

Guide d'application pour les époxies

4.0 – Analyse thermogravimétrique (TGA)



Adhésif époxyde - Guide d'application - 4.0 - Analyse thermogravimétrique (TGA)

Ce guide est un outil pédagogique conçu pour aider les utilisateurs de colle à acquérir une compréhension plus approfondie des adhésifs par des tests définissant ses propriétés. Ce guide est la résultante des efforts combinés de plusieurs départements d'Epoxy Technology, Inc. notamment: la Qualité, la recherche et le développement, le service technique, le service des formulations spécifiques, la fabrication et les services des ventes et du marketing.

Bien que nous ayons fondé notre guide sur les plus récentes données et tests disponibles, les progrès des méthodes d'essai et des matériaux sont en constante évolution.

Merci d'utiliser cet ouvrage seulement comme un guide général et de suivre dans tous les cas les recommandations répertoriées sur des fiches techniques ainsi que toutes les instructions techniques supplémentaires fournies avec votre produit de collage.

Nous espérons que les informations contenues dans ce guide vous seront utiles dans le choix du meilleur adhésif pour votre application.

Pour toutes assistances supplémentaires nécessaires, merci de contactez nos experts applications chez John P. Kummer AG, info@jpkummer.ch; Tél : 041 748 10 80.

4.0 Analyse thermogravimétrique (TGA)

TGA est un procédé pour mesurer les plus petites variations de poids d'un matériau en fonction de la température. Cette technique est utilisée pour déterminer la température de dégradation. Elle peut également être utilisée pour mesurer la teneur en humidité et le niveau de dégazage. Il est aussi utilisé comme méthode pour vérifier le contenu des charges inorganiques (telles que les paillettes d'argent) dans des formulations pour l'acceptation des lots selon la norme QC ASTM D3850, «Méthode de mesure par la dégradation thermique rapide d'un matériau solide isolant électrique par thermogravimétrie (TGA)

Comme le montre le schéma de la figure 1, la TGA utilise une balance de très grande précision en atmosphère contrôlée. Un panier échantillon est suspendu à un bras d'un côté et équilibré de l'autre par une tare.

Le système est conçu pour compenser les variations de poids de l'échantillon et maintenir ainsi une position équilibrée.

Quand un échantillon est chauffé, il commencera normalement à perdre de la masse à basse température ce qui correspond généralement à l'évaporation soit de l'humidité ou à un faible poids moléculaire, tandis qu'à des températures plus élevées, les pertes de poids plus importantes sont dues à la dégradation finale du produit. La perte de masse entraîne une légère remontée du bras de balance coté échantillon. Une LED infra rouge est montée sur le milieu du bras de la balance. Lorsque la position de la balance se modifie et décentre la LED, un capteur IR mesure la différence d'intensité.

Le courant est ensuite fourni à un compteur qui rétablit la position de la balance jusqu'à ce que la lumière provenant de la LED soit de nouveau centrée sur le photo détecteur. La quantité de courant nécessaire pour retourner à la position zéro est directement proportionnelle au déplacement du support échantillon et, par conséquent, du changement de masse de ce dernier.

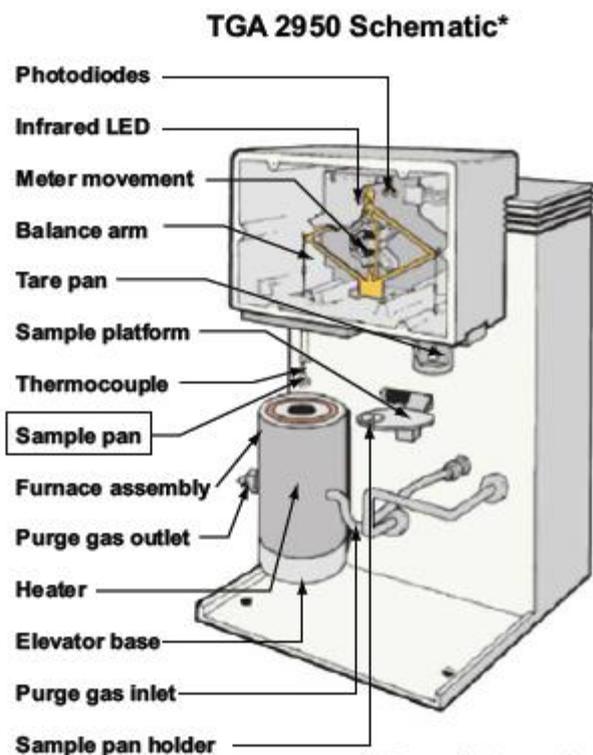


figure 1

4.1 Température de dégradation

La sortie d'un scan TGA est généralement un pourcentage de perte de poids comparé à une courbe de température (comme le montre la figure 2). La température de dégradation d'une colle polymérisée peut être calculée de deux manières. La première approche est la température de dégradation à son apparition. Cette température est calculée à partir de l'intersection sur la courbe de la tangente de la pente maximale de la perte de poids avec la tangente de la ligne de base.

