



TP 7 : DILATOMETRIE

ALCINA Audric, BAGNOL Romain, BORTOLI Guillaume (Absent)

Objectifs du TP:

L'objectif du TP est de se familiariser avec la notion de variation de volume des matériaux lors d'un changement de température. Des variations régulières peuvent se superposer à d'autres variations plus brutales dues à des phénomènes de changement de phase. Pour cela nous utilisons la dilatométrie pour mesurer des coefficients de dilatations et étudier les changements de phase de certains matériaux.

Méthode expérimentale:

Nous avons procédé à des test de dilatométrie simple en utilisant une machine appropriée reliée à un logiciel recueillant les données de l'expérience. Pour cela, on disposait d'abord un échantillon dans un support, puis l'on amenait un poussoir relié à un ressort au contact de l'échantillon. L'ensemble décrit était situé dans un four dont la température pouvait augmenter progressivement, les variations de longueur de l'échantillon étaient alors enregistrées grâce à la mesure du déplacement du poussoir. Les gammes de montée et de descente en température étaient paramétrées précisément (température initiale, finale, temps pour atteindre la température finale) et la longueur initiale L_0 de l'échantillon était mesurée avec un pied à coulisse.

L'objectif était de tracer la variation de longueur relative en fonction de la température et de calculer des coefficients de dilatation linéaires α .

$$\Delta L = \alpha L_0 \Delta T$$

Exploitation des résultats:

Les données recueillies sont disponibles sur les documents Excel correspondants.

Nous avons d'abord étudié un échantillon d'époxy entre 20°C et 150°C avec une durée de montée en température de 25 minutes.

Nous avons pu tracer la courbe de la variation de longueur relative en fonction de la température (figure 1).

On observe que l'augmentation de la variation relative n'est pas totalement linéaire, la pente devient de plus en plus élevée lorsque la température car la valeur de $\alpha(T)$ change. Ceci est dû au passage de la température de transition vitreuse de l'époxy aux alentours de 100°C. En effet, l'agitation thermique devient suffisamment forte pour vaincre certaines interactions moléculaires et entraîner le déplacement de parties de chaînes, d'où une dilatation du matériau plus importante. On calcule alors grâce à Excel un α vitreux (avant le passage de la T_g entre 60 et 100°C) et un α caoutchoutique (après le passage de la T_g entre 150 et 165°C).

$\alpha_{\text{vitreux}} = 73.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

$\alpha_{\text{caoutchoutique}} = 181 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

