

MP06 : Transitions de phase

Rafael Canonge, Tommy Kopp, Charles Mazuet, Luc Pourque

1 Objectifs pédagogiques du MP

- . Faire une mesure calorimétrique
- . Savoir mesurer une chaleur latente de vaporisation par deux méthodes différentes
- . Traiter les incertitudes de type A et B correctement

2 Objectifs et messages forts de la LP (disciplinaire)

- . Evaluation des pertes d'un calorimètre
- . Obtenir le facteur de proportionnalité entre deux grandeurs sur Igor grâce à une régression linéaire
- . Prendre en compte les incertitudes dans une régression linéaire
- . Faire le lien entre la puissance et l'enthalpie massique
- . Utiliser la cellule SF6 et obtenir une isotherme rapidement
- . Faire un montage optique permettant de projeter un élément peu visible
- . Gestion du temps pour une expérience qui met plusieurs minutes à démarrer ou permettre d'obtenir des résultats
- . Améliorer la précision d'un résultat en réalisant la même expérience plusieurs fois (et traitement des incertitudes)
- . Faire des choix de matériel et être capable de les justifier

3 Introduction générale du MP

Définition d'une phase

Classification de Landau (transition d'ordre 1 ou 2), parler de chaleur latente/ variation d'enthalpie massique.

4 Proposition de plan

4.1 Transition liquide-vapeur

Mesure de chaleur latente de vaporisation de N2

Matériel :

- Calorimètre avec résistance chauffante intégrée
- Balance 4000g
- Voltmètre, ampèremètre
- Azote liquide + protections
- Alimentation stabilisée
- Chronomètre

Le but de cette expérience est de calculer $L_{vap}(N_2)$ à pression atmosphérique grâce à la relation

$U \cdot I = L_{vap} \cdot (-dm/dt)$ obtenu en considérant que la puissance électrique fournie par une résistance chauffante sert à l'évaporation du N2.

On place le calorimètre sur la balance et on le remplit d'azote liquide, il ne faut pas hésiter à le remplir presque jusqu'en haut pour que la résistance soit bien immergée durant toute

l'expérience. Il faut ensuite attendre plusieurs minutes pour atteindre un régime d'évaporation quasi stationnaire. On réalise également le branchement électrique de l'alimentation sur la résistance chauffante sans l'allumer. Attention à la position du voltmètre.

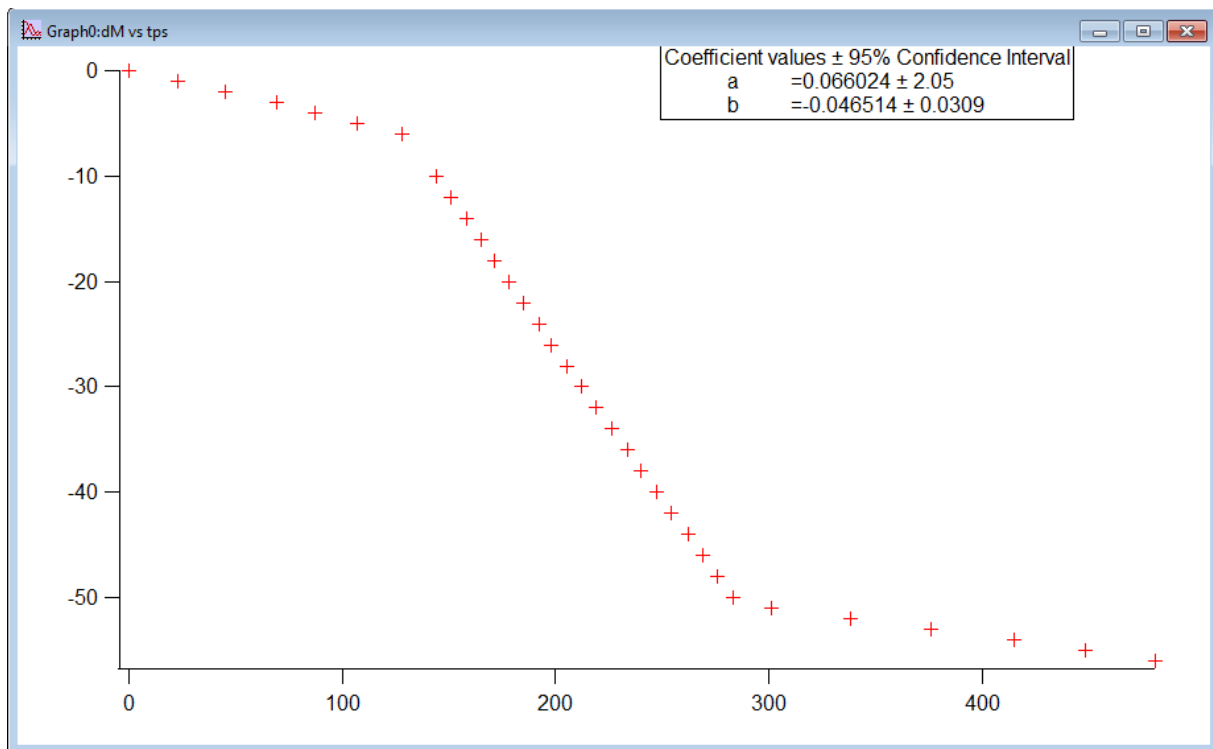
La première étape de cette expérience consiste à mesurer les pertes inhérentes au calorimètre. Il faut lancer le chronomètre et noter la variation de masse en fonction du temps pendant environ 2 minutes.

