



TP4 – Dilatométrie

Introduction

Dans la vie courante, lorsqu'un matériau est soumis à des variations de température, celui-ci se déforme : il peut se contracter ou encore se dilater. Ce sont précisément ces déformations qui vont nous intéresser, puisque celles-ci sont quantifiables et ce par l'intermédiaire du coefficient de dilatation. A ces variations régulières de température peuvent s'ajouter des variations plus brutales dues aux phénomènes de changement de phase (transition vitreuse et allotropique par exemple).

Afin de mesurer ces variations, nous utilisons la technique de la dilatométrie. Cette dernière est utilisée pour mesurer entre autre des coefficients de dilatation, mais aussi pour l'étude des changements de phase ainsi que l'étude du frittage. En ce qui nous concerne, nous allons nous intéresser à la mesure de ces coefficients et à l'étude des variations de phase. Dans la littérature nous définissons deux coefficients de dilatation :

le coefficient de dilatation linéaire :

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

avec L la longueur de l'échantillon et T la température

le coefficient de dilatation volumique :

$$\alpha_v = \frac{1}{V} \left(\frac{\delta V}{\delta T} \right)_F$$

avec V le volume de l'échantillon et T la température

Les industriels en matériaux ont par ailleurs souvent recours à un coefficient moyen défini respectivement pour le coefficient de dilatation linéaire et volumique comme :

$$\alpha_{T0}^T = \frac{1}{T - T_0} \frac{L - L_0}{L_0}$$

L_0 et L longueurs de l'échantillon respectivement aux températures T_0 et T

$$\alpha_{vT0}^T = \frac{1}{T - T_0} \frac{V - V_0}{V_0}$$

V_0 et V volumes de l'échantillon respectivement aux températures T_0 et T

Remarque : Dans le cas de solides isotropes, le coefficient de dilatation linéaire est lié au volumique par : $\alpha_v = 3\alpha$

Méthodes de mesures

La grande difficulté à laquelle la dilatométrie doit faire face est la mesure de petits déplacements sur des domaines de températures parfois étendus. Il en existe différentes méthodes : méthodes optiques (interférométrie par exemple), méthodes mécaniques (dilatométrie simple et différentielle). Nous nous intéresserons donc à une seule méthode qu'est la dilatométrie simple.

Dilatométrie simple



Illustration 1

Dispositif expérimental (dilatométrie simple)

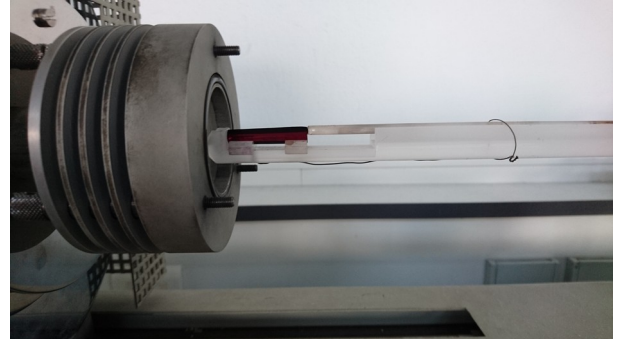


Illustration 2

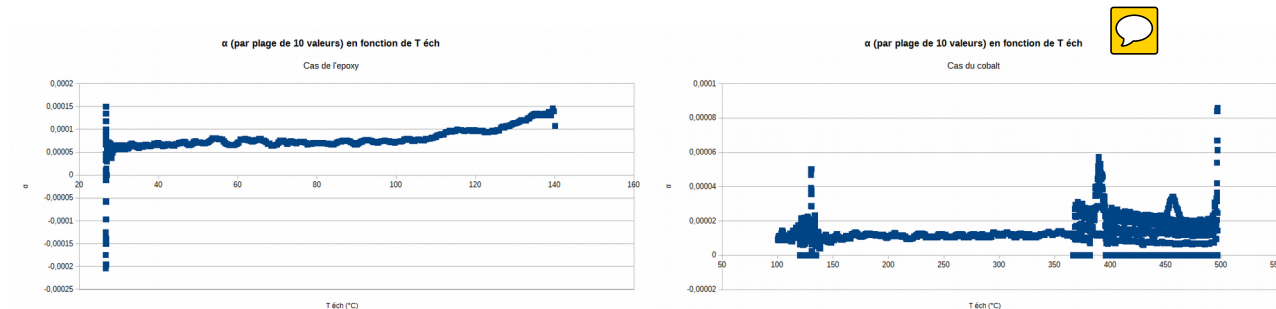
Porte échantillon et poussoir
(avec échantillon époxy)

