

# **Protocole** **Pycnométrie à l'Hélium**

## **1. Méthode**

La méthode de pycnométrie à l'hélium permet de mesurer le volume de gaz (Hélium) déplacé par une masse connue de poudre, ce qui permet de connaître la densité réelle du matériau. Cette mesure nécessite que l'échantillon soit parfaitement sec. Environ 1.5 g de poudre au minimum sont nécessaires pour la mesure.

## **2. Equipment**

- Instrument: Micromeritics Accupyc 1330 (plus d'informations sur <http://www.particle.dk/methods/HeliumPycnometry.htm>);
- Balance analytique (précision 0.1 [mg]);
- Spatule pour la poudre.

## **3. Protocole**

- L'échantillon doit être séché 1 heure à 200 °C (les conditions du séchage peuvent être ajustées en fonction de la sensibilité de l'échantillon), à l'air ou sous vide (selon l'échantillon).
- Presser le bouton blanc sur le clavier (2<sup>ème</sup> fonction), puis “Zero”, et “Enter”. La mesure du blanc (volume de la cellule vide) prend environ 1 minute.
- Quand la calibration est terminée, peser la cellule vide à la balance analytique (précision 0.1 [mg]), et noter soigneusement le résultat  $W_C$  [g] (masse approximative=2.070 [g])
- Ajouter la poudre dans la cellule avec une spatule (1-5 g) à la balance analytique (précision 0.1 [mg]), et noter soigneusement le résultat  $W_T$  [g].
- La masse réelle de l'échantillon est  $W_P$  [g]:  
$$W_P = W_T - W_C \text{ [g]}$$
- Placer la cellule avec la poudre dans l'appareil. Fermer le couvercle.
- Presser le bouton blanc sur le clavier (2<sup>ème</sup> fonction), puis “Analyse”
  - o “Sample ID”: taper le numéro de l'échantillon puis appuyer sur “Enter”;
  - o “Mass”: taper la masse approximative  $W_P$ , et appuyer sur “Enter”;
  - o taper “Enter”;
  - o taper “Enter”
  - o Une mesure standard prend environ 45 [min].
- Une fois que la mesure a démarré, ouvrir “Accupyc.ht” sur l'ordinateur connecté à l'appareil
  - o Ouvrir le menu “Transfert”, sélectionner “Capturer le texte”, puis avec Browse, sélectionner le dossier dans lequel sera enregistrée la mesure. Nommer l'échantillon **Powder-Lotn°-Accupyc-Experimentn°-Operator.txt**, puis OK.
  - o Lorsque la mesure est terminée, ouvrir le menu “Transfert”, sélectionner “Capturer le texte”, et “Arrêter”.
- Une fois la mesure terminée et enregistrée, sortir la poudre de la cellule, la laver à l'eau et à l'éthanol et sécher à 60 [°C] dans le four.

## **4. Présentation des résultats, stockage des données, traitement des données**

Stocker les données

- Copier le fichier [Powder-Lotn°-AccuPyc-Experimentn°-Operator.txt](#).
- Aller à \\Ltpcc40\powderfiles. Copier le dossier *Powderfiles*. Le coller dans le dossier correspondant à votre projet, et le renommer comme [Powder-Lotn°](#).
- Coller le fichier TXT dans le dossier [Project/Powder-Lotn°/AccuPyc/Data](#).

Traitement des données

- Aller à \\Ltpcc40\powderfiles. Dans le dossier [Project/Powder-Lotn°](#), ouvrir la feuille Excel “*Powdersheet.xls*”
- Cliquer sur le bouton *AccuPyc*, et suivre les instructions données dans la feuille Excel.

Remarque :

- On peut utiliser la densité qui est donnée par ce traitement, calculée à partir de la masse de l'échantillon  $W_p$ .
- On peut aussi calculer la densité réelle pour chaque mesure (~10):

$$d = W_p / \text{Volume}$$

Ainsi l'évolution de la densité peut être suivie sur chacune de ces mesures. Si la densité n'est pas stable dans le temps, la mesure doit être répétée, ou le séchage de l'échantillon doit être amélioré.