

TP 7: Dilatométrie

Thibaud Choquet, Anne-Laure d'Albenas, 13/12/16

Dans ce TP nous allons étudier la dilatométrie de deux matériaux, un polymère (l'epoxy) et un métal (le cobalt). Nous allons essayer de calculer le coefficient de dilatation de chacun des matériaux, en utilisant une méthode mécanique.

I. Principe de la manipulation

Nous cherchons à déterminer le coefficient de dilatation de l'epoxy et du cobalt. Pour cela, nous utilisons un dilatomètre dont le principe est le suivant. On va chauffer l'échantillon tout en exerçant une légère force sur celui-ci. En changeant de température, le volume du matériau va varier et notamment lorsqu'il va chauffer, ce volume va augmenter. Ainsi l'échantillon va repousser le poussoir du dilatomètre. On va pouvoir mesurer cette variation de distance, ce qui va nous permettre de mesurer le coefficient de dilatation. Le porte-échantillon et le poussoir sont en silice, un matériau dont le coefficient de dilatation est faible pour influer le moins possible sur les mesures. On étudiera son influence par la suite.





On dispose le matériau dans le porte échantillon, on ferme le four, on fait les réglages avec la table de contrôle, on fait notamment en sorte qu'une force de 4 cN soit exercée sur le matériau, on refait le zéro, puis on lance l'acquisition des données.

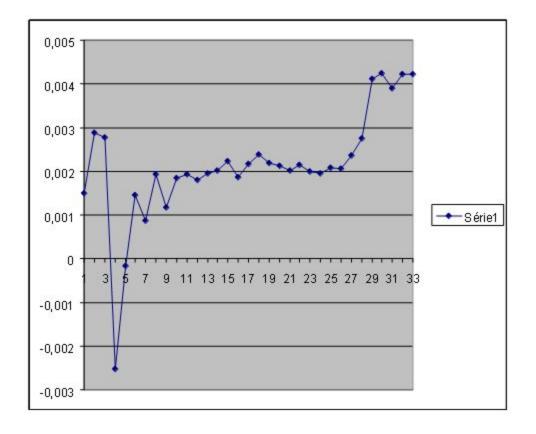
Pour chaque matériau on décide d'une température maximale et d'un temps d'étude pour avoir les courbes les plus correctes possibles et qui permettent de voir les températures de transitions, vitreuse pour l'epoxy et allotropique pour le cobalt.

On pourrait théoriquement mettre de l'argon sous forme de gaz dans l'expérience du cobalt pour éviter qu'il ne s'oxyde et que du coup on mesure la dilatation du cobalt et de son oxyde.

II. <u>Exploitation des des résultats</u>

a) Epoxy

A partir des données nous pouvons tirer une courbe du déplacement de poussoir en fonction du temps. Il faudrait calculer la pente de ces courbes pour obtenir le coefficient de dilatation, néanmoins on vérifie tout d'abord que le coefficient de dilatation ne dépend pas de la température. Pour cela on calcule la pente tous les dix points et on obtient le graphe suivant pour l'epoxy.



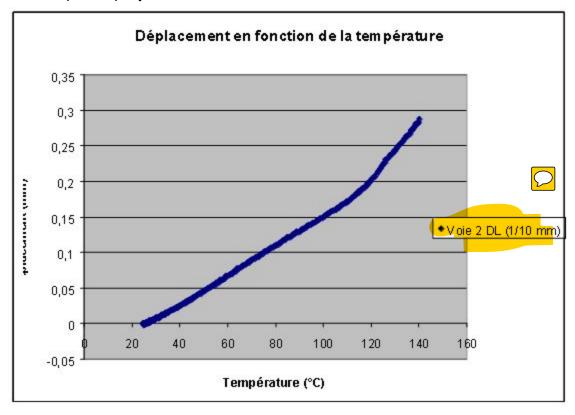
On en prend pas en compte les premiers points qui se sont fait lors de la mise en route et ne sont donc pas pertinents. On remarque deux plateaux différents qui correspondent aux phases vitreuse et caoutchoutique respectivement. Il semble que les deux plateaux soient relativement plats, on considérera donc que le coefficient de dilatation ne dépend pas de la température. On peut donc calculer le coefficient de dilatation à partir de la formule

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

Avec L la longueur de l'échantillon et T la température.

On prend $L=L_0$ la longueur initiale car la variation de longueur est négligeable sur le domaine de température qu'on étudie.

