



## TP 7: Dilatométrie

BELGACEM Ahlem/BOUCHEZ Théodoric/FONCEL Achille

### Introduction:

Lorsqu'ils sont soumis à des variations de températures, les matériaux se déforment. Ils peuvent alors se contracter ou se dilater plus ou moins selon leurs caractéristiques. À cela s'ajoute des variations plus brutales dues à des changements de phase. Notre objectif est donc de calculer les coefficients de dilatation thermique pour un échantillon d'époxy et de cobalt en suivant les variations par dilatométrie simple. Par ailleurs, nous allons essayer de déterminer leurs températures de changement de phase.

### I.Principe:

Pour cela, on va placer l'échantillon dans un dilatomètre, appareil composé principalement d'un four avec un support et un poussoir. Cet appareil va nous renvoyer la variation de longueur de l'échantillon. Cela nous permet de calculer le coefficient de dilatation linéaire, avec les formules suivantes:

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

Définition de  $\alpha$

$\alpha$ : coefficient de dilatation linéaire  
 $L$ : longueur de l'échantillon  
 $T$ : température de l'échantillon

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

$\alpha_{T_0}^T$ : coefficient moyen  
 $L_0$ : longueur de l'échantillon à  $T_0$   
 $L$ : longueur de l'échantillon



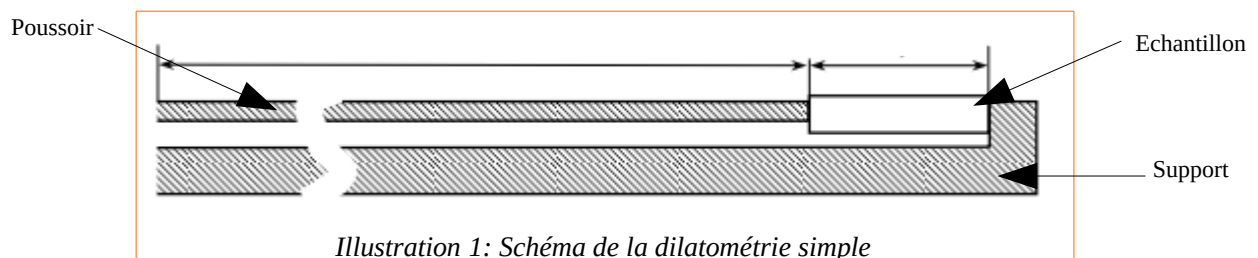
Pour l'exploitation des résultats, on utilisera cette dernière formule plus simple à manipuler.

Enfin, dans le cas des solides isotropes, on pourra déterminer le coefficient de dilatation volumique:

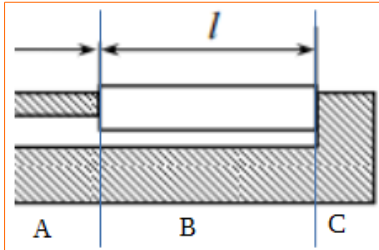
$$\alpha_v = 3\alpha$$

### II.Dispositif expérimental:

Tout d'abord, on mesure l'échantillon avec un pied à coulisse afin d'obtenir  $L_0$ . Ensuite, on place l'échantillon sur le support et contre le poussoir du dilatomètre. Après quelques réglages techniques et la mise en route du four, l'échantillon se dilate et exerce une pression sur le poussoir. Un capteur relève alors l'augmentation de taille et la transmet au logiciel CaptureSignal.



Afin de limiter les erreurs de mesure dues à la dilatation du support et du poussoir, ceux-ci sont fabriqués en silice. En effet, son coefficient de dilatation est faible ( $0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). Il ne se déforme que très peu. Il résiste également aux fortes températures. Cependant, il faudra quand même ajouter cette valeur à celle de l'échantillon, trouvée expérimentalement, pour compenser la dilatation du support.



En effet, la partie du poussoir et du support de gauche (partie A) vont se dilater vers la gauche, sans entraîner de modification. De même pour la partie C, vers la droite. Cependant, la partie B, en se dilatant, va éloigner le poussoir de l'échantillon, réduisant ainsi la force appliquée par l'échantillon sur le poussoir. C'est pour cela qu'on ajoute une fois le coefficient de dilatation de la silice à celui de notre échantillon pour corriger cette erreur.

### III. Résultats expérimentaux et interprétations

#### A. Etude de l'époxy (polymère)

On trace la courbe  $f(T-T_0) = \frac{L-L_0}{L_0}$ . On étudie l'échantillon à basse température entre 20 et 150°C.

On observe deux parties linéaires correspondant à deux phases de l'époxy, phase vitreuse et caoutchoutique.