La dilatométrie simple est une méthode mécanique de dilatométrie. Un poussoir vient en contact avec l'échantillon et transmet le déplacement à un capteur de déplacement. Elle repose donc sur la mesure directe du déplacement du poussoir par rapport au porte-échantillon. Pour limiter les erreurs de mesures, le support et le poussoir sont de même nature (ici en silice). Ainsi si l'on admet que longitudinalement, le porte-échantillon et le poussoir sont à température identique, leurs dilatations se compensent sauf sur la longueur de l'échantillon. C'est pourquoi, il est nécessaire de corriger la dilatation du support sur cette longueur et par conséquent de connaître le coefficient de dilatation linéaire du support sur la gamme de température étudiée. De fait, il paraît évident que ce **coefficient de dilatation doit être négligeable devant celui de notre échantillon** pour obtenir des valeurs cohérentes (ce qui est le cas pour la silice).



Dans le cadre de ce TP, nous allons donc réaliser les mesures de coefficients de dilatation de l'époxy et du cobalt. Dans un premier temps, nous réalisons la mesure des dimensions de notre échantillon (longueur L , diamètre D). Cet échantillon est par la suite introduit dans le support légèrement accolé au poussoir. Le four vient ensuite se glisser autour du support, nous pouvons ainsi considérer que la température sera uniforme dans l'enceinte. Deux vis ("zéro" et "précharge") permettent de régler la position du poussoir au niveau de l'échantillon, ce qui permet de bloquer ce dernier avec le poussoir pour ainsi mesurer correctement son déplacement dû à la dilatation de l'échantillon (donc mesurer indirectement le coefficient de dilatation de notre échantillon). Une boîte de commande permet de définir les pentes de températures (ascendante/descendante). Il ne reste donc plus qu'à lancer le dispositif et observer sur ordinateur l'évolution du déplacement (dL) par rapport à la température (T). En traçant ensuite, le déplacement dL en fonction de la température T , nous obtenons plusieurs droites, dans les différentes phases de notre échantillon, dont les coefficients directeurs correspondent aux coefficients de dilatation linéaire α (à un coefficient $\frac{1}{L}$ près). Cependant, avant de procéder à la détermination de ces coefficients directeurs, il est nécessaire de s'assurer que les coefficients de dilatation soient constants sur le domaine de température. Pour cela, on calcule le coefficient de dilatation pour chacune de nos températures en prenant plusieurs valeurs (ici 10). De fait en

traçant α en fonction de T , nous devons obtenir des plateaux dans chacune des différentes phases de notre échantillon.



Les deux graphes ci-dessus, nous permettent de vérifier si nos coefficients de dilatation linéaire sont invariant de la température. Ce qui est quasiment le cas, puisque nous observons des plateaux sur les domaines de température étudiées. Nous pouvons même observer pour le cobalt deux "sauts" correspondant aux changements de phase allotropiques.

