



TP 7 : Dilatométrie

But du TP:

Nous allons, dans ce TP, analyser la variation de longueur d'un échantillon d'époxy puis de cobalt en fonction de la variation de température de l'échantillon à l'aide d'un dilatomètre. Nous pourrions par la suite déterminer le coefficient de dilatation thermique de ces deux matériaux. L'analyse des graphiques obtenus nous permettra d'étudier les éventuels changements de phase (transitions thermiques) des échantillons.

Protocole:

Nous mesurons d'abord la longueur de chaque échantillon au pied à coulisse. Nous positionnons ensuite l'échantillon dans le dilatomètre. Nous réglons le poussoir à l'aide de vis de sorte à ce qu'il soit bien en contact avec l'échantillon. C'est le déplacement du poussoir qui sera mesuré pour donner la variation de longueur de l'échantillon.

A l'aide d'un logiciel de traitement des données, nous récupérerons la température du four, de l'échantillon et la variation de longueur de l'échantillon. Ces trois valeurs sont tracées au cours du temps sur un même graphique par le logiciel.

Concernant l'échantillon d'époxy, nous ne ferons les mesures que pour une augmentation de température jusqu'à 140°C.

Dans le cas du cobalt, nous ferons les mesures pour une augmentation puis une diminution de température entre 20°C et 500°C.

- Coefficient de dilatation moyen linéaire :

$$\alpha_{T_o} = \frac{1}{T - T_o} \cdot \frac{L - L_o}{L_o}$$

Nous pouvons écrire $1/L = 1/L_o$ car la variation de longueur de l'échantillon est très faible devant L_o .

Nous pouvons ainsi tracer la courbe de $\frac{L - L_o}{L_o}$ en fonction de $T - T_o$, dont la pente correspondra au coefficient moyen.

- Détermination de ΔV pour le cobalt:

$$\frac{\Delta V}{V_o} = 3 \cdot \frac{\Delta L}{L_o} \quad \text{car} \quad V = L^3$$

Nous déterminerons graphiquement $\Delta L/L_o$ en prenant une température T pour laquelle l'écart $\Delta L/L_o$ entre les deux pentes parallèles est maximal. Cette valeur nous permettra de déterminer ΔV grâce à la formule ci-dessus.

Effet de la Silice :

Le poussoir et le porte échantillon du dilatomètre sont réalisés en silice, matériau possédant un coefficient de dilatation très négligeable ($\alpha_{Si} = 0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) devant celui de l'époxy.

Pour le cobalt, il est un peu moins négligeable et il est préférable de le prendre en compte. Une macro contenant les différents coefficients de dilatation de la silice selon la température était fournie sur VBA pendant la séance de TP, mais nous n'avons pas eu le temps de l'utiliser.

Cette macro nous permettait de soustraire le coefficient de dilatation de la silice à celui du cobalt qui dépend de la température, en effet :

$$\alpha_{\text{mesuré}} = \alpha_{\text{cobalt}} + \alpha_{\text{silice}}$$

Résultats:

Époxy :

On observe un changement de pente sur le graphique (voir annexe : Figure 1), correspondant à la température de transition vitreuse (T_g). Elle s'étale sur la plage de températures suivante :

$$114,8 < T_g(^{\circ}\text{C}) < 124,8$$

| $\alpha_{\text{époxy}}$ en K^{-1} (à $T = 24,8$ à 108°C) : état vitreux | $\alpha_{\text{époxy}}$ en K^{-1} (à $T = 124,8$ à 139°C) : état caoutchoutique |
|---|---|
| $(69,2 \pm 14,3) \cdot 10^{-6}$ | $(128,0 \pm 23,2) \cdot 10^{-6}$ |

Nous avons tracé l'évolution du coefficient de dilatation linéaire en fonction de la température de l'échantillon (voir annexe : Figure 2). Nous observons deux plateaux distincts :

- le premier ($29 < T (^{\circ}\text{C}) < 108$) où le coefficient de dilatation linéaire est constant, correspond à l'état vitreux de l'époxy.
- le deuxième ($124 < T (^{\circ}\text{C}) < 138$) où le coefficient de dilatation linéaire est constant, correspond à l'état caoutchoutique de l'époxy.

