

Guide d'application pour les époxies

6.0 – analyse mécanique dynamique (DMA)




KUMMER
SEMICONDUCTOR TECHNOLOGY



!EPOXY.
* TECHNOLOGY

Adhésif époxyde - Guide d'application - 6.0 Analyse mécanique dynamique (DMA)

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.

6.0 Analyse mécanique dynamique (DMA)

La DMA mesure la réponse d'un matériau à une contrainte ou à une déformation oscillatoire (sinusoïdale).

Soit la contrainte imposée est contrôlée et la déformation résultante de l'échantillon est enregistrée, soit la déformation est contrôlée et le niveau de contrainte résultant est mesuré.

Quand un stress est imposé à un système polymère, ce stress sera dissipé à travers le matériau et généralement avec un certain niveau de déformation. Les polymères sont par nature visco-élastomérique Il en résulte qu'une partie seulement de la déformation sera réversible lorsque la contrainte est relâchée. C'est la partie d'élastomérique de la réponse.

Rappelons la loi de Hooke pour un solide élastique idéal :

$$\sigma = k * \epsilon$$

Where: σ = stress
 ϵ = strain
k = spring constant

L'équation ci-dessus montre que la longueur d'un ressort étiré tendu est proportionnelle à la quantité de la contrainte imposée. La proportionnalité est décrite par la constante du ressort k. La constante de rappel peut être considérée comme la rigidité du ressort. Un autre terme pour la rigidité d'un matériau est le module, E.

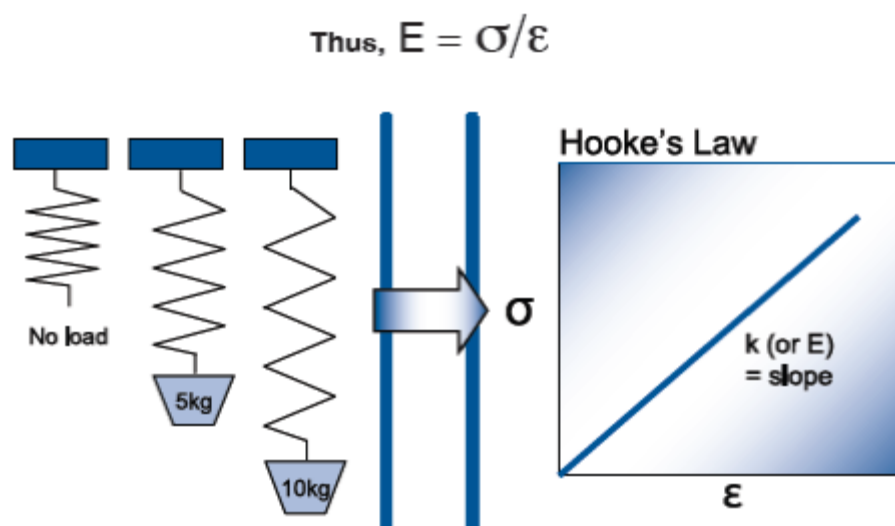


figure 1

Figure 1 ci-dessus montre la loi de Hooke pour la relation linéaire entre la charge appliquée et l'allongement d'un ressort élastique.

Toutefois, comme indiqué ci-dessous (figure 2), si la charge devient trop importante, le ressort sera effectivement soumis à une certaine à une déformation qui sera permanente et, qui ne pourra plus revenir à sa longueur d'origine lorsque la charge sera relâchée.