On calcule α pour l'epoxy



On remarque bien qu'il y a deux phases donc on peut calculer deux pentes différentes. Le changement de phase correspond à la température de transition vitreuse. A partir des pentes et de la longueur initiale de l'échantillon, mesurée avec un pied à coulisse, on détermine α .

Ероху	Phase vitreuse	Phase caoutchoutique
Pente (mm.K ⁻¹)	0,00203	0,00397
Coefficient α (K ⁻¹) x 10 ⁻⁶	60,85	118,7

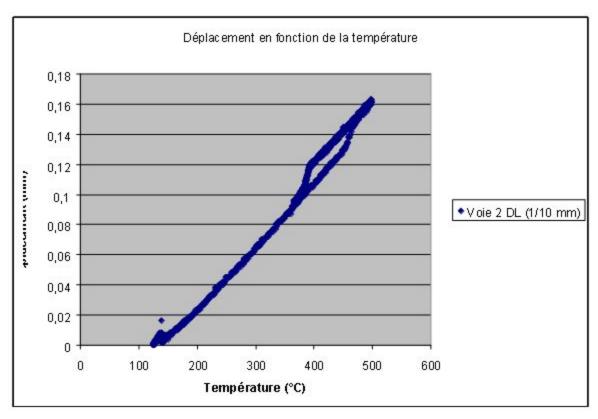
On détermine la température de transition vitreuse Tg sur le graphique grâce au changement de palier sur le premier graphique.

On trouve une température Tg d'environ 117°C.

b) Cobalt

Pour le cobalt, on chauffe l'échantillon jusqu'à 500°C puis on le refroidit jusqu'à environ 350°C. De la même façon que pour l'epoxy, nous essayons de déterminer si le coefficient de dilatation dépend de la température. On procède de la même manière que précédemment. On trouve bien un graphe présentant des plateaux, comme dans le cas de l'epoxy, on en déduit donc que le coefficient de dilatation est indépendant de la température.

On peut donc étudier le graphe obtenu à partir de l'expérience.



Sur ce graphe on peut observer deux courbes différentes, la plus basse correspond à la chauffe et la plus haute au refroidissement.

On remarque sur la droite de chauffe une transition très nette autour de 460°C, cela correspond à la température de changement de phase, le cobalt passe de sa phase hexagonale à sa phase cubique face centrée. On remarque aussi que la pente est quasiment la même pour les deux phases, on peut donc supposer que le coefficient de dilatation ne varie pas ou peu, on le vérifiera par le calcul.

Pour la droite de refroidissement, on observe également une transition très nette qui correspond cette fois au passage de la phase cubique à la phase hexagonale. Cette transition se fait au environ de 380°C. Les deux transitions ne se font pas à la même température, il ne faut donc pas la même énergie pour passer de l'hexagonal au cubique et du cubique à l'hexagonal. On peut donc avoir pour une même température, le cobalt sous sa forme hexagonal et sous sa forme cubique en même temps. De plus, on peut en déduire que le volume de la maille hexagonal est plus faible que le volume de la maille cubique, puisque le volume augmente lorsqu'on change de maille.

La différence de hauteur entre ces deux droites permet de déterminer la variation de volume du cobalt au cours de la dilatation.

On peut donc déterminer la pente de la courbe ainsi que le coefficient de dilatation du cobalt.

On trouve les résultats suivants :

Pente (mm.K ⁻¹)	0,000383
Coefficient de dilatation α (K ⁻¹) x 10 ⁻⁶	12,55

On a donc une coefficient de dilatation bien plus faible, ce qui est cohérent avec les différentes valeurs des coefficients de dilatation des métaux qui nous sont données.

Conclusion

Dans ce TP nous avons pu étudier deux matériaux, cobalt et epoxy, et trouver par la méthode de dilatométrie leur coefficient de dilatation linéaire. Cette méthode d'analyse est très utilisé pour donner une première idée des propriétés mécaniques des matériaux mais n'est cependant pas la plus précise car nous devons prendre en compte la dilatation du poussoir qui peut affecter énormément les résultats si le matériau à étudier à un coefficient de dilatation proche de celui de la silice. Nous avons pu calculer le coefficient de dilatation de la silice à une température de 100°C et 400°C pour déterminer si cela influait sur les résultats que nous avons obtenu. Cette dilatation était négligeable, nous avons pu donc nous concentrer uniquement sur ceux de nos matériaux.