



TP n°7 : Dilatométrie

I- Introduction :

Les matériaux ont la particularité de se contracter ou de se dilater lorsqu'ils sont soumis à des variations de température. De plus ces variations peuvent causer un changement de phase de l'échantillon. La dilatométrie est donc une technique permettant d'enregistrer ces variations. Elle est ainsi très utilisée dans l'industrie car facile à mettre en œuvre.

Dans ce TP, nous utiliserons la dilatométrie afin de mesurer des coefficients de dilatation, de déterminer la température de transition vitreuse d'un échantillon d'époxy et de transition allotropique d'un échantillon de cobalt.

II- Méthode :

Le coefficient de dilatation linéaire définit la dérivée de l'allongement unitaire par rapport à la température à pression constante. Pour ce TP on supposera que le matériau est isotrope et donc que son coefficient de dilatation linéaire est le même dans toutes les directions. On a donc α le coefficient de dilatation linéaire :

$$\alpha = \frac{1}{L} \cdot \left(\frac{\partial L}{\partial T} \right)_F \quad (1)$$

Avec L la longueur de l'échantillon et T la température. Pour calculer ce coefficient, nous utiliserons la formule suivante, plus simple à utiliser.

$$\alpha_{T_0}^T = \frac{1}{T - T_0} \cdot \frac{L - L_0}{L_0} \quad (2)$$

Avec L_0 la longueur de l'échantillon à la température T_0 et L la longueur de l'échantillon à la température T.

Enfin, le support du dilatomètre est en silice. La silice a un coefficient de dilatation très faible mais qu'il faut quand même prendre en compte. On a ainsi :

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

III- Matériel :

- Dilatomètre de mesure
- Échantillon d'époxy préparé
- Échantillon de cobalt préparé
- Logiciel CaptureSignal

IV- Manipulation :

On commence par disposer l'échantillon dans dilatomètre. On referme l'enceinte du four. On place ensuite le poussoir à la valeur L0. On applique une précharge afin de s'assurer qu'il y a un contact entre le poussoir et l'échantillon. Puis on règle à nouveau le zéro afin de retomber sur une valeur correcte de L0. Enfin, on règle les segments de température, d'abord la chauffe, puis le refroidissement.

Pour l'époxy : (2 segments)

- segment 1 : 140°C en 25 minutes
- segment 2 : 0°C en 50 minutes

Pour le cobalt : (3 segments)

- segment 1 : 500°C en 50 minutes
- segment 2 : 20°C en 50 minutes
- segment 3 : 0°C en 200 minutes

Nous utiliserons le logiciel CaptureSignal pour relever les valeurs de T et de L.

V- Résultats et exploitation des résultats :

Epoxy :

En représentant directement la dilatation de l'échantillon d'époxy en fonction de la température, on obtient le graphique suivant :

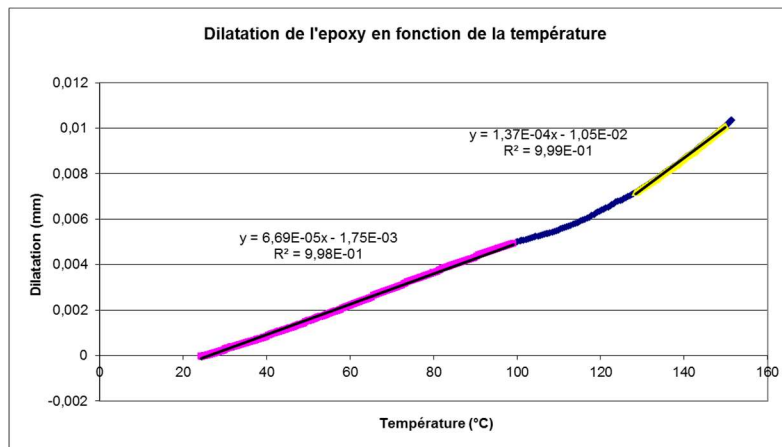


Figure 1

On observe qu'il y a deux portions de droites, chacune correspondant à une phase de l'époxy. La première correspond à la phase vitreuse et la seconde à la phase caoutchoutique. L'allongement est proportionnel à la température et la pente de ces droites correspond au coefficient de dilatation de chaque phase.

Ainsi, pour la phase vitreuse, on a $\alpha = 6,69 \cdot 10^{-5} / ^\circ\text{C}$. De même pour la phase caoutchoutique, on a $\alpha = 1,37 \cdot 10^{-4} / ^\circ\text{C}$

Enfin, l'intersection de ces deux droites a lieu à la température de transition vitreuse T_g . On a donc $T_g = 105^\circ\text{C}$.

