurcissement                     | 7  | Laser de source lumineuse           |
| 2 | Faisceau diffusé                                | 8  | Unité de traitement du faisceau     |
| 3 | Faisceau direct                                 | 9  | Distance de travail de l'objectif 4 |
| 4 | Objectif de Fourier                             | 10 | Détecteur multi-éléments            |
| 5 | Lumière diffusée non collectée par l'objectif 4 | 11 | Distance focale de l'objectif 4     |
| 6 | Ensemble de particules                          |    |                                     |

**Figure 2 — Exemple de montage d'un instrument de diffraction laser**

Dans le cas d'un montage conventionnel, une source lumineuse (généralement un laser) est utilisée pour générer un faisceau monochromatique, cohérent et parallèle. Cette source lumineuse est suivie d'une unité de traitement du faisceau, généralement un dispositif d'expansion de faisceau à filtre intégré, qui produit un faisceau étalé et presque idéal pour illuminer les particules dispersées.

Un échantillon représentatif, dispersé selon une concentration adéquate, est transporté par le biais d'un moyen de transport (gaz ou liquide) à travers le faisceau lumineux, dans une zone de mesure; il convient que la zone de mesure soit située dans la distance de travail de l'objectif utilisé. Dans certains cas, le flux de particules en traitement est illuminé directement par le faisceau laser pour être mesuré; c'est le cas notamment des pulvérisateurs, aérosols ou des bulles d'air dans les liquides. Dans d'autres cas (émulsions, pâtes, poudres, etc.), les échantillons représentatifs peuvent être dispersés dans des liquides appropriés (voir l'annexe C). Souvent, des agents dispersants (agents humidifiants, stabilisateurs) et/ou des forces mécaniques (agitation, ultrasons) sont appliqués pour désagglomération des particules et stabilisation de la dispersion. Un système de recirculation est généralement utilisé dans le cas de la dispersion par un liquide. Ce système est constitué d'une cellule de mesure optique, d'un bain de dispersion généralement muni d'un agitateur et d'éléments à ultrasons, d'une pompe et de tubes.

Les poudres sèches peuvent également être transformées en aérosols grâce à l'application de dispositifs de dispersion des poudres sèches, qui appliquent des forces mécaniques permettant la désagglomération. Le principe est le suivant: un dispositif de dosage alimente le dispositif de dispersion selon un flux constant d'échantillon. Le dispositif de dispersion utilise l'énergie d'un gaz comprimé ou la différence de pression par rapport au vide pour disperser les particules. Cette opération conduit à la formation d'un aérosol qui est soufflé à travers la zone de mesure, généralement à l'entrée du vide qui récupère les particules.

Les particules peuvent traverser le faisceau laser de deux façons. Dans le cas conventionnel, les particules entrent dans le faisceau lumineux avant, et se maintiennent dans la distance de travail de l'objectif [voir Figure 3 a)]. Dans le cas de l'analyse de Fourier inverse, les particules entrent derrière l'objectif et, par conséquent, dans un faisceau convergent [voir Figure 3 b)].

L'avantage du montage conventionnel est qu'une longueur raisonnable de chemin est autorisée pour l'échantillon, à l'intérieur de la distance de travail de l'objectif. Le second montage autorise uniquement les petits parcours optiques, mais permet de mesurer la lumière dispersée à de grands angles, ce qui est très utile dans le cas de la présence de particules submicrométriques.

L'interaction du faisceau lumineux incident et de l'ensemble des particules dispersées forme un motif de dispersion avec différentes intensités lumineuses, à divers angles (voir l'annexe A pour obtenir les arrière-plans théoriques de la diffraction laser). La distribution totale de l'intensité angulaire  $I(\theta)$ , constituée d'une lumière directe et d'une lumière diffusée, subit ensuite une mise au point par un objectif positif ou un ensemble d'objectifs d'un détecteur multi-éléments. Le ou les objectifs fournissent un motif de dispersion qui, jusqu'à une certaine limite, ne dépend pas de l'emplacement des particules dans le faisceau lumineux. La distribution continue de l'intensité angulaire  $I(\theta)$  est donc convertie en une distribution discrète de l'intensité spatiale  $I(r)$  sur un ensemble d'éléments du détecteur.

