

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13321

Première édition
1996-07-01

**Analyse granulométrique — Spectroscopie
par corrélation de photons**

iTeh STANDARD PREVIEW
Particle size analysis — Photon correlation spectroscopy
(standards.iteh.ai)

[ISO 13321:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8e80dc0-661f-46aa-a27c-5c94d603327e/iso-13321-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8e80dc0-661f-46aa-a27c-5c94d603327e/iso-13321-1996>



Numéro de référence
ISO 13321:1996(F)

Sommaire

	Page
Introduction.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Définitions	1
3 Symboles.....	1
4 Principe.....	1
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire préliminaire	2
7 Mode opératoire du mesurage.....	3
8 Étalonnage et vérification	4
9 Répétabilité.....	5
10 Rapport d'essai.....	5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.si)

Annexes

	Page
A Calcul du diamètre particulaire moyen et de l'indice de polydispersion.....	6
B Rapport d'essai recommandé	8
C Information théorique.....	10
D Appareillage PCS type et spécifications recommandées	13
E Recommandations pour la préparation des échantillons.....	15
F Bibliographie	20

© ISO 1996

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'auteur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

La Norme internationale ISO 13321 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 autre que tamisage*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30748053276180-13321-1996>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B à F sont données uniquement à titre d'information.

Introduction

Actuellement, la granulométrie inférieure au micron repose couramment sur la spectroscopie par corrélation de photons (PCS). Le succès de cette technique est dû principalement au fait qu'elle permet d'estimer la taille moyenne des particules en des temps de mesure de quelques minutes et qu'un équipement d'utilisation aisée est disponible dans le commerce. Cependant, la mise en œuvre et l'interprétation des résultats demandent certaines précautions. Il est donc nécessaire d'élaborer une Norme internationale traitant de la granulométrie fondée sur la spectroscopie par corrélation de photons, afin de fournir une méthodologie permettant aux utilisateurs d'obtenir un bon accord interlaboratoire pour la justesse et la reproductibilité des résultats.

Bien que la PCS permette de déterminer la distribution granulométrique, la présente Norme internationale est limitée à la seule description de cette distribution granulométrique au moyen de deux paramètres: une taille moyenne et un indice de polydispersion, obtenus par analyse dite «des cumulants» (voir annexe A). Ceci n'exclut pas le fait que l'on puisse obtenir des informations plus détaillées sur la distribution granulométrique. Cependant, en l'état actuel des connaissances, la reproductibilité et la fiabilité de la méthode de calcul des distributions ne sont pas assez satisfaisantes pour être incluses dans une Norme internationale. Une fois encore, ceci n'exclut pas que, pour certaines applications, on puisse obtenir des valeurs acceptables.

La présente Norme internationale recommande des mesurages avec des sources laser He-Ne, de longueur d'onde dans le vide de 632,8 nm, sous un angle de diffusion de 90°. Comme des sources laser à semi-conducteurs utilisant d'autres longueurs d'ondes sont maintenant disponibles et qu'ils pourront être associés à des instruments futurs, la présente Norme internationale inclut d'ores et déjà des recommandations pour de tels instruments. Bien que la méthode donnée soit limitée au mesurage d'un seul angle, avec certains instruments, des valeurs supplémentaires et des informations complémentaires appréciables peuvent être obtenues pour d'autres angles de diffusion ou par analyses simultanées de mesurages réalisés à différents angles.

La présente Norme internationale se rapporte à des particules sphériques isotropes et à un mode opératoire d'essai. Le mesurage de particules non sphériques et/ou anisotropes peut être réalisé par cette technique dans laquelle chaque particule est assimilée à une sphère équivalente.

Une liste des références utiles pour des informations plus approfondies est donnée dans l'annexe F.

Analyse granulométrique — Spectroscopie par corrélation de photons

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit l'application de la spectroscopie par corrélation de photons (PCS) à la méthode de mesurage d'une dimension particulaire moyenne et à la détermination de la distribution granulométrique dans un fluide. Elle est applicable à des dimensions particulières comprises entre quelques nanomètres et environ $1\ \mu\text{m}$, ou jusqu'à l'apparition de la sédimentation. On suppose, dans l'analyse des données (voir annexes A et C), que les particules sont isotropes et sphériques.

