UNIVERSITE DE LIEGE Faculté des Sciences Appliquées Département A&M / ArGEnCo

PHYSIQUE DES MATERIAUX **PHYS0904**

Manuel de laboratoire

Groupe N° ...

2018-2019

Professeur A. MERTENS Professeur L. COURARD

INTRODUCTION

Ce "manuel" de laboratoire est destiné aux étudiants 2BAC ingénieurs civils et ingénieurs civils architecte et 1MST ingénieurs géologues.

Les laboratoires et travaux pratiques organisés dans le cadre du cours sur les matériaux de construction ont pour buts de permettre à l'étudiant d'être en contact "physique" avec les matériaux et de mieux appréhender la partie théorique de l'enseignement.

L'étude du comportement rhéologique et thermomécanique des matériaux est en particulier envisagée dans les manipulations et expériences ; c'est en effet une donnée fondamentale dans la compréhension des propriétés des polymères et des bitumes.

Le comportement au feu des principaux matériaux rencontrés dans le bâtiment est également étudié.

Un rappel d'analyses statistiques simples est également proposé afin d'aider à l'interprétation des résultats expérimentaux.

INFORMATIONS GENERALES

Rendre un rapport global avec les explications et résultats d'essais, tel que précisé dans les feuilles en annexe.
Rendre un seul rapport par groupe.
Date limite de rentrée des rapports de laboratoire : 05/05 à 13h30
Respecter l'horaire.
Respecter les personnes et le matériel.

A. ESSAI DE TRACTION SUR MATIERE PLASTIQUE

But : Évaluer le comportement rhéologique des matières plastiques à partir d'un essai

de traction et mettre en évidence les différences de comportement.

Local: 0/833 Responsable: A. DARAS

Premier essai (EPDM):

- contrainte à la rupture
- allongement à la rupture
- modèle rhéologique
- commentaires

Deuxième essai (PEHD):

- contrainte à la rupture
- allongement à la rupture
- explication physique du comportement
- caractéristique du point d'écoulement (contrainte-déformation)
- commentaires

<u>Troisième essai</u>: traction + relaxation (PVC):

- contrainte à la rupture
- allongement à la rupture
- modèle rhéologique
- (discussion)
- calcul des paramètres (constante de relaxation, Ε, μ)
- sens physique du modèle choisi

La feuille en annexe sera utilisée afin de faciliter la prise de données et de résultats.

B. RESISTANCE AU CHOC ET DURETE DES MATIERES PLASTIQUES

But: Étudier le comportement des matières plastiques soumises à des conditions de

choc pour estimer la fragilité ou la ténacité des matériaux; évaluer la température

de transition vitreuse d'un polymère.

Local: 0/835

Responsable: T. MAURIZI-ENRICI

Point Vicat:

Le principe de l'essai consiste à déterminer la température à laquelle un pénétrateur normalisé, supportant une charge déterminée, pénètre de 1 mm dans une éprouvette de matière plastique, la température augmentant linéairement en fonction du temps.

- Courbe (pénétration, température)
- Température de transition vitreuse.

Choc Charpy et/ou Izod et/ou traction:

L'emploi d'un barreau entaillé s'explique aisément si l'on examine l'effet d'une entaille. Celle-ci a pour premier effet d'augmenter les contraintes dans son voisinage, d'où il résulte que le volume de matière qui participe à la déformation est beaucoup moindre que dans un barreau non entaillé : l'entaille localise la déformation. D'autre part, l'entaille provoque dans son voisinage un état de contrainte triple tel que les contraintes tangentielles maxima y sont faibles. De plus, la présence de portions adjacentes peu sollicitées de l'éprouvette empêche la rupture par glissement de se propager. Tout se passe comme si le matériau était rendu plus raide.

- Mesures utiles
- Rapport d'essai suivant norme.

<u>Dureté</u>:

La dureté d'un corps peut être caractérisée par l'aptitude de ce corps à résister à la pénétration d'un corps dur selon un processus standardisé. Dans chacun des essais de dureté (BRINELL, ROCKWELL, VICKERS, SHORE,...), on mesure l'empreinte faite par un pénétrateur lesté d'une charge donnée.

- Mesures utiles
- Rapport d'essai suivant norme.

C. VISCOSIMETRIE

But: étudier le comportement rhéologique des liquides en vue d'établir l'équation

rhéologique d'état et comparer les différentes méthodes d'essais pour déterminer

la viscosité.

