

# Contrôle des adhésifs

## Masse volumique

On utilise un pycnomètre de type Hubbard uniquement pour la mesure de la masse volumique des adhésifs liquides comportant des solvants volatils.

- Nettoyer puis sécher le pycnomètre
- Le peser à 1 mg près :  $m_0$
- Le remplir d'eau distillée à température ambiante et peser :  $m_1$ .
- En déduire à l'aide du tableau ci-dessous le volume exact du pycnomètre
- Sécher le pycnomètre, le remplir avec l'adhésif liquide (toujours à température ambiante) et peser :  $m_2$ .
- Faire la moyenne de deux mesures, et rendre le résultat avec un écart type



Température en °C	Masse volumique de l'eau en g.mL <sup>-1</sup>
19	0.9984
20	0.9982
21	0.9980
22	0.9978
23	0.9975
24	0.9973

## Extrait sec

### Extrait sec conventionnel

Il s'agit alors de l'extrait sec déterminé par passage dans une étuve dont la température et le temps sont spécifiés par une norme.

Par exemple, la norme NF EN 827 impose une température de 120°C pendant 2h pour les adhésifs à l'eau et une température de 105°C pendant 3h pour les adhésifs à solvants organiques.

### Extrait sec à masse constante

La durée d'étuvage n'est pas fixée. On chauffe jusqu'à obtention d'une masse constante.

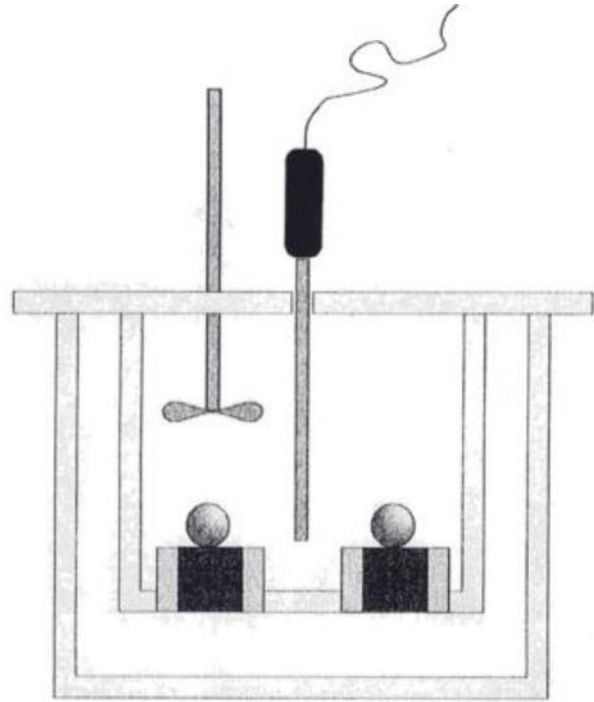
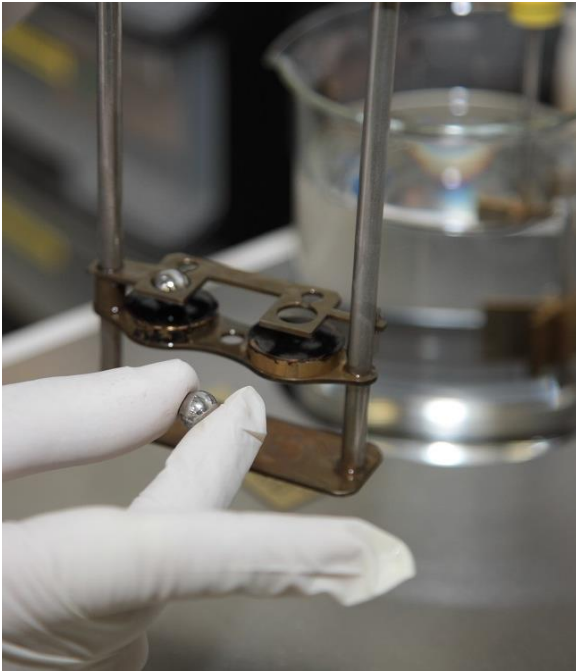
## Durée de vie en pot, 'Pot life' ou DPU (Durée Pratique d'Utilisation)

Cette notion ne concerne que les adhésifs à deux composants. La durée de vie en pot ou DPU est la durée pendant laquelle la colle peut être mise en œuvre, à partir du moment où les deux composants ont été mélangés.

Au fur et à mesure que la réaction chimique avance, ces adhésifs épaississent, ne peuvent plus être étalés convenablement, puis deviennent inutilisables au bout d'un certain temps. La DPU varie avec la température ; elle diminue lorsque la température augmente et avec la réactivité chimique des deux composants.

On définit la DPU comme le temps nécessaire pour que la viscosité (à bas gradient de vitesse) voie sa valeur doubler.