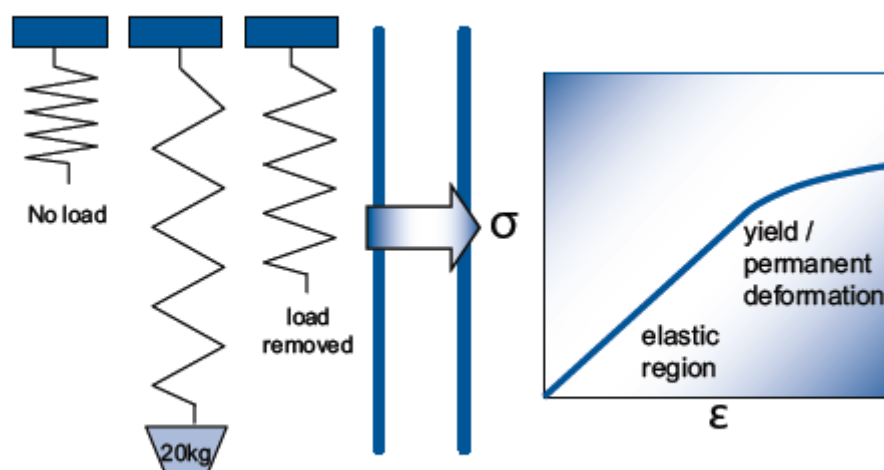


figure 2

Comme le montre les figures 3a et 3b ci-dessous, lorsque de très faibles niveaux de stress sont appliqués à un système polymère, les chaînes de polymères qui sont entrelacées commencent à s'étirer et à se redresser légèrement. Il en résulte un faible niveau de déformation. Toutefois comme le ressort, l'entropie tend à conduire la majorité des chaînes à retourner dans leur position originelle préférentielle dès que la charge est libérée.

Avec des charges plus élevées, comme le montre la figure 3c, les chaînes ne seront pas seulement étirer et dérouler, mais commenceront réellement à se démêler et glisser les unes sur les autres. Cette déformation n'est pas réversible. À l'extrême, le glissement des chaînes devient similaire à un écoulement visqueux. Si le système n'est pas réticulé, les chaînes moléculaires seront éventuellement détruites. Toutefois, si le système est réticulé, il va s'étirer et s'étaler jusqu'à ce que les liaisons entre les chaînes deviennent les seules forces qui les maintiennent ensemble. Finalement les chaînes se rompent et l'échantillon cède.

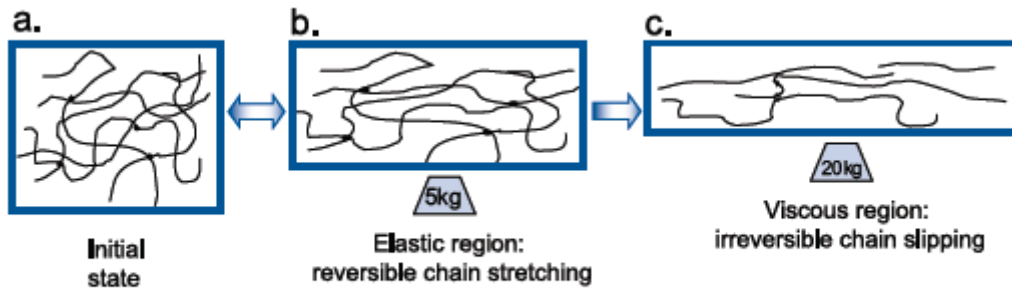


figure 3

Alors que la loi de Hooke décrit le comportement des composants élastomériques d'un polymère face à une contrainte / déformation, la loi des fluides parfaits de Newton est souvent utilisée pour décrire l'autre extrémité de la réponse d'un polymère à la contrainte visqueuse du flux.

$$\sigma = \eta(dy/dt)$$

Where: σ = stress
 η = viscosity
 dy/dt = strain rate

L'équation de Newton montre que la quantité déplacée d'un fluide idéal dans un temps donné est proportionnelle à la force de la contrainte imposée. La proportionnalité est décrite par la viscosité du fluide.

Souvent, les amortisseurs de voiture sont utilisés pour illustrer le comportement de ce flux visqueux. Comme le montre la figure 4, la vitesse à laquelle le liquide est poussé à travers les trous du piston est dépendante de la contrainte / charge placée sur l'amortisseur.

Contrairement à la déformation réversible du ressort, le déplacement du fluide dans l'amortisseur est entièrement irréversible. Ainsi, tous les efforts qui ont été effectués sur l'amortisseur sont dissipés dans le fluide.