Local: 0/738

Responsables: V. SZEPETIUK et F. LIBIOULLE

HOPPLER:

- mesures utiles
- viscosité
- commentaires

Coupe AFNOR:

- mesures utiles
- viscosité
- commentaires

Viscosimétrie HAAKE à cylindres coaxiaux :

- mesures utiles (τ , γ), graphique
- équation rhéologique d'état et type de modèle rhéologique
- commentaires

Comparaison des différentes méthodes d'essais

Remarque: attention aux unités.

Vitesse n°			Vitesse de rotation (1/min)		

D. COMPORTEMENT AU FEU DES MATIERES PLASTIQUES

But: Observer la réaction au feu des matériaux (couleur de la flamme, gouttes

enflammées ou non, persistance de la flamme, odeurs caractéristiques) en vue

d'apprécier leur comportement dans des conditions réelles d'incendie.

Local: 0/740

Responsable : S. GRIGOLETTO

- Résumer les caractéristiques des différents échantillons testés
- Répondre à 2 questions (au choix de l'assistant)
- Déterminer la nature du polymère testé en fin de séance et justifier (ne pas oublier de rappeler son numéro).

Questions

- 1. Comment reconnaît-on les thermoplastiques des thermodurcissables ?
- 2. Pourquoi utilise-t-on du polyéthylène plutôt que du PVC dans le cas de tuyaux d'eau potable ?
- 3. Comment peut-on expliquer l'odeur de bougie lors de la combustion du polyéthylène ?
- 4. Pourquoi la combustion de polyester et de polystyrène donne-t-elle lieu à la formation de fumées d'aspects similaires ?
- 5. Expliquez la formation d'odeurs âcres lors de la combustion du P.V.C.

E. MESURE DE L'ANGLE DE CONTACT

But: Mesurer l'angle de contact de différents liquides sur une surface solide et

déterminer la tension superficielle critique $\gamma_{\rm C}$.

Local: 0/835

Responsable: S. GRIGOLETTO

Le diagramme de Zisman:

Expérimentalement, Zisman a montré qu'il existe (pour un solide donné) une relation linéaire entre la tension superficielle (γ_L) d'un liquide et le cosinus de l'angle de contact ($\cos\theta$) liquide-solide. Le diagramme de Zisman s'obtient en portant le cosinus de l'angle de contact de différents liquides sur un même solide en fonction de la tension superficielle du liquide. Il existe donc une valeur unique, fonction de la nature de la surface solide, où le cosinus de l'angle de contact est égal à l'unité. La valeur de la tension superficielle correspondante est appelée énergie de surface critique (γ_C). Un liquide dont la tension superficielle est inférieure à γ_C mouillera parfaitement la surface du solide.

Chaque groupe d'étudiants devra déterminer la tension superficielle critique d'un solide en mesurant les angles de contact correspondant à quatre liquides différents. Quatre mesures seront effectuées pour chaque liquide (une mesure de chaque côté de 2 gouttes).

Mesure de l'angle de contact :

	Angle de cor 1° mesure	ntact : 2° mesure	3° mesure	4° mesure	Moyenne	Tension superficielle (mN/m)
Eau distillée						71,1
Diméthylformamide						36,3
Diméthyléthanolamine						27,95
Méthanol						22,6

Questions:

- 1. Citer une application industrielle où il est important d'augmenter la mouillabilité et une autre où il faut la diminuer
- 2. La rugosité d'une surface influence-t-elle la mesure de l'angle de contact ?
- 3. Un produit dégraissant doit-il posséder une tension superficielle élevée ou faible ? pourquoi ?
- 4. Une colle doit-elle avoir un angle de contact élevé ou faible avec son support ?
- 5. Comment savoir, en présence d'eau et de méthanol à la surface du solide que vous avez analysé, celui qui chassera l'autre ?

