
**Céramiques techniques —
Détermination de la masse volumique
et de la porosité apparente**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Determination of density and apparent porosity*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18754:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dccc92c2-75cf-4d73-b537-c986b629f11e/iso-18754-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dccc92c2-75cf-4d73-b537-c986b629f11e/iso-18754-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18754:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dccc92c2-75cf-4d73-b537-c986b629f11e/iso-18754-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode par déplacement de liquide (Méthode A)	2
4.1 Principe.....	2
4.2 Appareillage.....	3
4.3 Éprouvettes.....	3
4.3.1 Exigences générales.....	3
4.3.2 Exigences spécifiques aux composites à matrice céramique.....	4
4.4 Mode opératoire.....	4
4.4.1 Détermination de la masse de l'éprouvette sèche.....	4
4.4.2 Imprégnation de l'éprouvette dans le liquide d'immersion.....	4
4.4.3 Détermination de la masse apparente de l'éprouvette.....	5
4.4.4 Détermination de la masse de l'éprouvette imprégnée.....	5
4.4.5 Détermination de la masse volumique du liquide d'immersion.....	5
4.5 Exactitude de la mesure de la masse.....	5
4.6 Expression des résultats.....	6
4.6.1 Masse volumique solide apparente.....	6
4.6.2 Masse volumique réelle.....	6
4.6.3 Porosité apparente.....	6
5 Méthode par mesurage des dimensions et de la masse (Méthode B)	7
5.1 Principe.....	7
5.2 Appareillage.....	7
5.3 Éprouvettes.....	7
5.3.1 Exigences générales.....	7
5.3.2 Exigences spécifiques aux composites à matrice céramique.....	8
5.4 Mode opératoire.....	8
5.4.1 Détermination de la masse des éprouvettes sèches.....	8
5.4.2 Détermination des dimensions des éprouvettes sèches.....	8
5.5 Expression des résultats.....	8
6 Rapport d'essai	9
Bibliographie	10

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).

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).

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 une explication de 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 www.iso.org/avant-propos.

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 18754:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- clarification des différentes méthodes couvertes par le document;
- extension du champ d'application de la méthode aux composites à matrice céramique (y compris les matrices renforcées de fibres);
- ajout d'exigences spécifiques relatives à la géométrie et à la taille des éprouvettes dans ce cas.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Céramiques techniques — Détermination de la masse volumique et de la porosité apparente

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes de détermination de la masse volumique solide apparente, de la masse volumique réelle, de la porosité apparente et de la masse volumique géométrique des céramiques techniques, y compris tous les composites à matrice céramique.

Le présent document présente deux méthodes, désignées «Méthode A» et «Méthode B», comme suit:

- Méthode A: Détermination de la masse volumique réelle, de la masse volumique solide apparente et de la porosité apparente par déplacement de liquide (méthode d'Archimède).

NOTE 1 Cette méthode n'est pas appropriée pour la détermination d'une porosité apparente supérieure à 10 %. Pour les matériaux présentant une porosité supérieure à cette valeur, l'exactitude de la mesure pourrait ne pas être garantie. Il est également possible que cette méthode ne donne pas un résultat satisfaisant lors de la mesure de la porosité ouverte lorsqu'elle est inférieure à 0,5 %.

NOTE 2 Cette méthode n'est pas non plus applicable à des matériaux connus pour avoir des pores de taille moyenne supérieure à 600 µm.

- Méthode B: Détermination de la masse volumique réelle uniquement, par mesurage des dimensions géométriques et de la masse.

