

METHODE D'ESSAI LABOROUTE ME 06-001

DOMAINE 6

ANALYSE GRANULOMETRIQUE PAR METHODE A DIFFRACTION LASER D'UNE EMULSION DE BITUME

Version	VERIFIEE par Claude GIORGI	VALIDEE par Eric BLANC
0 – Date d'application : 24 février 2025	VISA 	VISA 

0. SOMMAIRE

1. DOMAINE d'APPLICATION
2. ABREVIATIONS – SYMBOLES – REFERENCE NORMATIVE
3. PRINCIPE DE L'ESSAI
4. APPAREILLAGE
5. METHODE D'ESSAI
6. EXPRESSION DES RESULTATS
7. RAPPORT D'ESSAI
8. ANNEXES

1. DOMAINE D'APPLICATION

Le présent document a pour objet de définir une méthode d'essai d'analyse granulométrique par méthode à diffraction laser d'une émulsion de bitume dispersée par voie humide et d'en déterminer ses diamètres médian et moyen et sa surface spécifique.

Elle s'applique aux émulsions de bitume dont la taille des globules de bitume est comprise entre 0,1 à 500 μm .

2. ABREVIATIONS – SYMBOLES – REFERENCES NORMATIVES

ISO 13 320 : Analyse granulométrique par méthode à diffraction laser

NF EN 1429 : Résidu sur tamis

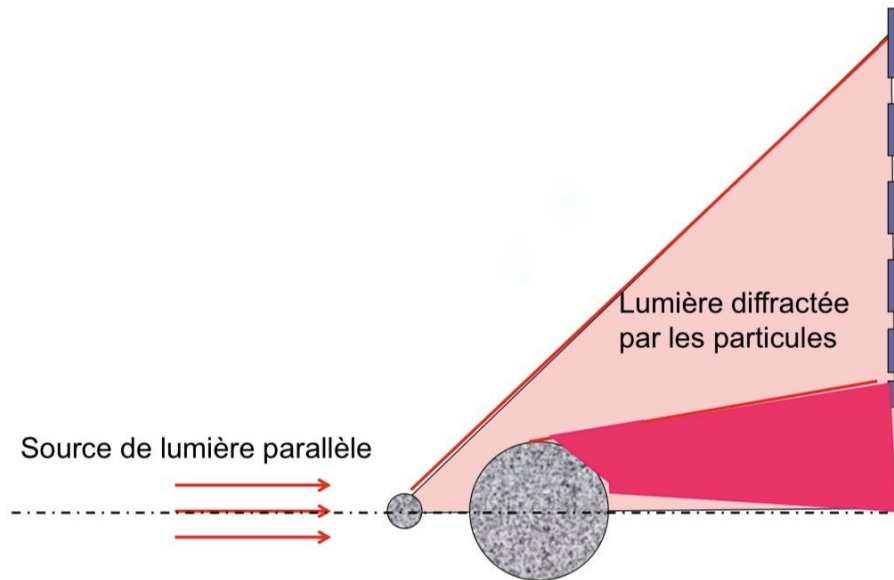
NF EN 12 594 : Préparation des échantillons

3. PRINCIPE DE L'ESSAI

Un échantillon d'émulsion de bitume, dispersée à une concentration adéquate dans de l'eau déminéralisée, passe à travers 2 faisceaux laser. La lumière diffusée par les globules de bitume à divers angles est mesurée par un détecteur multicanaux, et les valeurs numériques liées au motif de diffusion sont alors enregistrées pour être ensuite analysées. Dans cette méthode l'angle de diffraction est inversement proportionnel à la taille des gouttes de bitume. De plus la quantité de lumière est proportionnel à la taille de celles-ci.

Donc, les grosses particules diffractent de fortes quantités de lumière sur des petits angles et les petites gouttes de très faibles quantités de lumière mais qui s'étalent de façon décroissante de 0° à des angles plus larges.

