



## TP 7 : Dilatométrie

### Introduction

On va chercher au cours de ce TP à étudier la dilatation de deux matériaux : celle d'un epoxy et celle du cobalt. A l'aide d'un dilatomètre on pourra déterminer le coefficient de dilatation de ces matériaux, ainsi que leurs éventuelles températures de changement de phase. On pourra aussi déterminer comment varie ce coefficient en fonction de la température.

### Manipulation

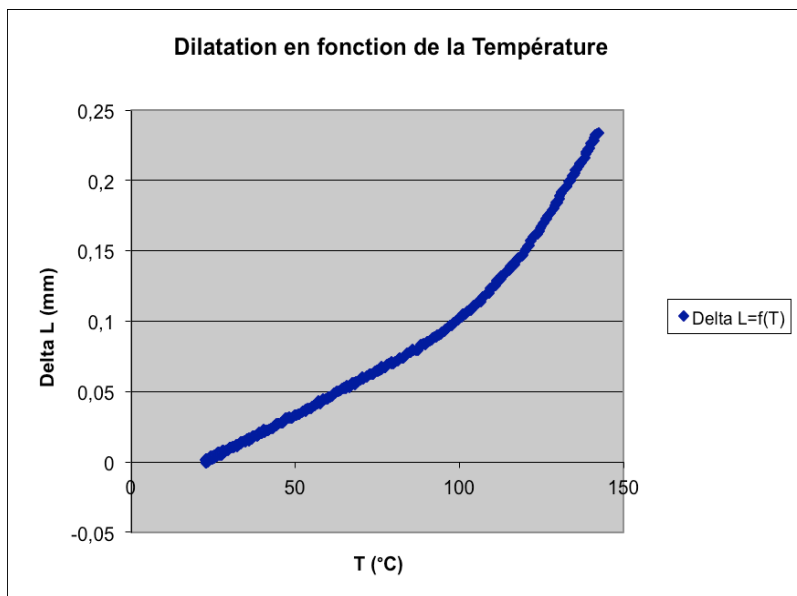
On va utiliser un dilatomètre qui va chauffer notre échantillon et qui va mesurer le déplacement d'un poussoir préalablement installé au contact de l'échantillon. Pour se faire on dépose le matériau sur le porte-échantillon en approchant au maximum le poussoir sans le toucher. Ensuite on règle le zéro. Pour être sûr d'être au contact de l'échantillon on met ensuite une précharge ( $\sim 300\mu\text{m}$ ) puis on revient au zéro. Puis, on règle les paramètres du four (température, durée de chauffage) et on lance l'expérience. On effectuera le suivi par ordinateur avec un relevé toutes les 5 sec de la température de l'échantillon et du déplacement du poussoir.

On a au préalable mesuré la longueur de chacun des échantillons  $L_0$  à l'aide d'un pied à coulisse (longueur de l'échantillon à la température  $T_0 = \sim 22^\circ\text{C}$ ).

$L_0$  (epoxy) = 32,08 mm

$L_0$  (cobalt) = 30,46 mm

### 1<sup>ère</sup> manipulation: Epoxy ( $\sim 20^\circ\text{C} - 140^\circ\text{C}$ ) :



D'après le tableau fourni dans le TP, on devrait retrouver un coefficient de dilatation pour l'epoxy entre 40 et 60 ( $10^6 \text{ K}^{-1}$ ).

On trouve expérimentalement une courbe en deux parties : il y a une cassure au niveau de  $\sim 120^\circ\text{C}$  et on se retrouve avec deux morceaux linéaires que l'on va étudier séparément pour en déduire le coefficient de dilatation dans ces deux parties.

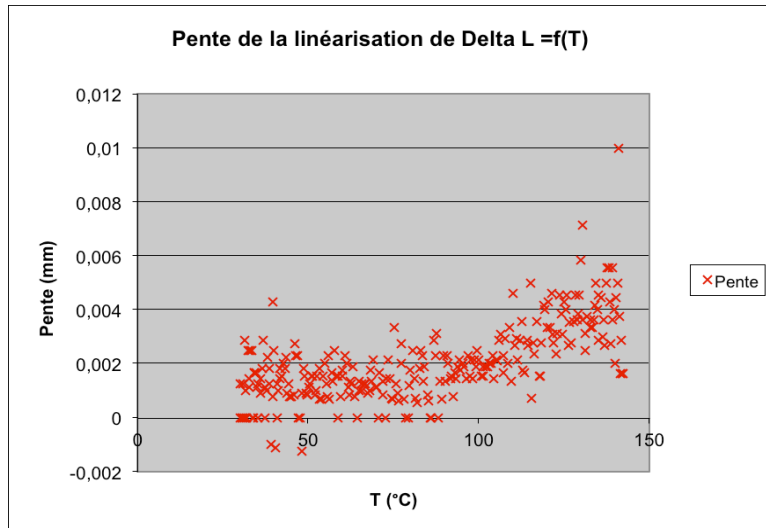
La cassure est due à un changement d'état de la matière. L'époxy étant un polymère, on observe un passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.

