



## TP 7 : Dilatométrie

→ Le but de ce TP est de déterminer le coefficient de dilatation de deux matériaux, du cobalt (un métal) et de l'époxy (un polymère). Ce coefficient de dilatation est essentiel dans de nombreux domaines tels que l'aéronautique et la construction. En effet, les matériaux peuvent être soumis à des contraintes thermiques pouvant conduire à des changements de structure.

Il est donc important de connaître leur comportement et leurs caractéristiques selon la température.

### → Démarche expérimentale et résultats :

Nous utilisons pour cela un dilatomètre. Le principe est de mesurer le déplacement de son poussoir fait en silice. En effet, ce matériau a une température de fusion élevée, il ne fondra donc pas aux températures demandées. De plus, son coefficient de dilatation est faible, nous verrons donc par la suite qu'il aura une influence négligeable sur nos mesures.

Grâce à une table numérique servant d'interface entre le dilatomètre et l'ordinateur, nous avons accès aux valeurs de température du four, de l'échantillon ainsi que du déplacement du poussoir.

En exportant les données sous excel, nous pouvons déterminer le coefficient de dilatation en traçant le déplacement en fonction de la température, selon la formule suivante :

$$\alpha_v = \frac{1}{V} \times \left( \frac{dV}{dT} \right)_F$$

Nous relevons le déplacement en longueur uniquement puisque nous considérons que nos matériaux sont isotropes. Le coefficient de dilatation sera donc le même dans toutes les directions. C'est pourquoi nous pouvons utiliser la formule ci-dessous :

$$\alpha = \frac{1}{L} \times \left( \frac{dL}{dT} \right)$$

avec L la longueur initiale de notre échantillon, dL la variation de longueur due à la dilatation et dT la variation de température.

#### 1. *Echantillon d'époxy:*

Nous avons chauffé l'échantillon d'époxy pendant une trentaine de minutes, jusqu'à 140°C.

Nous avons tracé le déplacement du poussoir en fonction de la température de l'échantillon et obtenu la courbe suivante :

