

jeudi 19 novembre 2009

TP 8

DILATOMETRIE

Mathieu TAUBAN
Laura PREISS
Binôme 9
Groupe 3

I. Introduction

Le phénomène de dilatation est défini comme suit : « La dilatation est l'expansion du volume d'un corps occasionné par son réchauffement » (*wikipédia*).

En effet, le coefficient de dilatation des matériaux est une donnée qu'il est nécessaire de connaître afin de choisir l'application convenable dans les conditions d'utilisation.

Au cours de ce TP, nous nous intéresserons à la dilatation linéique des échantillons, même si nous n'oublierons pas d'inclure l'allongement dans les trois directions de l'espace.

Nous allons ici étudier la dilatation de deux matériaux : la résine époxy et le cobalt. La résine époxy est un polymère thermodurcissable semi-cristallin très utilisé en matrice dans les matériaux composites. Le cobalt est un métal utilisé comme renfort mécanique dans les superalliages, c'est un élément de la III^{ème} colonne, de structure « hexagonal centré » à température ambiante.

Nous allons utiliser une méthode de dilatométrie simple, il faudra donc garder à l'esprit que le poussoir (silice SiO_2) se dilate aussi.

Le principe des mesures est le suivant : nous soumettons un échantillon de longueur connue à une montée en température, tout en mesurant l'allongement dû au phénomène de dilatation. Grace aux courbes que nous allons tracer, nous allons aussi pouvoir déterminer les températures de transition vitreuse et de transformation allotropique dans les échantillons. En effet, ces transitions se caractérisent par des paliers sur les courbes.

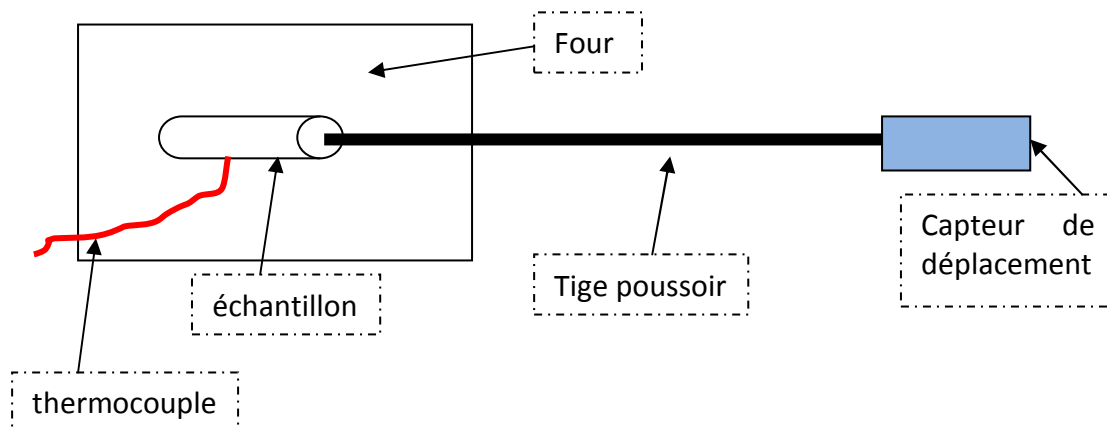


Schéma de principe de la manipulation

Prés requis

La température de transition vitreuse est caractéristique d'un changement d'état du polymère (de la phase amorphe d'un semi cristallin, ou d'un amorphe ; les polymères strictement cristallins ne sont pas concernés par cette transition). En effet, on passe d'un état vitreux (« dur », cassant) à un état dit caoutchoutique (« mou »). Cette température sera déterminée graphiquement en observant le point où la courbe change de pente au cours de l'essai sur la résine époxy.