L'émulsion aura été préalablement tamisée à 500 μm . Si des refus au tamis étaient constatés, leurs quantités doivent être indiquées en pourcentage sur le rapport d'essais.



Ces valeurs numériques de diffusion sont ensuite transformées à l'aide du modèle optique de MIE, faisant intervenir, d'une part, l'indice de réfraction de l'eau qui est de 1,333, et, d'autre part, l'indice de réfraction complexe du bitume dont la partie réelle est de 1,625 et la partie imaginaire est de 0,005. Puis elles sont traitées mathématiquement de façon à répartir la proportion du volume total dans un nombre discret de catégories de tailles formant une distribution granulométrique volumétrique.

On obtient ainsi les différents diamètres granulométriques de l'émulsion analysée.



4. APPAREILLAGE

- Granulomètre laser
- Eau déminéralisée (liquide de dispersion)
- Solution phase aqueuse dont le pH doit être proche de celui visé à la formulation : solution Sc ou équivalent (très diluée (afin que les billes de bitumes restent en suspension et ne souillent ni la cuve ni les lentilles du spectromètre laser) (par exemple : 1 pipette pasteur pour un volume de 50 ml de phase aqueuse)

- Bécher ou bol du granulomètre (voir annexe 1)
- Pipette et petit bécher (préparation échantillon à analyser)
- Échantillon d'émulsion de bitume identifié et tamisé à 500 µm

5. METHODE D'ESSAI

Allumer le granulomètre et l'ordinateur de pilotage puis ouvrir le logiciel.

L'appareil doit être alimenté environ 30 minutes avant la première mesure afin que le granulomètre se stabilise.

En premier lieu, il faut lancer la procédure opérationnelle standard (SOP) voir annexe 2.

5-1 PREPARATION DE L'ECHANTILLON A ANALYSER

Dans un bécher de 50 ml verser ≈ 40 ml de solution aqueuse maximum. Puis après avoir agité l'émulsion à analyser, ajouter 3 à 6 gouttes environ d'émulsion à analyser (en plongeant la pipette pasteur dans le bécher). La rincer plusieurs fois afin que l'émulsion se mélange bien à la solution aqueuse

Notre échantillon est prêt à être versé à l'aide de la pipette pasteur dans le récipient du granulomètre quand le logiciel le demandera (cf §5 et 6)

Dans un bécher contenant environ 100 ml de l'eau déminéralisée et après avoir agité l'émulsion à analyser, ajouter 3 à 6 gouttes environ d'émulsion. Dans l'obus, il s'agira de verser 10 ml de solution aqueuse.

5-2 – OPERATIONS PREALABLES ET REALISATION DES ESSAIS

Les opérations préalables à l'essai sur le granulomètre sont décrites en annexe 3.

L'initialisation de l'instrument et la réalisation de l'essai sont décrites en annexe 4.

6. EXPRESSION DES RESULTATS

Avant de procéder à l'exploitation des mesures, vérifier que les valeurs des résiduels pondérés de chacune des 3 mesures soient toutes inférieures ou égales à 0.8%, la valeur idéale étant inférieure à 0.5.%.

Dans le cas contraire, procéder à un nettoyage complet du granulomètre comme indiqué au § précédent et recommencer l'essai avec une autre prise d'essai du même échantillon.

Pour le rapport marquage CE des émulsions, seule la moyenne nous intéresse. Mais il est important de vérifier l'homogénéité des 3 résultats (écart inférieur à 0.3 μm entre résultats), dans le cas contraire identifier le problème et refaire si nécessaire les mesures.

Pour information, la norme ISO 13320 : Analyse granulométrique, Méthodes par diffraction laser, indique un écart sur le diamètre médian D50 de $\pm 2,5\%$ à respecter.