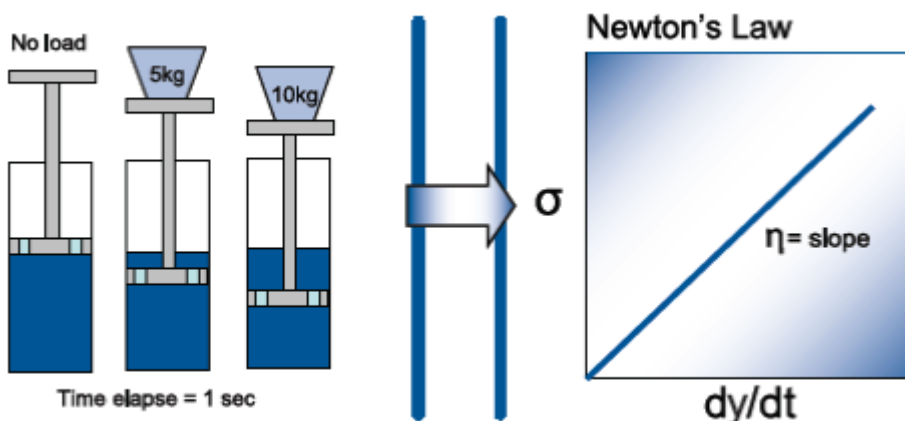


figure 4

Vous noterez que la composante visqueuse de la déformation introduit le temps comme une variable clé. Comme indiqué précédemment, un polymère répond en premier à une contrainte appliquée, par étirage et déploiement de ses chaînes suivi par un désentrelacement et enfin le glissement des chaînes entre elles. Ces modifications du polymère ont besoin de temps pour se produire.

En conséquence, au fil du temps, la réponse effective d'un polymère à une contrainte appliquée correspond plus à la figure 5 ci-dessous :

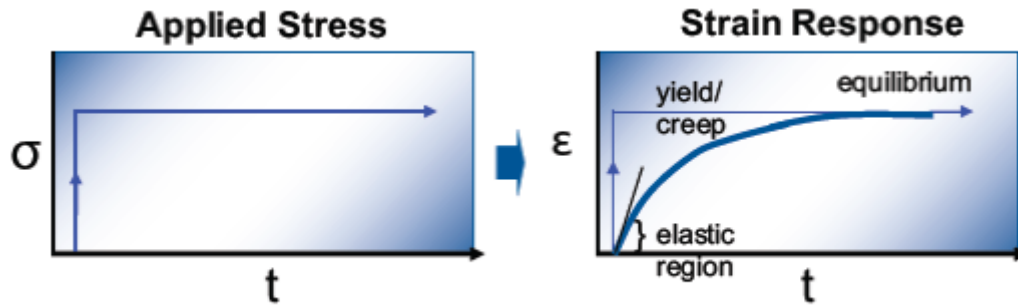


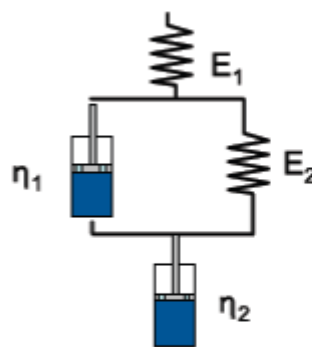
figure 5

Comme le montre le schéma ci-dessus, lorsqu'une contrainte constante ou une charge est appliquée à un système polymère, la première réponse est un étirement et déploiement des chaînes résultant de la déformation élastomérique. Si le polymère était un vrai ressort, la déformation parviendrait rapidement à un point d'équilibre et aucune déformation supplémentaire ne se produirait (comme un poids suspendu à l'extrémité d'un ressort).

Cependant, avec un système visco-élastomérique sous une charge soutenue, les chaînes du polymère commencent à se désentrelacer et à glisser légèrement. Le processus de désentrelacement permettra également au polymère de s'étirer un peu plus. Le glissement et l'étirement supplémentaire entraîne une déformation additionnelle dans le temps, appelée fluage. Finalement, les chaînes se seront étendues au maximum de leur possibilité et les déformations suivantes viendront du glissement des chaînes visqueuses n'ayant plus de liaisons.