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

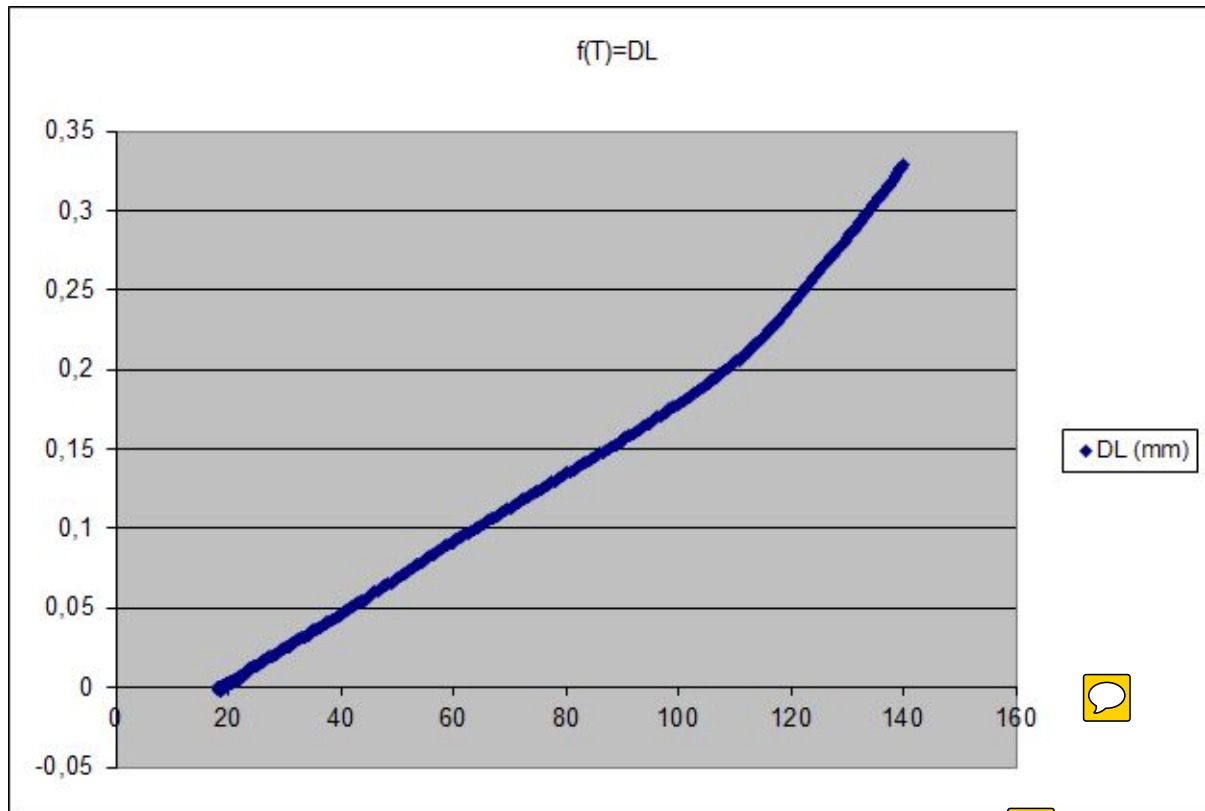


Figure 1 : courbe permettant de calculer le coefficient de dilatation

Sur cette courbe, nous pouvons observer une rupture de pente. Cette dernière indique un changement d'état. L'échantillon passe de l'état vitreux à caoutchoutique. La température correspondant à cette rupture est appelée température de transition vitreuse. Dans notre cas  $T_g = 109.3 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$

Puis nous avons calculé le coefficient de dilation pour chacun de ces états, à l'aide de la formule :  $\alpha = \frac{1}{L} \times \frac{DL}{\Delta T}$  avec  $\alpha$  le coefficient directeur et  $L$  la longueur initiale de notre échantillon

Afin de vérifier que le coefficient de dilatation ne dépend de la température, nous avons re-calculé le coefficient directeur toutes les 8 valeurs. Puis nous avons tracé la courbe des pentes en fonction de la température.

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

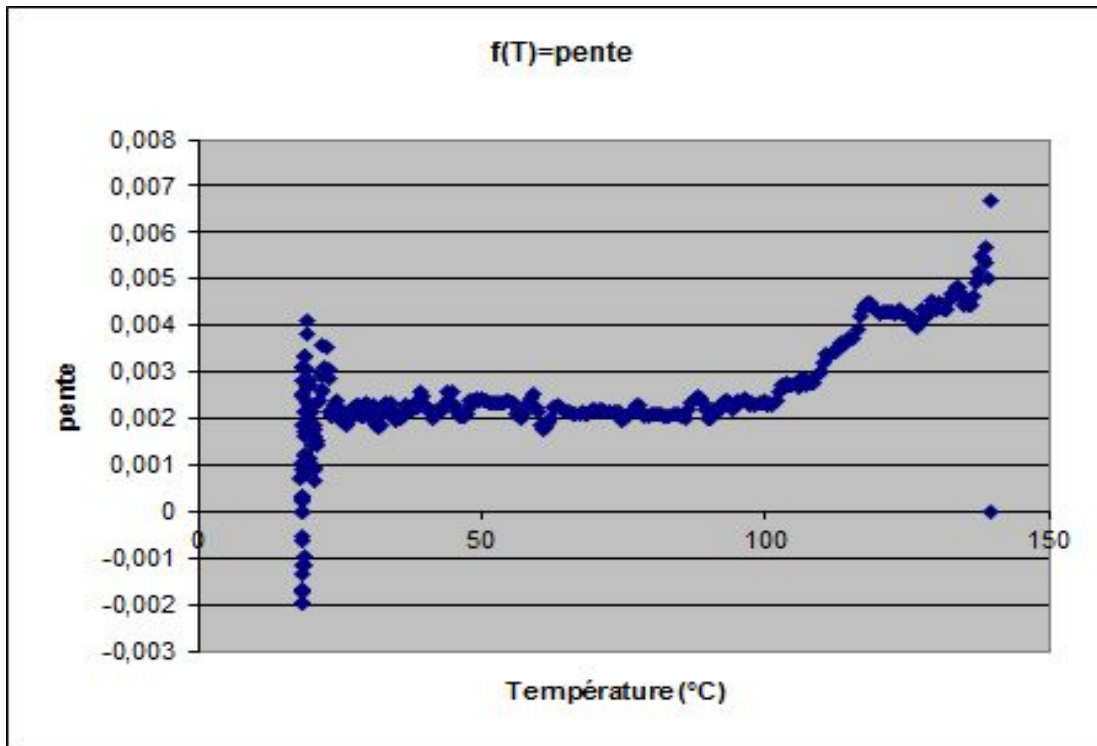


Figure 2 : courbe permettant de vérifier l'indépendance du coefficient de dilatation et de la température

Nous observons bien des plateaux, si nous ne tenons pas compte du régime transitoire au début et du changement d'état. On peut donc en déduire que  $\alpha$  ne dépend pas de la température.