Cobalt :

On observe deux changements de pente sur le graphique (voir annexe: Figure 3) :

- le premier pour la partie température croissante : il correspond au passage de la structure hc (hexagonale compact) à la structure cfc (cubique face centrée).
- le deuxième pour la partie température décroissante : il correspond au passage de la structure cfc (cubique face centrée) à la structure hc (hexagonale compact).

| | Structure hc | | Structure cfc | |
|--------------------------|-------------------------------|--|-------------------------------|--|
| | Plage de températures (en °C) | Coefficient de dilatation (K ⁻¹) | Plage de températures (en °C) | Coefficient de dilatation (K ⁻¹) |
| Température croissante | 50-343 | (14,2±4,1)*10 ⁻⁶ | 357-369 | (16,3±5,2)*10 ⁻⁶ |
| Température décroissante | 252-222 | (15,7±3,6)*10 ⁻⁵ | 361-263 | (14,9±3,9)*10 ⁻⁶ |



Incertitudes :

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \frac{\Delta L}{L - L_o} + \frac{\Delta L_o}{L - L_o} + \frac{\Delta T}{T - T_o} + \frac{\Delta T_o}{T - T_o} + \frac{\Delta L_o}{L_o}$$

Epoxy:

| L _o (mm) | ΔL _o (mm) | ΔL (mm) | T _o (°C) | ΔT _o (°C) | ΔT (°C) |
|---------------------|----------------------|---------|---------------------|----------------------|---------|
| 32 | 2*0,2 | 0,01 | 24,8 | 1 | 1 |

$$\Delta\alpha=0,2$$

Cobalt:

