

L'UTILISATION DE LA DIFFRACTION LASER POUR LA DETERMINATION DE LA GRANULOMETRIE : APPLICATION AUX SOLS, AGREGATS, PERTE EN TERRE

J.Y. LAURENT, A. ALBRECHT

Laboratoire Matière Organique des Sols Tropicaux
ORSTOM, BP 8006, 97259 Fort de France Cedex
Martinique, (F.W.I.)

INTRODUCTION

Dans le cadre de ses travaux, le laboratoire Matière Organique des Sols Tropicaux, s'est équipé pour le besoin de ses programmes de recherche d'un granulomètre à diffraction laser MALVERN Master size/E. L'acquisition de cet appareil a été rendu nécessaire pour répondre aux nombreuses demandes en analyses granulométriques concernant la qualité des agrégats ou des pertes en terre lors de la simulation de pluie.

Les analyses classiques (tamisage et sédimentation) ne permettent pas l'élaboration de courbes de distribution granulométrique surtout si la quantité d'échantillon est faible. Par ailleurs l'analyse d'une suspension ne prend qu'une minute au granulomètre contre 6 heures de sédimentation pour la fraction argileuse.

Les résultats sont enregistrés sur support informatique, ce qui diminue le temps de traitement (saisie des données).

Mais avant d'aboutir à des résultats fiables, il est essentiel de bien maîtriser les conditions permettant l'utilisation optimale de l'appareil. Les premiers résultats montrent que les propriétés optiques des matériaux et la turbidité dans la cellule de mesure ont une influence sur le résultat.

Par la présente étude nous nous proposons :

- D'exposer le fonctionnement du granulomètre à diffraction laser
- Pour deux sols à minéralogie différentes:
- Vérifier la linéarité de la réponse de l'appareil aux différentes fractions granulométriques du sol.
- Comparer les résultats obtenus par diffraction laser à ceux

obtenus par la méthode classique.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Description de l'appareil:

Le granulomètre se compose de 2 éléments:

- Un banc optique comprenant une source laser hélium-néon, une cellule de mesure reliée à une cuve contenant la suspension à analyser, une lentille à transformer de Fourier et un détecteur composé de 32 diodes concentriques.

- Un micro-ordinateur PC, utilisé pour asservir le banc optique, récolter les données, calculer et stocker les résultats.

Le fonctionnement de l'appareil repose sur le principe suivant: plus une particule est petite plus l'angle de diffraction est grand et plus l'angle de diffraction est grand plus l'énergie reçue par le détecteur est faible.

Gamme de mesure:

Pour couvrir la gamme de mesure de l'appareil qui va de 0,1 à 600 µm on dispose de 3 lentilles de focale différente:

- focale de 45 mm pour la gamme de 0,1 à 80 µm
- focale de 100 mm pour la gamme de 0,5 à 180 µm
- focale de 300 mm pour la gamme de 1,2 à 600 µm

Les particules dont la taille sort de la gamme de mesure sont ignorées par l'appareil. Les résultats sont distribués en 32 classes granulométriques exprimées en % volumiques. Les distributions volumiques et pondérales sont identiques si la densité du matériau est homogène.

Les propriétés optiques du matériau analysé interviennent dans le calcul du résultat. Les dernières versions du logiciel permettent d'introduire les paramètres : absorption et réfraction relative du matériau dans le milieu. Ces paramètres interviennent dans le calcul pour les particules <3 µm. Les particules plus grosses ne faisant que diffracter la lumière.

Fig-1 Schéma de fonctionnement de l'appareil et de la distribution des particules d'une suspension tamisée à 200 µm pour la focale de 45 mm en haut et 300 mm en bas



Dans le cas où l'échantillon est une suspension de particules comprises entre 0 et 600 μm , il est possible de passer l'échantillon sur la focale de 45 mm puis sur celle de 300 mm, une fonction intégrée au logiciel permet de mixer les résultats obtenus sur chaque focale et d'exprimer le résultat définitif en % de la plage 0,1 - 600 μm .