Le porte-échantillon se dilate en même temps que notre échantillon. La valeur obtenue avec le logiciel n'est donc pas exacte puisqu'il manque le déplacement dû à la silice. Finalement :

$$\alpha_{exp} = \alpha_{mes} + \alpha_{silice}$$

Nous allons vérifier que le coefficient de dilatation de la silice est négligeable devant celui de l'époxy. Grâce à une macro fournie sous VBA, nous avons pu obtenir le coefficient de dilatation de la silice pour chaque température.

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

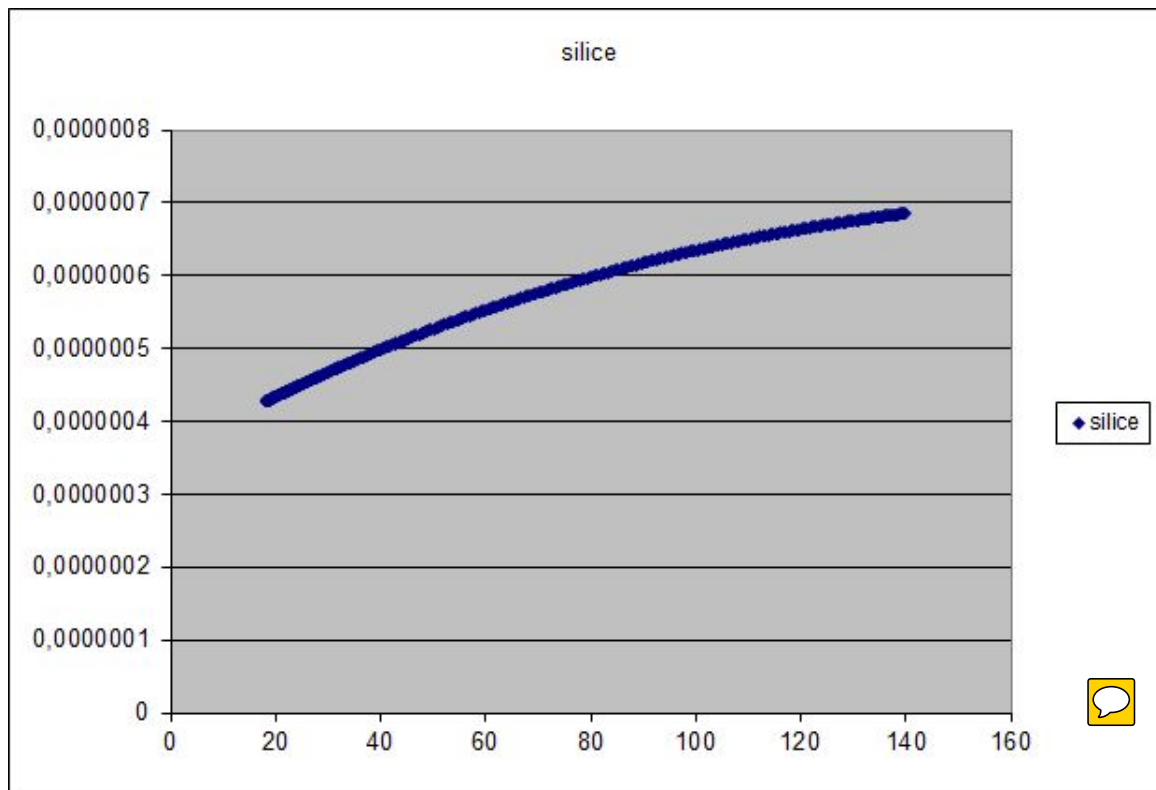


Figure 3 : courbe des coefficients de dilatation de la silice en fonction de la température

Nous pouvons donc remarquer que dans notre cas  $\alpha_{mes} \gg \alpha_{silice}$  et peut donc être négligé. Toutefois nous n'aurions pas pu procéder ainsi si le coefficient de dilatation mesuré avait été proche de celui de la silice.