F. TRANSITION VITREUSE

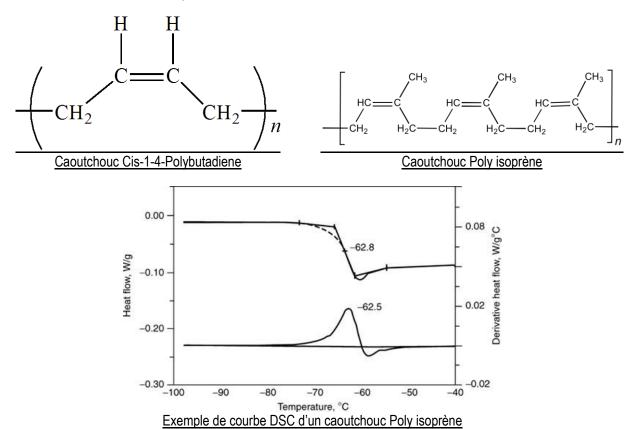
But : Comprendre les conséquences du changement de température

Local: Salle de travaux pratiques 1/841

Responsable: T. MAURIZI-ENRICI

Les polymères ont des propriétés viscoélastiques fortement dépendantes de la température. Il existe pour les polymères, une température dite de transition vitreuse, abrégée Tg. En dessous de cette température, le polymère est vitreux, au-dessus, il est caoutchouteux. Le fait qu'un polymère soit vitreux ou caoutchouteux dépend de la température à laquelle il se situe et de sa Tg.

Lorsqu'on plonge un morceau de caoutchouc dans de l'azote liquide, ce dernier devient rigide, vitreux, et se rompt en morceaux lorsqu'on le cogne contre une surface dure.



Questions

- 1. Résumer les deux attitudes observées pour le caoutchouc polybutadiène.
- 2. A votre avis, pendant la manipulation du caoutchouc quelles catégories de mouvements moléculaires se produisent ?
- 3. Pourquoi le rebond est-il de plus en plus grand?
- 4. La Tg du polybutadiène est plus haute ou plus basse que celle du poly isoprène?

G. ANALYSES STATISTIQUES

But : Comparer des résultats d'analyses et d'essais

Local: salle de travaux pratiques 1/841

Responsable: T. MAURIZI-ENRICI

Les analyses statistiques sont le support indispensable à l'expérimentation dans la mesure où elles permettent d'interpréter les résultats obtenus à partir d'un grand nombre d'essais en termes de paramètres de position (moyenne) et de dispersion (écart-type, variance, coefficient de variation).

Le problème se pose couramment de savoir si 2 échantillons proviennent d'une même population, c'est-à-dire si l'on doit attribuer au hasard la différence $d=\overline{x}_1-\overline{x}_2$ des moyennes de deux échantillons ou au contraire la considérer comme significative. Dans le cas de petits échantillons – souvent le cas en expérimentation –, cette analyse est basée sur l'emploi de la loi du t de Student-Fisher.

Pour que la moyenne \overline{x} d'un échantillon puisse être considérée comme une variable aléatoire gaussienne, il faut que l'effectif de l'échantillon soit assez grand (n > 30) et c'est seulement dans ce cas que les tables des fonctions $\Phi(t)$ ou $\pi(t)$ nous permettent d'exprimer les limites de l'intervalle de confiance :

$$\overline{x} \pm 1,96 \frac{\sigma_{\text{\'ech}}}{\sqrt{n-1}}$$
 sécurité 0,95

$$\overline{x} \pm 2,58 \frac{\sigma_{\text{\'ech}}}{\sqrt{n-1}}$$
 sécurité 0,99

Pour les petits échantillons, la distribution de la moyenne est souvent très éloignée d'une distribution gaussienne, et pour le même degré de sécurité, l'intervalle de confiance est plus étendu que dans le cas des grands échantillons.

Nous savons que l'écart-type de la population est inconnu, mais estimé par la quantité :

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

L'écart-type de \bar{x}

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma_{pop}}{\sqrt{n}}$$

est estimé par :

$$\frac{s}{\sqrt{n}}$$

A l'écart réduit $\frac{\overline{x} - m}{\sigma_d}$ des grands échantillons correspondra dans le cas des petits échantillons la variable

aléatoire de Student-Fisher t définie par :

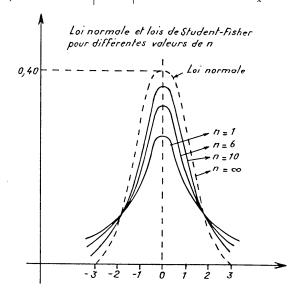
$$t = \frac{\overline{x} - m}{s / \sqrt{n}}$$

Student a étudié la distribution théorique de la variable aléatoire t pour les différentes valeurs du nombre $\nu = n-1$, nombre de degrés de liberté intervenant dans le calcul de s. Le nombre ν représente le nombre d'informations indépendantes que peuvent fournir les termes d'une série : si en effet nous connaissons n-1 des valeurs d'un échantillon de moyenne donnée, la n-ième valeur s'en déduit immédiatement.