Après ces deux minutes on allume l'alimentation stabilisé et on envoie une intensité d'environ 3A. Il est important d'avoir mis un voltmètre et un ampèremètre car on va devoir calculer la puissance à partir de celles-ci et la résistance dépend de la température.

On mesure ensuite pendant environ 2 minutes la variation de masse en fonction du temps pendant que la résistance chauffe.

Enfin on éteint l'alimentation et on effectue un dernier set de mesure pendant 2 minutes.

Finalement on obtient une courbe de cette forme.



Les sections 1 et 3 correspondent aux pertes du calorimètre. Elles servent à caractériser ces pertes et permettront de ne pas associer la perte de masse correspondante à la puissance électrique dissipée par la résistance chauffante.

On réalise cette caractérisation avant et après l'expérience proprement dite car le système change et très souvent on remarque qu'elles ne sont pas égales.

La section 2 correspond donc à l'évaporation du diazote dû aux pertes ainsi qu'à la puissance dissipée.

Pour obtenir dm/dt on retranche à la pente 2 la moyenne des pentes 1 et 3.

Pour le traitement des incertitudes c'est assez simple vu la formule mais on est malheureusement obligés d'utiliser les erreurs sur les pentes données par Igor.

On compare ensuite L_{vap} mesuré à la valeur théorique $L_{vap} = 198.38 \text{ kJ/kg}$