NOTE 1 — Cette technique est encore connue ou se réfère à d'autres noms, par exemple, diffusion quasi élastique de la lumière (QELS) et diffusion dynamique de la lumière (DLS).

2 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

2.1 diamètre particulaire moyen, x_{PCS} : Moyenne harmonique des diamètres des particules, déterminée par l'équation (C.10) de l'annexe C.

Il est exprimé en nanomètres (10^{-9} m).

2.2 indice de polydispersion, IP: Valeur sans dimension caractérisant l'étendue de la distribution granulométrique, déterminée par l'équation (C.9) de l'annexe C.

2.3 volume de diffusion, V : Section en coupe du rayon laser incident observée par l'optique de réception ou de détection.

L'ordre de grandeur d'un volume de diffusion est 10^{-6} cm³.

3 Symboles

B valeur du point d'interception de la fonction d'autocorrélation d'intensité [voir l'équation (C.6) de l'annexe C];

B_{max} valeur maximale du point d'interception B pour un réglage donné de l'optique de détection;

c concentration, en moles par litre du matériau particulaire;

$G_2(\tau)$ fonction d'autocorrélation d'intensité;

n indice de réfraction du milieu de dispersion;

N_V nombre de particules dans le volume de diffusion V ;

η viscosité du milieu de dispersion;

Γ taux de décroissance;

λ_0 longueur d'onde du laser dans le vide (632,8 nm pour le laser He-Ne);

ϕ fraction volumique particulaire;

ρ masse volumique particulaire;

θ angle de diffusion;

μ_2 deuxième cumulant.

4 Principe

Un faisceau laser cohérent et monochromatique illumine un échantillon représentatif pour analyse granulométrique, dispersé dans un fluide, à une concentration définie. La lumière, diffusée sous un certain angle par les particules (en général 90°), est enregistrée par un détecteur dont le signal de sortie

est transmis à un corrélateur. La décroissance de la fonction d'autocorrélation de l'intensité diffusée est interprétée en termes de dimension particulaire moyenne et d'indice de polydispersion, au moyen de la méthode dite des cumulants.

L'annexe C donne quelques informations théoriques sur la granulométrie par PCS.

5 Appareillage

Les parties principales d'un spectromètre par corrélation de photons type sont énumérées ci-dessous.

NOTE 2 — Les instruments du commerce ou de confection maison qui sont conformes aux prescriptions de la présente Norme internationale peuvent être utilisés. Il existe plusieurs différences importantes, aussi bien dans le matériel que dans le logiciel, non seulement entre des instruments réalisés par des constructeurs différents, mais aussi entre les différents types d'instrument réalisés par un même constructeur. Les spécifications d'un instrument ne traduisent pas toujours ses caractéristiques essentielles. C'est pourquoi, l'annexe D est fournie pour recommander les spécifications concernant des instruments utilisés pour la PCS.

5.1 Laser, monochromatique, émettant une lumière polarisée dont le vecteur champ électrique est perpendiculaire au plan formé par le rayonnement incident et le rayonnement détecté (polarisation verticale), par exemple laser He-Ne de puissance comprise entre 2 mW et 5 mW.

5.2 Support d'échantillon, permettant le contrôle et le mesurage de la température à $\pm 0,3$ °C.

5.3 Arrêt du faisceau primaire.

5.4 Optique et détecteur, permettant de détecter et numériser le rayonnement diffusé par l'échantillon sous un certain angle, par exemple 90°. Lorsque le dispositif comprend un analyseur de polarisation, ce dernier doit être en position verticale, c'est-à-dire présenter une transmission maximale de la lumière polarisée dont le vecteur champ électrique est perpendiculaire au plan des faisceaux incident et diffusé.