Beaucoup de modèles mécaniques ont été développés pour simuler le comportement visco-élastomérique. Un des plus populaires est le modèle à 4 éléments illustré par la figure 6 ci-dessous. Le premier ressort régit la réponse initiale élastique, suivie d'un mix d'éléments ressort et d'amortisseur en parallèle, puis, enfin, l'aspect purement amortisseur visqueux en série avec tout ce qui précède.

4 Element Model



$$\epsilon(f) = \left(\frac{\sigma_0}{E_1}\right) + \left(\frac{\sigma_0}{\eta_1}\right) + \left(\frac{\sigma_0}{E_2}\right)\left(1 - e^{-\frac{t}{\eta_2/E_2}}\right)$$

figure 6

Lorsque la contrainte/charge est libérée, l'entropie va lentement provoquer le retour des chaînes polymères étirées à leur état d'origine. Toutefois, seule la partie élastique de la déformation reviendra à son état initial et l'échantillon aura cependant subit une déformation relative par rapport à son état d'origine. (figure 7).

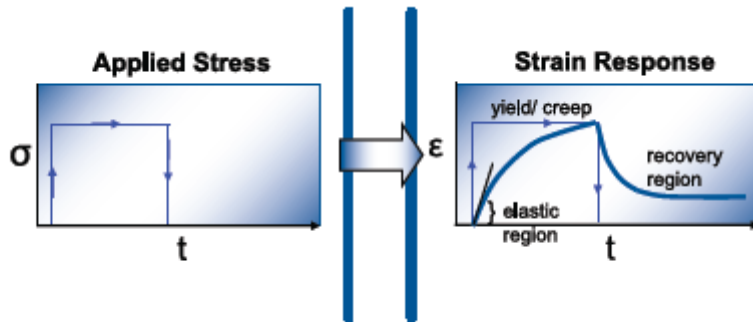


figure 7

Le dernier élément clé qui peut avoir un impact sur le comportement contrainte / déformation d'un matériau est la température. Comme le montre la figure 8, des températures plus élevées augmentent la mobilité des chaînes polymères. Pour une charge donnée sur un même matériau, il en résulte une déformation plus rapide et plus importante que dans le cas d'une température plus basse.

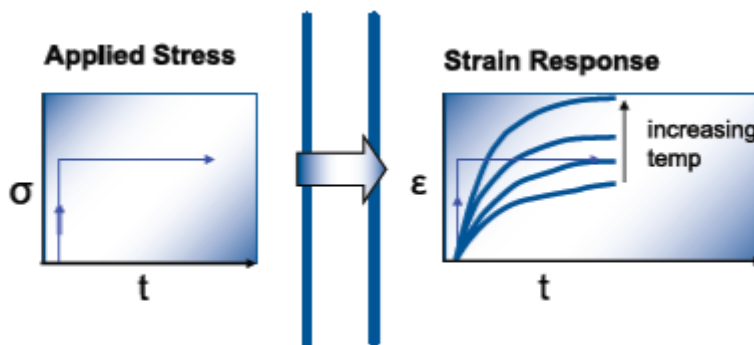


figure 8

Essais dynamiques

Comme mentionné au tout début de cette section, l'analyse mécanique dynamique mesure généralement la réponse par la déformation d'un matériau à une contrainte oscillante appliquée. Dans certains cas, la contrainte appliquée est contrôlée, et le résultat du niveau de contrainte dans le matériau est mesuré, mais cela est moins courant.

La figure 9 montre quelques-unes des nombreuses possibilités géométriques d'essais pour DMA.

