

ADHESIFS POLYMERISES - TEMPERATURE DE TRANSITION VITREUSE ET COEFFICIENTS DE DILATATION (ANALYSE THERMOMECHANIQUE)

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant la caractérisation d'un adhésif, d'après l'étude de la variation dimensionnelle de celui-ci, lorsqu'il est soumis à un programme thermique défini. On détermine, sur l'adhésif étudié, la température de transition vitreuse (Tg) et les coefficients de dilatation avant et après la température Tg.

Cette méthode s'applique à tout type d'adhésif polymérisé.

2.PRINCIPE

Cette méthode consiste à chauffer, à une vitesse de montée en température contrôlée à l'aide d'un analyseur thermomécanique, une éprouvette présentant deux surfaces planes et parallèles, placée sur un support. Une sonde de diamètre inférieur déterminé, placée au contact de l'éprouvette, et sur laquelle une force d'intensité déterminée est appliquée, permet d'enregistrer en continu les variations dimensionnelles de l'éprouvette. Le thermogramme obtenu représente le déplacement de la sonde, en fonction de la température. On détermine la température de transition vitreuse, correspondant à une rupture de pente sur la courbe obtenue, matérialisant une variation de coefficient de dilatation de l'éprouvette. Cette température est lue au point onset de la courbe (point d'intersection des deux tangentes à la courbe).

On calcule également les coefficients de dilatation avant et après la température Tg.

3.APPAREILLAGE

3.1.ANALYSEUR THERMOMECHANIQUE

comportant les éléments suivants :

3.1.1.CELLULE DE MESURE

permettant la lecture du déplacement de la sonde au contact de l'éprouvette.

3.1.2.PROGRAMMATEUR DE TEMPERATURE

permettant une montée régulière en température, à vitesse réglable, suivant la nature de l'éprouvette utilisée.

3.1.3.ENREGISTREUR XY

assurant le tracé en continu de la variation dimensionnelle de l'éprouvette, en fonction de la température.

3.2.SONDE DE DILATATION

cylindrique à bout plat de diamètre inférieur 2 à 3 millimètres suivant les appareils (mesure).

3.3.SONDE DE PENETRATION

cylindrique à bout plat de diamètre inférieur 1 millimètre (étalonnage).

3.4.MASSES

de 2 grammes (mesure) et de 5 grammes (étalonnage) ou système permettant d'appliquer sur la sonde une force contrôlée équivalente.

3.5.MICROMETRE OU SYSTEME DE MESURE

permettant la lecture exacte de la dimension initiale de l'éprouvette.

3.6.SYSTEME DE REFROIDISSEMENT

de l'appareil de mesure, pour essais à basse température : neige carbonique, azote liquide...

3.7.CALCULATEUR

éventuellement, permettant le traitement des courbes d'enregistrement.

3.8.ETUVE

réglée à $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.9.DESSICCATEUR**3.10.CAPSULE**

pour analyse enthalpique différentielle (DSC).

3.11.EMPORTE-PIECE, SCIE,...**4.REACTIFS****4.1.GAZ DE BALAYAGE SEC**

Azote, air, hélium,...

4.2.INDIUM

(In), qualité pour analyse thermique.

4.3.ZINC

(Zn), qualité pour analyse thermique.

4.4.CYCLOHEXANE

(C₆H₁₂), qualité pour chromatographie.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.ETALONNAGE DE L'APPAREIL EN TEMPERATURE

- Choisir deux étalons dont les points de fusion ou de changement d'état connus, permettent une calibration sur la gamme de température utilisée pour l'analyse.

Exemples :

Indium (4.2) et zinc (4.3) pour les essais de 30 °C à 300 °C environ.

Cyclohexane (4.4) et indium (4.2) pour les essais de - 100 °C à 200 °C environ.

- Pour les étalons solides, aplanir un petit morceau d'étalon de façon à obtenir un disque d'environ 3 millimètres de diamètre sur 0,5 millimètre d'épaisseur.
- Placer l'étalon dans une capsule pour analyse enthalpique différentielle (DSC). Recouvrir la capsule de son couvercle.
- Pour les étalons liquides, à température ambiante, introduire quelques gouttes d'étalon dans une capsule (3.10) et faire congeler. Recouvrir ensuite la capsule de son couvercle.
- Utiliser la sonde de pénétration (3.3) et la masse de 5 grammes (3.4) pour la mesure des points de fusion.
- Calibrer, selon les indications du constructeur, à la vitesse utilisée pour l'analyse, sous balayage du gaz utilisé pour l'analyse.
- Relever le point onset A de la courbe de fusion (voir annexe 1).

5.2.PREPARATION ET DIMENSIONS DES EPROUVETTES

5.2.1.PREPARATION DES PLAQUES

Les plaques obtenues par coulage, ayant une épaisseur de 4 millimètres, sont polymérisées à une température, pendant une durée dépendant de l'échantillon et données par le fournisseur.

Sécher les plaques pendant 16 heures à 60 °C $\pm$ 2 °C dans l'étuve (3.8) puis les conserver dans le dessiccateur (3.9), ou toute autre condition donnée par les documents.

5.2.2.DIMENSIONS DES EPROUVETTES

Les éprouvettes sont prélevées dans les plaques obtenues au paragraphe 5.2.1, à l'aide de l'outil (3.11), et doivent avoir une forme cubique de section 4 x 4 millimètres et de hauteur 4 millimètres.

Nota : Les faces inférieures et supérieures doivent être parfaitement planes et parallèles.

5.3.CONDITIONS D'ESSAI

5.3.1.VITESSE DE MONTEE EN TEMPERATURE

10 °C/min $\pm$ 1 °C/min.

5.3.2.PLAGE DE TEMPERATURE

Elle est déterminée en fonction de la position du point de transition vitreuse Tg.

- Pour Tg > 50 °C (exemple : résines époxydes)
 - Première montée en température de l'ambiante à 100 °C.
 - Puis essai de 30 à 250 °C.
- Pour Tg $\leq$ 50 °C (exemple : résines polyuréthannes)
 - Première montée en température de l'ambiante à 80 °C.
 - Puis essai de - 60 °C à 200 °C.

5.4.MESURE

- Mesurer la hauteur de l'éprouvette à l'aide du micromètre (3.5).
- Placer l'éprouvette sur l'analyseur thermomécanique (3.1), muni de la sonde de dilatation (3.2).
- Mettre en place le système de refroidissement (3.6) et le balayage de gaz adapté (4.1).
- Placer sur la sonde la masse de 2 grammes (3.4) ou la force équivalente.
- Programmer les différents paramètres de l'essai.