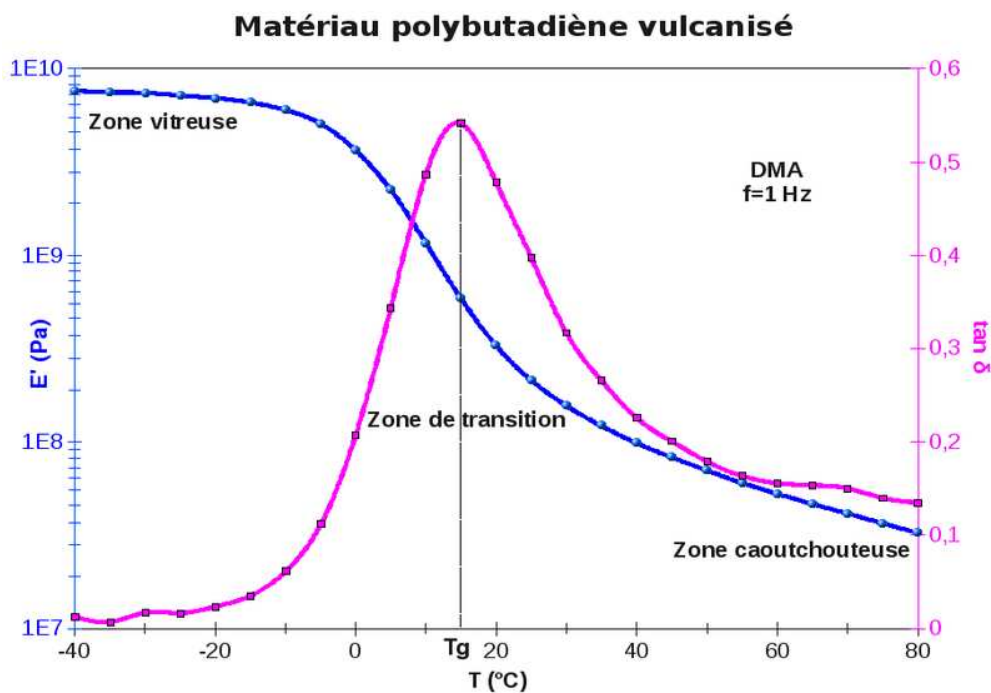
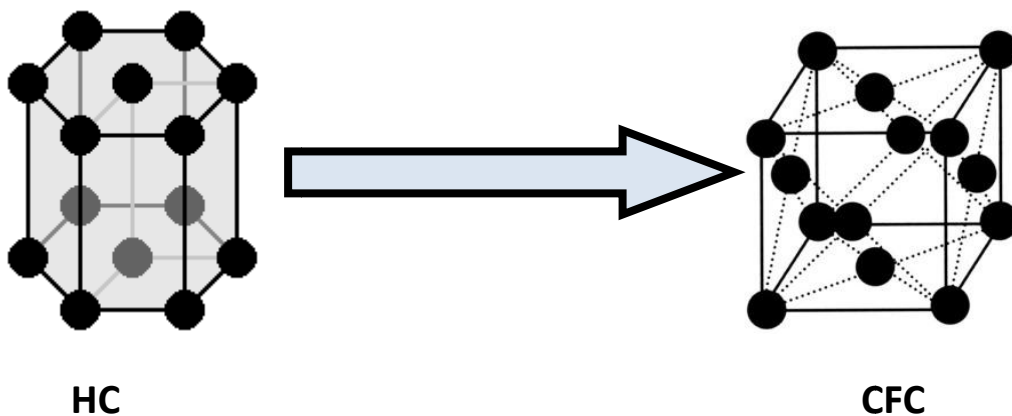


Fig1 : courbe Kinémat d'un échantillon de PIB vulcanisé
Transition vitreuse Tg

La transition allotropique que nous devrions observer sur le cobalt sera un changement d'état au niveau cristallin, en effet, la structure va passer d'hexagonale compacte à cubique face centrée :



Résultats expérimentaux

a. Incertitudes et erreurs

Lors de manipulations, et au cours du dépouillage des mesures, des erreurs peuvent survenir, et des incertitudes intrinsèques sont à prendre en compte.

Pour ce qui nous concerne, nous avons dans un premier temps calculé les erreurs sur le coefficient de dilatation α :

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

$$\alpha_{lin} = \frac{1}{L} \frac{L_{n-1} - L_{n+1}}{T_{n-1} - T_{n+1}}$$

$$\frac{\Delta \alpha}{\alpha} = 2 \frac{\Delta(\Delta L)}{\Delta L} + \frac{\Delta L}{L} + 2 \frac{\Delta T}{T}$$