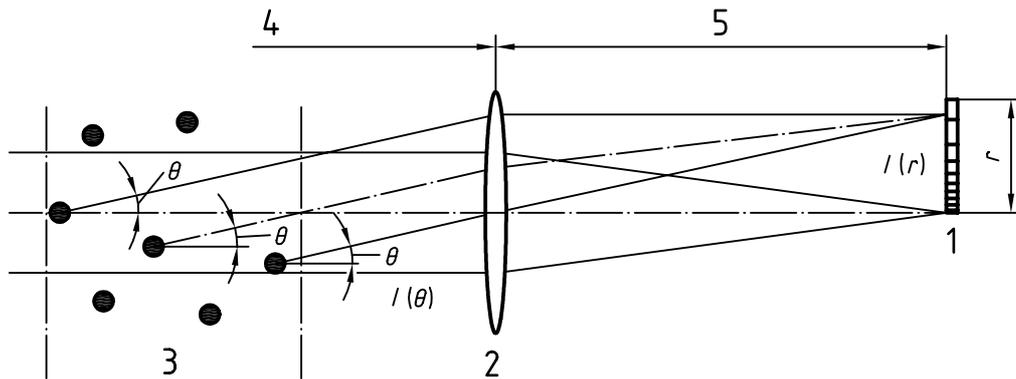
On suppose que le motif de diffusion enregistré de l'ensemble de particules est identique à la somme des motifs de toutes les particules individuelles de diffusion présentées dans des positions relatives aléatoires. Il est à noter que le ou les objectifs (donc le détecteur) ne rassemblent qu'une plage angulaire limitée de lumière diffusée.

Généralement, le détecteur est constitué de plusieurs photodiodes. Certains instruments associent une photodiode à des fentes mobiles. Les photodiodes transforment ensuite la distribution spatiale de l'intensité  $I(r)$  en un ensemble de courants photoélectriques  $i_n$ . Le dispositif électronique qui en résulte transforme et numérise ensuite les courants photoélectriques en un ensemble de vecteurs d'intensité ou d'énergie  $L_n$ , qui représentent le motif de diffusion. Un élément central mesure l'intensité de la lumière non diffusée et fournit ainsi, grâce à un calcul, la mesure de la concentration ou de l'obscurcissement optique. Certains instruments fournissent des géométries spéciales de l'instrument central pour recentrer ou régler le détecteur ou l'objectif. Il est préférable que les éléments du détecteur soient positionnés de façon à empêcher la lumière reflétée de la surface de retraverser le système optique.

Un ordinateur commande le mesurage; cet ordinateur permet de stocker et de manipuler les signaux détectés pour stocker et/ou calculer la forme correcte du modèle optique (généralement sous la forme d'une matrice de modèle contenant des vecteurs de diffusion lumineuse par unité de volume par catégorie de taille, mis à l'échelle par rapport à la géométrie et à la sensibilité du détecteur). L'ordinateur est également utilisé pour calculer la distribution

granulométrie (voir l'annexe A pour les arrière-plans théoriques de la diffraction laser). Il peut également automatiser le fonctionnement de l'instrument.

Les instruments des différents fabricants, mais également les différents types de produits conçus par une même société présentent des différences significatives tant au niveau matériel que logiciel. Il convient que les spécifications portées sur l'instrument permettent de juger correctement ces différences. L'annexe B donne les recommandations relatives aux spécifications des instruments de diffraction laser.



**Légende**

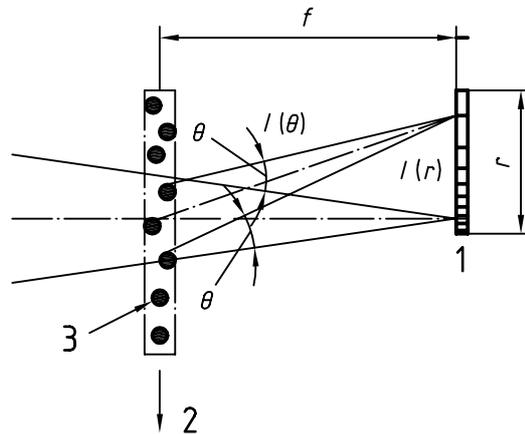
- 1 Détecteur
- 2 Objectif de Fourier
- 3 Ensemble de particules

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

- 4 Distance de travail
- 5 Distance focale

**a) Montage conventionnel: les particules entrent au préalable dans le faisceau parallèle et restent dans la distance de travail de l'objectif**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b454f74-4a5e-4e8a-b2c7-46fc5880c4e0/iso-13320-1-1999>



