

## TP N° 1 : Etalonnage d'une balance analytique et Détermination de la masse volumique, et la Porosité

### I. La masse volumique absolue et apparente

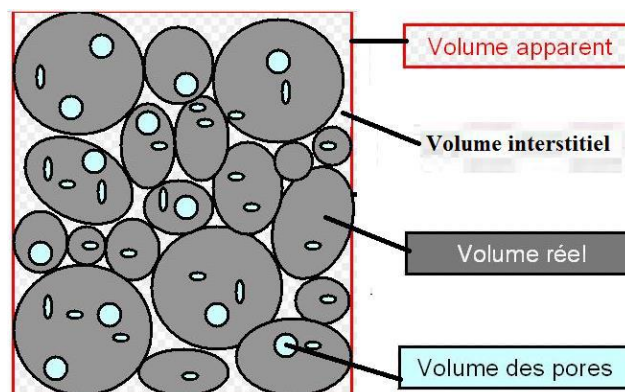
#### I. Définitions

##### 1- La masse volumique absolue $\rho_s$ :

La masse volumique absolue  $\rho_s$  est la masse par unité de volume de la matière qui constitue le granulat (**volume réel**), sans tenir compte des vides pouvant exister dans ou entre des grains.

##### 2- La masse volumique apparente $\rho_a$ :

C'est la masse d'un corps par unité de volume apparent en état naturel (**volume apparent**), comprenant les **pores de la particule** (perméables et imperméables) ainsi que les vides entre particules (**volume interstitiel**).



#### I. Partie expérimentale

##### II.1 Équipement et matériaux

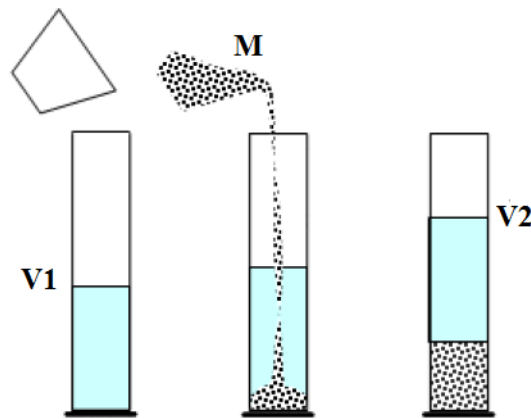
- Un récipient cylindrique d'un volume connu
- Une balance pour peser : précision 1g
- Une règle à araser
- Granulats de (sable et gravier)

##### II.2. Mode opératoire

### II.2.1 Détermination de la masse volumique absolue ( $\rho_s$ )

La méthode de l'éprouvette graduée est très simple et très rapide. Toutefois sa précision est faible.

- Remplir une éprouvette graduée avec un volume  $V_1$  d'eau.
- Peser un échantillon sec de granulats de masse  $M$  et, introduire dans l'éprouvette en prenant soin d'éliminer toutes les bulles d'air
- Lire le nouveau volume  $V_2$
- Calculer la masse volumique absolue :  $\rho_s = \frac{M}{V_2 - V_1}$
- Faire 3 essais pour le sable et le gravier.



### II.2.1 Détermination de la masse volumique apparente $\rho_a$

- Verser dans le récipient les granulats secs, par couche successives et sans tassement (utiliser l'entonnoir ou les mains).
- Araser à l'aide de la règle métallique.
- Peser le récipient rempli : noter ( $M$ )
- Calculer la masse volumique apparente :  $\rho_a = \frac{M}{V}$
- Faire trois essais pour le sable et le gravier .

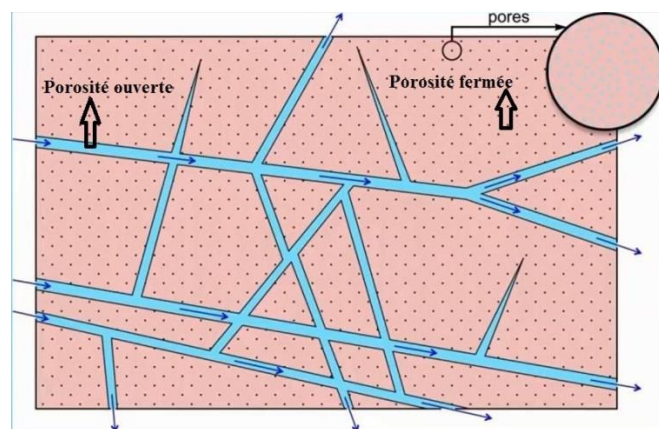
## II : La Porosité fermée et ouverte

### I. Définitions

**1. La porosité** : est l'ensemble des vides (pores) d'un **matériau** solide, ces vides sont remplis par des fluides (liquide ou gaz). C'est une grandeur physique comprise entre 0 et 1 (ou, en pourcentage, entre 0 et 100 %), qui conditionne les capacités d'écoulement et de rétention d'un substrat.

**2. La porosité fermée (porosité primaire)** : Une structure poreuse est dite fermée lorsque les pores ne sont pas reliés entre eux et sont inaccessibles à l'eau et à l'air puisqu'ils ne débouchent pas en surface.