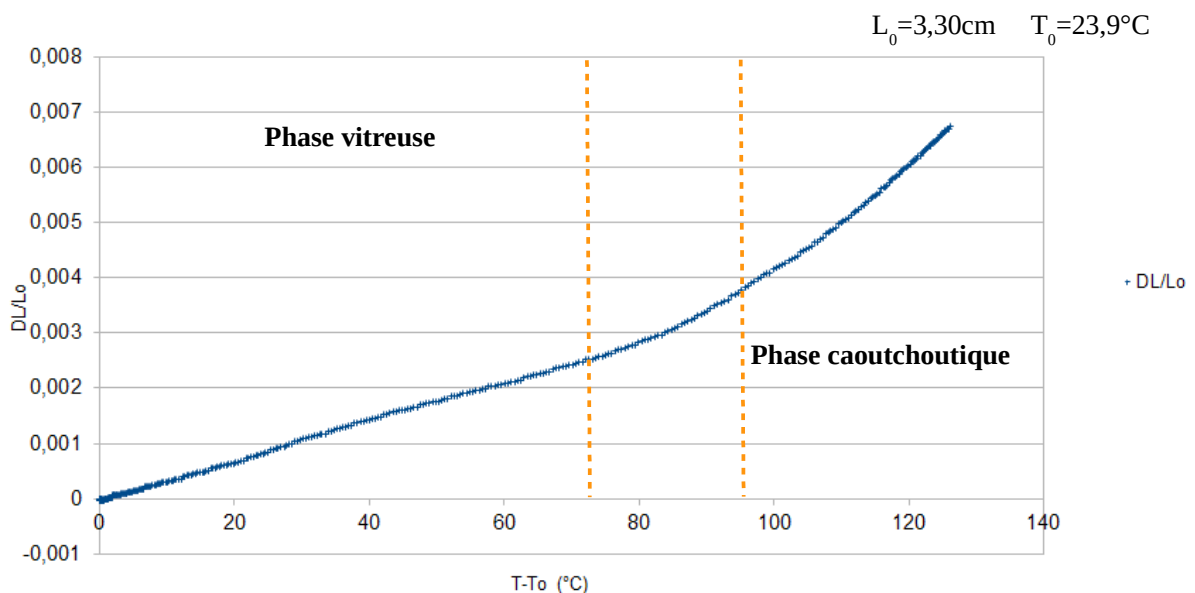


Illustration 2: Représentation graphique de l'allongement relatif de l'époxy en fonction de la température  $T-T_0$

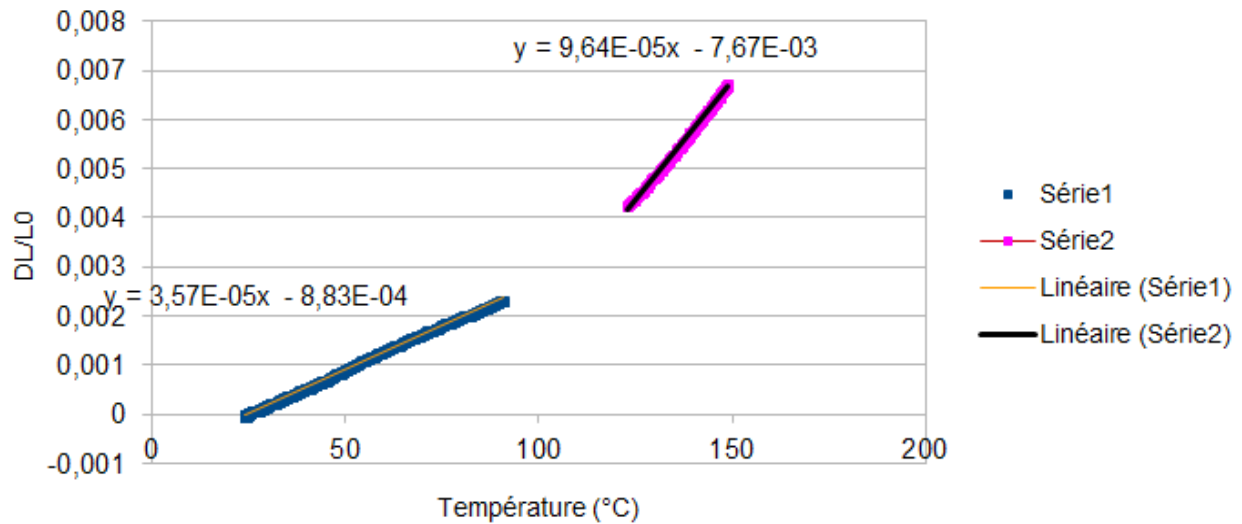


Illustration 3: Représentation graphique de l'allongement relatif de l'époxy en fonction de la température