A l'aide de l'ordinateur de pilotage, procéder à l'exploitation des valeurs mesurées afin d'obtenir les paramètres suivants :

- diamètre médian D50
- standard déviation SD
- diamètre moyen
- diamètres D16 et D84
- courbes : % refus cumulés ou différentiels en fonction des diamètres
- surface spécifique

7. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit comporter au minimum les informations suivantes :

1. Le nom et adresse du laboratoire d'essai
2. Le numéro d'identification unique du rapport d'essai
3. La référence à la présente méthode d'essais
4. Le nom du client

5. La référence de l'appareil utilisé
6. Le type et l'identification complète de l'échantillon soumis à l'essai
7. La date de l'essai
8. Le diamètre médian D50, la standard déviation SD et les diamètres D16 et D84
9. Les paramètres de calculs tels que le modèle optique retenu et les valeurs des résiduels pondérés
10. L'identification de l'opérateur ayant réalisé l'essai
11. Les incidents éventuels susceptibles d'avoir impacté les résultats
12. La signature de l'agent acceptant la responsabilité technique du rapport d'essai
13. La date d'émission du rapport

Dans le rapport devra, le cas échéant, figurer le pourcentage de refus à 500 μm .

Voir en annexe 5 un exemple de rapport

8. ANNEXES

Cinq annexes sont présentes ci-après. Elles explicitent certaines parties de la méthode d'essais :

- Annexe 1 : Quelques exemples d'appareil et d'accessoires
- Annexe 2 : Lancement de la procédure SOP (Standard Operating Procedure)
- Annexe 3 : Opérations préalables à l'essai
- Annexe 4 : Initialisation de l'instrument et lancement de la mesure
- Annexe 5 : Exemple de rapport

Annexe 1 : Quelques exemples d'appareil et d'accessoires



Hydro EV

Hydro LV



Hydro SM



Annexe 2 : Lancement de la procédure d'essai (SOP : Standard Operating Procedure)



Annexe 3 : Opérations préalables à l'essai

- initialisation de l'instrument et remplissage de la cuve de dispersion
- mesure du bruit de fonds
- paramétrage de la SOP :
 - => Vitesse d'agitation : 1500 +/- 200 tr/min
 - = > Matériau :
 - Indice de réfraction : 1.625
 - Densité des particules :1.03
 - Indice d'absorption : 0.005
 - = > Dispersant :
 - Nom du dispersant : eau
 - Indice de réfraction 1.333