**3. La porosité ouverte (porosité secondaire)** : Une structure poreuse est dite ouverte lorsque les pores sont reliés entre eux, formant des canaux très fins (exemples : brique, béton).



**Figure** : Schéma des types de porosité

La porosité est une valeur numérique définie par la formule suivante :

$$\varphi = \frac{V_{\text{Pores}}}{V_{\text{Total}}}$$

Avec :  $\varphi$  est la porosité,

$V_{\text{pores}}$ : Le volume des pores,  
 $V_{\text{Total}}$  : Le volume total du matériau.

**Volume des pores = Volume des pores fermés + Volume des pores ouverts**

### **II.1 Équipement et matériaux**

- 04 Éprouvettes de 100 ml
- Entonnoir
- L'eau de robinet
- Sable fin
- Gravier gros et moyen.
- **III. Mode opératoire**

- Remplir l'éprouvette (1) avec un volume  $V_1 = 30\text{ml}$  de sable fin ( $V_{\text{Total}}$ ).
- Remplir une autre éprouvette (2) avec 100ml avec de l'eau de robinet.
- Transvaser l'eau de l'éprouvette (2) dans l'éprouvette (1) jusqu'à saturation du sable.
- Lire sur l'éprouvette (2), le volume d'eau nécessaire à la saturation du sable ( $V_{\text{pores}}$ ).

**Remarque :** refaire le même mode opératoire avec le gravier gros et moyen.

## **II. Préparation des poudres en céramiques**

Une céramique est un matériau solide de synthèse qui nécessite souvent des traitements thermiques pour son élaboration. La plupart des céramiques modernes sont préparées à partir des poudres consolidées (mise en forme) et sont densifiées par un traitement thermique (le frittage). Ces céramiques recouvrent des domaines aussi divers que celui des céramiques traditionnelles (briques, carreaux, ...) ou celui des céramiques dites techniques.

### **II.1. Pesée et mélange**

Les poudres de départ (oxydes de bases et dopants) sont pesées et mélangées en quantités stoechiométriques en respectant l'équation de la réaction.

### **II.2. Broyage**

On fait le broyage dans un mortier en verre, Ceci permet d'obtenir des particules fines, ce qui favorise la formation de phase par diffusion solide /solide plus rapide.



**Figure:** Mortier et pilon

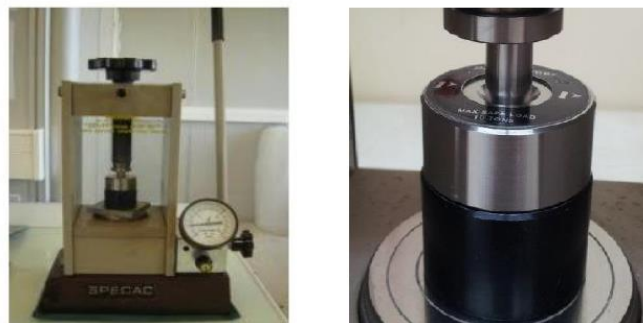
### **II.3. Traitement thermique**

Le traitement thermique appelé aussi calcination est réalisé vers 900°C pendant deux heures dans un four programmable, avec une vitesse de chauffage de 2°C/min.

On fait la calcination pour la formation de la phase pérovskite

### **II.4. Mise en forme**

La mise en forme des échantillons est faite sous pression uniaxiale de la poudre de 1,1g de poids à 3500Kg/cm<sup>2</sup> en utilisant une presse hydrostatique, les échantillons prennent alors des formes cylindriques



**Figure:** La presse hydrostatique utilisée pour la préparation des pastilles

### **II.5. Frittage**

Le frittage, terme générique englobant tous les processus physiques permettant le passage d'un matériau pulvérulent à un matériau ayant une certaine tenue mécanique.

Ce traitement thermique a pour but de terminer la formation de la phase cristalline et de permettre la densification de la céramique.

