

TP 7. Dilatométrie

Jiaqi YAN



Adrien Topalian

Objectifs :

Soumis à des variations de température, les matériaux réagiront différemment. La dilatation correspond à la variation de son volume suite à un réchauffement définie par le coefficient de dilatation des matériaux .



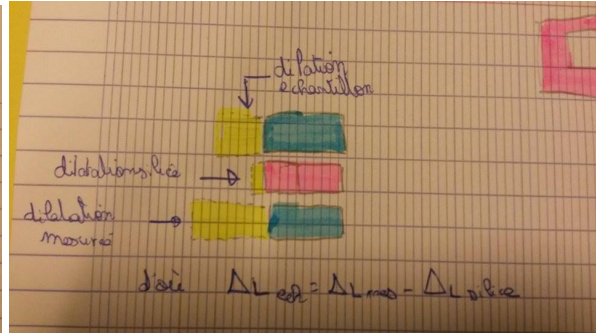
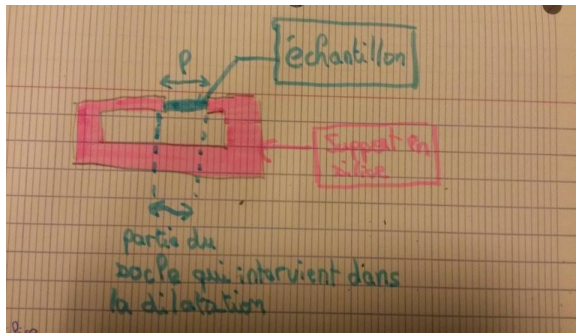
Nous allons ici étudier la dilatation de deux matériaux : la résine époxy et le cobalt. La résine époxy est un polymère thermodurcissable semi-cristallin très utilisé en matrice dans les matériaux composites. Le cobalt est un métal utilisé comme renfort mécanique dans les superalliages, c'est un élément de la IIIème colonne, de structure « hexagonal centré » à température ambiante. Nous allons utiliser une méthode de dilatométrie simple, il faudra donc garder à l'esprit que le poussoir (silice SiO_2) se dilate aussi.

Principe des expériences :

Nous allons placer les échantillon de longueur connue sur un support dont la température va augmenter. Pour l'époxy, nous réglerons le dilatomètre afin d'étudier le matériau à basse température (entre 20 et 150°C). Nous étudierons le cobalt à haute température (entre 150 et 500°C). Nous allons obtenir l'évolution de l'allongement en fonction de la variation de température grâce à un logiciel. Puis nous tracerons la courbe de l'allongement en fonction de la variation de la température. Ainsi nous allons aussi pouvoir déterminer la température de transition vitreuse de l'époxy et de transformation allotropique du cobalt. Ces transitions se caractérisent par des paliers sur les courbes.



Lors de la manipulation, le socle du dilatomètre est en silice pour deux raisons. Tout d'abord, son coefficient de dilatation thermique est très faible (environ $0.5 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). Son allongement sera donc très faible à haute température. Ensuite sa température de fusion est très élevée (1650°C), nous pouvons donc manipuler à haute température. Cependant, il est important de prendre en compte cet allongement (même s'il est faible) dans notre allongement final.



