

## Test de collage de billes de verre sur poutre mN

*Continuation du Projet de semestre de Maxime Blot.*

- *Socle : optimisation de la composition de la colle pour former le socle*
- *Colle : Essais de colles commerciales H70E et H70E2 (plus visqueuses que H70S précédemment testée) et essais de colles modifiées basées sur H70S.*

Caroline Jacq, 24.7.2015 (révision de la version du 17.03.2014)

**Projet :** MilliNewton poutre

**Mots-clefs :** colle, billes verre, billes acier, epoxy

### ***Test de pâte pour le socle :***

Cette première couche est déposée sous la forme d'un carré. (cf rapport MB)

La pâte doit bien garder la forme et doit avoir un bel état de surface afin que la bille se centre parfaitement. Deux couches sont nécessaires pour garantir une hauteur suffisante de la cavité ainsi créée. La colle remplira par la suite cette cavité.

4 pâtes ont été testées :

Colle époxy (354T) + poudre d'alumine, 1 micron, mélangée au tricylindre.

Pourcentage de charge en masse :

- 354T + 40% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,
- 354T + 45% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- 354T + 50% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- 354T + 55% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

La taille de la poudre d'alumine utilisée est d'1 micron.

Les pâtes ont été cuites 10min@150°C pour chaque couche.

Résultat :

- 354T + 40% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : elle coule trop, ne tient pas assez bien la forme en carré.
- 354T + 45% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : elle forme bien le carré. Néanmoins, on remarque que la surface du carré n'est pas continue, il existe des trous. Ceci est dû à l'arrache de la colle par la trame. En effet, cette colle est très visqueuse et on observe le phénomène de

« claquage » de la trame. Ce qui explique qu'une partie de la colle reste collée à la trame et ne se dépose pas entièrement sur le substrat.

- 354T + 50%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : On observe la même chose pour la pâte 354T + 45%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Ici la forme du carré est un peu mieux marquée.
- 354T + 55%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  : Cette pâte ne convient pas, on a trop de trous à la surface du carré (même problème d'arrachage de la colle).

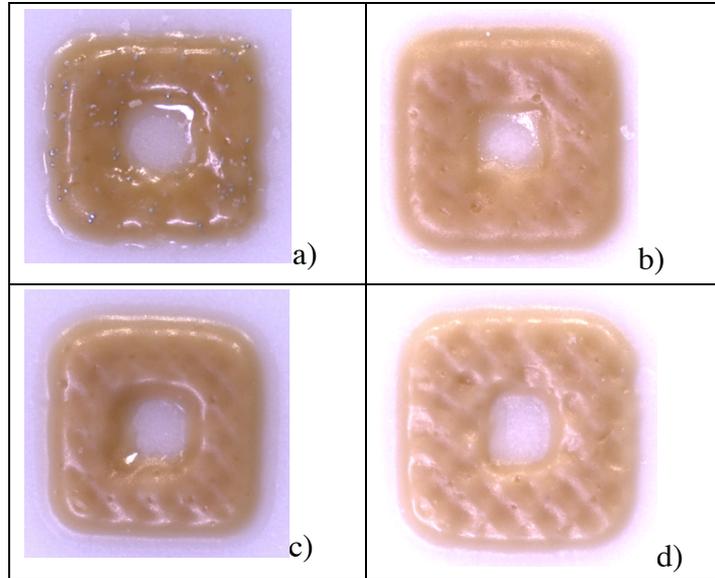


Figure 1: a) 354T+40%, b) 354T+45%, c) 354T+50%, d) 354T+55%

### Test de colle :

Pour ces tests, les socles ont été sérigraphiés avec la pâte 354T + 50%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

- 3 colles commerciales ont été testées : H70S, H70E, H70E-2.

La colle H70S a déjà été testée par M.Blot, elle nous sert de référence. Elle colle très bien mais ne convient pas à la sérigraphie car elle est trop liquide. Les colles H70E et H70E-2 sont plus visqueuses.