Avec $\frac{\Delta T}{T} = 0$

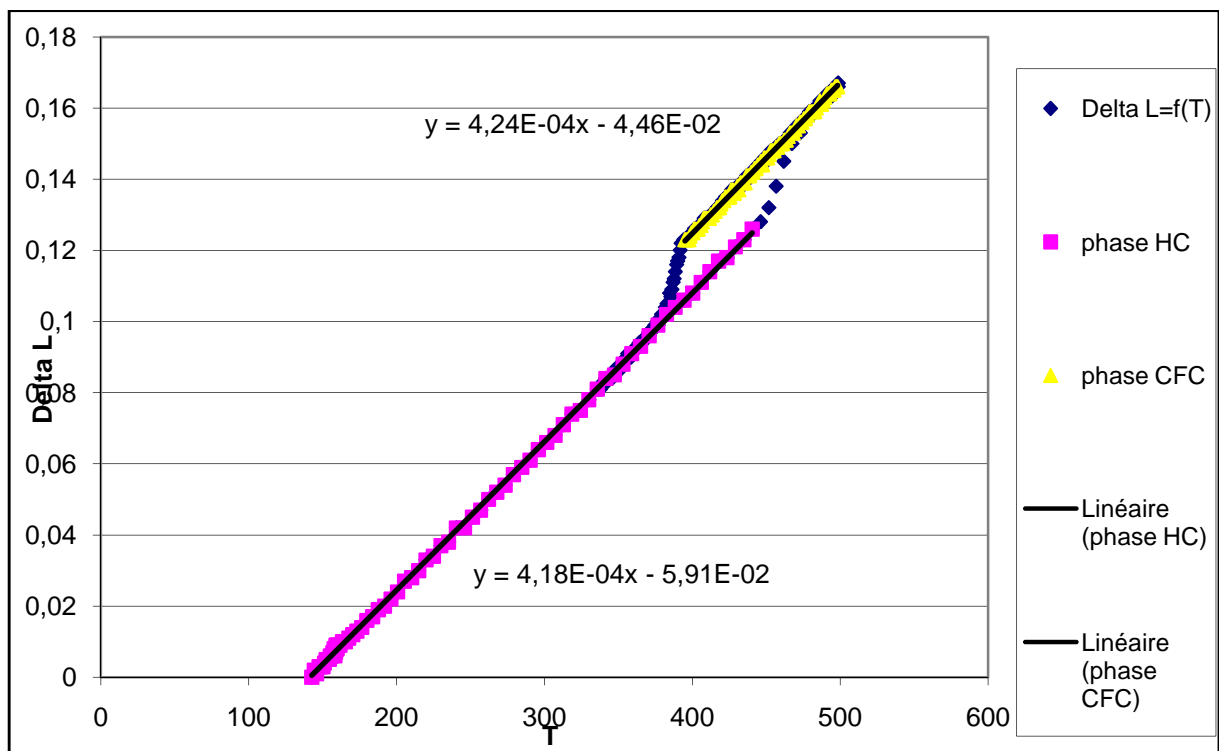
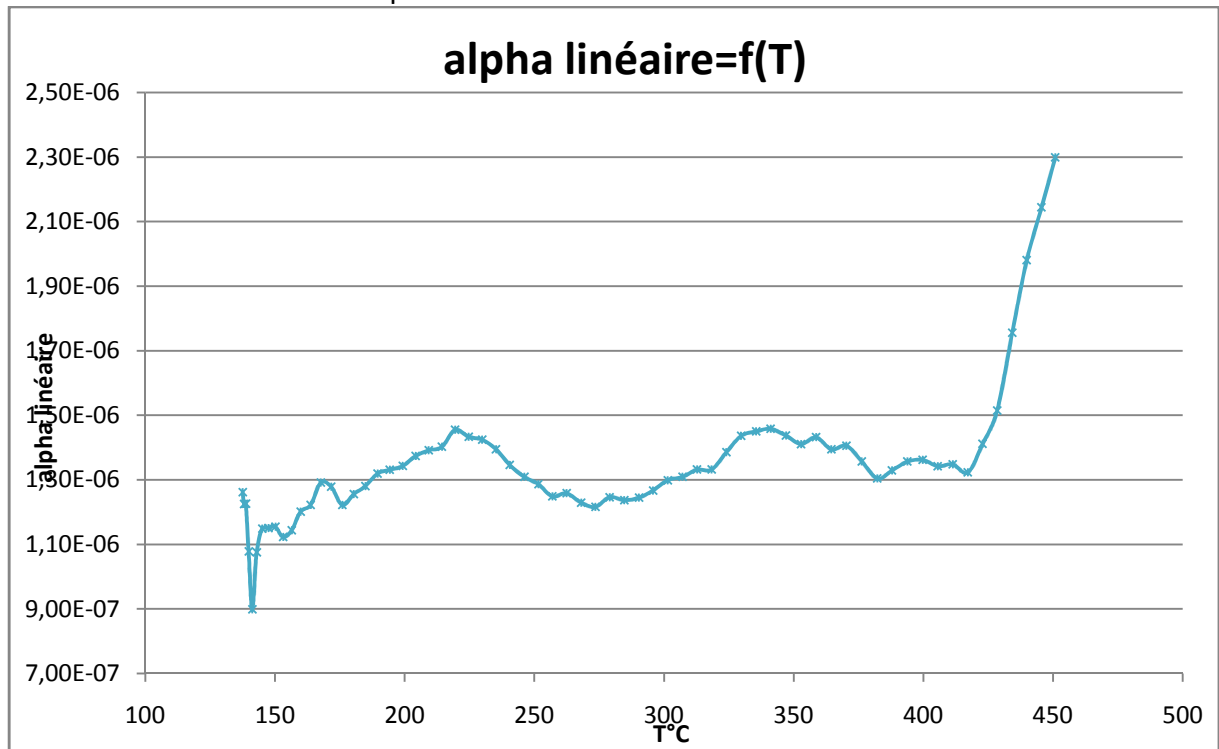
Et $\Delta \alpha_{moy} = \Delta \alpha_{lin}$