5.5 Corrélateur.

5.6 Unité de calcul.

6 Mode opératoire préliminaire

6.1 Emplacement de l'appareillage

L'appareillage doit être installé dans un environnement propre, non soumis au rayonnement solaire et

aux parasites d'origine électrique et aux vibrations d'origine mécanique. Si les liquides utilisés sont organiques (par exemple liquide d'indice de réfraction correspondant et/ou milieu de suspension), la réglementation locale en matière de santé et de sécurité doit être respectée et la zone de travail doit être parfaitement ventilée. L'appareillage doit être positionné sur une table ou un banc rigide afin d'éviter la nécessité de réalignements fréquents du système optique.

NOTE 3 — Une autre solution consiste à incorporer un banc optique rigide dans le système.

AVERTISSEMENT — Les appareils de PCS sont équipés de lasers de faible ou moyenne puissance dont le rayonnement peut provoquer des lésions oculaires définitives. Ne jamais regarder directement le faisceau laser ou le faisceau réfléchi. Ne pas utiliser de surfaces réfléchissantes lorsque le laser est en fonctionnement. Respecter les règles de sécurité locales en matière de laser.

6.2 Préparation et contrôle des échantillons

6.2.1 Les échantillons doivent présenter des particules bien dispersées dans un milieu liquide qui doit

- être transparent (non absorbant) à la longueur d'onde du laser;
- être compatible avec les matériaux utilisés dans l'appareillage;
- ne pas dissoudre, gonfler ou coaguler le matériau particulaire;
- présenter un indice de réfraction différent de celui du matériau particulaire;
- avoir un indice de réfraction et une viscosité connus avec une précision supérieure à 0,5 %;
- être parfaitement filtré.

L'eau est souvent choisie comme milieu de dispersion. Il est recommandé d'utiliser de l'eau fraîchement distillée (l'alambic doit être en cristal) ou de l'eau déionisée et filtrée (à 0,2 μm). Comme certaines interactions entre particules peuvent interférer sur les résultats de dispersions stabilisées fortement chargées, il est possible d'ajouter une trace de sel [$c(\text{NaCl})$ d'environ 10^{-3} mol/l] à de tels échantillons pour réduire l'interaction entre particules.

De grandes fluctuations de la valeur temporelle moyenne des signaux diffusés (taux de comptage), sur de petites échelles de temps (par exemple de 0,1 s) avec des rafales de taux de comptage élevés, indiquent la présence de poussières de contamination. L'apparition de centres de brillance dans le faisceau indique aussi un échantillon sale. Ces liquides doivent alors être nettoyés (par filtration et/ou distillation) avant utilisation.

Des recommandations détaillées concernant la préparation des échantillons sont données en annexe E.

Le liquide de dispersion seul ne doit présenter aucun (ou un très faible) signal diffusé dans l'appareillage lorsque l'absence de poussière ou contaminants est vérifiée.

6.2.2 La concentration du matériau particulaire doit être supérieure à un certain niveau minimal et inférieure ou égale à un niveau maximal. Le niveau minimal est défini par les deux exigences suivantes.

- 1) L'intensité diffusée (taux de comptage) de l'échantillon contenant les particules dispersées doit être au moins dix fois supérieure au signal diffusé par le milieu de dispersion seul.
- 2) Le nombre minimal N_V de particules dans le volume de diffusion doit être d'au moins environ 1 000 (tout nombre compris dans la fourchette 500 à 1 000 est acceptable).

NOTE 4 — Ce nombre peut être estimé à partir du diamètre PCS moyen x_{PCS} , de la fraction volumique du matériau particulaire ϕ et de la valeur V du volume de mesurage par l'équation

$$N_V = 6\phi V / \pi x_{PCS}^3$$

L'ordre typique de grandeur de V est 10^{-6} cm^3 (cette valeur peut être trouvée dans les spécifications du fabricant de l'instrument). Cette équation ne s'applique qu'aux matériaux présentant des particules de même taille. Pour les échantillons polydispersés, le nombre réel de particules dans le volume de diffusion peut être largement supérieur à celui obtenu par l'application de cette équation. Si ce nombre compromet les critères 3) à 5), une dilution supplémentaire peut être nécessaire et entraîner l'obligation d'augmenter soit l'ouverture de cohérence du récepteur, soit le diamètre du faisceau laser incident, afin d'augmenter le volume de mesurage. L'interception mesurée diminuera alors en conséquence. Ce compromis n'est pas autorisé pour des étalonnages ou des contrôles.