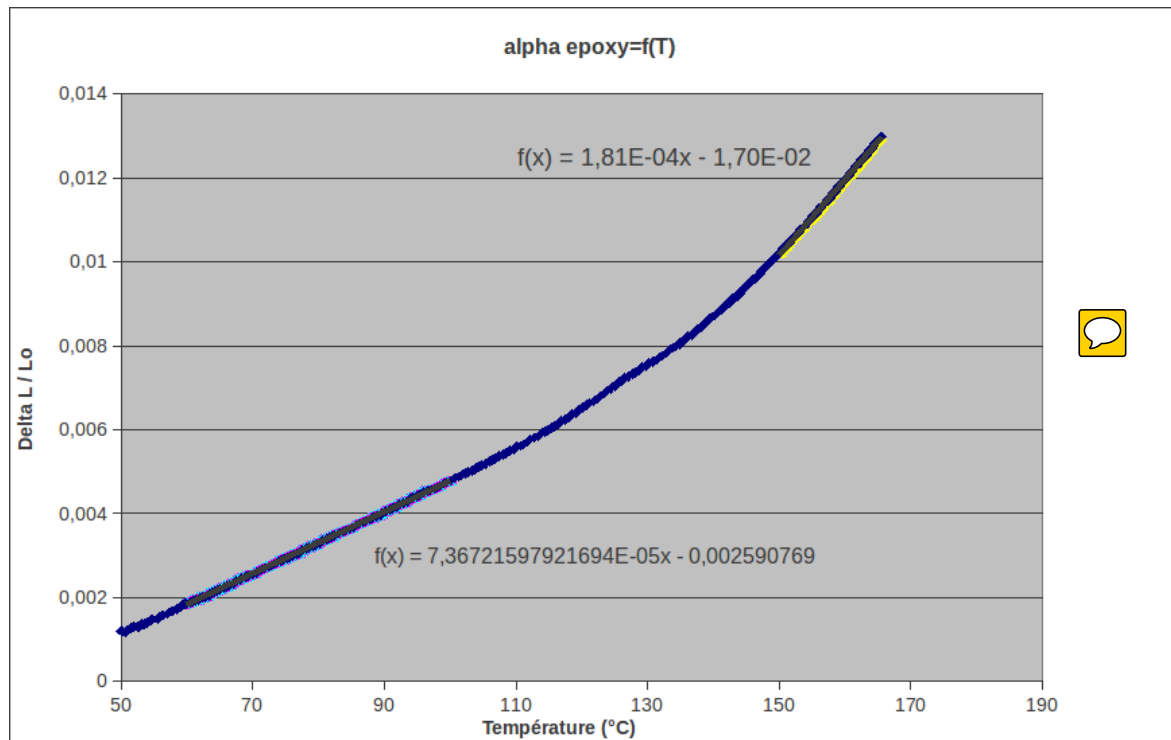


Figure 1

Pour mettre en évidence la variation du coefficient alpha en fonction de la température, on trace le graphe de la dérivée du déplacement relatif en fonction de la température (alpha). Pour cela, on soustrait à chaque fois deux valeurs de déplacement relatif que l'on divise par la différence des températures leur correspondant.

On a effectué le graphe avec un pas de 1 (figure 2) puis avec un pas de 5 (figure 3).

On observe que l'utilisation d'un pas de 1 entraîne de trop grosses variations de alpha qui s'expliquent par la trop grande précision du calcul (on a parfois le même déplacement entre deux itérations du fait de la limite de précision des capteurs ce qui donne un alpha nul, ce qui n'est jamais vrai).

Cependant l'utilisation d'un pas de 5 devient exploitable. On observe un premier plateau entre 50 et 110°C, puis une augmentation entre 110 et 140°C du au passage de la transition vitreuse que l'on évalue à 110°C et enfin **un second plateau se dessine** à partir de 150°C ce qui est cohérent avec les résultats attendus.