2 Références normatives

ISO 18754:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dccc92c2-75cf-4d73-b537-986b629f11e/iso-18754-2020>

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 386, *Thermomètres de laboratoire à dilatation de liquide dans une gaine de verre — Principes de conception, de construction et d'utilisation*

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

ISO 13385-1, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel — Partie 1: Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques des pieds à coulisse*

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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

- 3.1 pore ouvert**
pore dans lequel peut pénétrer un liquide d'immersion, ou qui est en communication avec l'atmosphère, soit directement, soit de proche en proche
- 3.2 pore fermé**
pore dans lequel le liquide d'immersion ne peut pas pénétrer, ou qui n'est pas en communication avec l'atmosphère
- 3.3 volume apparent**
 V_b
somme des volumes de la matière solide, des *pores ouverts* (3.1) et des *pores fermés* (3.2) dans un corps poreux
- 3.4 volume solide apparent**
 V_a
somme des volumes de la matière solide et des *pores fermés* (3.2) dans un corps poreux
- 3.5 masse volumique réelle**
 ρ_b
rapport entre la masse du matériau sec d'un corps poreux et son *volume apparent* (3.3)
- 3.6 masse volumique solide apparente (standards.iteh.ai)**
 ρ_a
rapport entre la masse du matériau sec d'un corps poreux et son *volume solide apparent* (3.4)
- 3.7 porosité apparente**
 π_a
rapport entre le volume total des *pores ouverts* (3.1) dans un corps poreux et son *volume apparent* (3.3)
- 3.8 masse volumique théorique**
masse volumique d'un matériau non poreux
- 3.9 masse volumique géométrique**
masse volumique réelle (3.5) d'un corps poreux dont le *volume apparent* (3.3) est calculé à partir de dimensions linéaires

4 Méthode par déplacement de liquide (Méthode A)

4.1 Principe

La masse de l'éprouvette sèche, puis sa masse apparente après immersion dans un liquide et imprégnation, enfin, sa masse dans l'air, l'éprouvette étant encore imprégnée du liquide sont déterminées par pesée. Les masses déterminées précédemment permettent de calculer la masse volumique réelle, la masse volumique solide apparente et la porosité apparente.

L'imprégnation de l'éprouvette peut être obtenue en la maintenant soit dans un liquide en ébullition (Méthode A1) soit sous vide (Méthode A2).

4.2 Appareillage

4.2.1 Étuve, réglable à 110 ± 5 °C.

4.2.2 Balance, précise à 0,1 mg pour une éprouvette pesant moins de 10 g et à 0,001 % de la masse d'une éprouvette pesant plus de 10 g.

4.2.3 Thermomètre, conformément à l'ISO 386 avec une précision de ± 1 °C.

4.2.4 Liquide d'immersion, de l'eau distillée ou de l'eau désionisée peut être utilisée avec des matériaux qui ne réagissent pas avec l'eau. Pour les matériaux sensibles au contact avec l'eau ou qui ne sont qu'imparfaitement mouillés par l'eau, un liquide organique approprié doit être utilisé.

4.2.5 Panier, permettant de maintenir une ou plusieurs éprouvettes dans le liquide et d'effectuer des mesures de masse en suspension (facultatif).

4.2.6 Fil de suspension, avec un diamètre n'excédant pas 0,25 mm. Le fil doit être propre et exempt de graisse.

Lorsque des éprouvettes de petite masse sont utilisées, l'erreur provoquée par la tension de surface du liquide sur le fil ne pouvant être négligée, il est recommandé d'utiliser un fil de suspension de diamètre inférieur (par exemple, 0,15 mm) ou d'ajouter au liquide d'immersion une solution diluée d'un surfactant approprié (par exemple, avec une concentration n'excédant pas 0,01 %).

4.2.7 Appareillage à vide (Méthode A2) pouvant réduire la pression à une valeur ne dépassant pas 2,5 kPa, avec un moyen de mesurer la pression utilisée.

4.2.8 Appareil de chauffage (Méthode A1) pouvant chauffer le liquide d'immersion jusqu'à son point d'ébullition.

4.2.9 Bécher en verre, de taille appropriée laissant un espace suffisant entre ses parois et l'éprouvette.

4.2.10 Chiffon absorbant, tel qu'une gaze, un chiffon d'essuyage industriel ou une peau de chamois.

4.3 Éprouvettes

4.3.1 Exigences générales

Il convient de prélever les matériaux soumis à essai conformément aux instructions données dans l'EN 1006. Le volume de chaque éprouvette ne doit pas être inférieur à $0,1 \text{ cm}^3$.