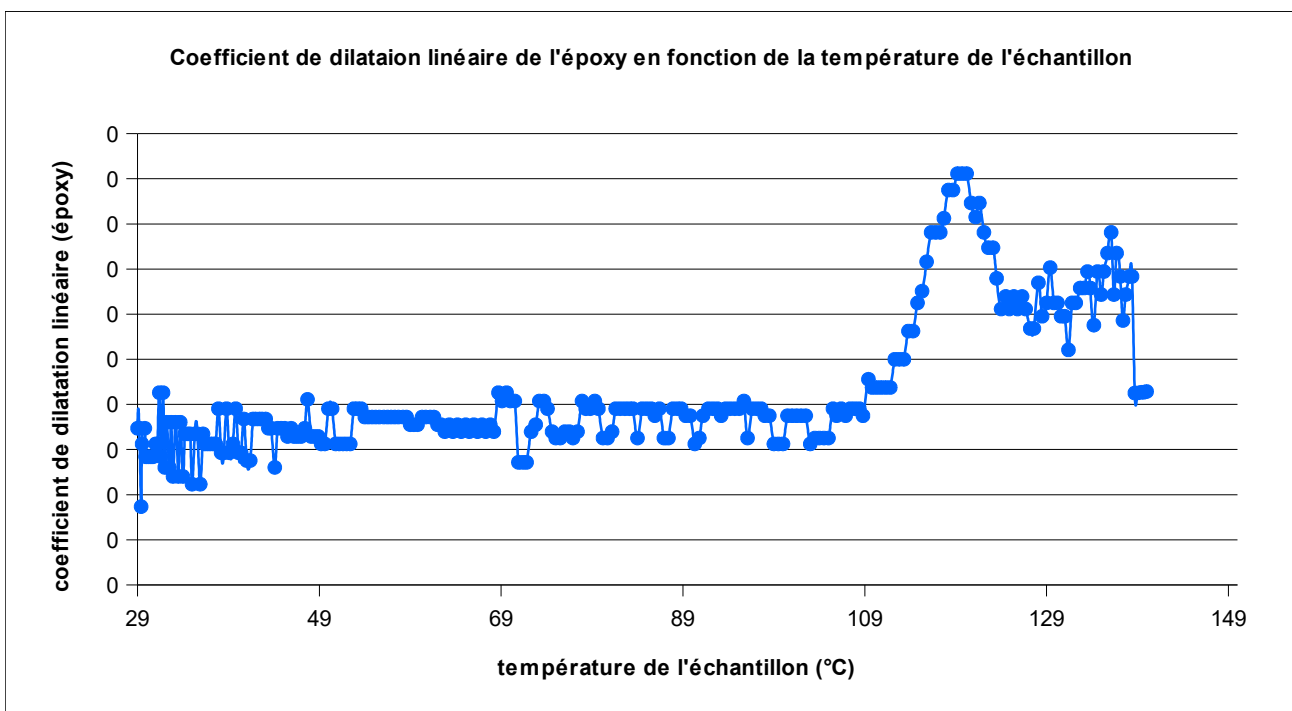
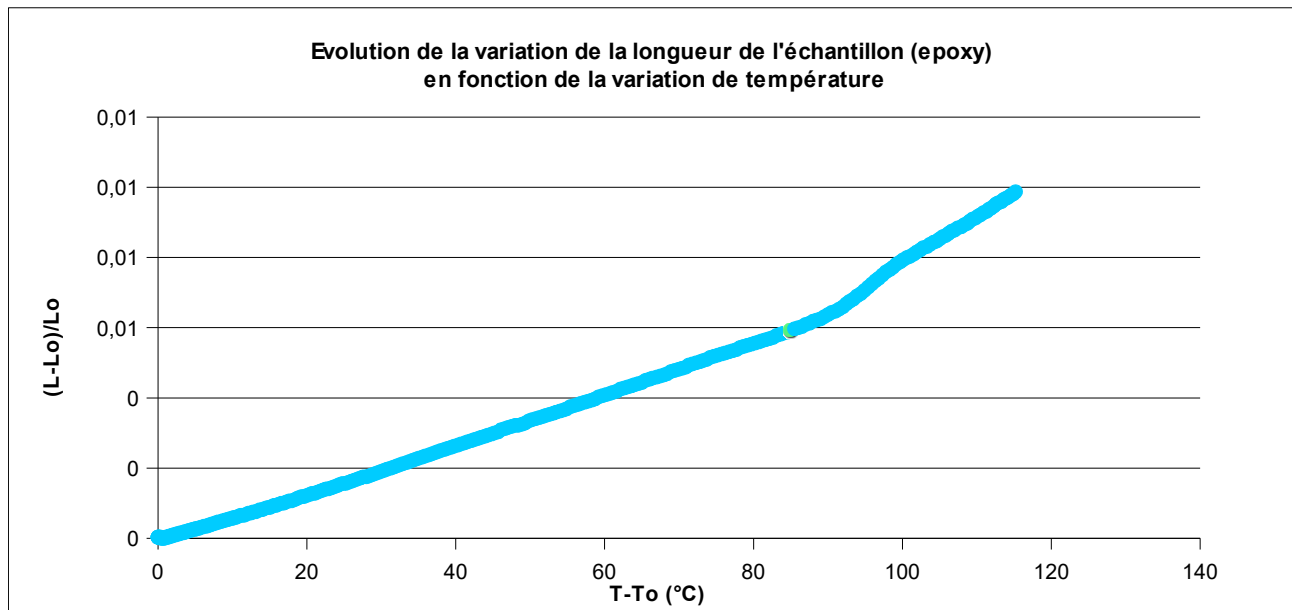
| L _o (mm) | ΔL _o (mm) | ΔL (mm) | T _o (°C) | ΔT _o (°C) | ΔT (°C) |
|---------------------|----------------------|---------|---------------------|----------------------|---------|
| 30 | 2*0,2 | 0,01 | 108,5 | 1 | 1 |

Conclusion :

Ce TP nous a permis de découvrir la technique de dilatométrie qui caractérise l'une des propriétés importantes d'un matériau, soit sa variation de volume en fonction de la température. Cette propriété est non négligeable dans l'industrie, et doit être prise en compte pour la fabrication de tout produit qui sera dans un environnement à température modifiable.