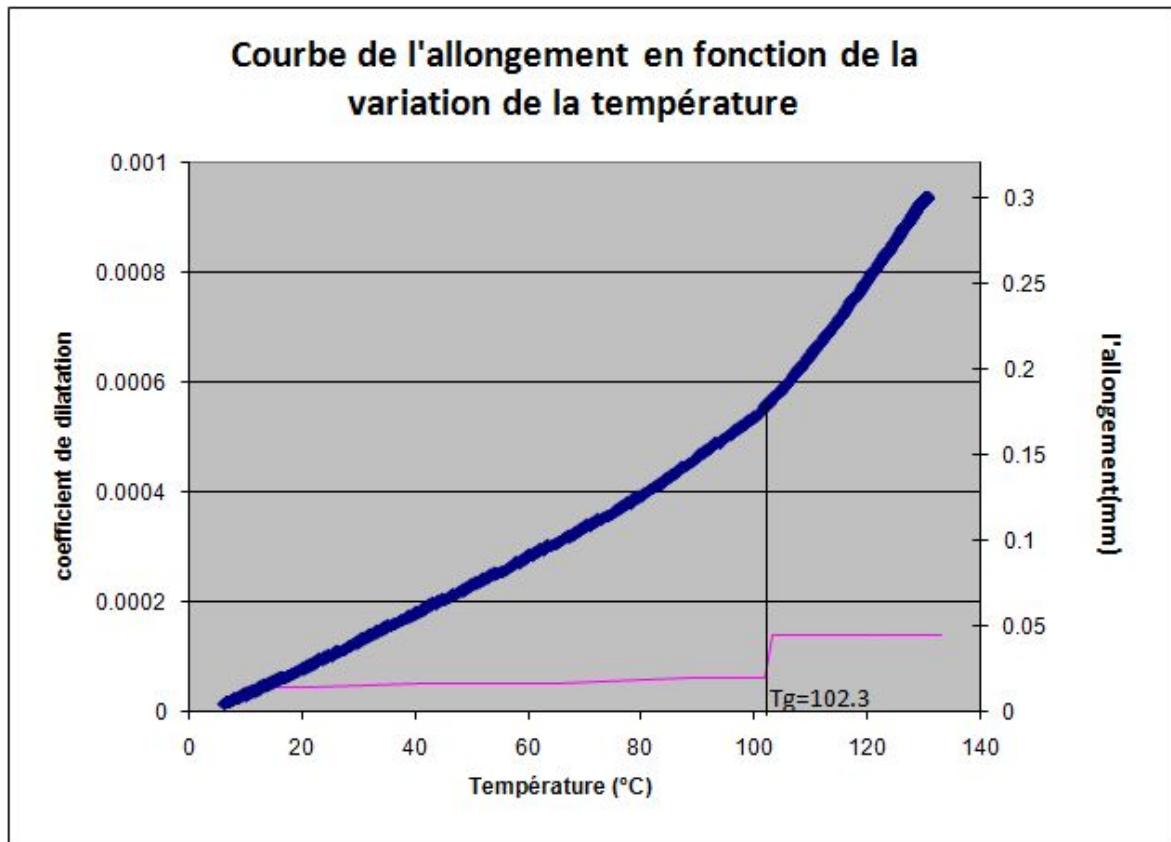
Connaissant l'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température à l'aide d'un macro sur Excel, nous pouvons retrouver pour chaque température la variation de la longueur du socle de silice. Ainsi, nous calculons l'allongement final en retirant l'allongement de la silice à celui du cobalt.

La deuxième étape de l'expérience consiste à vérifier que le coefficient de dilatation thermique ne dépend pas de la température. Pour cela, nous allons tracer la courbe de la pente à intervalles de temps réguliers en fonction de la variation de température. Si la courbe obtenue est une droite horizontale ayant un saut correspondant aux transitions, alors nous aurons démontré que le coefficient de dilatation thermique ne dépend pas de la température.

Exploitation des résultats :

Suite à cette expérience, nous obtenons l'évolution de l'allongement en fonction de la variation de température. Nous la corrigeons à l'aide de l'allongement du socle en silice et nous obtenons la courbe suivante pour l'époxy.

Durant cette expérience, l'époxy est passé de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.



Sur cette courbe, nous pouvons avoir accès à plusieurs données.

Tout d'abord, nous pouvons obtenir le coefficient de dilatation thermique à l'aide de la pente de la droite.

En effet comme $\alpha = \frac{1}{L} * \left(\frac{\partial L}{\partial T} \right)_F$, la pente a de cette courbe vaut $\alpha * L$ d'où : $\alpha = a/L$.