Le niveau maximal est déterminé principalement par le fait que l'on ne doit observer qu'une simple diffusion et non une diffusion multiple. L'absence de diffusion multiple doit être déterminée par les trois vérifications suivantes.

- 3) Les échantillons ne doivent pas être opaques mais apparaître clairs, légèrement nuageux ou troubles. Cela doit toujours être vérifié avant de placer l'échantillon dans l'appareillage.
- 4) Le rapport de la valeur du point d'interception mesurée (voir annexe A pour sa détermination) à sa valeur maximale (voir les spécifications du fabricant ou l'article 8 pour sa détermination) doit être au minimum égal à 0,8.
- 5) Lorsque l'appareillage permet de visualiser le rayonnement laser qui traverse l'échantillon, on

doit voir un faisceau étroit, parallèle, sans halo de diffusion et sans absorbance apparente.

NOTE 5 — Si possible, la vérification supplémentaire suivante est conseillée. Lorsqu'un spectrophotomètre est disponible, l'absorbance (O.D.) de l'échantillon, pour la longueur d'onde laser utilisée, sur un trajet de 1 cm, peut être l'indicateur d'une diffusion multiple: lorsqu'elle est supérieure à 0,04, il faut s'attendre à une diffusion multiple.

Dans de nombreuses applications, une fraction volumique (ϕ) du matériau particulaire dispersé dans la plage comprise entre 10^{-5} à 10^{-4} remplit les prescriptions pour des dimensions particulières inférieures à environ 500 nm. [Pour obtenir la plage de concentrations (c) en masse par unité de volume, multiplier la fraction volumique (ϕ) par la masse volumique particulaire (ρ): $c = \rho\phi$.] Il peut être impossible, pour des particules polydispersées et/ou plus grandes, de trouver une concentration satisfaisant aux prescriptions 2), 3) et 4), sans augmenter ni l'ouverture de cohérence du récepteur ni le diamètre du faisceau laser incident, afin d'augmenter le volume de mesurage. Il est possible dans ce cas, que la valeur de l'interception obtenue ne respecte pas les critères définis en 4). Pour des tailles particulières supérieures à $1 \mu\text{m}$, les prescriptions 2), 3) et 4) ne peuvent être respectées que dans des cas exceptionnels.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire du mesurage

Tout mesurage suppose un appareillage installé et aligné correctement et un opérateur connaissant son utilisation.

7.1 Allumer l'appareillage et attendre la stabilisation de la température.

En principe, il faut attendre 0,5 h pour que la puissance du laser soit stabilisée et pour que le support de l'échantillon soit à la température désirée.

7.2 Vérifier le milieu de dispersion et noter le taux moyen de comptage diffusé par un échantillon blanc.

7.3 Placer un échantillon de la dispersion (milieu de dispersion + échantillon de particules) dans l'appareillage et attendre l'équilibre en température entre l'échantillon et son support. La température doit être contrôlée et mesurée avec une précision de $0,3 \text{ }^\circ\text{C}$.

NOTE 6 — Pour un changement de température de seulement $3 \text{ }^\circ\text{C}$, l'équilibre en température par diffusion thermique du liquide placé dans une cellule de mesurage de 1 cm peut demander environ 10 min. Si la température de l'échantillon n'atteint pas la valeur d'équilibre, les erreurs de dimensionnement particulière sur des dispersions aqueuses seront enregistrées à un taux de 2 % par $^\circ\text{C}$.

Une autre méthode consiste à mesurer la température de la salle puis à régler l'appareillage de telle manière que la

température du support d'échantillons soit à $\pm 0,3$ °C de celle de la salle. Les échantillons peuvent alors être stabilisés à la température de la salle puis être mesurés immédiatement après leur insertion dans le support. Ils peuvent aussi être stabilisés dans un bain thermostaté dont la température est à $\pm 0,3$ °C de celle du support d'échantillons. Dans ce cas, l'eau doit être retirée de la cellule avant qu'elle ne contamine le fluide d'indice correspondant.

