

BERRY Caroline  
BIZZOTTO Stéphane  
CAMBIER Clément



## **TP 7 : Dilatométrie**

### **But du TP :**

- Evaluer l'évolution des coefficients de dilatation thermique linéaire avec la température
- Déterminer les températures de changement de phase
- Evaluer les incertitudes de mesure

### **Introduction :**

Des variations régulières de température peuvent entraîner la dilatation ou la contraction d'un matériau. Les changements de phase des matériaux s'accompagnent aussi de variations de volume plus brutales. Afin de mesurer les coefficients de dilatation ainsi que d'étudier les changements de phase et le frittage, la technique de dilatométrie peut être utilisée. La technique de dilatométrie simple consiste à mesurer le déplacement d'un poussoir par rapport au porte-échantillon. Ils doivent être fait du même matériau pour que leur dilatation se compensent sur la longueur du poussoir. Pour limiter les erreurs, il est préférable que le matériau du poussoir et du porte-échantillon ait un faible coefficient de dilatation.

### **1. Méthode expérimentale :**

Nous étudions deux échantillons :

- un échantillon d'époxy que l'on chauffe entre 25°C et 150°C en 25 min
- un échantillon de cobalt que l'on chauffe entre 150 et 500°C en 50 min.

A l'aide du logiciel CaptureSignal, nous obtenons les valeurs d'élongation en fonction de la température de l'échantillon. Ces élongations mesurées prennent en compte l'élongation de l'échantillon ainsi que celle du porte échantillon en silice.

$$\Delta L_{\text{échantillon}} = \Delta L_{\text{mesuré}} + \Delta L_{\text{silice}}$$

Le coefficient de dilatation linéaire est calculé suivant la formule suivante:

$$\alpha = \frac{1}{L} \cdot \left( \frac{\partial L}{\partial T} \right)_F \quad \text{avec } \alpha \text{ le coefficient de dilatation linéaire}$$

L la longueur de l'échantillon L=32 mm

T la température

BERRY Caroline  
BIZZOTTO Stéphane  
CAMBIER Clément

Par conséquent, nous calculons  $\alpha_{mesuré}$  en déterminant le coefficient directeur  $c$  de la courbe  $f(\Delta T) = \Delta L$

On a alors :  $\alpha = \frac{1}{L} \cdot c$

Calcul de  $\alpha_{silice}$  :

A l'aide la macro dilatosilice, nous calculons pour chaque température le  $\alpha_{silice}$  correspondant. Nous faisons une moyenne de  $\alpha_{silice}$  sur chaque portion de courbe ( $\alpha_{silice}$  pour la phase cristalline et  $\alpha_{silice}$  pour la phase amorphe).

Nous obtenons  $\alpha_{échantillon}$  :

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

### Incertitudes :

La mesure du coefficient de dilatation linéaire présente des incertitudes liées :

- à la mesure de la longueur de l'échantillon  $\Delta L = 1mm$
- aux choix des intervalles pour mesurer les coefficients directeurs
- à la prise en compte du coefficient de dilatation linéaire du porte-échantillon, c'est-à-dire au calcul de  $\alpha_{silice}$ .