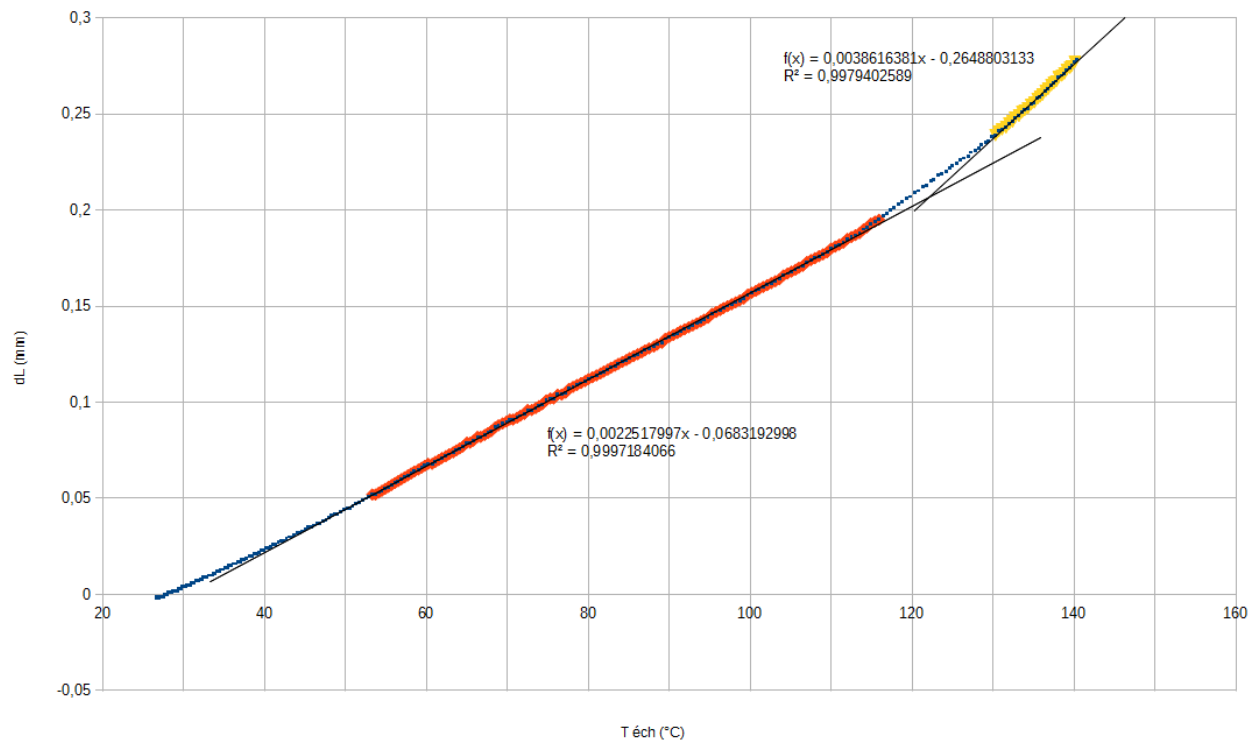
Nous pouvons donc ensuite tracer les graphes qui vont nous permettre de remonter jusqu'aux coefficients de dilatation de nos échantillons. Ces graphes sont tracés sur la page suivante. Nous obtenons les résultats suivants :

Epoxy		Cobalt	
Domaine vitreux ($T < T_v \sim 120^\circ\text{C}$)	Domaine caoutchou. ($T > T_v \sim 120^\circ\text{C}$)	Structure hcp (montée) ($T < T_{\text{cfc}} \sim 475^\circ\text{C}$)	Structure cfc (descente) ($T > T_{\text{hcp}} \sim 380^\circ\text{C}$)
$\alpha = 72,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\alpha = 124,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\alpha = 12,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\alpha = 13,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Nos résultats sont cohérents avec les valeurs trouvées dans la littérature. Nous observons chez chacun de ces deux échantillons, deux transitions. Dans le cas de l'époxy, il s'agit de la transition vitreuse qui a lieu aux alentours de 120°C . Concernant le cobalt, il s'agit d'une transition allotropique qui illustre le changement de phase de l'état du cristallin de ce dernier. Sa maille cristalline est hexagonale à faibles températures alors qu'à hautes températures ($T > 475^\circ\text{C}$) sa maille cristalline se réorganise en cubique faces centrées.