Nous avons reporté ces incertitudes sur les courbes de résultats.

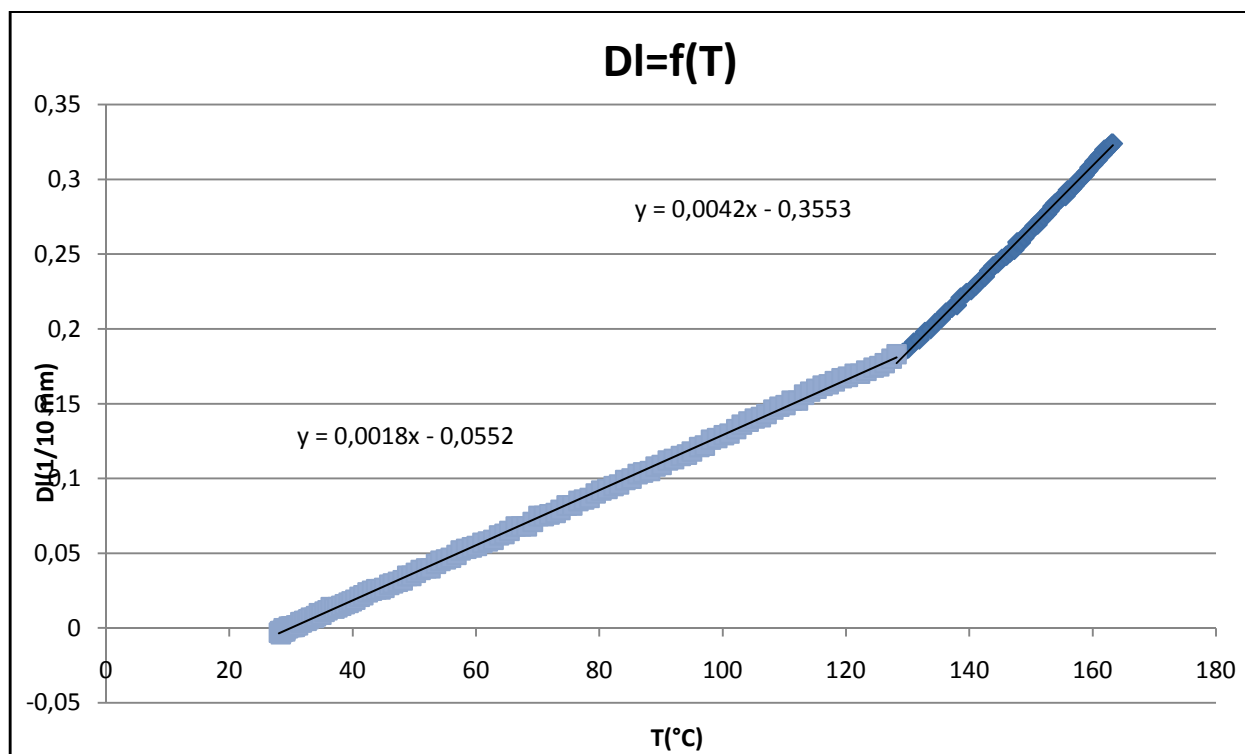
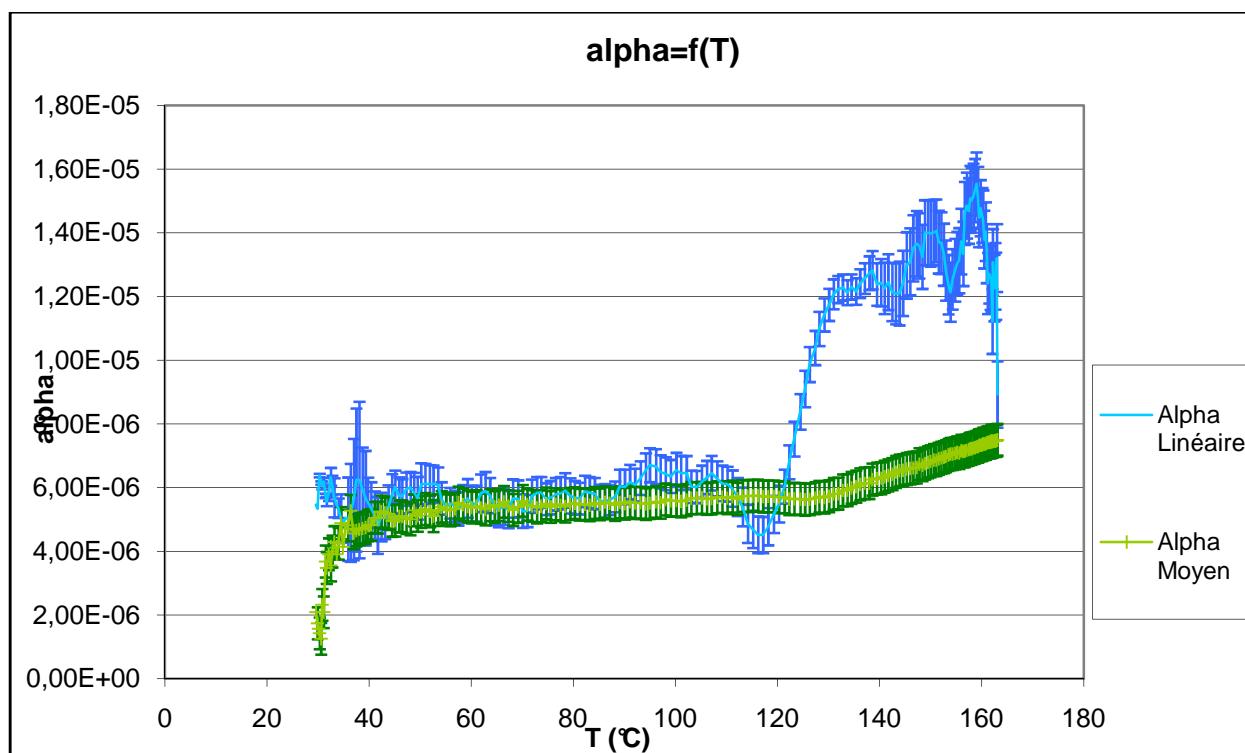
Par ailleurs, il ne faut surtout pas oublier que le support en silice se dilate lui aussi même si son coefficient de dilatation est très faible. Pour calculer ceci, nous avons utilisé une formule donnée au cours du TP sous la forme d'une macro, nous avons ensuite soustrait les valeurs de l'allongement de la silice à celles de nos échantillons.