Tableau 1: Caractéristiques rhéologiques des colles Epo -Tek H70S, H70E, H70E-2

	Viscosité [cPs]	Thixotropic Index
H70S	1'300-1'800 @100 RPM/23°C	1.37
H70E	4'000-7'000 @50 RPM/23°C	1.17
H70E-2	9'000-15'000 @20 RPM/23°C	1.69

- 5 autres colles ont été confectionnées à partir de la colle H70S afin d'augmenter sa viscosité. Pour cela, nous avons mélangé de l'octadécanol à la colle H70S à 60°C, de façon à obtenir un mélange bien homogène. Puis nous avons trempé le mélange dans un bain marie d'eau glacée afin que l'octadécanol précipite instantanément et le plus finement possible. La viscosité du mélange est ainsi augmentée. Lors de la cuisson, l'octadécanol fond à 60°C, le mélange « colle-octadécanol » se liquéfie, la bille se centre correctement au milieu du socle et la colle adhère à la bille.

3 pâtes ont alors été réalisées en respectant la stœchiométrie 1:1 du mélange résine : durcisseur.

- H70S + 1% octadécanol
  - H70S + 3% octadécanol
  - H70S + 6% octadécanol
- De plus, afin de voir comment se comporte l'octadécanol vis-à-vis de la colle époxy (résine ou durcisseur), nous avons modifié quelque peu la stœchiométrie du mélange résine-durcisseur. Ceci nous permet de compenser l'effet de l'octadécanol sur l'époxy. Pour ces 2 pâtes, le pourcentage d'octadécanol est de 6% de la pâte totale.

**Tableau 2: Composition des colles H70S non stœchiométriques (% en masse sur la totalité de la pâte,  $R'=R-D$  avec  $R$ =masse de résine et  $D$ =masse de durcisseur)**

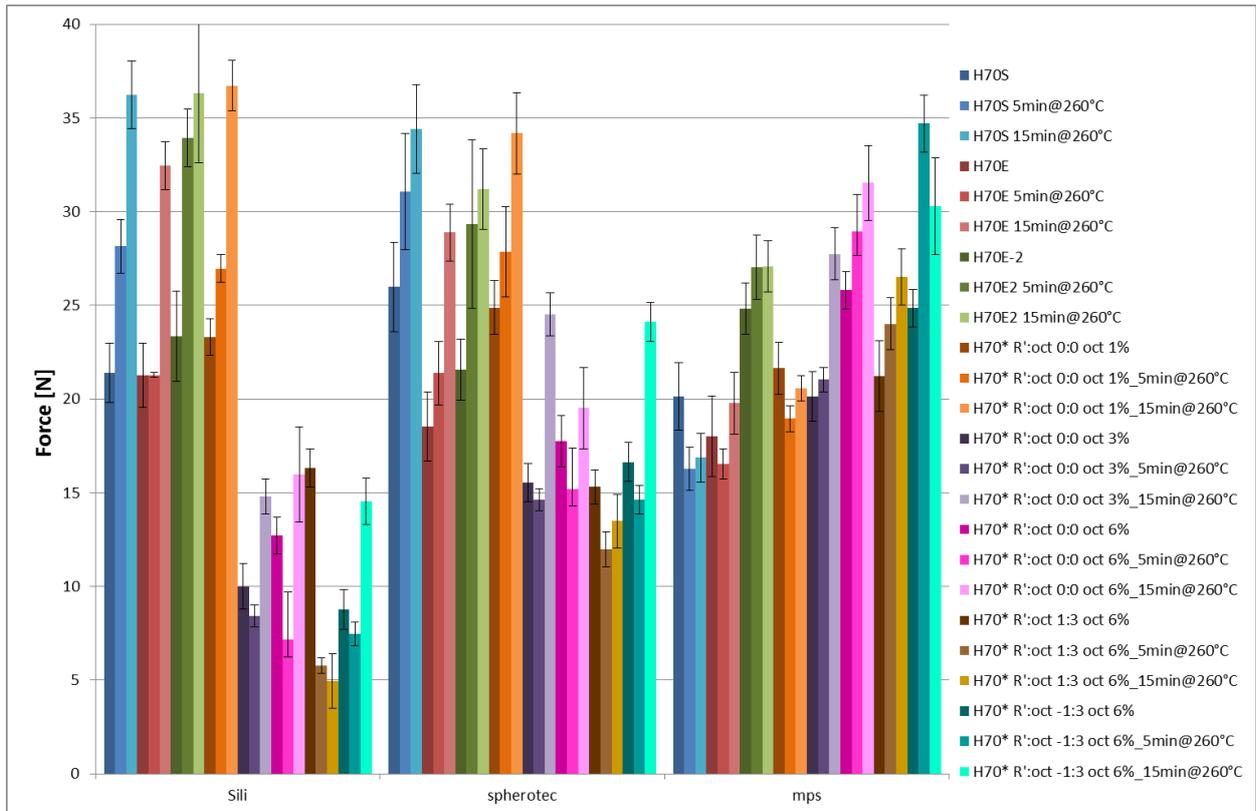
	résine R' : octadécanol
H70S* 1:3 + 6% octadécanol	1:3
H70S* -1:3 + 6% octadécanol	-1:3