La seconde approche est le seuil de 10% de perte de poids en température. Ce calcul est très simple pour les colles non chargées. Dans ce cas, c'est tout simplement la température à laquelle le matériau a perdu 10% de son poids de départ.

Pour les colles chargées, cette perte de poids est déterminée sur la base de la perte de 10% du polymère composant la formulation. Par exemple, si un matériau conducteur est composé de 70% de paillettes d'argent, 30% seulement du système est un polymère. Une perte de 10% de la masse du composant polymère représente une perte de 3% de l'ensemble de la colle.

En général, comme on le voit dans le graphique ci-dessous, les deux méthodes constatent des valeurs très similaires pour la température de dégradation.

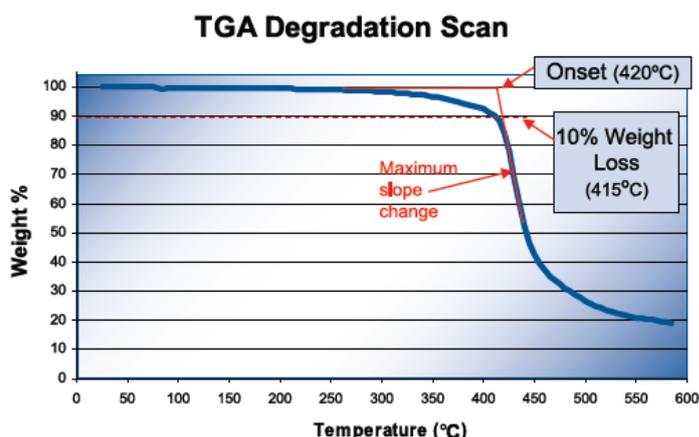


figure 2

En règles générales sur les fiches techniques, les températures extrêmes en fonctionnement continu et en intermittent sont calculées sur la base de la courbe de dégradation de la température. L'extrémité supérieure de la fenêtre de fonctionnement continu est calculée en soustrayant 150 °C de la température de dégradation. L'extrémité supérieure de la fenêtre de fonctionnement intermittent est calculée en soustrayant de 50 °C de la température de dégradation.

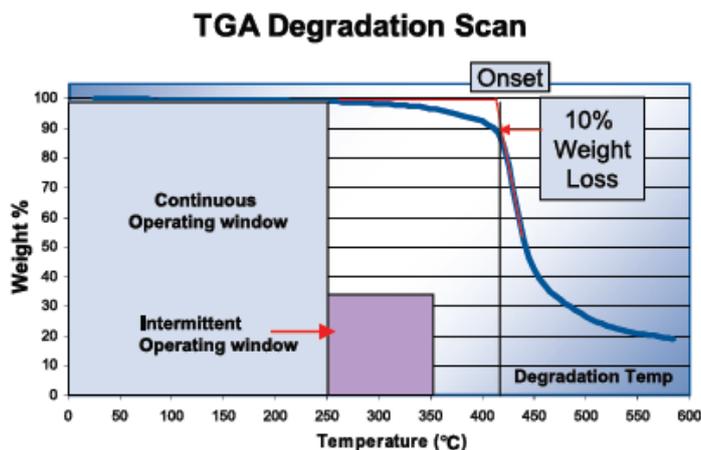


figure 3

Par exemple, pour le matériau de la figure 3, la température de dégradation est environ 420°C. Ainsi, 370°C est la température de fonctionnement l'intermittente et 270°C est la température de fonctionnement en continue. En règle générale, nous ajoutons un facteur de sécurité de sorte que la fiche technique mentionne respectivement 350°C et 250°C en maximal de fonctionnement intermittente et continue.

4.2 Méthode de dégazage (stabilité thermique)

La courbe de perte de poids en fonction de la température est également utilisée pour déterminer la perte de poids à des températures spécifiques. Cette perte de poids est souvent interprétée comme un dégazage ou une stabilité thermique. Les fiches techniques signalent généralement des niveaux de dégazage à 200°C, 250°C et 300°C.

Une perte de poids inférieure à 1,0% à 200°C est requise par la norme MIL-STD 883, méthode 5011 (dégazage faible)

Figure 4 ci-dessous montre un exemple de calcul de dégazage.