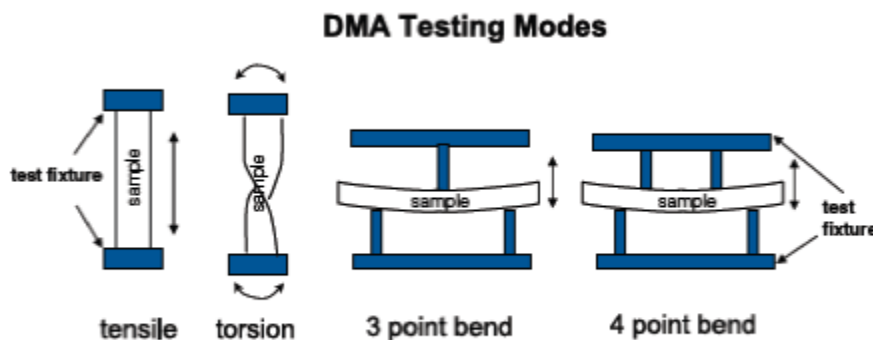


figure 9

Quelle que soit la forme de contrainte apportée à l'échantillon (traction, torsion ou flexion), toutes les DMA donnent soit une contrainte ou une déformation sinusoïdale pour un échantillon donné et mesurent la réponse du matériau.

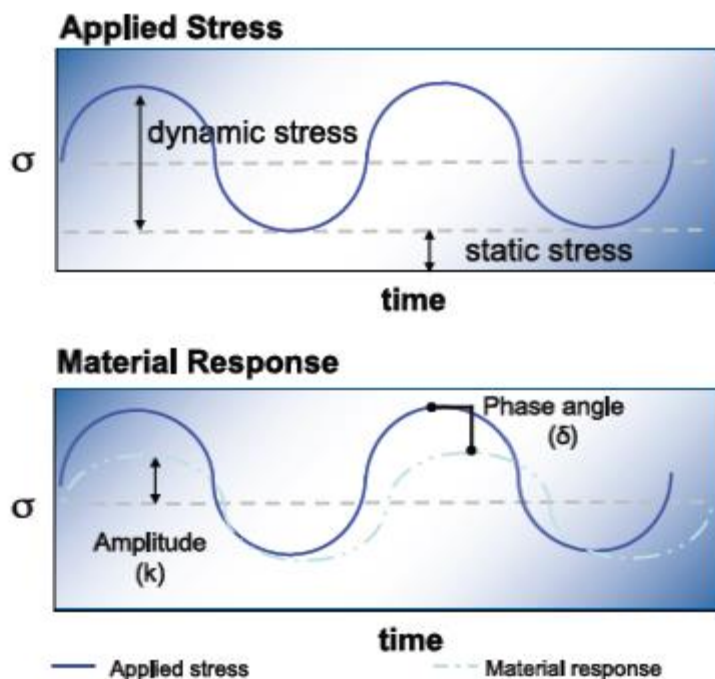


figure 10

Par conséquent, si l'équation concernant la contrainte appliquée au matériau ci-dessus est donné par :

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t)$$

Where: σ = stress at a given time
 σ_0 = the maximum applied stress
 ω = the frequency of the oscillation

La constante du matériau dépendra de son degré relatif d'élasticité par rapport à son caractère visqueux. Plus le matériau est élastomérique, plus la réponse sera proche du profil de la contrainte appliquée. Cependant, plus le matériau est visqueux, plus il faudra de temps à celui-ci pour circuler et répondre à la charge appliquée. La déformation sera moins réversible.

Par conséquent, la réponse en déformation qui en résulte pour le matériau de la figure 10 sera déphasée par rapport à la contrainte appliquée par une quantité δ :

$$\varepsilon = \varepsilon \sin(\omega t + \delta)$$

La déformation peut être étendue à la forme:

$$\varepsilon = \varepsilon \sin(\omega t) \cos\delta + \varepsilon \cos(\omega t) \sin\delta$$