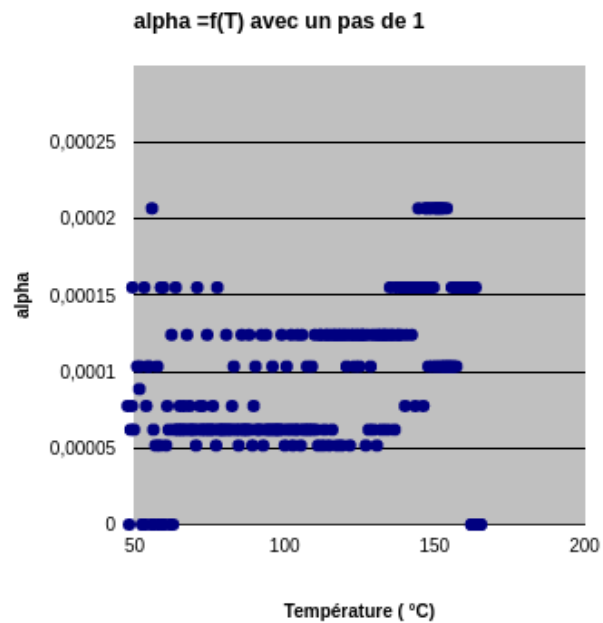


Figure 2

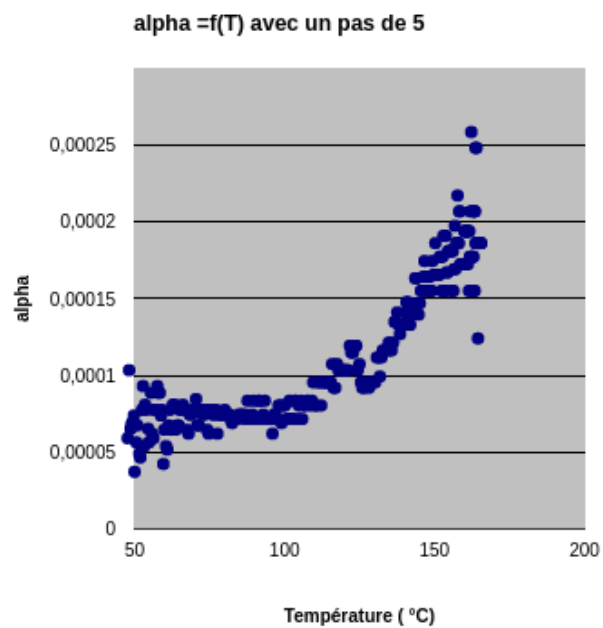


Figure 3

Ensuite nous avons étudié un échantillon de cobalt (métal) entre 150°C et 500°C. On l'a tout d'abord fait chauffer de 150 à 500°C en 50 min puis refroidit plus lentement à une température de 370°C en 50 min. Nous avons pu tracer la courbe de la variation de longueur relative en fonction de la température (figure 3).

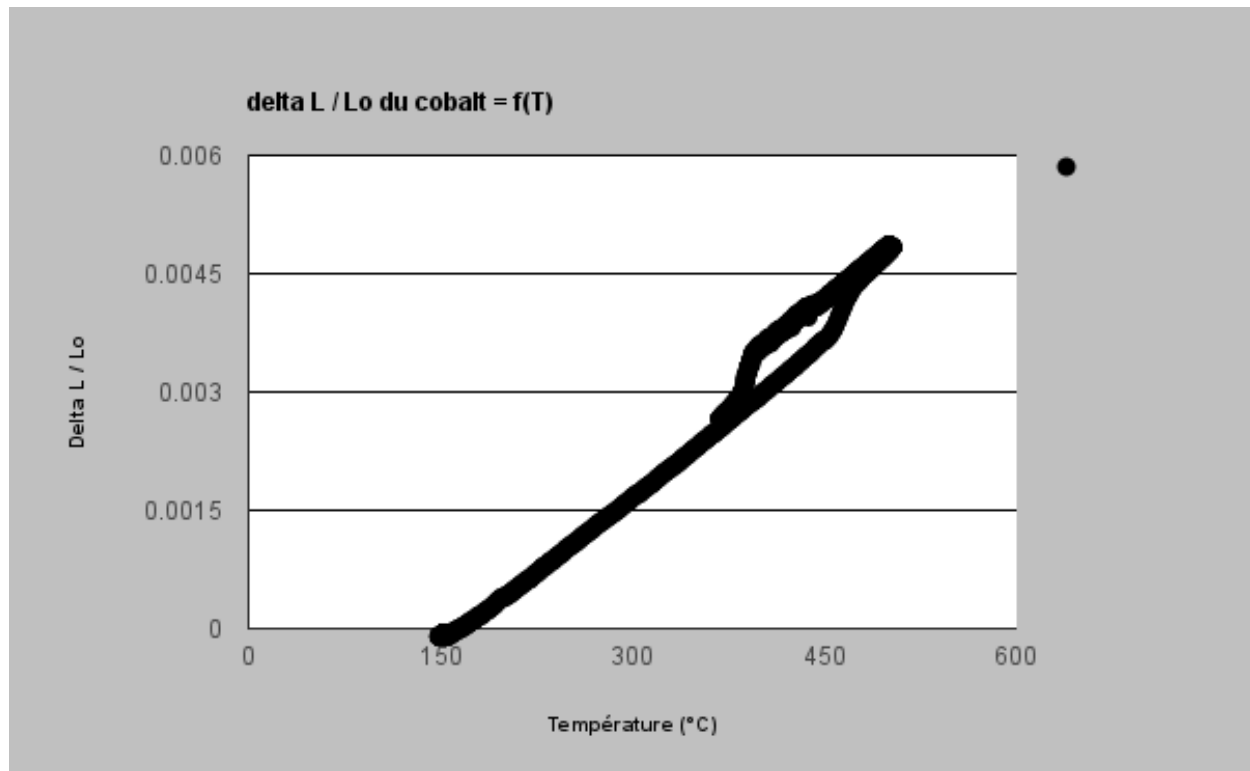


Figure 4

On peut observer sur cette courbe plusieurs phénomènes physiques :