Si le volume de chaque éprouvette est inférieur à cette valeur, il faut utiliser un nombre suffisant d'éprouvettes de sorte que leur volume total soit égal au volume minimum exigé. Dans ce cas, le volume de chaque éprouvette ne doit pas être inférieur à $0,04 \text{ cm}^3$.

Si le volume d'une éprouvette est inférieur à $0,04 \text{ cm}^3$, une mesure géométrique peut être utilisée uniquement pour déterminer la masse volumique réelle. Pour déterminer la masse volumique réelle et la porosité apparente, la méthode de la porosimétrie au mercure peut être utilisée. Toutefois, pour garantir la fiabilité, il est recommandé de compléter par une mesure par stéréologie réalisée au microscope sur une surface polie de l'éprouvette.

Tout élément poussiéreux ou copeau susceptible de se détacher pendant une manipulation doit être éliminé de la surface de chaque éprouvette.

La rugosité limite l'exactitude de la mesure de la masse de l'éprouvette imprégnée. La surface des éprouvettes doit donc être lisse de façon à permettre l'écoulement des gouttelettes du liquide d'immersion.

4.3.2 Exigences spécifiques aux composites à matrice céramique

En complément des exigences du 4.3.1, il est recommandé que la longueur (l) et la largeur (d) d'une éprouvette soient au moins égales à celles contenant plus de deux cellules élémentaires. Il est recommandé que l'épaisseur (h) d'une éprouvette soit au moins égale à celle contenant plus de trois renforts pour un maillage 2D et plus de deux cellules élémentaires pour un maillage 3D.

NOTE Les termes spécifiques utilisés ci-dessus et relatifs aux composites à matrice céramique sont définis dans l'ISO 20507.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Détermination de la masse de l'éprouvette sèche

Sécher l'éprouvette dans l'étuve (voir 4.2.1) à (110 ± 5) °C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux mesures par pesée successives, avant et après un séjour d'au moins 2 heures dans l'étuve, ne diffèrent pas de plus de 0,03 %. Transférer l'éprouvette dans un dessiccateur et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante.

NOTE Le mode opératoire décrit ci-dessus peut être omis pour les éprouvettes supposées ne pas présenter de porosité ouverte (c'est-à-dire les éprouvettes dont la masse volumique est supposée être supérieure à 95 % de la masse volumique théorique) et les éprouvettes peuvent être séchées à l'aide d'un linge.

Noter la masse de l'éprouvette à l'air ambiant, aussi vite que possible après l'avoir retirée du dessiccateur ou du moyen de séchage. La masse ainsi déterminée est la masse de l'éprouvette sèche m_1 .

Pour une éprouvette qui risque de se briser pendant l'ébullition (voir 4.4.2), déterminer la masse de l'éprouvette sèche après avoir déterminé la masse apparente de l'éprouvette immergée et la masse de l'éprouvette imprégnée.

4.4.2 Imprégnation de l'éprouvette dans le liquide d'immersion

L'éprouvette peut être imprégnée selon deux méthodes.

a) Méthode d'ébullition (Méthode A1)

Immerger l'éprouvette dans le bécher en verre (4.2.9) de sorte qu'elle soit en permanence recouverte d'eau. À l'aide de l'appareil de chauffage (4.2.8), amener l'eau à ébullition et laisser bouillir pendant au moins 3 heures. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante. De l'eau à température ambiante peut être utilisée pour ramener l'éprouvette à température ambiante.

La méthode d'ébullition ne doit pas s'appliquer à des matériaux qui réagissent avec l'eau.

b) Méthode à vide (Méthode A2)

Placer l'éprouvette dans un récipient étanche (voir 4.2.7), amener la pression à moins de 2,5 kPa et maintenir pendant 15 minutes jusqu'à éliminer tout l'air contenu dans les pores ouverts de l'éprouvette. Introduire le liquide d'immersion (4.2.4) de sorte que l'éprouvette soit complètement recouverte. Ramener graduellement à la pression atmosphérique et laisser l'éprouvette dans le liquide d'immersion pendant encore 30 minutes.