Fig-2 Distribution des particules de la suspension analysée ci-dessus entre 0,1 et 600 μm obtenue par le mixage des distributions sur les deux focales.

Méthodes:

Nous nous proposons pour deux types de sols existant en Martinique:

- De valider la méthode, en vérifiant que la réponse donnée par le granulomètre soit proportionnelle à la quantité de fraction introduite dans l'appareil, par l'analyse de gammes étalons.

- De comparer les résultats obtenus sur les classes granulométriques 0-2 μm , 20-50 μm et 50-200 μm , des échantillons de sols par les méthodes diffraction laser et classique (sédimentation ou tamisage).

Préparation des gammes étalons:

Nous avons réalisé deux gammes étalon à partir d'argiles granulométrique et d'une fraction plus grossière constituée à 65 % de limons grossiers tamisés à 20 et 50 μm et 35% sables fins 50-200 μm . Les argiles 0-2 μm sont isolées par sédimentation après destruction de la matière organique et dispersion aux résines cationiques saturées Na^+ . Une gamme argile / fraction grossière est alors faite en faisant varier les proportions argile / fraction grossière. Les deux types d'argile retenus sont les smectites et kaolinites correspondant à deux types de sol rencontrés en Martinique les vertisols et ferrisols.

Préparation des échantillons de sol:

Pour illustrer notre exemple, nous avons choisi un échantillon de vertisol et de ferrisol tamisé à 2 mm. Sur 10 g de prise d'essai le sol est dispersé aux résines cationiques chargées en Na^+ après destruction de la matière organique par l'eau oxygénée à froid puis à chaud, la suspension de sol est tamisée à 200 μm . Sur ces deux sols nous avons fait 4 répétitions.

Mesures par diffraction laser. Il est nécessaire de tamiser la

suspension de sol à 200 μm , pour que toutes les particules soient vues par le granulomètre.

Les suspensions sont analysées sur les focales de 45 et de 300 mm, grâce à une fonction intégrée au logiciel les résultats obtenus sont ensuite mixés pour avoir un spectre continu en 32 classes comprises entre 0,1 et 600 μm . Ces 32 classes sont ramenées par calcul, pour les points des gammes étalons à 3 classes exprimées en % volumique : 0-2 μm , 20-50 μm , 50-200 μm , et pour les sols à 4 classes : 0-2 μm , 2-20 μm , 20-50 μm , 50-200 μm .

par la méthode classique

Pour les échantillons de sol, la suspension tamisée à 200 μm est passée successivement sur les tamis de 50 et 20 μm , les fractions 50-200 μm et 20-50 μm sont récupérées, séchées et pesées.

La suspension < 20 μm est volumée à 1000 ml. Après agitation une quantité alliquote est prélevée, séchée et pesée qui représente la fraction 0-20 μm . Les particules < 2 μm en suspension sont séparées par sédimentation, la loi de stocks relie le temps de chute des particules en fonction de leur diamètre et de la température. Un volume de suspension est alors prélevé à l'aide d'un dispositif: la pipette de Robinson. Ce volume séché et pesé représente la fraction 0-2 μm . La fraction 2-20 μm est obtenue par différence.

Résultats:

Validation de la méthode par les gammes étalons

La réponse du granulomètre aux différentes fractions des gammes étalon (fig. 3) montre que pour:

Les smectites

Dans une suspension à 1g/l et en introduisant un indice de réfraction relative de 1,04 comme paramètre de calcul nous avons une courbe d'étalonnage de pente 0,98 avec un coefficient de détermination R^2 de 0,92. On peut observer que pour des concentrations entre 50 et 80 % d'argile, les points s'éloignent de la première bissectrice.

Les kaolinites

Dans une suspension à 0,6 g/l et en introduisant un indice de réfraction relative de 1,08 comme paramètre de calcul nous avons une courbe d'étalonnage de pente 0,96 avec un coefficient de détermination R^2 de 0,95.