La figure 1 représente, pour différentes valeurs de n, l'allure de la loi de Student-Fisher.

Student et Fisher ont d'autre part construit des tables à double entrée donnant pour chaque valeur du nombre de degrés de liberté ν la valeur de t ayant la probabilité P d'être dépassée. Ces tables dont l'utilisation est très analogue aux tables du x^2 permettent de définir les limites T_{ν} du paramètre t correspondant aux différents seuils de signification.

Par exemple pour v=9 et P = 0,05, nous lisons t = 2,2; ce qui veut dire qu'il n'y a que 5 chances sur 100 de trouver une valeur de t supérieure à 2,2, ou en d'autres termes, au seuil de signification de 0,05 (ou, pour un coefficient de sécurité de 0,95) l'écart absolu $|\bar{x}-m|$ est inférieur à 2,2 . $\sigma_{\bar{v}}$.



Pour considérer comme variables aléatoires normalement distribuées les moyennes \overline{x}_1 et \overline{x}_2 de deux échantillons indépendants, il faut comme nous l'avons dit précédemment que les effectifs n_1 et n_2 de ces échantillons ne soient pas trop petits.

Si n_1 ou n_2 sont inférieurs à 30, la différence $d = \overline{x}_2 - \overline{x}_1$ n'est plus normalement distribuée.

Faisons à nouveau l'hypothèse que ces deux échantillons sont issus d'une même population d'écart-type σ . Dans le cas des faibles échantillons, les quantités :

$$s_1 = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \overline{x}_1)^2}{n_1 - 1}} \text{ et } s_2 = \sqrt{\frac{\sum (x_j - \overline{x}_2)^2}{n_2 - 1}}$$

deviennent trop imprécises pour constituer une approximation de σ . On montre qu'une bonne estimation de σ est fournie par la quantité s de carré :

$$s^{2} = \frac{\sum (x_{i} - \overline{x}_{1})^{2} + \sum (x_{j} - \overline{x}_{2})^{2}}{n_{1} - 1 + n_{2} - 1}$$

Cette estimation est à $v = n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté.

La variance de la moyenne \overline{x}_1 du premier échantillon est estimée par s^2/n_1 . La variance de la moyenne x_2 du second échantillon est estimée par s^2/n_2 , d'où pour $d=\overline{x}_2-\overline{x}_1$:

$$\sigma_{\rm d}^2 = \frac{{\rm s}^2}{{\rm n}_1} + \frac{{\rm s}^2}{{\rm n}_2}$$

$$\sigma_d = s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}$$

Formons le rapport :

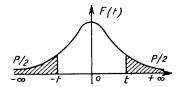
$$t = \frac{d}{\sigma_d} = \frac{\overline{x}_2 - \overline{x}_1}{s\sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

t est distribuée suivant la loi de Student-Fisher à $v = n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté.

Pour ce nombre de degrés de liberté et pour un seuil de signification P, la table de Student-Fisher nous définit un intervalle d'acceptation :

- si la valeur de $t = d/\sigma_d$ appartient à cet intervalle, on accepte l'hypothèse avec une sécurité égale à 1 P;
- si t n'appartient pas à cet intervalle, on rejette l'hypothèse avec un risque P de la rejeter à tort.

t de Student Valeurs de t ayant la probabilité P d'être dépassées en valeur absolue



