

Conseils pour la dispersion d'échantillons chargés statiquement ou hydrophobes pour la mesure des particules

L'ordinateur n'est pas plus intelligent que son utilisateur. Nous connaissons tous ce dicton et il s'applique au moins autant aux instruments d'analyse de haute précision, entièrement automatiques, tels que le **granulomètre FRITSCH ANALYSETTE 22 NeXT**. Même si beaucoup de choses sont déjà faites automatiquement, il est important pour l'utilisateur de connaître quelques trucs et astuces, en particulier pour les échantillons difficiles à disperser, afin de garantir une analyse optimale.



Abr. 1 : Prédispersion de l'échantillon dans le bain ultrasonique

Mesure des particules d'échantillons faciles à disperser

De nombreux échantillons nécessitent une préparation spéciale avant mesure en raison de leurs propriétés matérielles. Si la dispersion est nécessaire pour pouvoir mesurer les particules primaires, la dispersion humide est la forme idéale pour la plupart des échantillons. Des tests préliminaires doivent être effectués pour vérifier de quelle manière le matériau de l'échantillon peut être mouillé et dispersé. Le liquide doit mouiller le solide aussi spontanément et complètement que possible ! Dans le cas de la dispersion humide, l'échantillon est placé dans un circuit liquide fermé et pompé en continu à travers la cellule de mesure. Les échantillons sans problème qui sont immersés directement dans la surface de l'eau facilement et qui n'ont pas une teneur élevée en particules fines peuvent être introduits directement dans **l'unité de dispersion humide** de l'ANALYSETTE 22 NeXT sous la forme d'un solide et être mesurés de manière reproductible. Dans

le cas d'agglomérats plus fortement liés, un traitement ultrasonique préalable de l'échantillon est souvent utile.

Pendant le processus de pompage dans le circuit de mesure, les ultrasons peuvent être couplés pour détruire les agglomérats et obtenir des particules individuelles et séparées. L'utilisation d'ultrasons supplémentaires avec la puissance maximale possible permet généralement de raccourcir considérablement le temps de dispersion.

Les échantillons faciles à disperser se caractérisent par une faible réactivité et un comportement de dissolution simple. Le sable et l'oxyde d'aluminium en sont de bons exemples. Dans le cas du sable, seule la première phase est critique en termes de durée, au cours de laquelle la fraction fine se détache de la surface des particules grossières et entre en solution. Par conséquent, une solution trouble apparaît au-dessus des sédiments à gros grains. Afin de ne pas fausser le résultat final, un sous-échantillon représentatif doit être prélevé sans négliger les particules sédimentées. Un échantillon d'alumine fine est encore plus facile à analyser. La sédimentation ou une dispersion insuffisante ne jouent généralement aucun rôle dans ce cas.

Préparation d'échantillons plus difficiles à disperser pour la mesure des particules

En cas de charge statique (par exemple, polymères) ou de propriétés hydrophobes (par exemple, cacao à cuire), une quantité de spatule de la substance doit être placée dans un petit erlenmeyer de 50 ml, puis mélangée avec 1 (à 2) gouttes d'un agent mouillant (surfactant ou solution de surfactant diluée) et mélangée avec une tige de verre jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé. Ajouter ensuite de l'eau goutte à goutte et continuer à agiter.

La suspension d'environ 20-30 ml maintenant disponible est dispersée dans le bain à ultrasons. Si l'échantillon se trouve déjà dans l'unité de dispersion et flotte à la surface, il peut encore être mouillé comme suit : une petite goutte d'un agent mouillant (par exemple Dusazin 901, Teepol, Tween 80 ou Pril) est appliquée/touchée sur la surface du liquide à l'aide d'une tige de verre ou de la pointe d'une spatule et répartie. On remarque immédiatement que la peau formée s'ouvre et que les fines particules sont mises en suspension. Cette opération est suivie d'un traitement aux ultrasons afin de renforcer physiquement l'efficacité chimique des agents de surface susmentionnés.

La grande majorité des échantillons atteignent leur phase dispersée finale grâce à ce traitement, et donc une distribution granulométrique reproductible. Toutefois, un ou deux échantillons ne réagissent pas comme prévu à certains surfactants ou même au traitement par ultrasons. Dans ce cas, les mesures multiples deviennent significativement plus grossières ou s'agrègent visiblement dans le bain ultrasonique. Les alliages

métalliques spéciaux ou les ingrédients pharmaceutiques actifs isolés, par exemple, sont représentatifs de ce groupe d'échantillons.



Abr. 2: Pipetage de l'échantillon pré-dispersé dans l'unité de mesure humide de l'A-22 NeXT

Votre mesure de la taille des particules ne vaut que ce que vaut votre processus de dispersion

La recherche d'un agent tensioactif adéquat et le processus de dispersion qui s'ensuit peuvent être relativement rapides et faciles d'une part, mais ils peuvent aussi sembler assez fastidieux dans certains cas. Cependant, il ne faut jamais négliger cette étape, car la dispersion de l'échantillon a une influence considérable sur la qualité de la mesure des particules. Diverses sources bibliographiques ainsi que la base de données Fritsch ou notre équipe de conseillers compétents peuvent être utilisées pour une orientation ciblée. Le résultat final est une méthode reproductible pour chaque échantillon, qui offre à chaque utilisateur la possibilité de réaliser une analyse granulométrique fiable et significative.

Auteur : Leos Benes, Directeur Du Laboratoire Mondial
Courriel : benes@fritsch.de