Les fractions grossières

Les fractions 20-50 μm et 50-200 μm montrent des pentes de

0,95 pour des coefficient de corrélation R2 de 0,95.

L'examen des courbes d'étalonnage de la figure 3, montre qu'il est possible d'utiliser le granulomètre à diffraction laser pour déterminer la distribution granulométrique d'une suspension, à condition de tenir compte des propriétés optiques des argiles dans les paramètres de calcul. Nous pouvons maintenant comparer les résultats obtenus par les deux méthodes sur les sols.

Exemples de sols:

Tableau-1 : Comparaison entre les résultats obtenus par diffraction laser et par la méthode classique, pour un vertisol et un ferrisol

- Le vertisol

Les résultats sur les fraction 0-2 μm ne sont pas significativement différents.

Dans le cas de la fraction 2-20 μm , les résultats obtenus par granulométrie laser sont systématiquement surévalués par rapport à ceux obtenus par sédimentation.

Les résultats sur les fraction 20-50 μm ne sont pas significativement différents.

Les résultats sur la fraction 50-200 μm par granulométrie laser sont largement inférieurs à ceux obtenus par tamisage.

- Le ferrisol

Pour les fractions < 50 μm , les résultats obtenus par les 2 méthodes ne diffèrent pas de ceux du vertisol.

La fraction 50-200 μm obtenue par granulométrie laser est inférieure à celle obtenue par tamisage.

DISCUSSION

Les smectites

Ces argiles de type 2-2, composées d'un réseau de silicate d'alumine hydratée, n'ont pas de contour bien net. Le résultat donné par l'appareil sera dépendant de l'état de dispersion et de l'espace entre les feuillets d'argile.

Les kaolinites

Celles ci étant bien cristallisées ne posent aucun problème.

Les limons fins

Les résultats en % de la fraction 2-20 μm obtenus au granulomètre sont toujours plus élevés que ceux obtenus par sédimentation, quelque soit le type de sol.

Les limons grossiers et sables fins

De façon classique, ces particules sont séparées par tamisage et pesée. Les écarts constatés entre les deux méthodes peuvent avoir deux causes:

Dans le cas du tamisage, la forme des particules n'est pas régulière. En fonction de leur forme des particules plus grosses que leur diamètre équivalent peuvent passer au travers du tamis. D'autres plus petites peuvent se trouver piégées.

La nature des sables de nos situations composés de magnétite, amphibole et pyroxène donc d'une densité plus forte que la silice (différence entre distribution volumique et pondérale), explique en partie le déficit des fractions calculées par granulométrie laser.

CONCLUSION

La présente étude montre que le granulomètre à diffraction laser est un outil fiable et rapide pour la détermination de la distribution de la taille des particules en suspension, à condition de respecter certaines règles: optimiser les paramètres de calcul pour chaque minéralogie, séparer de la suspension par tamisage les particules qui sortent de la plage de lecture, écarter les particules qui pourraient avoir une densité trop différente (débris racinaires).

Il faut rester prudent dans la comparaison entre les résultats obtenus par des méthodes différentes. Il reste difficile de comparer une distribution pondérale et volumique lorsque la densité des particules n'est pas homogène. Pour pallier à cette difficulté, dans les analyses granulométriques après destruction de la matière organique et la dispersion, la suspension est tamisée à 50 μm .

Le granulomètre reste un appareil incomparable lorsqu'il faut comparer la dispersion d'un sol en fonction de l'énergie d'agitation (cinétiques d'agitation) ou lors de l'étude de la qualité du sol transporté sous simulation de pluie

BIBLIOGRAPHIE

SINGER J.K. and al., 1988. An assessment of analytical techniques for the size analysis of fine-grained sediments. *Journal of Sedimentary Petrology*, vol. 58, N° 3, May, 1988, p. 534-543.

Mc CAVE I. N. and al., 1986. Evaluation of a laser-diffraction-size analyser for use with natural sediments. *Journal of Sedimentary Petrology*, vol. 56, p. 561-564.