On obtient alors deux coefficients de dilatation linéaires :

$$\alpha_{\text{mesuré}}(\text{phase vitreuse}) = 35,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

$$\alpha_{\text{mesuré}}(\text{phase caoutchouc}) = 96,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

Une correction doit être apportée due à la dilatation de la silice. On obtient alors notre  $\alpha$  de l'échantillon en moyennant les valeurs de  $\alpha$  sur une plage de température où celui-ci est constant. En effet selon la courbe ci-dessous, pour  $T$  appartenant à l'intervalle 55-100 $^{\circ}C$  le coefficient de dilatation est presque constant.

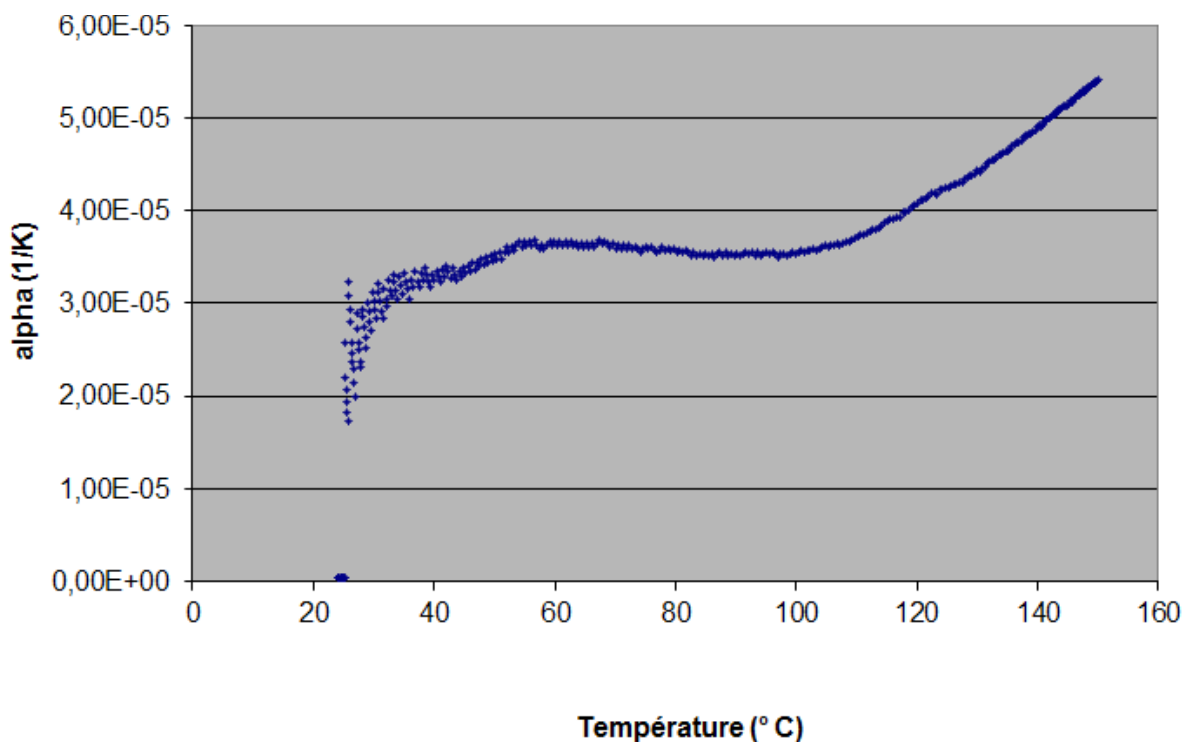


Illustration 4: Evolution du coefficient de dilatation thermique de l'époxy avec la température

Or,

$$\alpha = \alpha_{\text{mesuré}} + \alpha_{\text{silice}}$$

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

Epoxy (état vitreux)  
 $\alpha = 35,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

Epoxy (état caoutchoutique)  
 $\alpha = 47 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$



Remarque: le coefficient de dilatation linéaire pour l'époxy dans la phase caoutchoutique n'est pas tout à fait constant d'après la courbe. Il faudrait prendre en compte les variations de la température. Le résultat donné est donc une moyenne des  $\alpha$ , avec la correction des  $\alpha$  silice, dans la phase caoutchoutique.

La température de transition vitreuse est caractéristique d'un changement d'état du polymère. En effet, on passe d'un état vitreux (« dur », cassant) à un état dit caoutchoutique (« mou »). Cette température est déterminée en résolvant le système d'équation regroupant les deux équations obtenues précédemment (illustration 3).