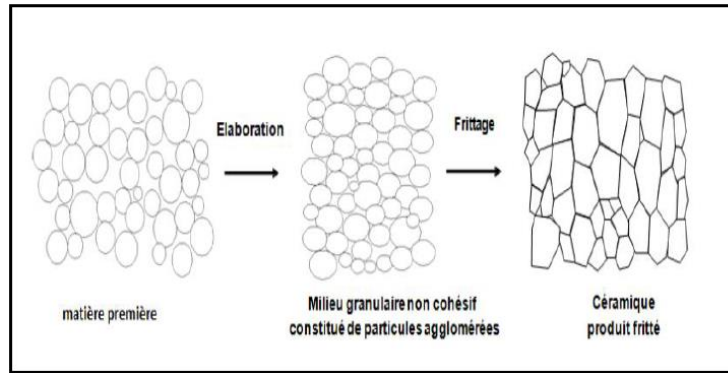


Figure: Représentation schématique du processus de fabrication de la céramique

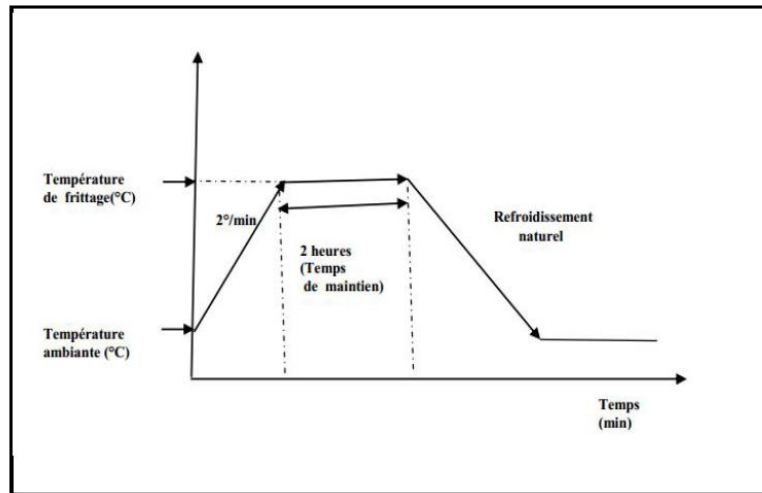


Figure : Schéma des cycles de frittage.

### III.1. Mesure de la densité (d)

La densité des céramiques est définie comme la masse par unité de volume. La qualité du matériau augmente avec l'augmentation de la densité et celle-ci augmente avec l'augmentation de la température de frittage

La densité (d) est calculée par la formule : 
$$d = \frac{m}{\pi \left(\frac{\phi}{2}\right)^2 e}$$

Où

$m$  : Masse de la pastille (g).

$\phi$  : Diamètre de la pastille (cm).

$e$  : Epaisseur de la pastille (cm).

$$\text{Taux de densification} = \frac{d_{exp}}{d_{thé}} \cdot 100$$

### III.2. Mesure de la porosité (P)

L'intérêt de l'étude de la porosité en fonction de la température est multiple, le plus important c'est d'aboutir à des échantillons de céramiques encore moins poreux, parce que leurs propriétés mécaniques dépendent de leur porosité.

$$P = 1 - d \quad \text{Et} \quad d = \frac{d_{exp}}{d_{thé}}$$

**d<sub>exp</sub>** : Densité expérimentale de la composition (g/cm<sup>3</sup>).

**d<sub>th</sub>** : Densité théorique de la composition (g/cm<sup>3</sup>).

La densité théorique du matériau est obtenue à partir des mesures géométriques, alors que la densité expérimentale est obtenue à partir des résultats de la diffraction des rayons X fournissant les paramètres de maille

$$d_{thé} = \frac{MZ}{VN}$$

Avec :

**M** : Masse molaire de l'échantillon.

**Z** : Nombre d'unités formulaires par maille.

**N** : Nombre d'Avogadro.

**V** : Volume de la maille.

### III. Etalonnage d'une balance

#### 1. Objectif du TP

- Vérifier la **justesse** et la **fidélité** d'une balance
- Établir la relation entre **masse vraie** et **masse indiquée**
- Mettre en évidence les erreurs de pesée
- Appliquer les outils statistiques (moyenne, écart-type, CV)

#### 2. Principe

L'étalonnage consiste à comparer les indications de la balance à des **masses étalons certifiées** traçables, afin de vérifier la conformité de l'instrument dans son domaine d'utilisation.

#### 3. Matériel

- Balance analytique (résolution : 0,1 mg ou 0,01 g)
- Masses étalons certifiées (ex : 10 g, 20 g, 50 g)
- Pince à masse
- Salle sans courants d'air

#### 4. Conditions expérimentales

- Balance propre et nivelée
- Mise en température ( $\geq 30$  min)
- Zéro effectué avant chaque série
- Manipulation des masses avec une pince

#### 5. Protocole expérimental

##### Étape 1 : Vérification du zéro

- Peser à vide
- Noter l'indication (doit être  $\approx 0$ )

##### Étape 2 : Mesures répétées (fidélité)

Pour chaque masse étalon :

- Effectuer **5 pesées successives**

- Noter les valeurs affichées

□ Exemple (masse étalon = 20,000 g) :

N°	Masse indiquée (g)
1	20,001
2	20,000
3	19,999
4	20,001
5	20,000

### Étape 3 : Étude de la justesse

- Calculer la moyenne
- Comparer à la masse étalon

## 6. Exploitation des résultats

### 1. Moyenne

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum x_i$$

### 2. Écart-type

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

➔ Indicateur de **fidélité**

### 3. Coefficient de variation

$$CV(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

➔ Fidélité acceptable si CV faible

### 4. Erreur de justesse (biais)

$$\text{Erreur} = \bar{x} - m_{\text{étalon}}$$

## 7. Interprétation

- **Bonne fidélité** → s et CV faibles
- **Bonne justesse** → erreur proche de 0

## 8. Conclusion

❖ La balance est efficace si :

- L'écart type est faible et le coefficient de variation est inférieur à 1 %
- La justesse est satisfaisante
- L'erreur est inférieure à la tolérance admise