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

## 2. Échantillon de cobalt :

Nous avons procédé de la même manière pour le cobalt. Cependant, nous avons chauffé l'échantillon jusqu'à 500°C en 50 min, puis laissé refroidir jusqu'à 20°C.

Nous avons obtenu la courbe suivante :

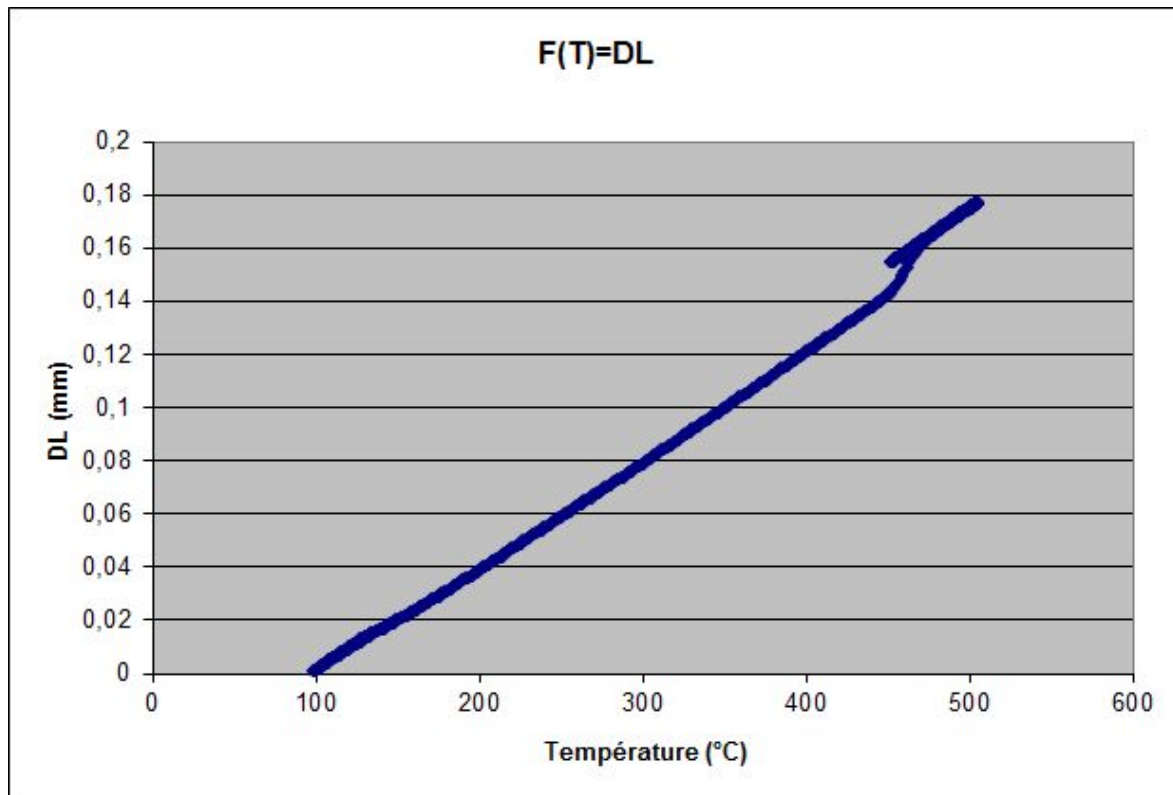


Figure 4 : courbe permettant de calculer les coefficients de dilatation

Nous pouvons ainsi remarquer un changement allotropiques lors de l'augmentation en température : la structure passe de mailles hexagonales à des mailles cubiques faces centrées. Nous pouvons relever la température allotropique à 455°C environ.

Toutefois, le logiciel ayant eu un problème, les valeurs ont cessé d'être transmises à l'ordinateur pendant le refroidissement. Nous n'avons donc pas pu observer le changement allotropique inverse (passage de mailles cubiques faces centrées à hexagonales).

Comme précédemment, nous avons pu constater que le coefficient de dilatation ne dépendait pas de la température.