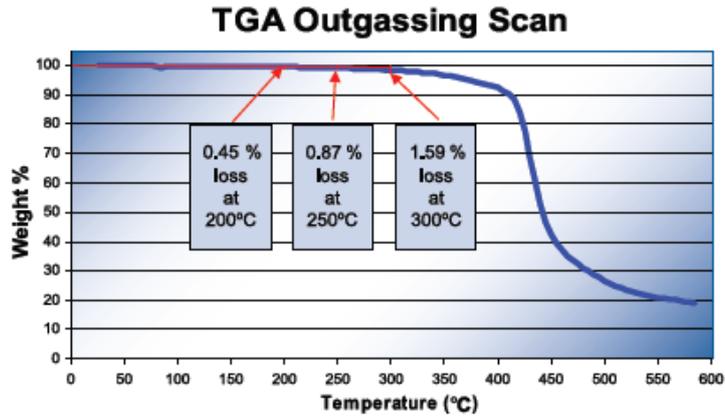


figure 4

Dans l'industrie, l'exigence de dégazage maximum formulée par la NASA reste la référence en terme de spécification. Les produits qui répondent à cette spécification doivent présenter moins de 1,0% de perte total de masse (TML) après avoir été exposé à 125°C pendant 24 heures sous vide. Ils doivent également avoir dégagé moins de 0,1% de matières volatiles condensables (CVMC) au cours de cette exposition.

Le tableau ci-dessous répertorie les produits EPO-TEK qui sont conformes aux normes de dégazage de la NASA.

Epoxy Technology

EPO-TEK Materials Meeting NASA Outgassing Requirements

Product	TML* (<1.0%)	CVMC** (<0.1%)	Cure Time	Cure Temp	Description
302-3M	0.70	0.01	7 Days	25° C	Optical
314	0.77	0	2 Hours	120° C	Optical
353ND	0.81	0.01	1 Hours	120° C	Optical
377	0.54	0.02	1 Hours	150° C	Optical
390	0.43	0.01	30 Min.	25° C	Polyimide
920	0.65	0.01	45 Min.	80° C	Alumina-Filled
930	0.49	0	45 Min.	80° C	Boron Nitride-Filled
E2101	0.32	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
E2116	0.32	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
E3081	0.13	0.01	1 Hours	220° C	Silver-Filled
E4110-LV	0.97	0.01	3 Days	25° C	Silver-Filled
H20E	0.62	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
H20E-PFC	0.76	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
H21D	0.19	0	30 Min.	100° C	Silver-Filled
H22	0.99	0.01	20 Min.	100° C	Silver-Filled
H27D	0.52	0.09	1 Hours	150° C	Silver-Filled

Adhésif époxyde - Guide d'application - 4.0 - Analyse thermogravimétrique (TGA)

Product	TML* (<1.0%)	CVCM** (<0.1%)	Cure Time	Cure Temp	Description
H31	0.54	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
H31-LV	0.47	0.02	1 Hours	125° C	Silver-Filled
H35-175MP	0.33	0.02	1.5 Hours	150° C	Silver-Filled
H37-MP	0.27	0.01	1 Hours	150° C	Silver-Filled
H44	0.27	0	1 Hours	150° C	Gold-Filled
H63	0.19	0.01	1 Hours	120° C	Alumina-Filled
H67-MP	0.37	0	1.5 Hours	150° C	Alumina-Filled
H70E	0.99	0.03	12 Hours	60° C	Alumina-Filled
H72	0.31	0	30 Min.	100° C	Alumina-Filled
H73	0.43	0.01	20 Min.	100° C	Alumina-Filled
H74	0.27	0.01	24 Hours	50° C	Alumina-Filled
H77	0.22	0	1 Hours	125° C	Alumina-Filled
H81	0.62	0	16 Hours	60° C	Gold-Filled
T7109	0.80	0.13	1 Hours	150° C	Boron Nitride-Filled
U300-2	0.97	0.01	30 Min.	150° C	Underfill

* Total Mass Lost

** Collected Volatile Condensable Materials

L'industrie de la fibre optique dispose également d'un ensemble d'exigences en matière de dégazage comme par exemple la norme Telcordia GR-1221. La colle polymérisée est chauffée de 50°C à 150°C avec une montée de 5°C/ min dans le TGA. Une perte de poids 0,1% ou moins est considérée comme une preuve d'un système parfaitement polymérisé. Par ailleurs, une perte de poids de 0,25% est admise pour une colle correctement réticulée aux UV.

Les produits EPO-TEK répondant à la norme Telcordia :

Telcordia GR-1221

EPO-TEK®	Cure	Weight Loss @ 150°C
353ND	150°C - 30 min.	0.037%
375	150°C - 30 min.	0.041%
OE184	150°C - 30 min.	0.027%

John P. Kummer AG, Riedstr. 1, 6330 Cham, Suisse
041 748 10 80 ; info@jpkummer.ch