Comme le coefficient de dilatation est défini comme la dérivée de l'allongement par rapport à la température on pouvait pressentir que l'epoxy possède un changement de phase aux alentours de cette cassure.

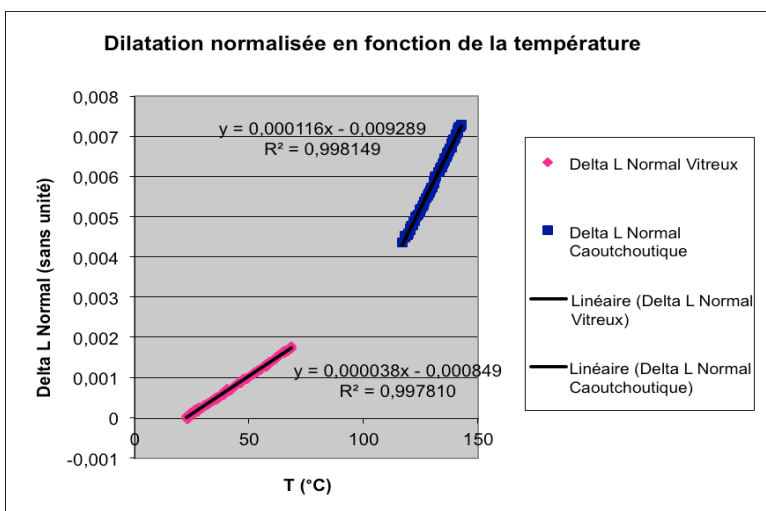
Pour la première partie linéarisée, on trouve un coefficient  $\alpha$  de  $40 \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$ .



Pour la deuxième partie, on trouve un coefficient  $\alpha$  de  $100 \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$ . On retrouve des valeurs cohérentes avec celle du poly. Cette grande différence peut s'expliquer du fait que les chaînes macromoléculaires composant le polymère acquièrent de la mobilité (rupture des liaisons, notamment hydrogène pour l'epoxy, entre les macromolécules) avec l'augmentation de température. Ce qui explique que l'état caoutchoutique soit caractérisé par un coefficient de dilatation plus important.



Pour confirmer que le coefficient de dilatation est indépendant de la température lorsque l'epoxy est dans un état particulier, on trace la distribution des valeurs de la pente de la tangente à la courbe précédente. On y retrouve deux plateaux : un pour l'epoxy vitreux et un pour l'epoxy caoutchoutique. On voit bien que le coefficient de dilatation est indépendant de la température sur les différentes phases. On rappellera que le coefficient de dilatation étant défini comme la dérivée de l'allongement par rapport à la température il y a une relation à une constante près entre la valeur de la pente et le coefficient de dilatation.



On peut aussi calculer la température de changement d'état (ici la température de transition vitreuse) qui correspond à l'intersection de nos deux segments de droites.

Equation de la 1<sup>ère</sup> portion :

$$y = 0,000116x - 0,009289 \quad (1)$$

Equation de la 2<sup>ème</sup> portion :

$$y = 0,000038x - 0,000849 \quad (2)$$

$$(1) = (2) \rightarrow$$

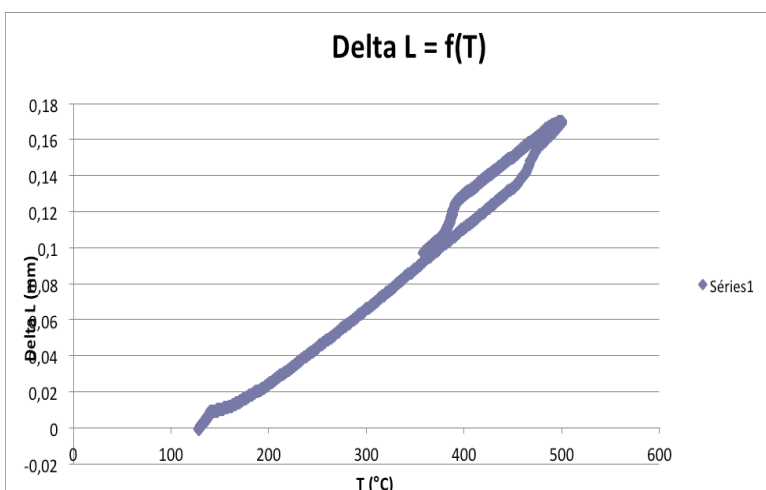
$$0,000116x - 0,009289 = 0,000038x - 0,000849$$

$$x = 118,6^\circ\text{C}$$

Cette courbe aura été préalablement normalisée par la longueur à température ambiante de l'échantillon (on peut le faire car la longueur de l'échantillon est grande devant les variations de cette longueur étudiée). Ainsi la valeur de la pente des parties linéaires est égale au coefficient de dilatation.