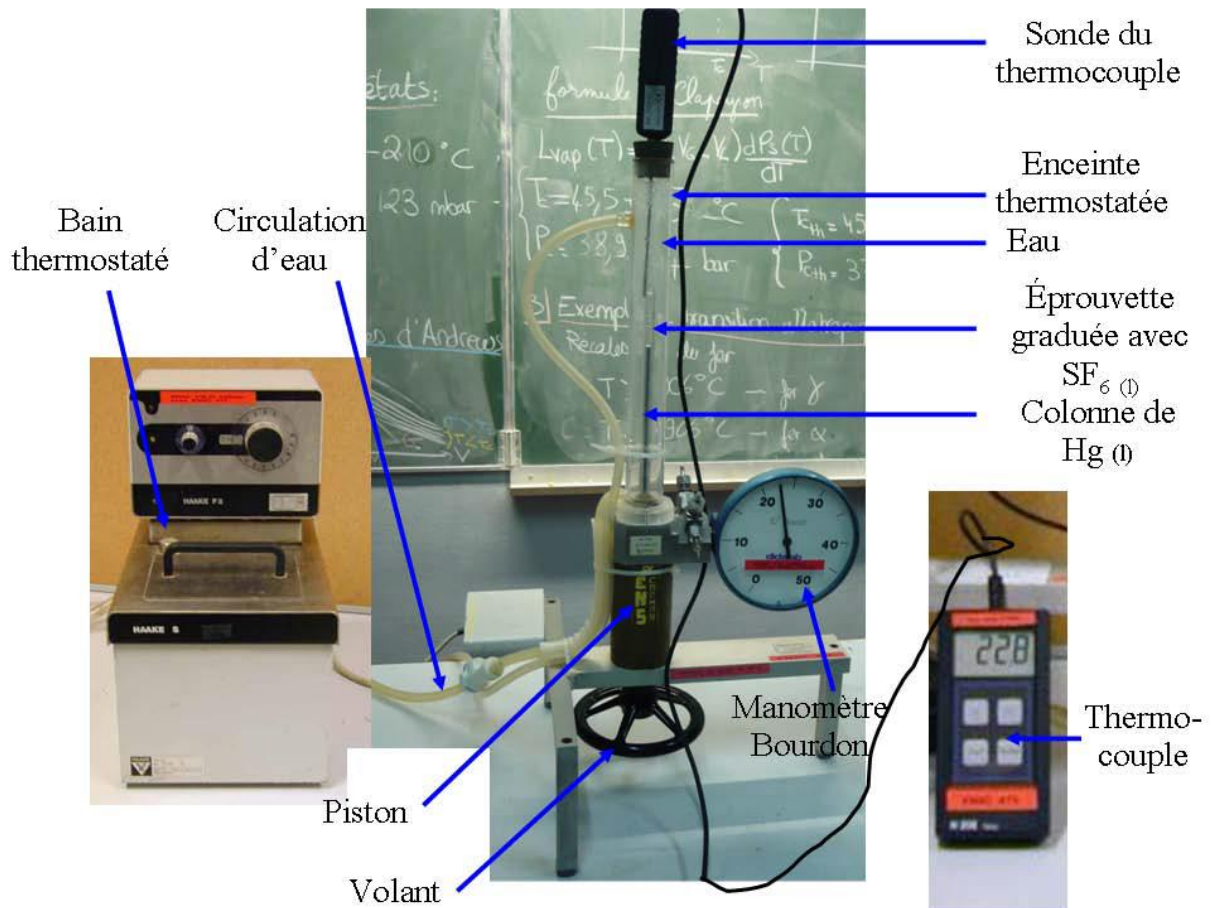
Isothermes de SF6

Matériel :

- Cellule SF6 + dispositif thermostat
- thermocouple K + lecteur avec affichage
- téflon en rouleau !

Le but de cette expérience est de mesurer la chaleur latente de vaporisation de SF6 avec une méthode différente de la première expérience. Ici on va tracer plusieurs isothermes et utiliser la formule de Clapeyron $L_{vap}(T) = T(v_g - v_l)(dP_{sat}/dT)$

Attention avant de lancer la pompe il faut vérifier qu'elle est sur le niveau 1 (lent) et être prêt à l'arrêter si ça déborde. Si l'étanchéité n'est pas bonne il faut y remédier avec le téflon et remettre la pompe en marche pour vérifier.



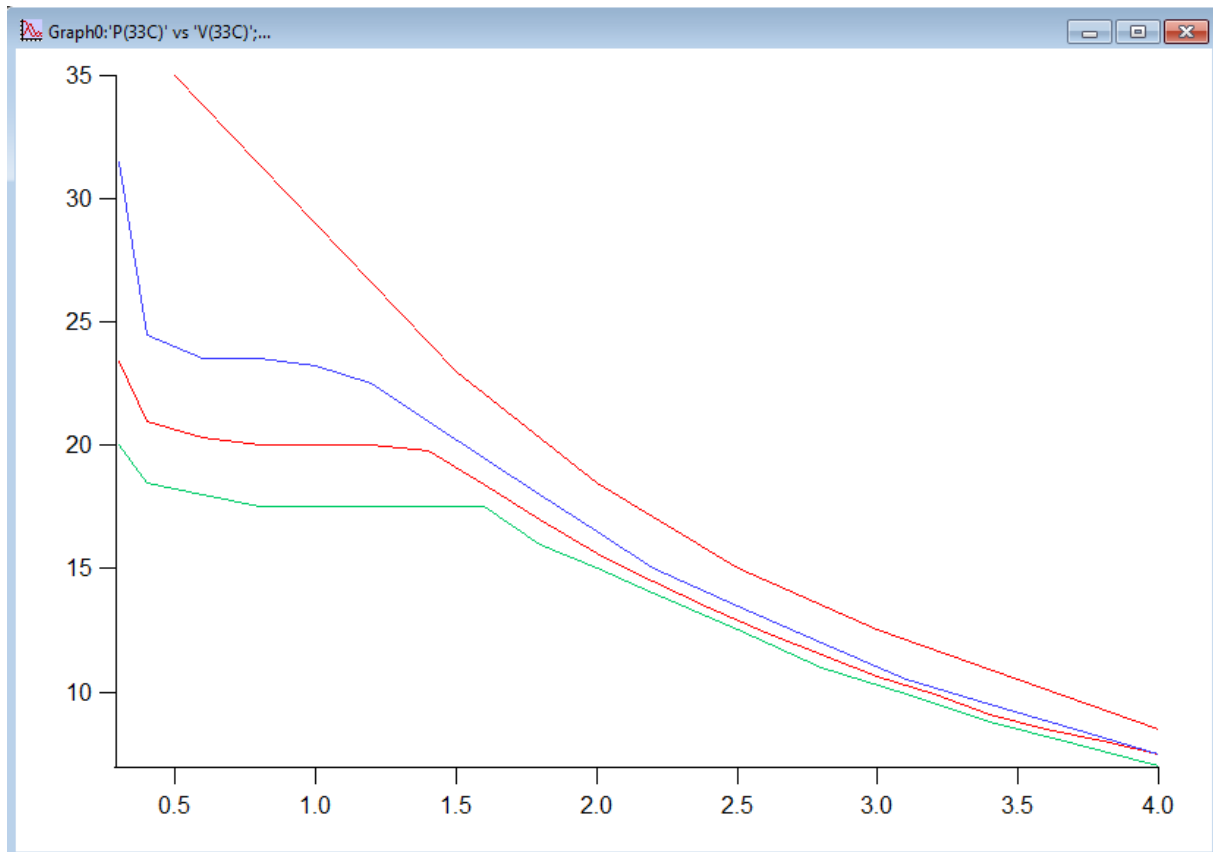
Une fois que le dispositif est étanche on règle le thermostat et on attend 20 à 30 minutes que la température soit homogène et stable.