- 3 sortes de billes (toutes au diamètre de 1 mm) ont été montées :

Verre sodocalcique (*soda-lime*) polies, brillante (lisses), marque SILI  
 Verre sodocalcique (*soda-lime*) mattes (poreuse), marque SPHEROTEC  
 Acier de roulement à billes (100Cr6 ou similaire), marque MPS

Après observation, toutes les billes sont englobées sur la même hauteur, environ la demi-hauteur du rayon de la bille.

- Les pâtes ont été cuites 20 min@150°C. Puis les échantillons ont été resoumis à haute température : 5min@260°C et 15min@260°C afin de se conformer aux traitements que les colles subiront lors du process de fabrication du milliNewton.  
 La performance du collage a été mesurée par shear test. On obtient ainsi la force à la rupture en cisaillement en fonction des colles et traitements thermiques imposés.
- Les résultats sont rassemblés sur le diagramme suivant.



**Figure 2: Shear test des billes de verre et d'acier en fonction des différents colles et traitements thermiques sur des socles 354T+50%  $Al_2O_3$**

On remarque que les pâtes commerciales H70S, H70E, H70E-2 et la pâte H70S+1% octadécanol donnent de très bons résultats surtout avec les billes de verre.

Les colles H70S dont la stœchiométrie est modifiée ou plus chargée en octadécanol que 1% sont nettement moins bonnes avec les billes de verre que les billes d'acier. On a donc clairement un effet du poids de la bille avec ces colles.

Enfin, les traitements thermiques successifs ont permis de montrer que les colles ne sont pas dégradées. On peut même voir que leur résistance à la rupture augmente avec les traitements thermiques.

Les colles les plus performantes sont H70E-2 et H70S+1% octadécanol. La colle H70E-2 étant plus facile à mettre en œuvre, elle sera retenue pour le prochain test.

Les billes SILI donnent le meilleur résultat. Toutefois, si on venait à être en rupture de stock, les billes Spherotec conviennent aussi très bien.

### **Test de validation:**

Pour le socle, une autre composition a été testée, 354T+41%  $Al_2O_3$  + 1.7% EC-300 (~22%EC-300 solvantée dans acétone) + 3% d'acétate d'amyle. L'EC-300 est d'abord dissoute dans l'acétone à teneur de 6.25% en masse.

Pour ce mélange, la forme carrée du design du socle est bien respectée et on n'observe pas de trou à la surface. La trame ne claque pas, on n'a plus d'effet d'arrachage de la colle par la trame lors de la sérigraphie.

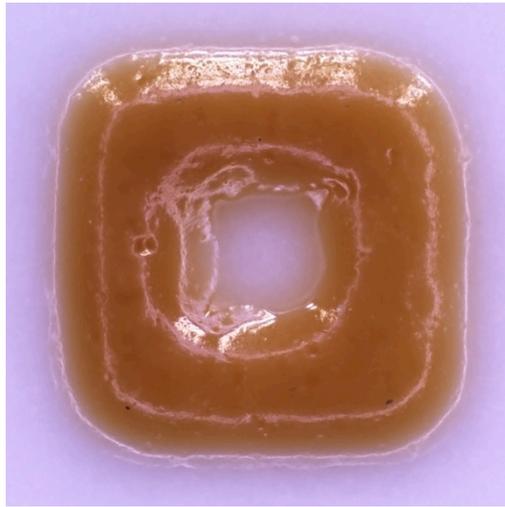


Figure 3: Socle Epo-Tek 354T + 41% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 1.7% EC-300-48

Sur ce substrat, la colle H70E-2 sera sérigraphiée et les 3 sortes de billes seront déposées. Pour des cuissons identiques de 20min@150°C, la tenue des billes en verre est améliorée tandis que la tenue des billes en acier est légèrement plus faible mais reste encore très au-dessus de 20N.