## 2<sup>ème</sup> manipulation : dilatation du cobalt (~20°C – 500°C)

Pour cette deuxième expérience, on va chauffer l'échantillon entre 150°C et 500°C puis on va le laisser refroidir. La courbe obtenue est la suivante :

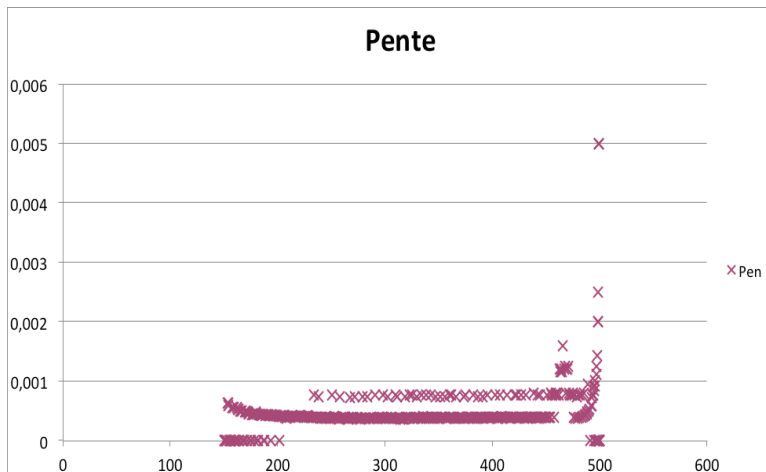


On remarque que la tendance de la courbe en montée en température est différente de la tendance en descende. C'est ce qui permet de remarquer le changement de phase du cobalt qui passe d'une structure hexagonale compacte à une structure cubique faces centrées.

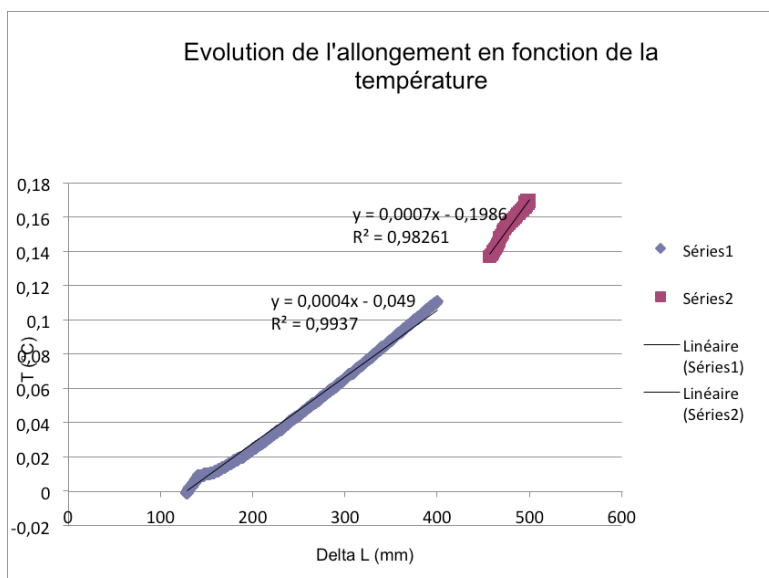
Ce changement de phase allotropique se situe aux alentours de 480° C (en montée). Mais une fois ce changement effectué la

pente semble rester la même. On aurait donc une conservation du coefficient de dilatation quelque soit l'arrangement cristallin. De plus, on remarque qu'au cours du refroidissement la transformation inverse ne se produit pas à la même température. Ainsi, en fonction du chemin parcouru on peut obtenir du cobalt dans deux phases cristallines différentes pour une même température.

On peut calculer l'écart de volume de l'échantillon entre ces deux phases pour une même température, si on considère que notre échantillon est isotrope (même coefficient de dilatation dans toutes les directions) et avec toutes les dimensions précises de l'échantillon.