On trouve donc deux valeurs de coefficients de dilatation thermique en fonction de l'état de l'époxy (vitreux ou caoutchoutique).

Ainsi, lorsque l'époxy est à l'état vitreux, son coefficient de dilatation thermique est égale à $51 * 10^{-6} K^{-1}$. D'après les données du poly, la valeur théorique est comprise entre 40 et $60 * 10^{-6} K^{-1}$. Nous sommes donc dans la fourchette théorique.

Lorsque l'époxy est à l'état caoutchoutique, son coefficient de dilatation thermique est égale à $138 * 10^{-6} K^{-1}$ soit plus du double du coefficient à l'état vitreux.

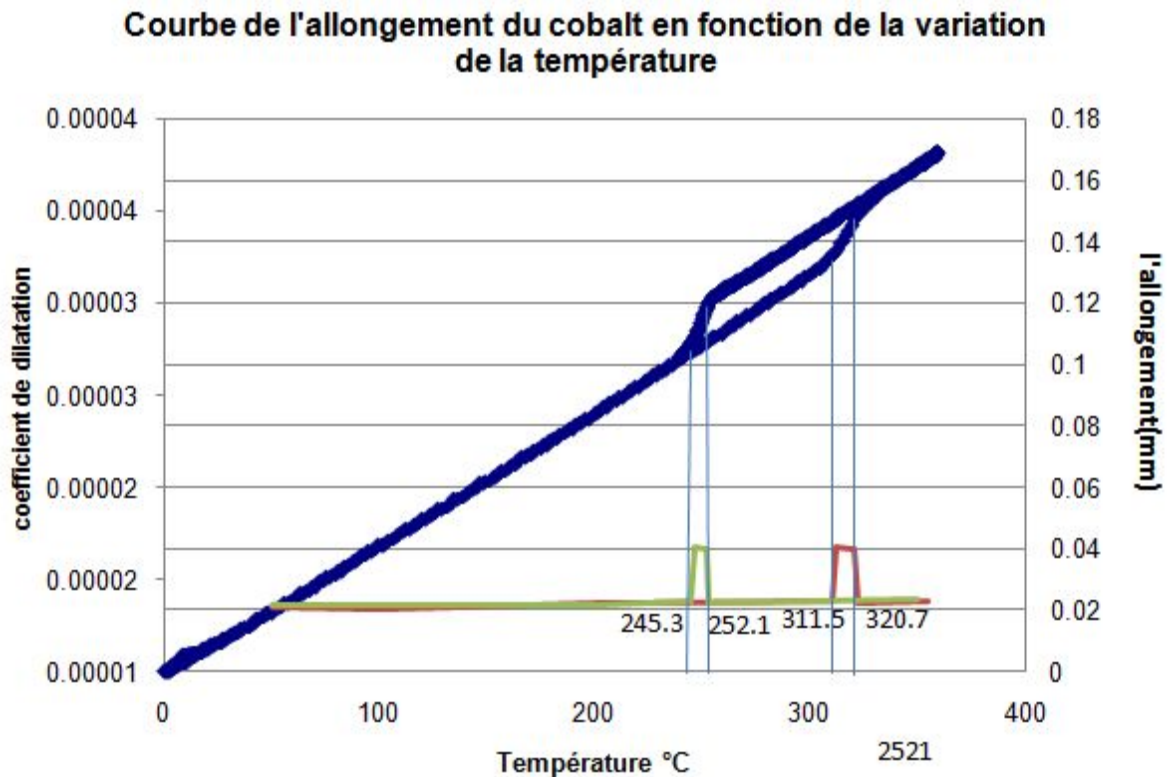
La deuxième donnée accessible grâce à la courbe est la température de transition vitreuse.

En effet, durant l'expérience l'époxy passe d'un état vitreux (cassant) à un état dit caoutchoutique (mou). On peut le déterminer graphiquement en observant le point où la courbe change de pente. Celle-ci est égale à $102.3^{\circ}C$. D'après le site:

http://www.resoltech.com/marches.php?id_mot=175, cette température est comprise entre $90-110^{\circ}C$ théoriquement. Nos résultats rentrent donc dans la fourchette théorique.