b. Courbes de résultats

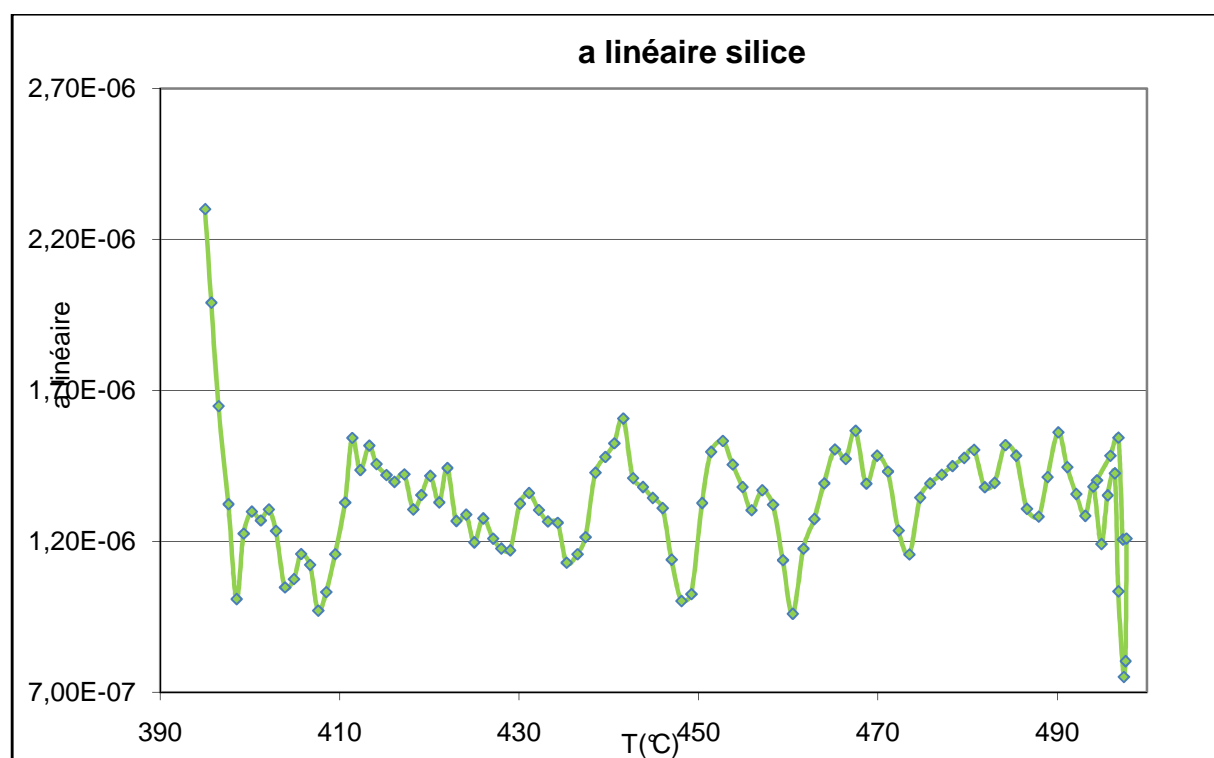
Voici les courbes de résultats pour le cobalt :



Voici les courbes de résultats pour la résine époxy :



Et enfin voici la courbe de dilatation de la silice :



Interprétation des résultats

a. Le cobalt

Sur la courbe du déplacement en fonction de la température, on observe des discontinuités. Elles sont dues aux changements allotropiques subis par l'échantillon. En montée, la phase hexagonal compact domine. La transformation en cubique faces centrées commence à une température de 450°C, et finit vers 460°C. en descente, survient la transformation opposée ; qui commence aux alentours de 390°C pour finir à 385°C.

Voici les plages de coefficients de dilatation en fonction des phases cristallines :

Cobalt HC

$$9,0.10^{-7} \leq \alpha \leq 2,3.10^{-6} \\ (^{\circ}\text{C}^{-1})$$

Cobalt CFC

$$7,3.10^{-7} \leq \alpha \leq 2,3.10^{-6} \\ (^{\circ}\text{C}^{-1})$$

b. La résine époxy

On voit sur la courbe du déplacement en fonction de la température qu'il y a un changement de pente autour de 130°C. Cette température correspond à la température de transition vitreuse de cette résine. En effet, le passage d'un état vitreux à un état caoutchoutique est caractérisé par une augmentation du volume libre entre les macromolécules, ce qui accroît le coefficient de dilatation linéaire, on observe donc une augmentation de la valeur de la pente après la Tg.

Voici les coefficients de dilatation en fonction de l'état du polymère :

Epoxy (état vitreux)

$$\alpha = 1,8.10^{-7} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$$

Epoxy (état caoutchoutique)

$$\alpha = 4,2.10^{-7} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$$

Conclusion

Nous avons déterminé les coefficients de dilatation de deux matériaux grâce à une méthode de dilatométrie simple. Grâce à ces coefficients, les utilisations de ces deux types de matériaux sont plus claires, en effet, il serait dangereux d'utiliser une résine époxy à une température dépassant les 130°C, de peur de supprimer la plupart de ses propriétés mécaniques. Pour le cobalt, une température supérieure à 460°C entraînerait un changement de maille cristalline, ce qui ici aussi modifierait les propriétés mécaniques de ce métal.

Par ailleurs, il faut rappeler que les incertitudes ne sont pas négligeables sur ce type de mesures. Pour pouvoir réduire les écarts, nous aurions pu multiplier les essais, ce que nous ne pouvions faire faute de temps.

Nous avons pu établir une relation entre structure des matériaux et propriétés en température, et enfin avons pu déterminer les températures de changements allotropiques (maille cristalline et organisation de macromolécules).