

---

---

**Céramiques techniques —  
Détermination de la masse volumique  
absolue des poudres céramiques à  
l'aide d'un pycnomètre**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —  
Determination of absolute density of ceramic powders by pycnometer*

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

[ISO 18753:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017>



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

ISO 18753:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Préparation en vue du mesurage</b> .....	<b>2</b>
4.1    Échantillonnage.....	2
4.2    Séchage de l'échantillon.....	2
4.3    Préparation du liquide d'immersion.....	2
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Calcul</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Essais en double</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A (normative) Données de référence concernant la masse volumique absolue de l'eau distillée</b> .....	<b>6</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>7</b>

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

[ISO 18753:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017>

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

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour obtenir de plus amples renseignements concernant la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18753:2004), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'[Article 6](#) a été révisé de façon à modifier les points d) et g), et à ajouter un alinéa concernant les facteurs qui ont une incidence sur l'exactitude des résultats d'essai;
- le [Tableau A.1](#) a été révisé de façon à y ajouter de nouvelles données de référence concernant la masse volumique absolue de l'eau distillée<sup>[1]</sup>.

# Céramiques techniques — Détermination de la masse volumique absolue des poudres céramiques à l'aide d'un pycnomètre

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de déterminer, à l'aide d'un pycnomètre à liquide, la masse volumique absolue de poudres céramiques ou d'objets obtenus par frittage.

NOTE Il existe d'autres méthodes pycnométriques telles que celles impliquant l'utilisation d'un pycnomètre à gaz (par exemple, un pycnomètre à l'hélium) dans lequel un gaz est utilisé comme milieu d'immersion.

## 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 758, *Produits chimiques liquides à usage industriel — Détermination de la masse volumique à 20 °C*

ISO 3507, *Verrerie de laboratoire — Pycnomètres*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 8213, *Produits chimiques à usage industriel — Techniques de l'échantillonnage — Produits chimiques solides de petite granulométrie et agglomérats grossiers*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### masse volumique absolue

#### masse volumique absolue des poudres céramiques

masse volumique d'une particule céramique, d'une poudre céramique ou d'objets obtenus par frittage

Note 1 à l'article: Lorsque la particule ou l'objet contient des vides clos (des pores fermés), ceux-ci sont considérés comme faisant partie de la particule ou de l'objet. Le résultat d'essai correspond donc à la masse volumique absolue des particules céramiques ou des objets céramiques présentant une porosité fermée.

Note 2 à l'article: Si l'objectif de l'essai est de déterminer la masse volumique absolue d'un matériau céramique, l'essai n'est effectué que sur des particules ou des objets qui ne présentent pas de porosité fermée.

### 3.2 particule

poudre céramique ou ensemble de petits objets céramiques obtenus par frittage

EXEMPLE Billes de broyage ou autres petits objets.

Note 1 à l'article: Si les particules du matériau étudié présentent une porosité fermée, la masse volumique mesurée ne correspond pas à la masse volumique absolue du matériau mais à celle de l'élément examiné.

### 3.3 pycnométrie

méthode de mesure de la masse volumique absolue à l'aide d'un pycnomètre

## 4 Préparation en vue du mesurage

### 4.1 Échantillonnage

Un échantillon représentatif (de poudre ou de petits objets) pour analyse doit être prélevé conformément à l'ISO 8213.

La dimension maximale des particules ou objets à analyser doit être inférieure à la dimension du col du pycnomètre utilisé.

### 4.2 Séchage de l'échantillon

Sécher soigneusement l'échantillon prélevé dans un flux d'air à environ 110 °C puis le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante. Pour les poudres ou les objets qui nécessitent un long temps de séchage, étaler entièrement l'échantillon et l'agiter doucement une ou deux fois à la moitié du processus de séchage.

Si le matériau n'est pas stable à la température de chauffage, il convient de sécher l'échantillon en appliquant un vide partiel plutôt qu'en le chauffant.

Il est recommandé d'enregistrer la perte de masse en fonction du temps pour s'assurer que l'échantillon a atteint l'équilibre, si cela est nécessaire.