Pour une température donnée on prend les valeurs de V et de P sans dépasser 40bars. Attention si on veut faire les choses proprement il faut attendre que le système soit à l'équilibre pour chaque point. Cela signifie parfois d'attendre jusqu'à quelques minutes avant de noter les valeurs, en particuliers lorsqu'il y a coexistence liquide-vapeur.

Puis on change la température.

Au vu du temps que prennent la thermalisation et l'attente entre les points, on peut prévoir de faire 3 ou 4 isothermes en préparation le jour de l'oral.

Pendant la présentation on peut réaliser une dernière isotherme et l'ajouter aux autres sur un même graphique pour retrouver l'allure de la courbe de saturation.



On peut ainsi discuter des isothermes sous T_c qui comportent un palier et les autres.

On peut également expliquer que si on faisait beaucoup d'isotherme on pourrait trouver T_c

Exploitation :

Pour chaque isotherme réalisée sous la température critique on peut en déduire à partir du palier la pression de saturation P_{sat} .

Il faut réaliser au minimum 3 isothermes sous T_c pour remonter à L_{vap} .

En traçant P_{sat} en fonction de T et en faisant l'approximation que c'est une relation linéaire sur l'intervalle de température étudié on en déduit dP_{sat}/dT .

Pour calculer v_g et v_l pour une température donnée on utilise la valeur de la quantité de matière de SF_6 notée sur le dispositif et on lit le volume de gaz ou de liquide au niveau des extrémités des paliers de pression.

On a ainsi toutes les données pour remonter à L_{vap} par la formule de Clapeyron.

La seule valeur tabulée que j'ai trouvée est celle à $25^\circ C$ $L_{vap} = 8.99 kJ/mol$ mais on peut comparer les ordres de grandeurs si on ne la mesure pas à $25^\circ C$

Observation de l'opalescence critique

On peut également montrer l'opalescence critique dans ce montage avec une cellule spéciale et un montage optique adapté.

Matériel :

- cellule SF6 cubique
- bain thermostaté
- lampe QI
- filtre anti calorique
- lentille de 100 et 150mm
- ecran

PHOTO MONTAGE OPTIQUE

Pour l'observer il faut se placer à une température d'environ 50-53°C et refroidir rapidement la cellule en posant de la glace dessus. L'opalescence est observée en quelques dizaines de secondes.

4.2 Transition solide-liquide

Solidification de l'étain

Matériel :

- creuset + dispositif de maintien
- bec électrique
- étain
- thermocouple type K
- boitier picolog pour connexion à l'ordinateur
- ordinateur avec logiciel picolog recorder
- manics
- bout de métal pour nettoyer le thermocouple après l'expérience

Le but de l'expérience est de mesurer la température de fusion de l'étain à pression atmosphérique à partir du palier de solidification.