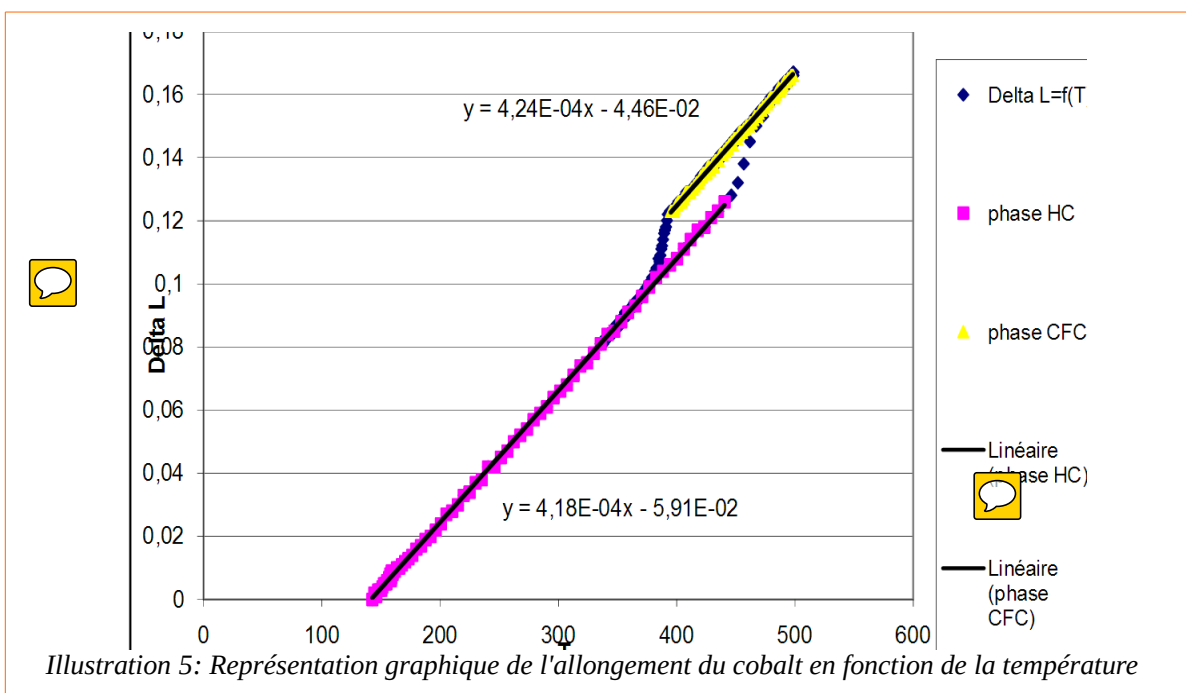
$$T_g = 112^\circ\text{C}$$

Dans la cas d'un solide isotrope on peut définir  $\alpha_v = 3\alpha$

Epoxy (état vitreux)  
 $\alpha_v = 106,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