Pendant l'introduction du liquide d'immersion, la pompe à vide doit fonctionner en permanence et n'être arrêtée que lorsque l'introduction est terminée.

Pour les matériaux qui réagissent avec l'eau, un liquide organique approprié doit être utilisé comme liquide d'immersion (par exemple, de la paraffine distillée et du phtalate de dibutyle). Il est recommandé

que ce soit un liquide faiblement volatil et non toxique. La tension de vapeur du liquide d'immersion organique doit être inférieure à 2,5 kPa à la température de l'essai.

NOTE Pour les éprouvettes supposées ne pas présenter de porosité ouverte, cette étape d'imprégnation peut être omise.

4.4.3 Détermination de la masse apparente de l'éprouvette

Placer l'éprouvette imprégnée dans le panier (4.2.5) et suspendre le panier dans le liquide d'immersion à l'aide du fil de suspension (4.2.6). À l'aide de la balance, mesurer la masse en suspension complètement immergée dans le liquide d'immersion. Retirer l'éprouvette du panier et peser de nouveau le panier immergé dans le liquide d'immersion à la même profondeur que lorsqu'il contenait l'éprouvette. Soustraire la masse apparente du panier immergé de sa masse lorsqu'il contenait l'éprouvette. Le résultat obtenu est la masse apparente de l'éprouvette immergée, m_2 .

Déterminer la température du liquide d'immersion à l'aide du thermomètre (4.2.3).

4.4.4 Détermination de la masse de l'éprouvette imprégnée

Retirer l'éprouvette du liquide d'immersion, l'éponger rapidement et soigneusement à l'aide d'un chiffon absorbant humide tel qu'une gaze, une peau de chamois ou un chiffon d'essuyage industriel non pelucheux, pour éliminer les gouttes du liquide d'immersion à la surface de l'éprouvette. Peser l'éprouvette. Le résultat obtenu est la masse de l'éprouvette imprégnée, m_3 .

Il faut au préalable complètement imprégner le chiffon absorbant ou la peau de chamois du liquide d'immersion et l'essorer à peine, de façon à ne pas retirer le liquide des pores de l'éprouvette.

NOTE Pour les éprouvettes supposées ne pas présenter de porosité ouverte (c'est-à-dire les éprouvettes dont la masse volumique est supposée être supérieure à 95 % de la masse volumique théorique), cette étape peut être omise et la masse m_3 mesurée est égale à la masse de l'éprouvette sèche.

4.4.5 Détermination de la masse volumique du liquide d'immersion

Déterminer, à 1 kg/m³ près, la masse volumique ρ_1 du liquide utilisé comme liquide d'immersion à la température de l'essai.

La masse volumique de l'eau est indiquée dans le [Tableau 1](#) pour une température comprise entre 10 °C et 30 °C.

Pour calculer la masse volumique d'un liquide organique, utiliser la méthode décrite dans l'ISO 758.

Tableau 1 — Masse volumique de l'eau pour une température comprise entre 10 °C et 30 °C

Température °C	ρ_1 kg/m ³	Température °C	ρ_1 kg/m ³	Température °C	ρ_1 kg/m ³
10	999,7	17	998,8	24	997,3
11	999,6	18	998,6	25	997,0
12	999,5	19	998,4	26	996,8
13	999,4	20	998,2	27	996,5
14	999,2	21	998,0	28	996,2
15	999,1	22	997,8	29	995,9
16	998,9	23	997,5	30	995,6

4.5 Exactitude de la mesure de la masse

La mesure de la masse doit être réalisée à 0,1 mg près pour une éprouvette pesant moins de 10 g et à 0,001 % de la masse d'une éprouvette pesant plus de 10 g.