Le coefficient de dilatation est constant dans chaque phase. En représentant le coefficient de dilatation réel (en prenant en compte celui du support en silice) en fonction de la température, on obtient la courbe suivante :

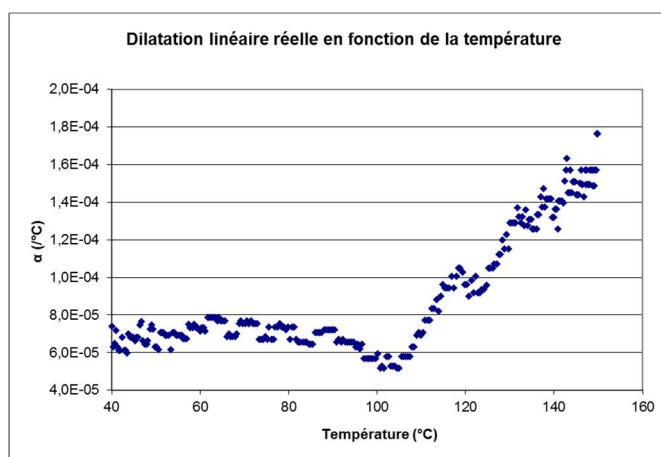


Figure 2

On observe un premier plateau de valeurs dans la phase vitreuse (jusqu'à la T_g). Le coefficient de dilatation est celui que l'on a trouvé avec la pente de la droite.

Le coefficient de dilatation augmente alors après la T_g pour reformer un second plateau (peu visible sur notre graphique). C'est la phase caoutchoutique.

Cobalt :

On trace également la dilatation de l'échantillon en fonction de la température.

On obtient le graphique suivant :

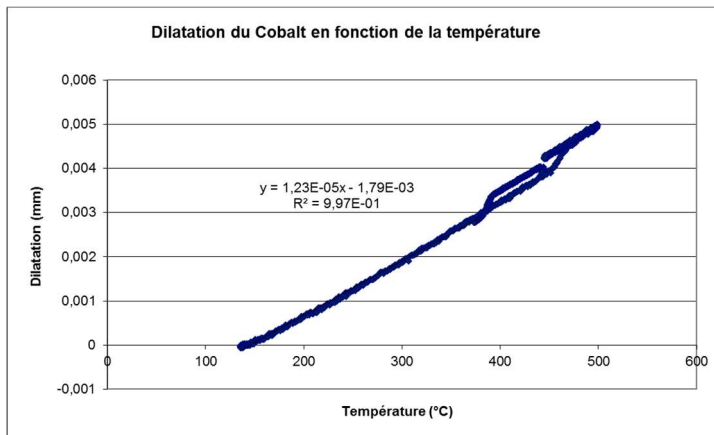


Figure 3

L'échantillon a dû bouger lors de la redescente en température ce qui explique la discontinuité de la dilatation. On observe une transition lors de la montée en température vers 450 °C. Il s'agit d'une transition allotropique. L'échantillon est passé d'un réseau hexagonal à un réseau cubique face centrée. Cependant, lors de la redescente en température, on observe que la transition allotropique n'a pas lieu à la même température puisqu'elle est vers 390°C.

Cela s'explique par le fait que l'énergie pour passer d'un réseau hexagonal à un cubique face centrée n'est pas la même que pour la transition inverse. Cependant, quelle que soit la structure du matériau, son coefficient de dilatation reste inchangé car les droites ont la même pente. On trouve $\alpha = 1,23 \cdot 10^{-5} / ^\circ\text{C}$.

Enfin, la différence de dilatation entre la montée en température et la descente nous permet d'estimer la différence de volume occupé entre le réseau hexagonal et le réseau cubique face centrée. On se place à 454°C : on a $\frac{\Delta L}{L} = 2,08 \cdot 10^{-5}$

$$\text{Donc } \frac{\Delta V}{V} = 3 \cdot \frac{\Delta L}{L} = 6,24 \cdot 10^{-5}$$

VI- Conclusion :

Pendant ce TP, nous avons déterminé le coefficient de dilatation de deux matériaux : l'époxy et le cobalt. Nous avons vu avec l'époxy que le coefficient de dilatation variait avec la phase du matériau (il est plus faible dans la phase vitreuse que dans la phase caoutchoutique). En revanche, nous avons vu avec le cobalt qu'il ne variait pas lors d'une transition allotropique.

Ces données sont très utiles pour l'utilisation de ces matériaux. Travailler avec du cobalt alors que l'on sera dans des températures élevées (plus de 450°C), c'est prendre le risque qu'il devienne cubique face centrée et donc qu'il change de propriétés mécaniques. Ainsi, la dilatation des matériaux est un élément à prendre en compte lors du choix de matériau que l'on va employer.