SOP

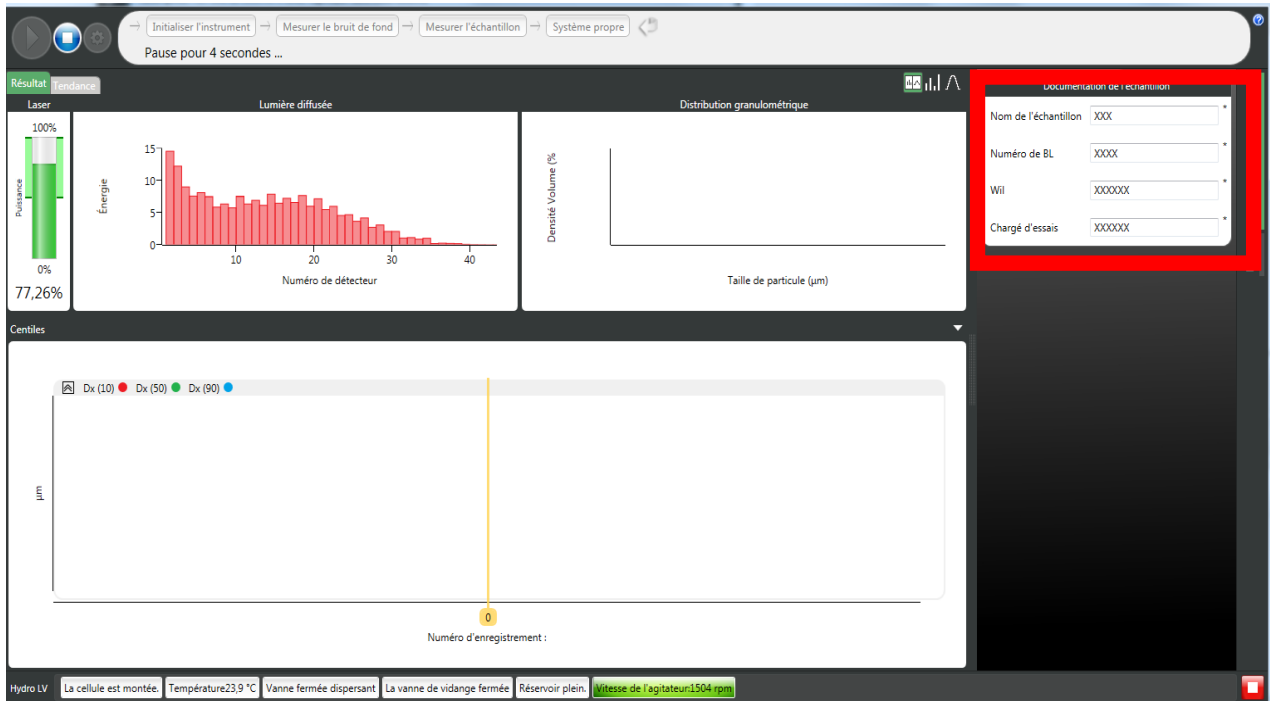
Préparateur d'échantillons		Matériau		Dispersant	
Nom de l'échantillon		Nom du matériau	Bitume	Nom du dispersant	Water
Préparateur d'échantillons	Hydro LV	Indice de réfraction	1,625	Indice de réfraction	1,333
Vitesse de l'agitateur	1500	Densité des particules	1,03		
Mode Ultrasons :	Aucun	Indice d'absorption	0,005		

Séquence de mesure		Analyse	
Nombre de mesures	3	Modèle d'analyse	Analyse standard
Délai entre les mesures	0	Précision de l'analyse	Normal
Pré-mesure du retard	0	Matrice de Mie	Mie
Pré-alignment delai	30		
Durée de la mesure de bruit de fond (rouge)	10		
Durée de la mesure d'échantillon (rouge)	10		
Évaluer la stabilité du bruit de fond	Non		
Background stability timeout	120		

Annexe 4 : Initialisation de l'instrument et lancement de la mesure

Lancer la SOP préalablement renseignée et se laisser guider par le logiciel

Renseignements sur l'échantillon d'émulsion à analyser :



Mesure du bruit de fond



Ce paramètre est très important. Ne pas hésiter à re cliquer sur Mesure du bruit de fond, si celle-ci ne vous semble pas correcte.