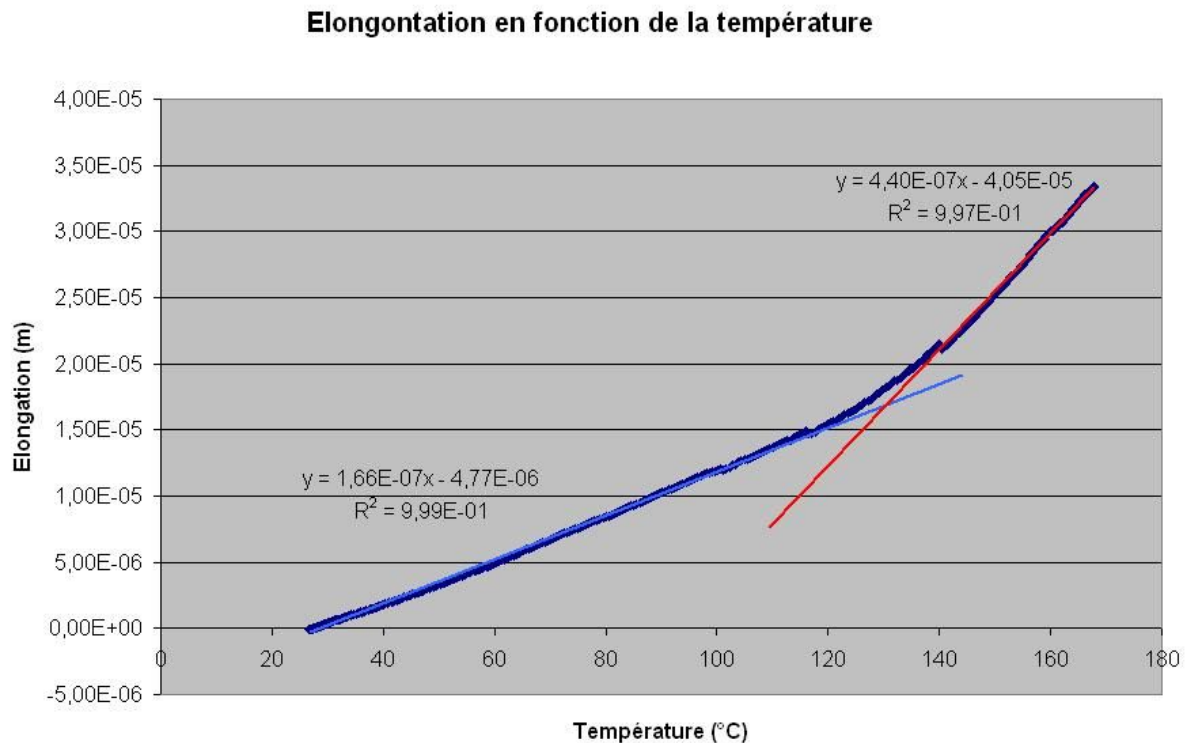


## **2. Cas de l'époxy**

### Calcul du coefficient de dilatation linéique


	coefficient directeur $c$	$\alpha_{mesuré} (10^{-6}/^{\circ}C)$	$\alpha_{silice} (10^{-6}/^{\circ}C)$	$\alpha_{échantillon} (10^{-6}/^{\circ}C)$
Phase cristalline	$1,66 \cdot 10^{-7}$	5,176	0,599	5,775
Phase amorphe	$4,40 \cdot 10^{-7}$	11,643	0,703	12,346

BERRY Caroline  
BIZZOTTO Stéphane  
CAMBIER Clément



#### Calcul de la température de transition vitreuse

Nous déterminons deux pentes sur le graphe. L'intersection de ces deux pentes nous permet de déterminer la température de transition vitreuse  $T_g$ . On détermine donc un coefficient de dilatation linéaire dans la phase cristalline (avant  $T_g$ ) et dans la phase amorphe (après  $T_g$ ).

Nous obtenons  $T_g = 130,4^\circ\text{C}$  

#### Calcul du coefficient de dilatation volumique

On suppose que l'époxy est un solide isotrope. Par conséquent, le coefficient de dilatation volumique peut être directement calculé à partir du coefficient linéaire :

$$\alpha_v = 3\alpha \quad \alpha_v \text{ le coefficient de dilatation volumique,}$$

$$\alpha \text{ le coefficient de dilatation linéaire.}$$

Nous obtenons ainsi les coefficients suivants pour les phases cristalline et amorphe:

	$\alpha \text{ (} 10^{-6}/^\circ\text{C)}$	$\alpha_v \text{ (} 10^{-6}/^\circ\text{C)}$
Phase cristalline	5,775	17,325
Phase amorphe	12,346	37,038

BERRY Caroline  
BIZZOTTO Stéphane  
CAMBIER Clément

### **3. Cas du cobalt**

Nous obtenons les valeurs expérimentales suivantes :

	coefficient directeur $c$	$\alpha_{\text{mesuré}}$ ( $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )	$\alpha_{\text{silice}}$ ( $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )	$\alpha_{\text{échantillon}}$ ( $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )
structure Hexagonale Compacte	$1,08606 \cdot 10^{-8}$	3,339	6,581	9,975
structure Cubique Centrée      Face	$6,78878 \cdot 10^{-9}$	2,121	5,316	7,444

L'élongation mesurée dans le cas du cobalt prend des valeurs négatives tout le long de l'expérience. Ces valeurs négatives ne nous permettent pas d'avoir des valeurs cohérentes de  $\alpha_{\text{échantillon}}$ . Cependant, nous observons quand même l'hystérésis, caractéristique de la transition allotropique de hexagonal compact à cubique face centrée. On obtient les températures de transition suivantes (lues sur le graphe):