Cette expression montre que la déformation est en fait composée de deux termes opposés à 90° l'un de l'autre. L'équation ci-dessus peut alors être écrite en termes de la contribution des composantes réelles et imaginaires:

$$\varepsilon = \varepsilon' \cos(\omega t) + i\varepsilon'' \sin(\omega t)$$

Le premier terme contient la composante réelle. Cela représente la partie de la réponse de déformation qui est due à la nature élastique du matériau. Le second terme est la partie déphasée de la réponse, qui reflète la capacité du matériau à dissiper l'énergie à travers des mécanismes visqueux. Le Module complexe de la matière peut être calculé en divisant l'équation de la contrainte par celle de la déformation :

$$E^* = \sigma/\varepsilon' + \sigma\varepsilon''$$

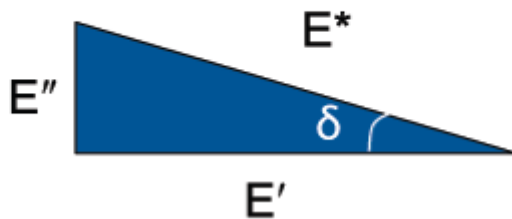
$$E^* = E' + E''$$

Where: E' = the real or "storage" modulus

E'' = the imaginary or "loss" modulus

Le rapport du module de perte au module de stockage (module d'élasticité) est connu sous le nom $\tan(\delta)$:

$$\tan(\delta) = E''/E'$$



La $\tan(\delta)$ est un paramètre significatif, car elle représente le ratio de la viscosité par rapport à la contribution élastique du matériau à une condition donnée.

Bien que les deux valeurs absolues et relatives, des modules de stockage et de la perte à la température ambiante, sont précieuses, généralement la DMA est gérée comme une fonction de la température. Mesurer la réponse d'un matériau au stress oscillant sur une large plage de température donne une mine de renseignements sur les transitions thermiques. Par exemple, la DMA offre une technique de plus haute résolution pour mesurer la T_g d'un matériau.

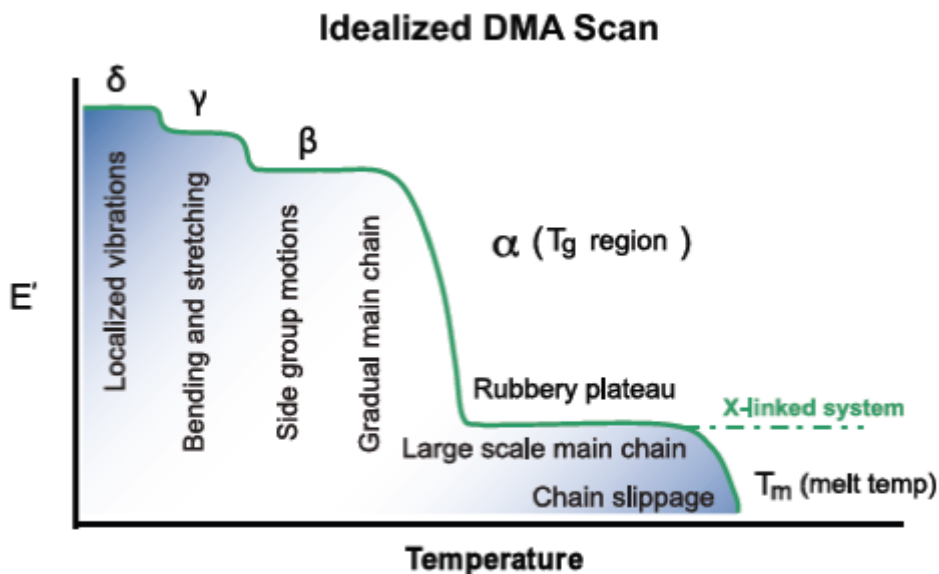


figure 11

Le balayage type d'une DMA représenté dans la figure 11 montre comment le changement du module d'élasticité d'un matériau avec la température peut être en mesure de révéler beaucoup de choses sur sa transition thermique. La transition la plus fréquemment signalée thermiquement pour un polymère thermodurcissable est sa température de transition vitreuse (T_g).