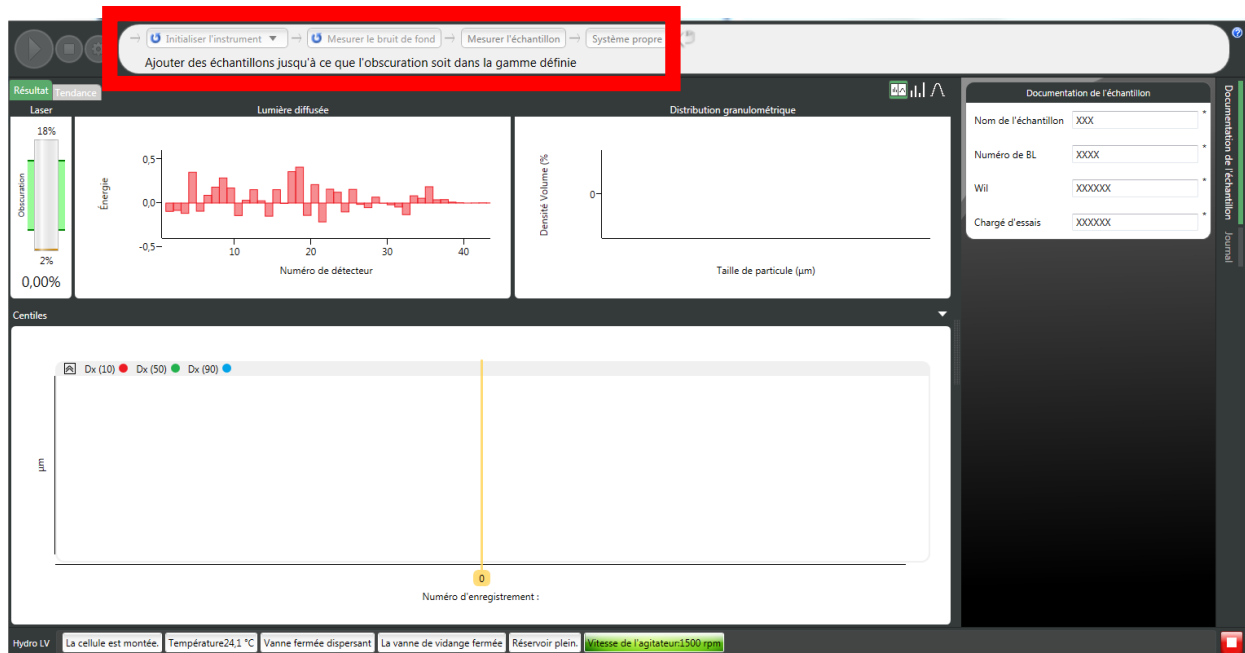
La SOP se poursuit automatiquement, il faut introduire dans le bécher de mesure comme l'indique le logiciel l'échantillon dilué à analyser contenu dans le bécher, en quantité suffisante pour atteindre un pourcentage d'obscuration compris entre 5 et 10%. Attention, pour éviter toutes bulles d'airs qui pourraient influencer la mesure, introduire la pipette directement dans le bécher.

A gauche se trouve une barre verte indiquant le pourcentage du laser qui doit toujours se situer dans la zone verte pour pouvoir lancer la SOP.



L'énergie des détecteurs 1 à 10 ne doit pas dépasser 50. Si ce n'est pas le cas nettoyer la cellule.

Lancement de la mesure



Lorsque la consigne apparaît à l'écran, introduire dans le béccher de mesure ou dans le bol du granulomètre (l'hydro LV), une quantité suffisante de solution à analyser pour atteindre un pourcentage d'obscurité compris entre 5 et 10%.



Appuyer sur Start pour lancer l'analyse qui comprend 3 mesures automatiques et successives et qui se termine par un nettoyage systématique de la cuve et de la cellule de mesure. Si nécessaire, compléter le nettoyage automatique par un nettoyage manuel de la cuve et de la cellule au dégraissant puis à l'alcool éthylique et à l'eau déminéralisée.