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

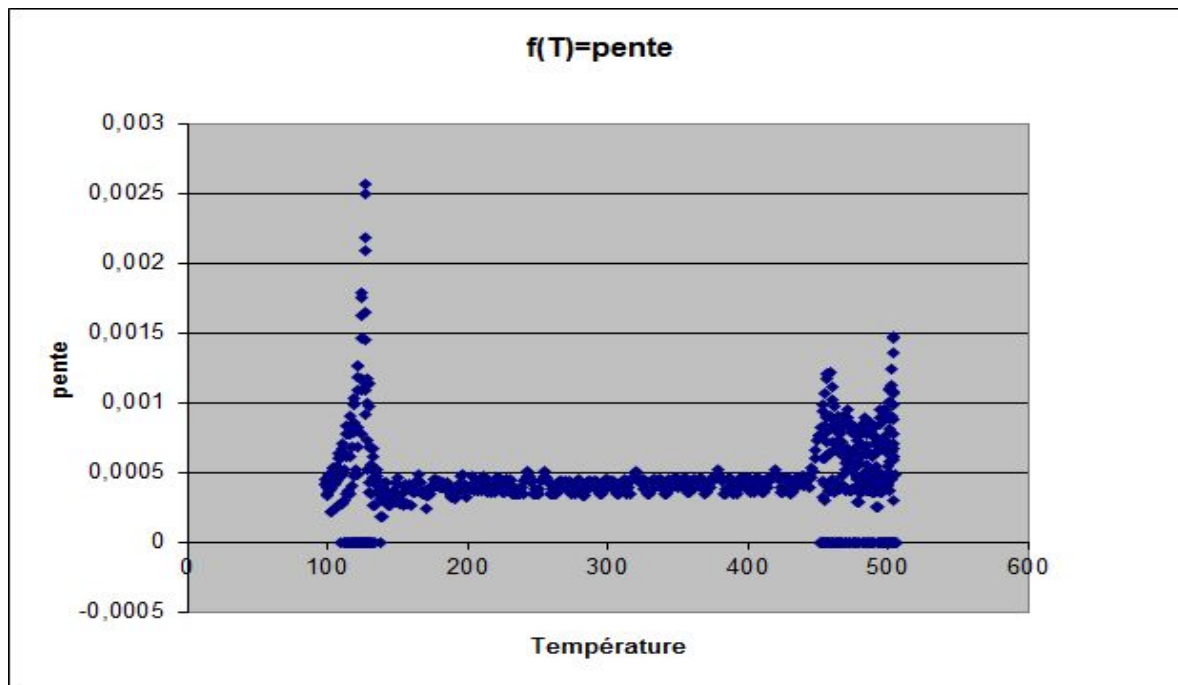


Figure 5 : courbe permettant de vérifier l'indépendance du coefficient de dilatation et de la température

De même le coefficient de dilatation de la silice peut-être pris en compte mais demeure très inférieur à celui du cobalt et peut donc être négligé.