PHOTO

Il faut alumer le bec électrique pendant environ 10 à 15 minutes au maximum de puissance pour arriver à environ 300°C puis lancer l'acquisition en éteignant le chauffage et en enlevant le bec de sous le creuset.

La courbe de solidification s'obtient en environ 10 minutes.

On fait ensuite la moyenne des deux valeurs extrêmes du palier pour en déduire une température de fusion à comparer à la valeur tabulée $T_{fus} = 231.9^{\circ}\text{C}$

L'incertitude pour cette mesure n'est pas relative à la lecture sur la courbe mais à la précision du thermocouple qui est bien inférieur (de 1 à 2%) soit 3-4°C.

On observe également le phénomène de surfusion avec un retard au palier dont on peut discuter en présentation. (état métastable, perturbation pour le retour à la température de solidification).

4.3 Transition d'ordre 2

Transition ferromagnétique/paramagnétique

Matériel :

- clou en fer soudé à un thermocouple
- lecteur thermocouple
- bouclier thermique
- aimant
- potence et tiges
- chalumeau

But du montage : mesurer la température de Curie du fer

On chauffe le clou avec le chalumeau tout en surveillant la valeur de la température.

On note la température lorsque ça se décroche.

Le clou se décroche car on a une transition de phase ferromagnétique paramagnétique et la force de l'aimant n'est plus assez importante pour retenir le clou face à son poids.

On réalise plusieurs fois l'expérience, en attendant bien entre chaque mesure que le clou refroidisse. On peut comparer la valeur moyenne à $T_{\text{ctab}}=1043\text{K}$.

Pour les incertitudes on prend en compte celles de type A liées au nombre de mesures qu'on a faites.

Il faut également prendre en compte l'énorme incertitude de lecture à la volée qui est de plusieurs degrés.

On peut également parler du fait que le clou n'est pas du fer pur (impuretés) et que l'aimant et également chauffé malgré le bouclier thermique. De plus la température de Curie est mesurée à champ nul normalement, ce qui n'est pas le cas ici.

5 Ouvertures possibles, prolongements et conclusion du MP

En conclusion on pourrait revenir sur les différentes expériences avec un diagramme PT et montrer en quoi elles étaient différentes malgré des similarités.

6 Subtilités du MP et points disciplinaires et expérimentaux associés

Exp1 :

Si on veut prendre pas mal de points pour chaque set ça va très vite il faut être bien concentré pour noter toutes les valeurs.

Il faut bien placer le voltmètre et savoir pourquoi (si on le met aux bornes de l'alim on ne mesure pas que par rapport à la résistance chauffante donc on fait une erreur sur le calcul de la puissance).

Il faut aussi bien penser à noter U et I pendant les deux minutes où la résistance chauffe (facile d'oublier).

Lorsqu'on éteint l'alim il faut d'abord remettre I et U à zéro.

Ne pas oublier de mettre les incertitudes aussi sur les valeurs tabulées.

Exp2 :

Vraiment important de faire l'étanchéité comme il faut au départ sinon ça va déborder et il va y avoir de l'eau partout.

Pour la prise des isothermes si on veut avoir de belles courbes il ne faut pas hésiter à attendre 2 minutes pour chaque point.

Pour prendre une courbe pendant la présentation par contre il faut prendre peu de points (j'ai pris tous les 0.5mL) et rapidement sinon ça prend trop de temps.

Pour l'opalescence critique, C'est important de faire un montage propre si vous faites un montage optique, donc il faut bien aligner les optiques en hauteur et sur une ligne
Prendre des lentilles de focales plutôt courtes pour pas se retrouver avec un montage qui prend 3m de place.

Exp3 :

Il faut le pc portable, le logiciel galère avec les autres ordi je crois.

De plus il peut buger, il ne faut pas hésiter à redémarrer l'ordinateur pour qu'il fonctionne correctement.

7 Expériences de base et alternatives pour le MP

On peut faire la recalescence du fer et le point triple de l'azote.

En manip qualitative on peut montrer la supraconductivité si il y a le matériel.

8 Bibliographie pour construire le montage

Je n'ai pas vraiment utilisé de biblio à part « Physique expérimentale » A. Le Diffon pour le SF6