### 4.3 Préparation du liquide d'immersion

Le liquide d'immersion utilisé pour la pycnométrie ne doit pas réagir avec l'échantillon et ne doit pas le dissoudre. Le liquide choisi doit avoir des propriétés de mouillage satisfaisantes et une faible vitesse d'évaporation sous vide.

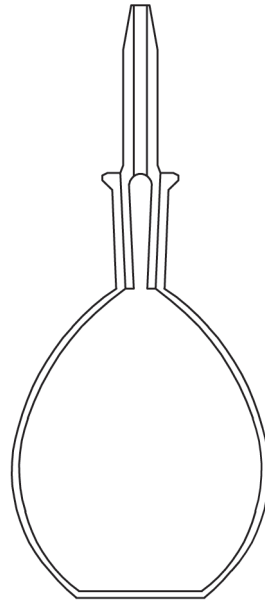
Les liquides suivants peuvent être utilisés pour l'immersion: eau distillée, xylène conforme aux spécifications de l'ISO 6353-3, éthanol (par exemple, ayant une pureté de 95 % en fraction volumique) conforme aux spécifications de l'ISO 6353-2, ou butanol-1 conforme aux spécifications de l'ISO 6353-3.

La masse volumique absolue du liquide d'immersion à la température de mesure doit être déterminée par pycnométrie, conformément à l'ISO 758.

## 5 Appareillage

5.1 **Pycnomètre** en verre, du type Gay-Lussac, d'une contenance de 25 ml ou de 50 ml (voir [Figure 1](#)), conforme aux spécifications de l'ISO 3507, ou tout autre type de pycnomètre approprié.

**5.2 Enceinte à vide**, munie d'un pycnomètre intégré, permettant d'observer les conditions à l'intérieur du pycnomètre. Le pycnomètre doit être raccordé à une pompe à vide utilisée pour créer un vide partiel.



**Figure 1 — Exemple de pycnomètre du type Gay-Lussac**

**5.3 Pompe à vide**, permettant de créer un vide partiel de 666,5 Pa (5 mmHg) ou un vide plus important.

**5.4 Jauge à vide**, permettant d'effectuer des mesurages entre 0 kPa et 26,66 kPa (entre 0 mmHg et 200 mmHg).

**5.5 Balance**, précise à 0,1 mg près.

**5.6 Thermomètre**, d'une précision de lecture de  $\pm 0,1$  °C.

**5.7 Bain à ultrasons**, pouvant être utilisé à la place de la pompe à vide et de la jauge à vide.

## 6 Mode opératoire

Procéder aux mesurages selon le mode opératoire ci-dessous. Toutes les masses doivent être déterminées à 0,1 mg près.

- Nettoyer le pycnomètre (5.1), le sécher soigneusement, puis déterminer sa masse,  $m_{p1}$ .
- Verser l'échantillon de poudre ou d'objets (dénommé ci-après échantillon) dans le pycnomètre, en remplissant ce dernier jusqu'à environ un tiers de sa contenance, puis déterminer la masse de l'ensemble,  $m_{p2}$ .
- Remplir lentement le pycnomètre de liquide d'immersion jusqu'à ce que l'échantillon soit immergé. Il est admis de dépasser légèrement ce niveau. Il convient de ne pas disperser l'échantillon en versant le liquide d'immersion.
- Installer dans une enceinte à vide (5.2) le pycnomètre contenant l'échantillon immergé dans le liquide, réduire la pression à 13,33 kPa (100 mmHg) ou à une valeur inférieure, et commencer l'opération de dégazage. Réduire la pression jusqu'à un niveau auquel le liquide d'immersion ne

bout pas, puis continuer l'opération de dégazage jusqu'à ce que plus aucune bulle ne s'échappe de l'échantillon.

Outre cette méthode de dégazage par création d'un vide partiel, une autre méthode possible consiste à utiliser un équipement de nettoyage aux ultrasons (par exemple, un bain à ultrasons) jusqu'à ce que plus aucune bulle ne soit visible, et une petite quantité d'un agent surfactant adapté pour réduire les tensions de surface dans le liquide.