,	P	0,90	0,80	0,70	0,60	0,50	0,40	0,30	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01	0,001
	1	0.158	0.325	0.510	0.727	1,000	1,376	1,963	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657	636,619
		0.142	0,289	0,445	0,617	0,816	1,061	1,386	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	31,598
1	3	0.137	0,277	0,424	0,584	0,765	0,978	1,250	1,638	2,353	3,182		5,841	12,929
	4	0,134	0,271	0,414	0,569	0,741	0,941	1,190	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	8,610
	5	0,132	0,267	0,408	0,559	0,727	0,920	1,156	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	6,869
	6	0,131	0,265	0,404	0,553	0,718	0,906	1,134	1,440	1,943	2,447	3,143		5,959
1	7	0,130	0,263	0,402	0,549	0,711	0,896	1,119	1,415	1,896	2,365	2,998	3,499	
ĺ	8	0,130	0,262	0,399	0,546	0,706	0,889	1,108	1,397	1,860	2,306			5,041
	9	0,129	0,261	0,398	0,543	0,703	0,883	1,100	1,383	1,833	2,262			
	10	0,129	0,260	0,397	0,542	0,700	0,879	1,093	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,587
١.	11	0 490	0.560	0,396	0 540	0.697	0.876	1 088	1 363	1.796	2,201	2,718	3,106	4,437
	12	0,123	0.259	0,395	0,539	0,695	0.873	1 083	1.356	1.782				
	13	0,120	0,250	0,394	0.538	0,694	0.870	1 079	1.350	1.771	2,160			
	14			0,393										
	15	0,120	0.258	0,393	0.536	0.691	0.866	1.074	1.341	1.753				
	16			0,392									2,921	4,015
	17	0.128	0.257	0,392	0.534	0.689	0.863	1.069	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,965
	18	0.127	0.257	0,392	0.534	0.688	0.862	1,067	1,330	1,734			2,878	
	19	0.127	0.257	0,391	0.533	0,688	0,861	1,066	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	
	20	0,127	0,257	0,391	0,533	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,850
1	21	0.127	0.257	0,391	0,532	0,686	0,859	1,063	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	
	22			0,390								2,508		
	23	0,127	0,256	0,390	0,532	0,685	0,858	1,060	1,339	1,714	2,069			
	24	0,127	0,256	0,390	0,531	0,685	0,857	1,059	1,318	1,711	2,064			
	25	0,127	0,256	0,390	0,531	0,684	0,850	1,058	1,316	1,708	2,060			
	26	0,127	0,256	0,390	0,531	0,684	0,856	1,058	1,315	1,706	2,056			
	27	0,127	0,256	0,389	0,531	0,684	0,855	1,057	1,314	1,703	2,052			
	28	0,127	0,256	0,389	0,530	0,683	0,855	1,056	1,313	1,701	2,048			
	29			0,389										
	30	0,127	0,256	0,389	0,530	0,683	0,854	1,055	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,646
	40	0.126	0,255	0,388	0,529	0,681	0,851	1,050	1,303	1,684	2,021			
	80	0.126	0.254	0,387	0,527	0,679	0,848	1,046	1,296	1,671	2,000	2,390		
	20	0.126	0.254	0,386	0.526	0,677	0,845	1,041	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	
	x	0,126	0,253	0,385	0,424	0,674	0,842	2 1,036	1,282	2 1,645	1,960	2,326	2,576	3,291
1	_	'	1		<u> </u>	<u> </u>				<u> </u>		1	<u> </u>	<u> </u>

Cette table est extraite des tables de Fischer et Yates: « Statistical Tables for Biological, Agricultural and Medical Research » publiées par Oliver and Boyd Ltd., Edinburgh, avec l'aimable autorisation des auteurs et des éditeurs.

Exercices

1. Un étudiant a réalisé des mesures d'angle de contact sur roche calcaire afin d'apprécier la mouillabilité du calcaire par l'eau. La première série de mesures a été effectuée 20 secondes après le dépôt de la goutte sur l'échantillon de roche, la deuxième après 2 minutes. Y a-t-il une différence significative entre les résultats ? Quelle interprétation peut-on tirer d'une telle analyse ?

Essai			Mesi	ure de l'anç	le de conta	ct (°)		
E55a1	1	2	3	4	5	6	7	8
Après 20 secondes	48	39	43	50	45	47	50	34
2 minutes	39	36	35	44	38	36	41	27

2. Deux laboratoires ont effectué des prélèvements sur deux chantiers pour mesurer la résistance en compression d'un béton. La centrale a béton affirme avoir fourni le même béton. Peut-on affirmer que cela est vrai ? Y a-t-il une différence significative entre les deux bétons ?

Prélèvements n°	1	2	3	4	5	6	7	8
Chantier A	63,1	70,1	67,7	72,0	65,4	62,8	63,5	71,2
Chantier B	61,3	70,2	65,8	72,2	63,2	62,0	63,7	70,3

3. On mesure la profondeur de pénétration sur 2 bitumes, dont l'un a été modifié au moyen d'une huile fluxante. Peut-on conclure à une influence de cette dernière sur la valeur de la profondeur de pénétration? Quelle interprétation tirer de cette analyse ?

Echantillon	Profondeur de pénétration (1/10mm)											
Echanullon	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	170	175	187	180	190	165	175	174	173	181	178	179
2 (avec huile)	155	160	164	150	160	159	154	156	160	167	153	158

4. On a réalisé une mesure de la charge à la rupture de 2 câbles métalliques fabriqués par une usine. Dix tests ont été réalisés sur chaque câble (résultats en N). Y a-t-il une différence significative entre les deux câbles?