Comme indiqué précédemment, la T_g d'un matériau n'est pas réellement une transition thermodynamique discrète, mais est en réalité une région de températures dans laquelle la mobilité des chaînes polymères augmente de façon significative et les changements de matériaux à l'état rigide ou état vitreux à un état plus caoutchouteux. Ce changement est indiqué par une baisse significative du module d'élasticité lors du changement de réponse du matériau à partir du type élastique vers une déformation encore réversible puis vers un mouvement de la chaîne de plus en plus visqueux et irréversible.

Cette transition importante, la transition alpha (α), est généralement celle d'où la T_g provient. Au-delà de la région de transition vitreuse se situe le "plateau caoutchouteux", région où le rapport entre élasticité et viscosité atteint un équilibre. Pour un produit thermodurcissable polymérisé, ce plateau est maintenu jusqu'à ce que la température de la dégradation soit atteinte. Pour les systèmes non-réticulés la température de fusion sera atteinte à terme et entraînera un écoulement des liquides.

La figure 12 montre un exemple typique d'une courbe de DMA pour une résine époxy. Celle-ci montre à la fois le module de stockage et de perte ainsi que $\tan(\delta)$. A partir de cette courbe, la phase du T_g peut être vue de plusieurs façons. La première méthode de calcul de la T_g , la plus courante pour déterminer la T_g , est l'intersection des 2 tangentes dans la courbe du module d'élasticité (E'). Cela indique le point où les mouvements visqueux commencent à se ressentir. La seconde méthode est le sommet de la courbe du module de perte (E'') qui indique le point de glissement maximale de la chaîne dans un système. Enfin, le pic de la $\tan(\delta)$ la courbe peut être utilisée pour définir la T_g . Ce point indique où le ratio de réponse visqueuse à la réponse élastique est le plus élevé.

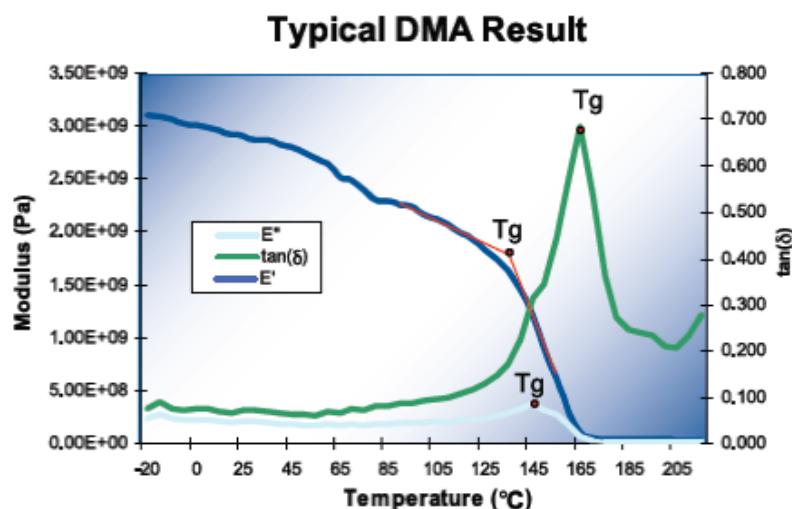


figure 12

Le sommet de la courbe $\tan(\delta)$ est un point de mesure répandu pour la T_g car il est en général plus facile à isoler. Cependant, ce cas met une nouvelle fois en évidence l'importance de définir comment une T_g est mesurée étant donné que chacune de ces trois méthodes de la détermination de la T_g sont acceptées dans l'industrie, mais qu'elles vous donneront des valeurs toutes différentes. Les T_g calculées à partir du sommet de la $\tan(\delta)$ seront toujours plus élevées que celles calculées à partir du module de perte d'élasticité. En règle générale, la T_g calculée à partir du facteur de perte se situe dans une position intermédiaire.