- e) Enlever le pycnomètre de l'enceinte à vide ou du bain à ultrasons et le laisser reposer jusqu'à ce que le liquide soit à la température ambiante. Une fois l'équilibre thermique atteint, enregistrer la température. La température de l'échantillon et de l'enceinte doit être enregistrée et l'équilibre thermique doit être atteint avant l'enregistrement de la masse.
- f) Ajouter la quantité spécifiée de liquide d'immersion dans le pycnomètre et déterminer la masse,  $m_{p3}$ .
- g) Retirer l'échantillon et le liquide d'immersion du pycnomètre. Après avoir nettoyé et séché le pycnomètre, le remplir avec du liquide d'immersion non utilisé jusqu'au niveau spécifié, puis déterminer la masse,  $m_{p4}$ . Vider et sécher le pycnomètre et le peser de nouveau ( $m_{p5}$ ). Si la masse apparente à l'état sec du pycnomètre varie de plus de 0,5 mg, répéter les mesurages.
- h) Déterminer par pycnométrie la masse volumique absolue du liquide d'immersion à la température mesurée, selon l'ISO 758, à 0,000 1 g/cm<sup>3</sup> près. En cas d'utilisation d'eau distillée comme liquide d'immersion, utiliser la masse volumique absolue à la température de mesure, telle qu'indiquée dans l'Annexe A. La différence de température admissible pour les mesurages effectués en f) doit être de  $\pm 1$  °C.

Le fait que la surface de l'échantillon analysé est entièrement mouillée ou non par le liquide d'immersion à une forte incidence sur l'exactitude des résultats d'essai. Par conséquent, il convient d'éviter les bulles d'air, par exemple en utilisant une petite quantité d'un agent surfactant adapté pour réduire les tensions de surface.

iTeh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 18753:2017  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017>

## 7 Calcul

Calculer la masse volumique absolue  $\rho$  à la température de mesure à l'aide de la Formule (1) en utilisant les valeurs obtenues suivant l'Article 6. Le résultat doit être exprimé avec quatre chiffres significatifs.

$$\rho = \frac{(m_{p2} - m_{p1})}{(m_{p4} - m_{p1}) - (m_{p3} - m_{p2})} \rho_L \tag{1}$$

où

- $\rho$  est la masse volumique absolue, en grammes par centimètre cube;
- $m_{p1}$  est la masse du pycnomètre sec, en grammes;
- $m_{p2}$  est la masse de l'échantillon de particules et du pycnomètre, en grammes;
- $m_{p3}$  est la masse de la quantité spécifiée d'échantillon de particules, du liquide d'immersion et du pycnomètre, en grammes;
- $m_{p4}$  est la masse de la quantité spécifiée de liquide d'immersion et du pycnomètre, en grammes;
- $m_{p5}$  est la masse du pycnomètre obtenue lors de la deuxième pesée à l'état sec, en grammes;
- $\rho_L$  est la masse volumique du liquide d'immersion à la température de mesure, en grammes par centimètre cube.



## 8 Essais en double

Effectuer les essais en double sur des échantillons d'analyse représentatifs. Si la différence entre le résultat initial et le deuxième résultat est supérieure à 0,03 g/cm<sup>3</sup>, répéter le mode opératoire.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme à l'ISO/IEC 17025 et doit comporter les informations suivantes:

- a) la date de l'essai;
- b) le nom de l'organisme d'essai;
- c) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 18753;
- d) la description du matériau soumis à l'essai (fabricant, type, numéro de lot ou de code);
- e) la description des prétraitements des échantillons (durée d'application du vide partiel et enceinte à vide utilisée, température de chauffage et durée de chauffage, ou le mode opératoire de la méthode aux ultrasons);
- f) le pycnomètre (type, contenance);
- g) la description du liquide d'immersion utilisé et la température de mesure;
- h) la masse volumique absolue de l'échantillon;
- i) tous commentaires concernant l'essai ou les résultats d'essai.

ISO 18753:2017  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c1b6110-4ea6-4220-9759-5af73dbfca02/iso-18753-2017>