7.4 Les données suivantes doivent être enregistrées: identification de l'échantillon, longueur d'onde du laser et angle de diffusion si nécessaire, température de mesurage, indice de réfraction et viscosité du milieu de dispersion, concentration des particules et toute autre information pertinente.

7.5 Effectuer un mesurage préliminaire de la dispersion pour vérifier que la concentration particulière n'est ni trop faible [inférieure à 1 000 particules dans le volume de diffusion, voir 6.2.2, contrôle 2)] ni trop élevée [voir 6.2.2, contrôle 4)]. Vérifier que l'intensité moyenne diffusée (taux de comptage) est comprise entre 5 kcoups/s et 1 000 kcoups/s (5 000 coups/s à 1 000 000 coups/s). Si ces critères ne sont pas satisfaits, recommencer le mesurage avec un échantillon de concentration différente ou, si possible, utiliser une autre puissance du laser.

7.6 Pour chaque échantillon, effectuer au minimum six doubles mesurages, d'une durée d'au moins 60 s et enregistrer les résultats. Lorsque le taux de comptage est inférieur à 20 000 coups/s (20 kcoups/s), la durée en secondes du mesurage doit être équivalente à au moins 1 200 000 coups divisé par le taux de comptage en coups par seconde, ou 1 200 kilocoups divisé par le taux de comptage en kilocoups par seconde.

7.7 Enregistrer le diamètre particulaire moyen x_{PCS} et l'indice de polydispersion IP pour chaque mesurage. Calculer la moyenne:

$$\langle x \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$$

et l'écart-type estimé:

$$s_{N-1} = \frac{1}{N-1} \sqrt{\sum_{i=1}^N (x_i - \langle x \rangle)^2}$$

où N est le nombre de mesurages x_i ($i = 1 \dots N$) de x_{PCS} et de IP.

7.8 Si l'on constate que la dimension particulaire moyenne dépend systématiquement de la concentration, les résultats de l'extrapolation pour une dilution infinie (ou ceux obtenus pour la concentration la plus faible admissible) doivent être notés.

NOTE 7 — Bien que les contrôles 3) à 5) de 6.2.2 ne prennent pas en compte les erreurs dues à la diffusion multiple, l'interaction des particules peut, en particulier pour les plus petites particules ($x_{PCS} \leq 100$ nm) et pour des fractions de volume supérieures à 0,01, fausser l'estimation du diamètre moyen PCS donnée par l'équation (C.5) de l'annexe C. Il est donc recommandé, pour les systèmes de dispersion inconnue, d'effectuer les étapes 7.5 à 7.7 en prenant plusieurs valeurs de concentration de la gamme dans un rapport d'au moins 2.

7.9 À la fin du mesurage, vérifier que l'échantillon ne présente aucune sédimentation importante. En présence de sédimentation, soit l'échantillon s'est aggloméré, ce qui a donné lieu à une précipitation, soit le matériau est inadapté pour des mesurages par PCS.

8 Étalonnage et vérification

Comme la détermination de dimensions particulières par PCS est une méthode absolue, reposant sur les premiers principes, un étalonnage n'est pas nécessaire. Cependant, les performances de l'appareillage doivent être vérifiées par des dispersions de particules dont la taille est certifiée, après l'installation initiale, puis périodiquement ou en cas de doute.

Il faut utiliser des dispersions de latex de polystyrène présentant une distribution granulométrique étroite et un diamètre particulaire moyen, mesuré par PCS, d'environ 100 nm. Le diamètre particulaire moyen d'une telle dispersion doit être de ± 2 % de la taille déclarée et la répétabilité, définie par $100s_{N-1}/\langle x \rangle$, doit être meilleure que 2 %. L'indice de polydispersion doit être inférieur à 0,1.