La courbe pouvant être découpée en 3 zones de températures, (150°C - 450 °C / 400°C - 450 °C / 450°C - 500°C) on peut observer des similitudes de pentes entre la 1er et 3ème zone et un changement de pente sur la 2ème zone. Cette similitude s'explique car le cobalt reste solide mais il change uniquement de structure, et la position des atomes n'influent pas sur la dilatation d'un matériau en dehors de la phase de transformation. La 2ème zone correspond au changement de structure. HC= CFC. Nous avons tout d'abord une température $T_1 \sim 450^\circ\text{C}$ à laquelle le cobalt change de configuration, il avait une structure hexagonale compacte puis une structure cubique faces centrées. Au retour on observe que le changement de structure ne se fait pas à la même température pour retrouver sa forme initiale, on a $T_1' \sim 400^\circ\text{C}$. On a alors un phénomène d'hystérésis dû à un phénomène cinétique. Entre T_1 et T_1' il y a la température allotropique (T_a) du cobalt qui correspond à la température à laquelle le cobalt change de structure.

Si on réitère l'expérience avec des temps plus ou moins long la courbe obtenue sera différente:

Si t tend vers l'infini on aura précisément T_a et la zone d'hystérésis sera très faible (aller et retour confondu).

Si t tend vers 0 pour le retour (500°C à 0°C) le cobalt n'aura pas le temps de retrouver sa forme hexagonale compacte, on effectue une trempe.

On remarque cependant que les coefficients α_E mesurés durant l'expérience ne correspondent pas exactement aux coefficients α_N réels des échantillons. En effet, lors de l'expérience, le support en silice subit lui aussi une dilatation du fait de son coefficient α_S non nul, et celle-ci se somme à la dilatation de l'échantillon.

On a alors $\Delta L_E = \Delta L_N - \Delta L_S$, si l'on divise cette égalité par $L_0 \cdot T$ on obtient $\alpha_E = \alpha_N - \alpha_S$.

Le alpha recherché vaut $\alpha_N = \alpha_E + \alpha_S$

Cependant, l'ordre de grandeur de α_S entre 20 et 500 °C varie peu et est de l'ordre de $10E-7$, alors que les ordres de grandeur des alphas de l'époxy et du cobalt varient respectivement entre $10E-5$ et $10E-2$ et $10E-5$ et $10E-3$. On obtient une incertitude relative de mesure qui est de l'ordre de maximum 1% dans les basses températures notamment.

Les autres incertitudes relatives sont les incertitudes liées à la mesure de la longueur L_0 de l'échantillon et à la précision de l'appareil de mesure en lui même. La précision d'un pied à coulisse étant de 0.01mm, et les longueurs L_0 des échantillons étant de 32,2 et 30,4 mm, l'incertitude liée à la mesure de l'échantillon est d'environ 0.03 %. L'incertitude relative liée à la précision de l'appareil semble négligeable.

L'incertitude relative globale correspond à la somme des incertitudes relatives, elle est d'environ 1% dans les autour de la température ambiante et diminue lorsque la température augmente.

Cependant, si l'on soustrait les valeurs de α_S aux valeurs de $\alpha_{\text{expérimentales}}$, l'incertitude relative est d'environ 0.1%.

On se doit également de faire le lien entre le coefficient de dilatation linéaire :

$$\alpha_L = \frac{1}{L_0} \frac{dL}{dT}$$

et le coefficient de dilatation volumique :

$$\alpha_V = \frac{1}{V_0} \frac{dV}{dT}$$

Dans le cas d'un échantillon cylindrique on a :

$$V_0 = \pi R^2 L \quad dV = 2\pi R L dr + \pi R^2 dL \quad dV/V = 2dr/R + dL/L$$

Or si l'on considère le matériaux comme isotrope, on a :

$$dr/R = dL/L \quad \Rightarrow \quad dV/V = 3dL/L = 3\alpha_L$$

Conclusion :

Ce TP nous a permis de nous familiariser avec la technique de dilatométrie utilisée couramment pour les analyses des propriétés des matériaux, dont un des avantages est d'être non destructive. De plus, nous avons compris que la dilatation des éléments de la machine de mesure influent sur les résultats de l'expérience. Enfin, nous avons pu visualiser les effets des changements de phase des matériaux sur le coefficient de dilatation (que ce soit le passage de la température de transition vitreuse pour un polymère amorphe ou les transformations allotropiques pour des matériaux semi-cristallins). Nous avons pu déterminer les coefficients de dilatation linéaire de l'époxy et du cobalt sur différents domaines de températures. Il était cependant difficile

de déterminer précisément la T_g de l'époxy et la température allotropique du cobalt du fait de la cinétique de l'expérience.