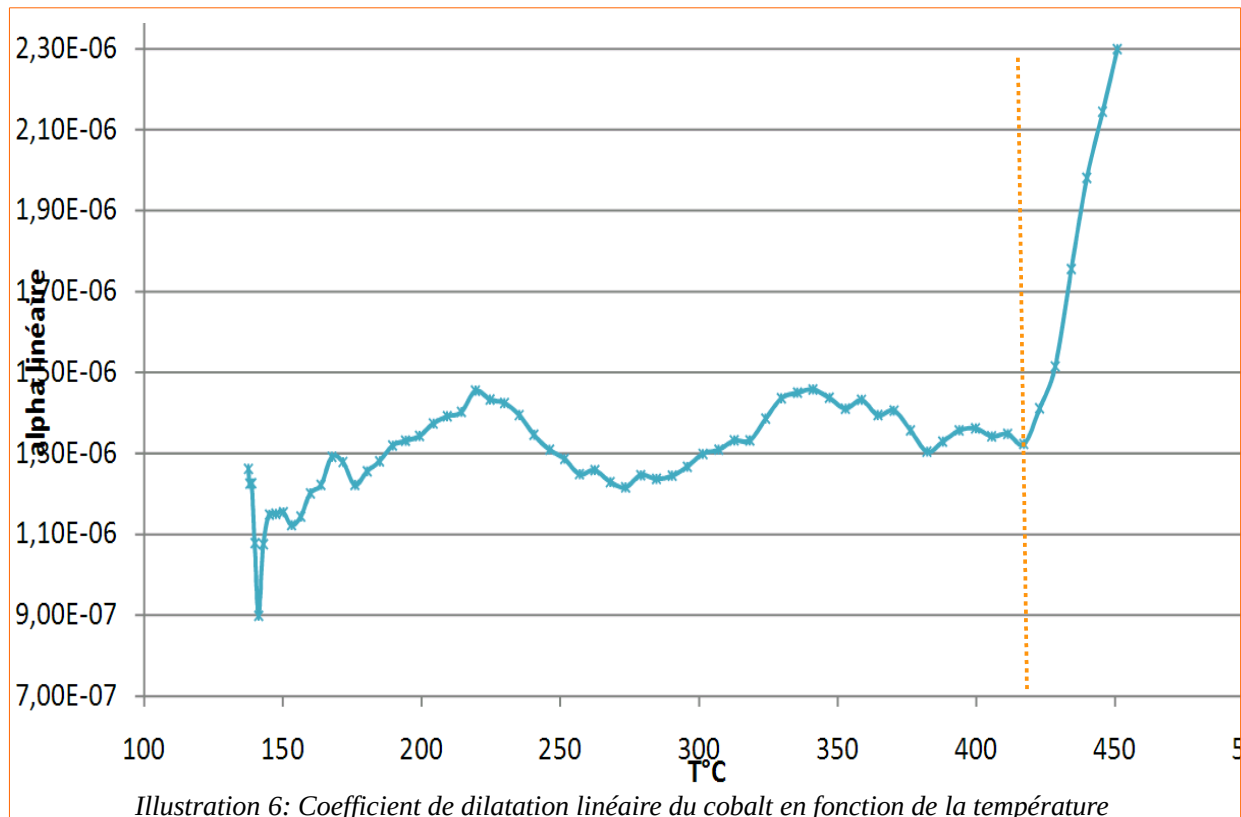
### B. Etude du cobalt

Lors de cette étude nous n'avons pas obtenu les courbes attendues, c'est pourquoi nous avons utilisé celles réalisées par un autre binôme.



On observe deux droites qui correspondent au réseau cristallin hexagonal compact et cubique faces centrées. Selon cette courbe (illustration 5), il semblerait que les coefficients de dilatation soient les mêmes quel que soit l'état cristallin du cobalt.

Sur la courbe (5), 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 d'environ 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.



On remarque, d'après la courbe (illustration 6), que le coefficient de dilatation linéaire est à peu près constant dans le réseau hexagonal compact. Lors de la transition allotropique, et malgré les affirmations précédentes il apparaît nécessaire de devoir tenir compte des variations de température pour déterminer un  $\alpha$ .

Avec ces courbes, nous ne sommes pas en mesure de déterminer les  $\alpha$  demandés pour le cobalt. On peut simplement donner une valeur approximative pour le cobalt en hexagonal compact.

$$\alpha(\text{HC}) = 1,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

#### IV. Incertitudes

-1- Incertitude sur  $\alpha$  linéaire :

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

$$\ln(\alpha) = \ln(L - L_0) - \ln(T - T_0) - \ln T_0$$

$$\frac{d\alpha}{\alpha} = \frac{d(L-L_0)}{T-T_0} - \frac{d(T-T_0)}{T_0} - \frac{d(L_0)}{L_0}$$

$$\frac{\Delta\alpha}{\alpha} = \frac{\Delta L}{L-L_0} + \frac{\Delta L_0}{L-L_0} + \frac{\Delta(T)}{T-T_0} + \frac{\Delta(T_0)}{T-T_0} + \frac{\Delta L_0}{L_0}$$

$\Delta L_0(\text{mm})$	$\Delta L$	$\Delta T = \Delta T_0(^{\circ}\text{C})$
0,05	*	1

\*L'incertitude  $\Delta L$  du dilatomètre n'a pas été relevée.

#### **IV. Conclusion**

Nous avons pu mesurer les coefficients de dilatation de deux matériaux grâce à une méthode de dilatométrie simple. On a remarqué une certaine évolution des coefficients de dilatation thermique linéaire avec la température. De plus, pour le cobalt, on a vu que la dilatation pouvait provoquer des changements au sein même de la maille. Par ailleurs, nous avons pu déterminer, grâce à cette méthode, des températures de changement de phase.

Cette méthode nous a permis d'obtenir de bons ordres de grandeur des coefficients de dilatation malgré des incertitudes. On aurait pu, pour le cobalt, isoler l'échantillon avec du gaz d'argon afin de limiter l'oxydation du métal du fait des températures élevées et de la présence d'oxygène dans l'air et ainsi améliorer les résultats.

Enfin, il apparaît donc que la connaissance de la réaction d'un matériau lorsqu'il se dilate est très importante car la dilatation va modifier ses propriétés mécaniques.