Nous cherchons maintenant à prouver que pour l'époxy, ce coefficient est indépendant de la température. Pour cela, nous avons calculé la pente de la courbe à intervalles de températures régulières (tous les $5^{\circ}C$) et nous avons tracé l'allure de la courbe (en rose) des

valeurs de la pente en fonction de la température. Nous observons que les courbes sont horizontales et ne dépendent donc pas de la température. Sur cette courbe, nous observons un palier qui nous permet de lire plus facilement la température de transition vitreuse.



Durant cette expérience, cobalt est passé de la structure hexagonale à cubique faces centrés. Comme pour l'époxy, nous pouvons lire la valeur du coefficient de dilatation thermique lors de chaque phase et la température de transition allotropique.

Lorsque l'échantillon est chauffé, le changement de structure commence à 311.5°C et se termine à 320.7°C. Lorsque l'échantillon est refroidi, le changement de structure commence à 252.1°C et se termine à 245.3°C. Ainsi il est intéressant de noter que la structure du cobalt à certaines températures comprises entre 252.1°C et 311.5°C pourra être aussi bien hexagonale ou cubique faces centrés (cela dépend de la montée ou descente de température).

Maintenant, nous allons calculer le coefficient de dilatation thermique du cobalt en fonction de sa structure. On remarque que les deux pentes sont identiques, ainsi le coefficient ne dépend pas de la structure du cobalt. Il est égal à $14 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Théoriquement, il est compris entre 5 et $15 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$. Notre résultat est donc cohérent.

Nous cherchons maintenant à prouver que pour le cobalt, ce coefficient est indépendant de la température. Nous procédons de même que pour l'époxy. Nous avons tracé la courbe rouge(lorsque la température augmente) et la courbe verte(lorsque la température baisse).

Nous observons que les courbes obtenues sont horizontales. Ainsi les coefficients de dilatation sont indépendants de la température dans chaque phase.

Enfin, nous pouvons avoir accès à une dernière information sur cette courbe. Nous pouvons calculer la différence d'allongement entre la courbe du cobalt en refroidissement (structure cFc) et en chauffage (structure hexagonale). Cette différence équivaut à la différence de volume entre les deux structures.

Incertitudes :

Nous avons eu assez peu de sources d'incertitudes dû à la manipulation. En effet, le coefficient de dilatation thermique vaut :

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

$$\text{soit: } \alpha = \frac{1}{L} * \frac{L_{n+1} - L_{n-1}}{T_{n+1} - T_{n-1}}$$

$$\text{d'où : } \frac{\Delta \alpha}{\alpha} = 2 * \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta L}{L} + 2 \frac{\Delta T}{T} = 3 * \frac{\Delta L}{L} \quad \text{avec : } \frac{\Delta T}{T} = 0$$

$$\Delta L = 2 * 10^{-3} \text{ cm}$$

Nous avons pensons qu'il y a un souci dans nos incertitudes car l'incertitude relative est de $1.87 * 10^{-3}$ ce qui est beaucoup trop faible.

Conclusion

Grâce au dilatomètre, nous avons pu estimer quatre coefficients de dilatation thermique pour deux matériaux dans des conditions différentes. Nous avons mis en évidence la température de transition vitreuse de l'époxy. Cette température va nous aider à mieux utiliser ce polymère car ces propriétés mécaniques peuvent varier en fonction de son état (vitreux ou caoutchoutique). Nous avons aussi trouvé la température de transformation allotropique du cobalt. De même les propriétés mécaniques peuvent différer en fonction de la structure cristalline d'un matériau, ainsi nous pouvons mieux l'appréhender.

Nous avons montré que pour des faibles variations de températures, le coefficient de dilatation thermique de l'époxy ne dépendait pas de la température.