**Légende**

- 1 Détecteur
- 2 Flux au travers d'une cuvette
- 3 Particule

**b) Montage de Fourier inverse: les particules se trouvent dans un faisceau convergent entre l'objectif et le détecteur**

**Figure 3 — Montage d'un instrument de diffraction laser**

## 6 Modes opératoires de fonctionnement

### 6.1 Prescriptions

#### 6.1.1 Emplacement de l'instrument

Il est recommandé d'installer l'instrument dans un endroit propre, exempt de tout bruit électrique excessif, vibration mécanique, fluctuation de température, et dans un endroit non exposé à la lumière directe du soleil. Il convient de bien aérer la zone de fonctionnement. Il est recommandé d'utiliser un instrument muni d'un banc optique interne, ou d'installer l'instrument sur une table ou un banc rigide, pour éviter le réalignement fréquent du système optique.

**AVERTISSEMENT** — La radiation des instruments équipés d'un laser à faible puissance peut provoquer des dommages visuels irréversibles. Ne jamais regarder directement dans le champ d'un faisceau laser ou de ses réflexions. Éviter de couper le faisceau laser avec des surfaces réfléchissantes. Observer les règles de sécurité locales en matière de radiation laser.

#### 6.1.2 Liquides de dispersion

Tout liquide optique transparent d'indice de réfraction connu peut être utilisé. De nombreux liquides permettent donc de disperser une poudre. L'annexe C fournit des informations relatives aux exigences des liquides de dispersion.

Dans le cas de l'utilisation d'un liquide organique, observer les règles de santé et de sécurité locales. Dans le cas de l'utilisation de liquides ayant une pression de vapeur élevée, utiliser un couvercle pour bain d'ultrasons, afin d'éviter la formation de concentrations de vapeur dangereuses au-dessus du bain et/ou la génération de zones à basse température avec indices de réfraction fluctuant dans le liquide par évaporation.

#### 6.1.3 Gaz de dispersion

Un gaz comprimé est parfois utilisé dans le cas d'un pulvérisateur ou d'une dispersion à sec. Si un tel gaz est utilisé, il est essentiel qu'il soit exempt d'huile, d'eau et de particules, cette propreté devant être atteinte grâce à l'utilisation d'un séchoir muni d'un filtre. Il convient de placer tout vide à l'extérieur de la zone de mesure, de façon que la sortie d'air chaud n'atteigne pas la zone de mesure. Il convient d'éviter tout courant d'air pour éviter la formation de faisceaux particuliers instables.

### 6.2 Contrôle, préparation, dispersion et concentration de l'échantillon

#### 6.2.1 Contrôle de l'échantillon

Effectuer un contrôle, visuel ou à l'aide d'un microscope, du matériel à analyser, pour d'une part évaluer la plage de tailles et la forme des particules, et d'autre part pour vérifier que les particules ont été correctement dispersées.

La distribution granulométrique mesurée sur un échantillon ne peut être valide pour un lot de matériau que si l'échantillon est représentatif de ce lot et qu'il a été correctement dispersé.

#### 6.2.2 Préparation

Dans le cas de poudres sèches, préparer un volume suffisant d'échantillon représentatif pour pouvoir être mesuré en utilisant une technique de fractionnement adéquate de l'échantillon, par exemple un sablier rotatif. Dans le cas de l'utilisation d'échantillons très petits ou de poudre humide, il est également possible de prélever des fractions d'échantillons d'une pâte bien mélangée. La consistance de la pâte évite ainsi les erreurs de séparation. La formation d'une pâte s'effectue en ajoutant goutte à goutte des agents dispersants à l'échantillon et en mélangeant à l'aide d'une spatule. Il convient d'ajouter des gouttes, à raison d'une à la fois, tant que le mélange forme des grumeaux, et de mélanger après chaque goutte. La pâte doit prendre la consistance de miel ou de dentifrice. Si, par erreur, la pâte devient trop liquide, elle ne doit pas être utilisée, et il convient de préparer un nouveau mélange.

Si la taille maximale dépasse la plage de mesure, retirer le matériau trop gros, par exemple à l'aide d'un tamis. Dans ce cas, déterminer la quantité et le pourcentage de produit retiré et rédiger un compte rendu.

Il convient de mesurer directement les pulvérisateurs, les aérosols ou bulles de gaz dans un liquide, à condition qu'ils présentent un niveau de concentration adéquat (voir 6.2.3 et 6.2.4). En effet, l'échantillonnage ou la dilution ne peuvent généralement être réalisés sans modifier la distribution granulométrique.