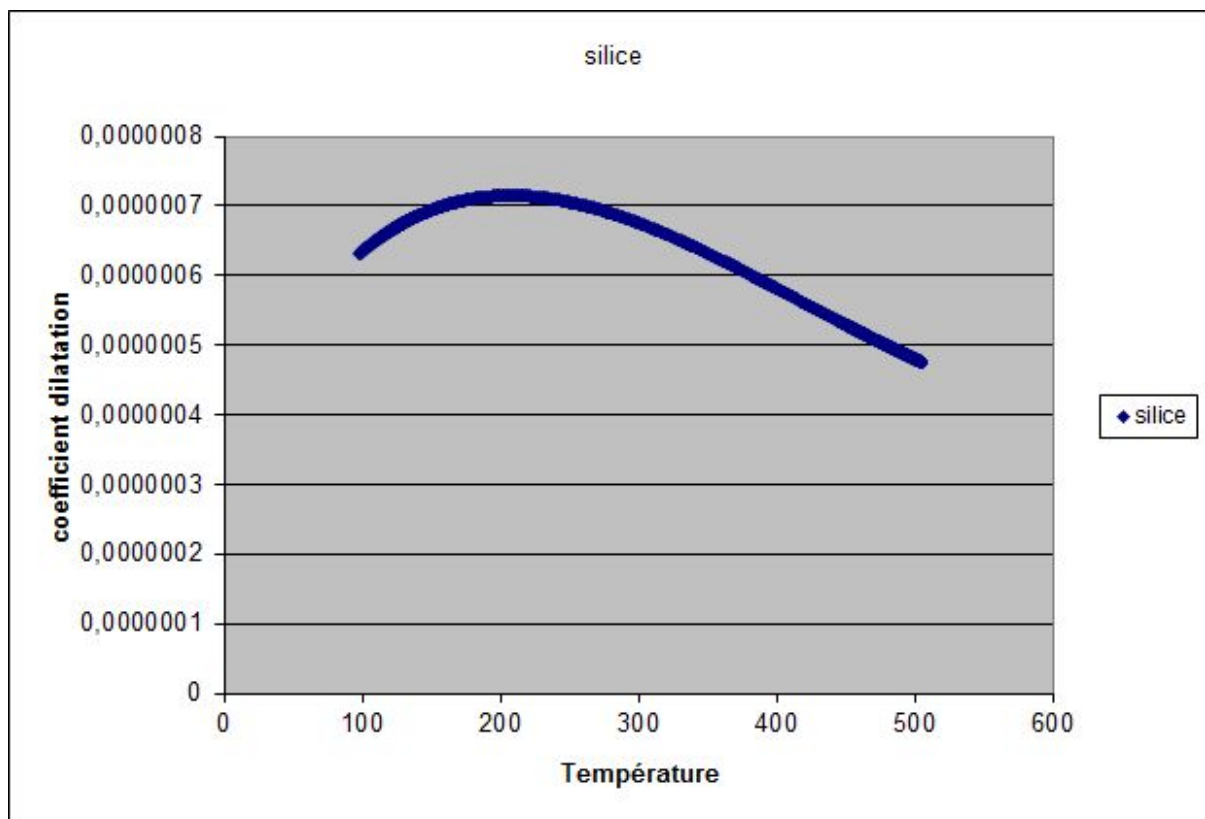


Figure 6 : courbe des coefficients de dilatation de la silice en fonction de la température

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

Nous savons que le cobalt passe de la structure hexagonale à cubique face centré. Or, sur la courbe, nous pouvons observer une différence de longueur entre les deux structures.

$$\text{Or : } V = L^3 \Rightarrow \frac{\Delta V}{V_0} = \frac{3\Delta L}{L_0} \Rightarrow \Delta V = \frac{3V_0 \times \Delta L}{L_0}$$

Donc, nous allons pouvoir calculer la différence de volume entre une maille hexagonale et une maille cubique face centrée.

$$\Delta L = 0,008\text{mm} \Rightarrow \Delta V = 2,227 \times 10^{-10} \text{ m}^3$$

### → Résultats

Nous avons regroupé tous nos résultats dans le tableau ci-contre

	Longueur initiale de l'échantillon (cm)	$\alpha$ pente 1 ( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	$\alpha$ pente 2 ( $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )
Epoxy	$3,226 \pm 0,002$	$70,6 \pm 0,6$	$141,5 \pm 1,2$
Cobalt	$3,046 \pm 0,002$	$12,1 \pm 0,1$	$12,9 \pm 0,1$



Figure 7 : Tableau de résultats

→ Ce TP nous a donc permis de découvrir et d'utiliser un nouvel appareil de mesure, le dilatomètre. Ce dernier permet de déterminer assez précisément le coefficient de dilatation de matériaux tout en ne détériorant pas les échantillons utilisés. Il permet également d'avoir une assez bonne estimation des températures de transition. Il y a toutefois quelques petits inconvénients à cette méthode. En effet elle permet de mesurer le coefficient linéaire de dilatation uniquement et non le volumique. De plus, si nos matériaux avaient eu des coefficient de dilatation proche de la silice, la dilatation du porte-échantillon serait non négligeable et aurait apporté une grande incertitude à nos mesures.

Delbreilh Maylis  
Delos Audrey

## ANNEXE

### INCERTITUDES

→ Calcul d'incertitude sur le coefficient de dilatation par la méthode logarithmique :

$$\alpha = \frac{1}{L} \times \left( \frac{\Delta L}{\Delta T} \right) + \alpha_{si}$$

$$\Rightarrow \frac{\Delta \alpha}{\alpha} = \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta \Delta L}{\Delta L} + \frac{\Delta \Delta T}{\Delta T} + \frac{\Delta \alpha_{si}}{\alpha_{si}}$$

avec

$$\Delta L = 0,002$$

$$\Delta \Delta L = 10^{-3}$$

$$\Delta \Delta T = 0,1$$