La dilatométrie est aussi un bon moyen de connaître les températures de changements de phase d'un matériau. Néanmoins, sa précision dépend du matériau testé. Plus le coefficient de dilatation linéaire du matériau est proche de celui de la silice (ou du matériau dans lequel est fait le poussoir), moins les résultats seront précis.

Annexes :



| pente (T-To = 0 à 83°C) | pente (T-To = 100 à 115,2°C) |
|-------------------------|------------------------------|
| 69,2*10-6 | 128*10-6 |

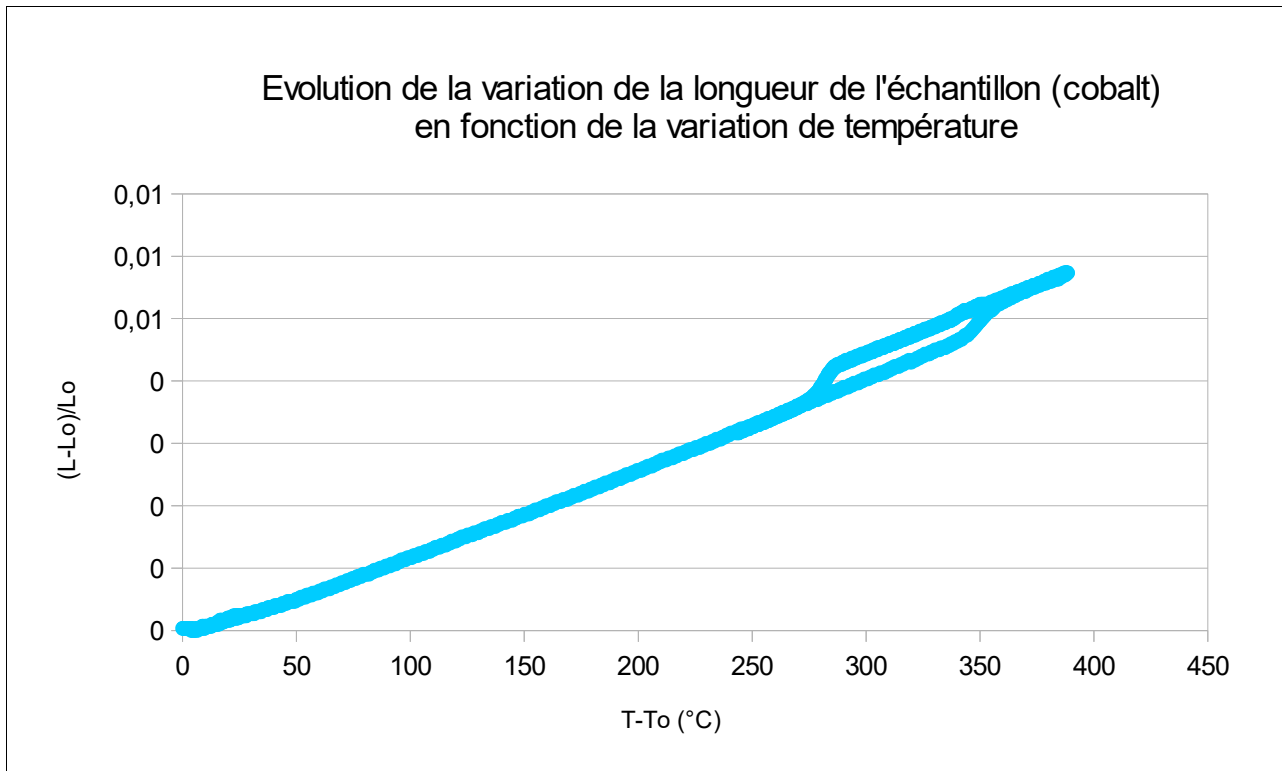


Figure 3