Contrairement à l'époxy on a mal à voir des plateaux sur cette figure, dans le tableau de valeurs on obtient souvent 0 avec un pas de 5 lors du calcul (pente très faible). On ne peut pas en conclure grand chose sur la dépendance ou non du coefficient de dilatation avec la température.



Température de transformation allotropique :

Equation de la 1<sup>ère</sup> portion :

$$y = 0,0004x - 0,049 \quad (1)$$

Equation de la 2<sup>ème</sup> portion :

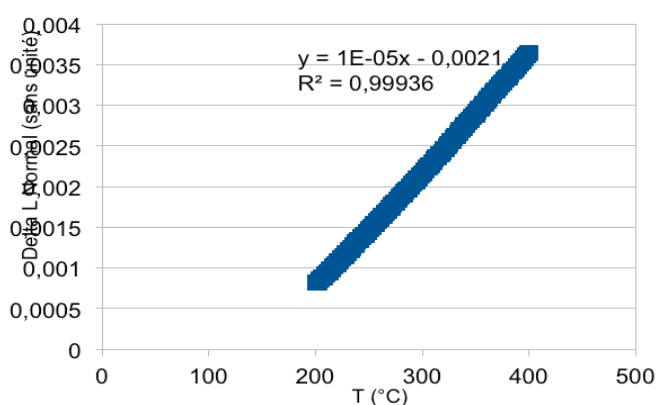
$$y = 0,0007x - 0,1986 \quad (2)$$

$$(1) = (2) \text{ à}$$

$$0,0004x - 0,049 = 0,0007x - 0,1986$$

$$x = 499 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Evolution de l'allongement entre 200 et 400°C (valeur normalisée)



En normalisant la courbe précédente obtenue on trouve un coefficient de dilatation de 14,3.



Sources d'incertitudes :

- précision de la machine :  $(\pm 0,001 \text{ mm}) (\pm 0,1^\circ\text{C})$
- précision du pied à coulisse  $(\pm 0,02\text{mm})$
- incertitudes graphiques (points aberrants influents sur la courbe de tendance, échelle...) faible si  $R \leq 1$  comme dans notre cas.

Formule du coefficient de dilatation (incertitudes relatives) :

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta(L - L_0)}{(L - L_0)} + \frac{\Delta L_0}{L_0} + \frac{\Delta(T - T_0)}{(T - T_0)}$$

$\Delta(L - L_0) \rightarrow$  Précision de l'appareil  $\pm 0,001 \text{ mm}$

$\rightarrow$  Précision du pied à coulisse  $\pm 0,02 \text{ mm}$

$$\Delta(L - L_0) = 2 \times 0,01 = 0,02 \text{ mm}$$

Le 0,01 mm correspond à la demi graduation du pied à coulisse ( $\Delta_{\text{machine}}$  est négligeable devant)

$\Delta L_0 \rightarrow$  Précision du pied à coulisse  $\pm 0,02 \text{ mm}$

$$\Delta L_0 = 0,01 \text{ mm}$$

$\Delta(T - T_0) \rightarrow$  Précision de l'appareil  $\pm 0,1^\circ\text{C}$

$$\Delta(T - T_0) = 2 \times 0,1 = 0,2^\circ\text{C}$$

On peut majorer nos incertitudes :

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{0,02}{0,17} + \frac{0,01}{30,46} + \frac{0,2}{499} = 0,118 \text{ soit } 11,8 \%$$

Ici, on a pris un point en particulier.

La contribution la plus importante en ce qui concerne l'incertitude est notre mesure des échantillons avec le pied à coulisse. Pour améliorer le protocole on pourrait changer de méthode de mesure de  $\Delta L_0$ .

Dilatation de la silice :

Dans notre protocole nous avons ignoré la dilatation de la silice. En effet dans notre cas elle est négligeable car on étudie des matériaux à fort coefficient de dilatation mais si on avait étudié une céramique cela aurait été primordial.

En effet, le poussoir et le support étant en silice, sous l'effet de la chaleur la silice va se dilater en même temps que le matériau étudié mais pas dans les mêmes « proportions ». La silice ayant un coefficient de dilatation faible, elle va moins se dilater. Cependant, pour des matériaux à faibles coefficients de dilatation cela peut avoir un impact sur la mesure expérimentale.

$$\Delta_{\text{échantillon}} = \Delta_{\text{mes}} + \Delta_{\text{silice}}$$

Conclusion

Nous avons donc au cours de ce TP mesuré des coefficients de dilatation et vérifié si ces coefficients dépendaient de la température ou non. Nous avons également pu observer les changements d'état de deux matériaux au cours d'une montée en température.