NOTE 8 — De tels latex sont disponibles chez différents fournisseurs. Un latex de polystyrène (n° catalogue 1963) présentant des particules de diamètre certifié égal à 100,7 nm, peut être obtenu auprès du National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD, États-Unis. L'annexe E donne des recommandations pour la préparation d'un échantillon approprié.

La valeur maximale du point d'interception de la fonction d'autocorrélation peut être déterminée de la manière suivante:

- sélectionner une ouverture de détection pour laquelle une valeur de B_{max} est disponible;
- déterminer le point d'interception B (voir annexe A) avec les dispersions de latex de polystyrène (diamètre d'environ 100 nm) en utilisant au minimum deux concentrations différentes conformes aux exigences 1), 2), 3) et 5) de 6.2.2;
- si B dépend systématiquement de la concentration particulaire, extrapoler les résultats à une dilution infinie.

9 Répétabilité

La répétabilité de la détermination de la dimension particulaire moyenne, définie par $100s_{N-1}(x)$, doit être meilleure que 5 %.

10 Rapport d'essai

La dimension particulaire moyenne x_{PCS} et l'indice de polydispersion IP doivent être notés. Ces données doivent être la moyenne et l'écart-type d'au moins six doubles mesurages sur un échantillon et être calculées conformément à la méthode indiquée en annexe A. Si les valeurs moyennes de x_{PCS} et IP dépendent de la concentration, les valeurs obtenues par extrapolation pour une dilution infinie, ou la valeur obtenue à la concentration la plus faible, doivent figurer dans le rapport.

Les informations suivantes doivent aussi être fournies:

- identification complète de l'échantillon, y compris les informations disponibles sur la forme des particules et sur leur homogénéité;
- le type et le numéro de l'appareillage, ou sa description détaillée pour des instruments de confection «maison».

NOTE 9 — Il est recommandé de donner aussi des détails sur la source laser utilisée: son type, sa longueur d'onde, sa puissance et de préciser qu'il était en polarisation verticale;

- les conditions de dispersion:

- milieu de dispersion et méthode de purification/filtration,
- concentration du matériau particulaire,
- agents de dispersion et leur concentration,
- méthode de dispersion,
- conditions des ultrasons: fréquence et puissance appliquée (éventuellement);

- mesurages:

- nombre de concentrations étudiées,
- nombre de particules dans le volume de mesure, estimé à partir de la concentration et de la dimension particulaire moyenne x_{PCS} ,
- valeur maximale du point d'interception B_{max} de la fonction d'autocorrélation pouvant être obtenue avec le dispositif optique de l'appareillage.

NOTE 10 — Cette valeur peut être déterminée avec un matériau connu (voir article 8 et annexe A),

- valeur du point d'interception B de la fonction d'autocorrélation et valeur du rapport B/B_{max} ,
- taux de comptage obtenu avec le milieu de dispersion,
- viscosité et indice de réfraction du liquide de dispersion,
- température de l'échantillon,
- taux moyen de comptage obtenu pour l'échantillon,
- nombre d'analyses et durée de chacune d'elles,
- variance du montage [voir annexe A, équation (A.6)];

- éventuellement, tout autre résultat ou commentaire utile obtenu pour d'autres angles de diffusion ou fondé sur des résultats liés à des angles multiples; tout résultat obtenu par d'autres méthodes d'analyse de données et par d'autres méthodes de granulométrie;

- identification de l'analyste:

- nom et localisation du laboratoire,
- nom ou initiales de l'opérateur,
- date.

Un modèle de rapport d'essai est donné dans l'annexe B.

Annexe A (normative)

Calcul du diamètre particulaire moyen et de l'indice de polydispersion

Dans la présente Norme internationale, les deux paramètres caractéristiques de la distribution granulométrique, c'est-à-dire le diamètre moyen PCS, x_{PCS} et l'indice de polydispersion, IP, sont déterminés par une variante de la méthode dite des cumulants^[3].