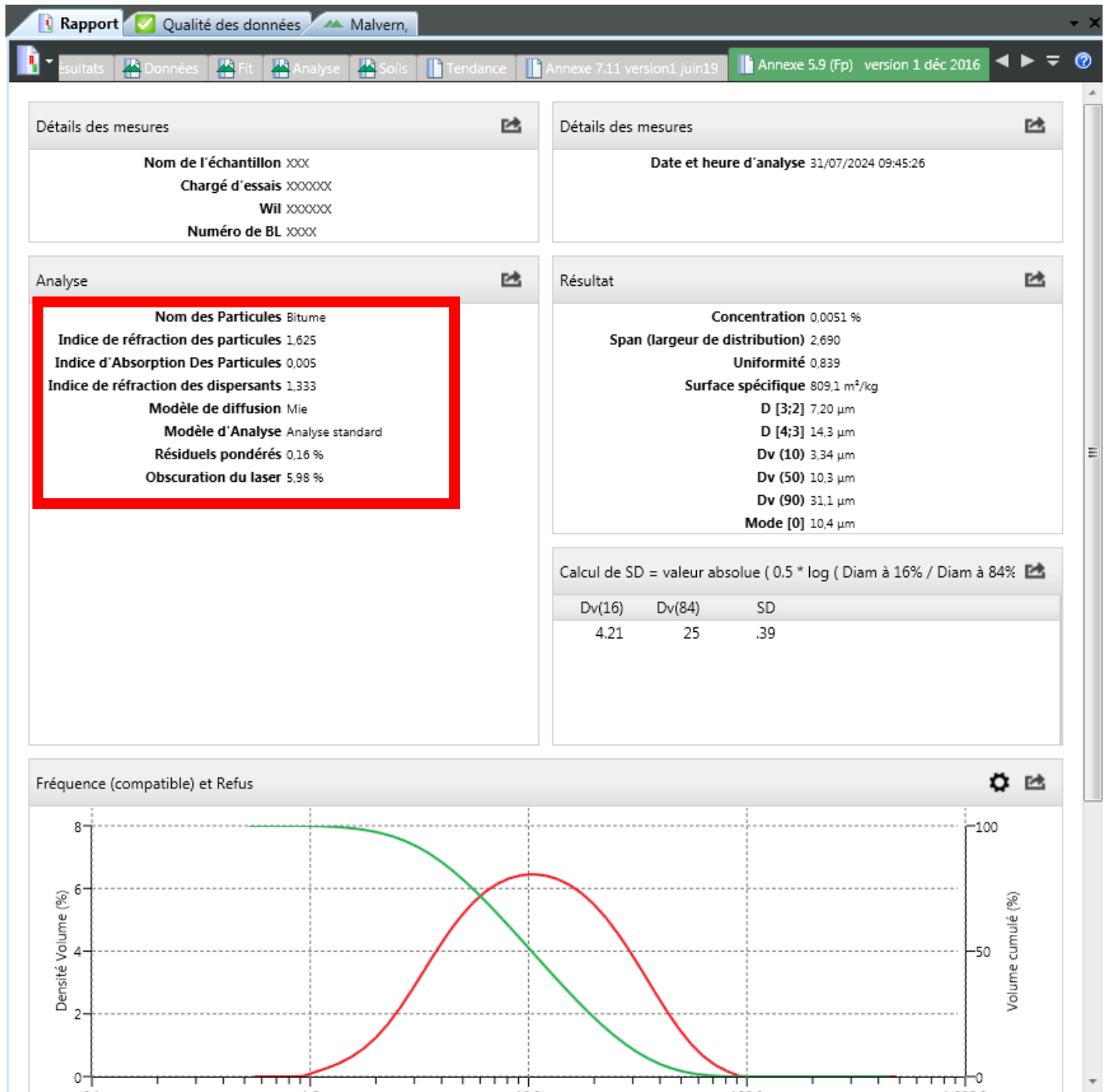


Précaution à suivre :

Laisser allumer le granulomètre toute la semaine si des analyses sont à prévoir (sans le couvrir : risque de surchauffe !). Dans le cas contraire, le laisser hors tension et le bâcher (pour éviter un dépôt de poussières). Eteindre l'ordinateur puis le granulomètre chaque vendredi.

Eteindre l'appareil quand toutes les analyses ont été réalisées.

Annexe 5 : Exemple de rapport



Détails des mesures Nom de l'opérateur : Nom de l'échantillon : Nom du fichier SOP :		Détails des mesures Date et heure d'analyse : Date Heure mesure : Source résultat :	
Analyse Nom des Particules Indice de réfraction des particules Indice d'Absorption Des Particules Nom du dispersant Indice de réfraction des dispersants Modèle de diffusion Modèle d'Analyse Résidués pondérés Obscurtion du laser		Résultat Surface spécifique: D [4,3] Dv (10) Dv (16) Dv (50) Dv (84) Dv (90) Risksuel	
Fréquence (compatible) 			
Résultat Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data Taille (nm) % Volume Data			
0			