La courbe $\tan(\delta)$ peut être utilisée pour déterminer beaucoup plus d'informations que sa T_g . La largeur du sommet de la $\tan(\delta)$ peut indiquer jusqu'où un système est homogène. Les systèmes avec de très large sommet sont généralement composés d'un mélange de différentes longueurs de chaîne de polymères. Cela donne lieu à une réponse sur une

Adhésif époxyde - Guide d'application - 6.0 Analyse mécanique dynamique (DMA)

gamme de température élargie des mouvements de chaînes visqueuses significatives pour les divers composants. D'autre part, les systèmes avec des pics étroits ont généralement une distribution plus restreinte des catégories de chaînes et des poids moléculaires.

La hauteur ou l'amplitude de la courbe $\tan(\delta)$ courbe est directement liée à la capacité d'un matériau à dissiper l'énergie par mouvements segmentaires. Les systèmes avec de grands pics ont des ratios d'énergie plus hauts absorbant des mouvements visqueux et sont généralement plus durs que ceux avec des amplitudes basses.

L'utilisation finale commune des données d'une courbe de DMA est le plus basique afin de déterminer le module d'élasticité d'un matériau à une température donnée. Cette mesure est destinée à être utilisée dans les calculs de conception d'un assemblage.

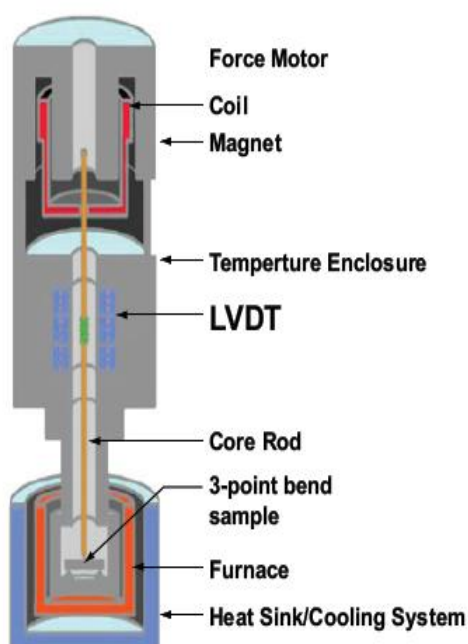
Puisque le module d'élasticité mesure la rigidité d'un matériau, celui-ci est souvent utilisé en association avec la connaissance du CTE du matériau (traité dans le prochain chapitre) afin de définir les niveaux de tension qui pourraient survenir au cours de la dilatation des substrats encollés. Par la suite, le meilleur choix peut être de sélectionner un matériau doté d'un module d'élasticité inférieur ou d'une dureté plus importante pouvant absorber n'importe quelles tensions encourues par la disparité des coefficients d'expansion thermique. Pour ces calculs, on utilise généralement le module d'élasticité, d'autant que nous partons du principe que les déformations du joint de colle seront très probablement assez faibles pour garder l'adhésif dans sa limite élastique

Caractéristiques typiques des gammes pour le module d'élasticité :

High:	>900,000	psi	(generally high Tg)
Med:	400,000 – 900,000	psi	(generally med Tg)
Low:	<150,000	psi	(soft/flex/resilient)

La figure 13 montre le schéma de la chambre de l'échantillon d'une mesure par DMA.

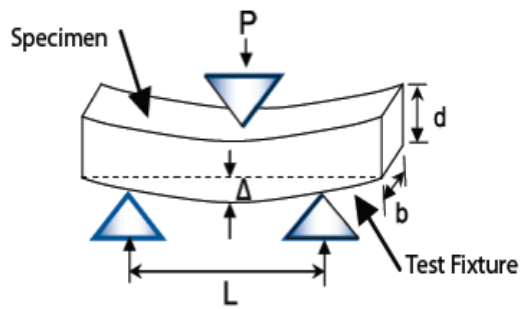
DMA7 SCHEMATIC*



*Courtesy of Perkin Elmer®, Shelton, CT

figure 13

3 Point Bend Set-up



$$E = \frac{L^3 P}{4bd^3 \Delta}$$

figure 14

La figure 14 montre la géométrie de l'échantillon utilisé pour mesurer le module d'un produit Epo-Tek. Une petite lame de matériau (3.0mm x 1.0mm x 18.0mm) est testée en flexion sur trois points.

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