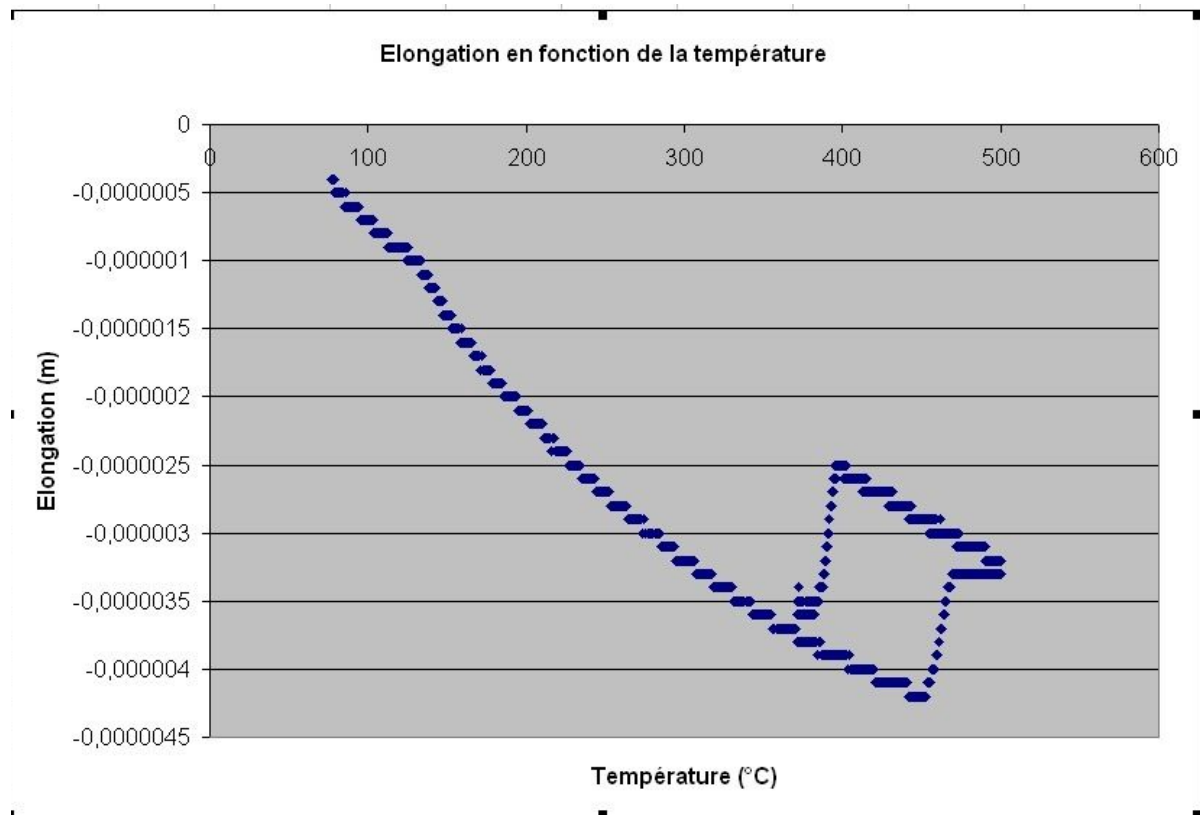
380°C pour la transition CFC  $\rightarrow$  HC

450°C pour la transition HC  $\rightarrow$  CFC

#### Calcul du coefficient de dilatation volumique

Le cobalt ne peut pas être considéré comme un solide isotrope car il peut cristalliser en structure hexagonal compacte. Par conséquent, il existe des coefficients différents suivant les directions de l'espace et le coefficient de dilatation volumique ne peut être déduit directement du coefficient de dilatation linéaire.

BERRY Caroline  
BIZZOTTO Stéphane  
CAMBIER Clément



### **Conclusion :**

Le TP nous aura permis de nous familiariser avec la technique de dilatométrie utilisée fréquemment pour les analyses des propriétés techniques des matériaux. Elle a l'avantage d'être une méthode non destructive. Cette méthode expérimentale permet de déterminer des propriétés mécaniques fondamentales des matériaux. Nous avons pu ainsi obtenir le coefficient de dilatation linéaire en fonction de la température qu'il est très important de connaître en vue d'une utilisation du matériau. Elle donne également une bonne estimation des températures de transition. Cependant, les valeurs de coefficient de dilatation que nous obtenons durant ce TP sont assez éloignées de la théorie en particulier pour l'époxy..