LEVANT M., ANTHORE R. et al., 1987. Intercomparaison de méthodes microgranulométriques appliquées à des loess. *Loess and Periglacial Phenomena Akadémial Klado, Budapest*, 1987.

DELAUNE M., REIFFSTECK M., et FELLER C., 1990. L'analyse granulométrique de sols et de sédiments à l'aide du microgranulomètre Sédigraph 5000 et comparaison avec la méthode "pipette Robinson".

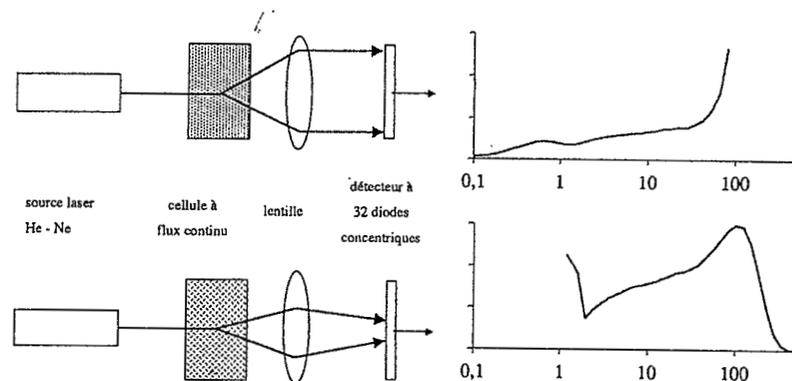


Fig-1 Schéma de fonctionnement de l'appareil et la distribution des particules d'une suspension tamisée à 200 µm pour la focale de 45 mm en haut et 300 mm en bas

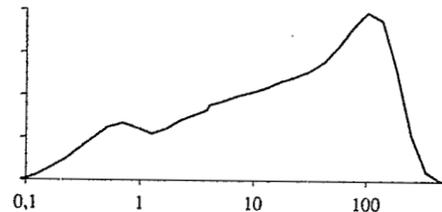


Fig-2 Distribution des particules de la suspension analysée ci-dessus entre 0,1 et 600 µm obtenue par le mixage des distributions sur les deux focales.

vertisol								
méthode	%fraction 0-2 μ m		%fraction 2-20 μ m		%fraction 20-50 μ m		%fraction 50-200 μ m	
	laser	pipette	laser	pipette	laser	tamissage	laser	tamissage
V 1	54,99	53	14,17	13	4,16	5,58	7,41	12,37
V 2	54,37	52,2	13,89	11,8	4,06	5,05	5,72	12,2
V 3	51,58	53,8	14,24	10,8	4,84	4,61	6,88	12,32
V 4	51,7	53,6	13,42	11,6	6,12	4,68	7,19	11,91
moyenne	53,16	53,15	13,93	11,8	4,8	4,98	6,8	12,2
E.Type	1,77	0,72	0,37	0,91	0,95	0,44	0,75	0,21
C.V. %	3,34	1,35	2,68	7,71	19,83	8,92	11,1	1,69
ferrisol								
méthode	%fraction 0-2 μ m		%fraction 2-20 μ m		%fraction 20-50 μ m		%fraction 50-200 μ m	
	laser	pipette	laser	pipette	laser	tamissage	laser	tamissage
F 1	52,42	51,6	16,54	16,2	4,92	5,75	8,71	11,79
F 2	52,78	52,4	17,92	15	5,36	5,94	10,67	11,82
F 3	51,63	51,6	17,96	15,4	5,45	5,85	8,34	11,63
F 4	50,5	52,4	15,85	16,2	6,05	6,08	10,52	11,74
moyenne	51,83	52	17,07	15,7	5,45	5,9	9,56	11,75
E.Type	1,01	0,46	1,05	0,6	0,47	0,14	1,21	0,08
C.V. %	1,94	0,89	6,12	3,82	8,59	2,37	12,62	0,71

tableau de comparaison entre les résultats obtenus par granulométrie à diffraction laser et ceux obtenus par méthode classique (sédimentation et tamisage)