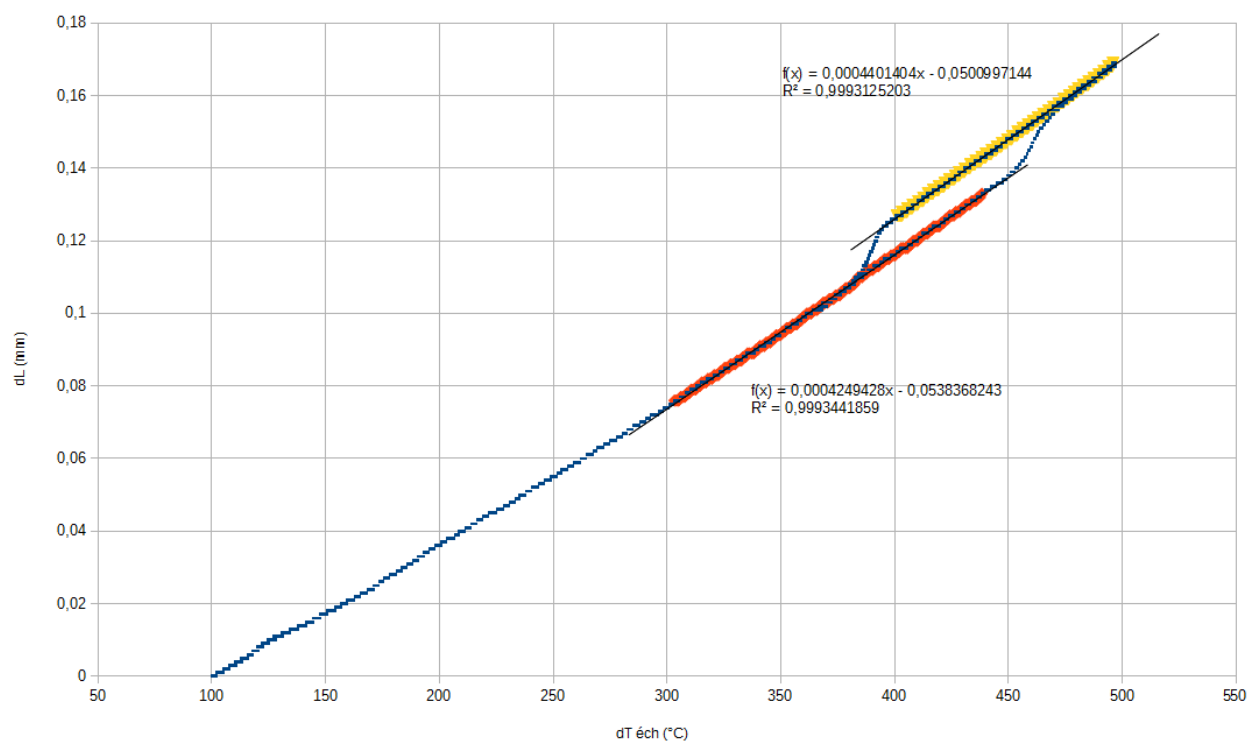
dL en fonction de T éch

Cas de l'époxy



dL en fonction de T éch



Cas du cobalt



Remarques et incertitudes


Remarque 1 : Nous pourrions forcer la manipulation sous atmosphère afin d'éviter tout phénomène d'oxydation lié à la présence d'oxygène qui fausserait les mesures de coefficient de dilatation dans le cas de l'étude de métaux. Notre échantillon de cobalt étant déjà oxydé, cette démarche n'est pas nécessaire. Cette remarque justifie donc une première incertitude.

Remarque 2 : Nous considérons nos échantillons comme isotropes, ainsi nous nous limitons à l'étude du coefficient de dilatation linéaire qui multiplié par 3 (trois directions de l'espace) nous donne le coefficient de dilatation volumique. Concernant l'époxy, cette approximation est justifiée par la structure amorphe qui n'a donc pas de directions de l'espace privilégiées. En revanche, cette hypothèse reste discutable dans le cas du cobalt en raison de sa structure cristalline (hexagonal compact à faibles températures et cubique faces centrées à hautes températures).

Remarque 3 : Dans le cas du cobalt, on observe un phénomène histéresis la différence $|\delta L_{hcp} - \delta L_{cfc}|$ nous permet de mesurer la différence de longueur entre les deux mailles cristallines et donc remonter à la différence  de volume de ces deux mailles cristallines $|\delta V_{hcp} - \delta V_{cfc}|$ en considérant que $\delta V = 3\delta L$ . Dans notre cas, on trouve une différence de $3,74 \cdot 10^{-3} \text{ mm} = 3,74 \text{ }\mu\text{m}$. On trouve donc par approximation une différence de volume entre la mailles hexagonale et cubique faces centrées de $11,22 \text{ }\mu\text{m}^3$.

Remarque 4 : Dans la valeur de notre coefficient de dilatation, nous tenons également compte du coefficient de dilatation du poussoir de fait celui-ci doit être retiré pour chacune des températures. Cependant n'ayant pas accès à Excel, nous nous sommes retrouvés dans l'incapacité de tenir compte de cette remarque par l'utilisation d'une macro VBA permettant le calcul du coefficient de la silice à toute température T. On en tient donc compte dans l'évaluation de l'incertitude. Et $\alpha_{\text{silice}} \sim 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Remarque 5 : Nous avons également des incertitudes sur nos mesures de dimensions entre autre sur L que nous estimons à deux fois une demie graduations (0,4 mm).

Finalement, tenant compte de toutes ces remarques, nous estimons l'incertitude sur les coefficients de dilatation de l'époxy à $\pm 2 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ et pour le cobalt à $\pm 5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. 

Conclusion

Nous avons déterminé par dilatométrie simple les coefficients de dilatation de deux matériaux (époxy et cobalt) et ce dans chacune de leur phase (vitreuse, caoutchoutique, allotropiques). Nous avons donc pu également observer ces changements de phases, et qui plus est, les situer sur le domaine de température étudié. Ce TP nous montre à quel point il est nécessaire de connaître le comportement des matériaux en fonction de la température afin de répondre aux mieux aux attentes du consommateur concernant leurs utilisations !