Essai n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Câble 1	77500	77250	77300	77350	77250	77175	77400	77325	77400	77300
Câble 2	76950	77500	77560	77350	77260	77100	76975	77100	77450	77260

5. On désire tester l'effet d'un hydrofuge sur la protection d'un béton contre la pénétration de l'eau. Pour cela, on choisit 24 sections de New-Jersey situées dans des conditions environnementales identiques; la moitié de ces sections est traitée avec l'hydrofuge et l'autre pas. L'efficacité du produit est établie sur base de la profondeur de pénétration de l'eau. Peut-on conclure qu'il n'y a pas d'amélioration significative de la résistance à la pénétration de l'eau du béton avec hydrofuge?

Essai n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Sans traitement	4,5	5,3	6,1	4,9	4,7	3,9	6,5	4,9	5,3	4,4
Avec traitement	5,4	4,6	3,6	7,5	8,4	5,6	4,9	5,3	4,8	4,3

6. Un ingénieur a réalisé des mesures de déformation de systèmes de fixation en polyéthylène. La première série de mesures a été effectuée après 1 minute et la deuxième après 15 minutes. Y a-t-il une différence significative entre les résultats ? Quelle interprétation peut-on tirer d'une telle analyse ?

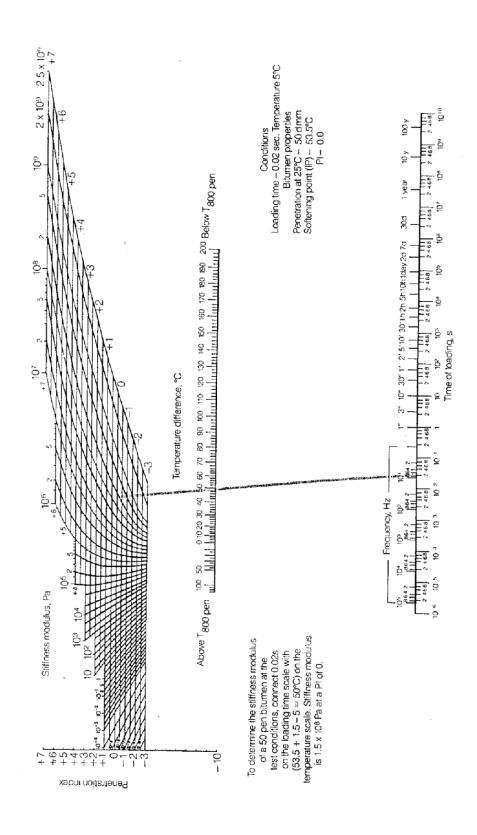
Essai	éformation ((mm)						
	1	2	3	4	5	6	7	8
Après 2 minutes	39	36	35	44	38	36	41	27
Après 15 minutes	48	39	43	50	45	47	50	34

Essais de traction

Produit testé :			
Vitesse de déplacement d Vitesse de déplacement d Gamme du diagramme : Section de l'éprouvette	u diagramme :		
	Largeur	Epaisseur	
Mesure 2			
Mesure 2 Mesure 3			
			Section
Moyenne =			mm²
Observation de l'éprouvet Produit testé :	ie apres rupture		
Vitesse de déplacement d Vitesse de déplacement d Gamme du diagramme : Section de l'éprouvette	u diagramme :	cm/min.	
	Largeur	Epaisseur	
Mesure 1			
Mesure 2			
Mesure 3			Section
Moyenne =			mm²
Base de mesure :			

Produit testé: Vitesse de déplacement de Vitesse de déplacement de Gamme du diagramme: Section de l'éprouvette	u diagramme :	cm/min.		
	Largeur	Epaisseur	7	
Mesure 1	J			
Mesure 2				
Mesure 3				
				Section
Moyenne =				mm²
Produit testé: Vitesse de déplacement de Vitesse de déplacement de Gamme du diagramme:	e la traverse : u diagramme :	cm/min.		
Section de l'éprouvette				
Mesure 1 Mesure 2	Largeur	Epaisseur]	
Mesure 3			_	
		1	<u> </u>	Section
Moyenne =]	mm²
Base de mesure :	 . mm		_	

Observation de l'éprouvette après rupture :



Nomograph for determining the stiffness modulus of bitumens