On pourra donc choisir cette solution dans le cadre pour le collage des billes de verre et acier sur poutre milliNewton.

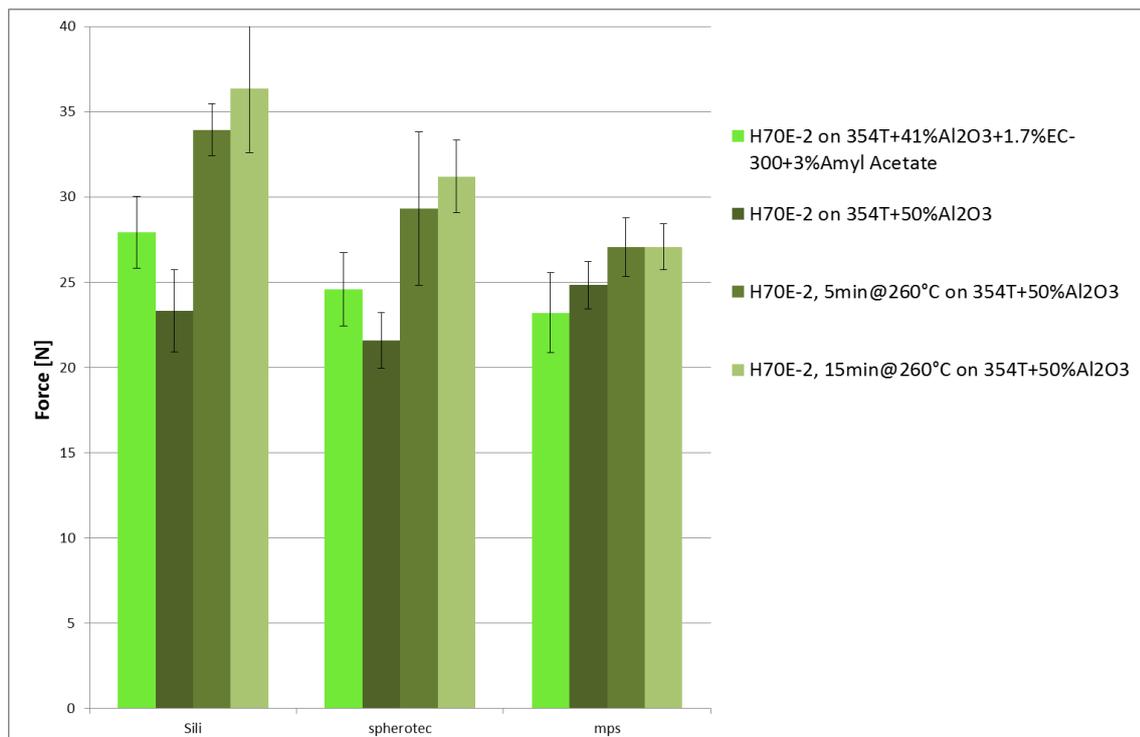


Figure 4: Shear test sur les billes de verre et d'acier collées avec la colle H70E-2 sur 2 compositions de socle.

### **Conclusion:**

Les billes de verres doivent être englobées comme sur la figure 5.



**Figure 5: Billes de verre collées**

**Tableau 3: Composition des colles et paramètres de sérigraphie**

socle	354T+41% $\text{Al}_2\text{O}_3$ +1.7% EC-300 +3% d'acétate d'amyle	135 mesh/80 microns	2 couches cuites 15min@150°C
colle	H70-2	135 mesh/80 microns	2 passages de sérigraphie, cuit 20min@150°C
billes	Sili, spherotec ou acier		