La base de cette analyse repose sur le fait qu'une approximation de l'intensité expérimentale de la fonction d'autocorrélation $G_2(\tau)$ est donnée par l'équation (C.12) de l'annexe C. Afin d'obtenir une régression linéaire, cette équation peut être écrite de la manière suivante:

$$y(\tau) = \frac{1}{2} \ln[G_2(\tau) - A] \cong \frac{1}{2} \ln AB - \langle \Gamma \rangle \tau + \frac{\mu_2}{2} \tau^2$$

ou

$$y(\tau_j) = a_0 - a_1 \tau_j + a_2 \tau_j^2 \quad (j = 1, 2, 3 \dots m) \quad \dots (A.1)$$

où j est le numéro de la voie de retardement du corrélateur.

La ligne de base ou point le plus éloigné A, peut être déterminé(e) de deux manières: soit par le nombre de photons enregistré pendant la durée totale de l'expérience, soit par une estimation de $G_2(\tau)$ pour des retards $\tau \gg 25/\langle \Gamma \rangle$. Il est recommandé de déterminer les deux estimations de A et de retenir la plus grande des deux. Toutefois, lorsque leur différence relative est supérieure à 10^{-3} fois la plus petite des valeurs, le mesurage correspondant doit être ignoré et faire l'objet d'une analyse ultérieure.

Le domaine des valeurs à retenir pour $y_j = y(\tau_j)$ doit correspondre à une plage en $[G_2(\tau_j) - A]$ de $[G_2(\tau_1) - A] > [G_2(\tau_j) - A] > \{[G_2(\tau_1) - A]/100\}$ avec au moins une valeur inférieure à $\{[G_2(\tau_1) - A]/50\}$. Toutes les valeurs de $[G_2(\tau_j) - A]$ de cette plage doivent être positives. Dans le cas contraire, le mesurage doit être ignoré et faire l'objet d'une analyse ultérieure.

Finalement, le nombre m de valeurs y_j situées dans la plage d'acceptation, doit être au moins égal à 20.

Les paramètres a_0 , a_1 et a_2 sont déterminés par la méthode d'approximation des moindres carrés des estimations expérimentales de $y(\tau_j)$ dans l'équation (C.12). Cette équation permet de minimiser la fonction suivante:

$$s(a_0, a_1, a_2) = \sum_{j=1}^m w_j (y_j - a_0 + a_1 \tau_j - a_2 \tau_j^2)^2 \quad \dots (A.2)$$

Dans l'équation (A.2), les coefficients de pondération normalisés

$$w_j = \frac{m [G_2(\tau_j) - A]^2}{\sum_{j=1}^m [G_2(\tau_j) - A]^2}$$

compensent la distorsion due à la transformation non linéaire des données brutes G_2 en des valeurs pour $y(\tau_j)$.

Le diamètre PCS moyen x_{PCS} est calculé à partir de a_1 par

$$x_{PCS} = \frac{1}{a_1} \frac{kT}{3\pi\eta} \left[\frac{4\pi n \sin(\theta/2)}{\lambda_0} \right]^2 \quad \dots (A.3)$$

où

- k est la constante de Boltzmann;
- T est la température absolue;
- η est la viscosité du milieu de dispersion;
- n est l'indice de réfraction du milieu de dispersion;
- θ est l'angle de diffusion;
- λ_0 est la longueur d'onde du laser dans le vide.

L'indice de polydispersion IP est lié à a_2 et a_1 par

$$IP = 2a_2/a_1^2 \quad \dots (A.4)$$

La valeur réelle du point d'interception B est calculée à partir de a_0 et A par

$$B = [\exp(2a_0)]/A \quad \dots (A.5)$$

Cette valeur doit être comparée à la valeur maximale pouvant être obtenue dans les conditions expérimen-

tales B_{\max} . Les mesurages pour lesquels le rapport B/B_{\max} est inférieur à 0,8 doivent être ignorés.

La variance, égale à

$$s/(m-4) \quad \dots (A.6)$$

peut servir de critère de qualité du lissage.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13321:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8e80dc0-661f-46aa-a27c-5c94d603327e/iso-13321-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8e80dc0-661f-46aa-a27c-5c94d603327e/iso-13321-1996>