## Point de fusion conventionnel d'un hot melt par la méthode bille-anneau



Les résines solides utilisées dans certains adhésifs ne sont pas des produits purs, elles ne possèdent donc pas de température de fusion précise. On parle alors de point de ramollissement ou de point de fusion conventionnel. Il s'agit d'une zone de température dans laquelle la résine se ramollie.

La méthode bille-anneau permet d'évaluer simplement ce point de ramollissement (voir figure ci-dessus). L'appareil utilisé comprend un cadre support pour deux anneaux (permet de faire deux essais simultanément), un bécher rempli de liquide, un thermomètre normalisé (échelle graduée par demi-degré, de 30 à 200 °C) et un agitateur magnétique chauffant.

- L'anneau est rempli d'échantillon à tester et une bille en acier est placée sur la pastille de la prise d'essai au milieu de l'anneau. Le cadre support est ensuite immergé dans un bain thermostaté.
- Le liquide du bécher (en pyrex) normalisé est l'eau déminéralisée pour un essai de 30 à 80 °C, du glycérol ou de l'huile silicone pour des températures supérieures. Le bain est chauffé pour obtenir une élévation régulière de la température de  $5\text{ °C}\cdot\text{min}^{-1} \pm 0,5\text{ °C}$ .
- On note la température à l'instant où la matière entourant la bille qui s'est détachée de l'anneau touche la plaque inférieure du support.

*Cette température est appelée le point de ramollissement bille et anneau.*

Deux essais sont effectués simultanément.

La **moyenne** des deux températures relevées lors de ces mesures sera prise comme point de ramollissement. Ces deux températures ne doivent pas être différentes de plus de 1 °C.

## Temps de prise

---

Le temps de prise d'un adhésif correspond au temps pendant lequel les forces d'adhésion et de cohésion se développent, ce qui entraîne une rigidification de l'assemblage collé. La manipulation de l'assemblage collé est alors possible

### Collage papier verre

- Encoller le papier puis l'afficher sur un récipient en verre
- Démarrer le chronomètre
- A l'aide des pouces, faire glisser le papier jusqu'à pliure / déchirure.
- Arrêter le chronomètre

### Collage carton / carton (hot melt)

- Appliquer un cordon de colle (170°C) sur un carton, contrecoller un deuxième carton
- Déclencher le chronomètre
- Délaminer jusqu'au défibrage (avant il y avait rupture cohésive)
- Arrêter le chronomètre

## Temps ouvert

---

Le temps ouvert, parfois appelé temps d'assemblage ouvert, correspond au temps qui s'écoule entre le moment où la colle a été étalée et celui où elle a perdu son pouvoir collant parce qu'elle a commencé à sécher, ou à s'épaissir, ou à se refroidir dans le cas d'un adhésif thermofusible.

### Collage carton / carton (hot melt)

- Appliquer un cordon de colle sur un carton
- Déclencher le chronomètre
- Contrecoller un deuxième carton après une durée que l'on fera varier
- Attendre le temps de prise et délaminer
- On notera le temps à partir duquel il n'y a plus de défibrage
- Répéter l'opération jusqu'à obtenir des résultats reproductibles

Le temps ouvert dépend beaucoup de l'épaisseur et de la quantité de colle appliquée, mais aussi de la température et de la présence de courants d'air qui peuvent provoquer le séchage prématuré du film de colle. Le temps ouvert de l'adhésif doit être supérieur au délai qui s'écoule entre l'emcollage et l'assemblage.

## Tack d'un ruban adhésif

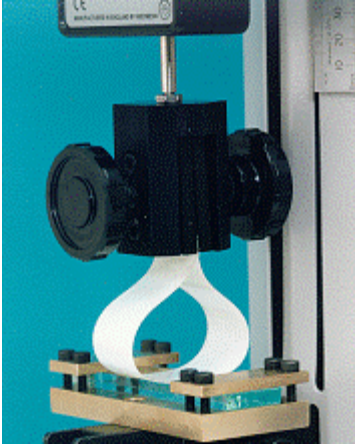
---

Le tack correspond à l'*adhésion instantanée*, autrement dit la propriété de maintenir les matériaux ensemble, dès leur assemblage, pour qu'ils ne glissent pas, ne se déplacent pas l'un par rapport à l'autre, afin que le film de colle reste continu et immobile pendant la durée de prise et que les collages ne s'ouvrent pas.



### Tack à la bille (rolling ball tack)

On mesure la distance parcourue par une bille d'acier lâchée sans vitesse initiale à partir d'un plan incliné. La distance est inversement proportionnelle au tack.



### **Tack à la boucle (loop tack)**

On met en contact la surface d'un support avec une boucle de film adhésif relié à un dynamomètre et on note la valeur maximale de la force nécessaire pour décoller la boucle. Le tack est proportionnel à la force de rupture.



### **Probe tack**

On met en contact à vitesse constante la surface d'un poinçon rigide (plan ou sphérique) avec un film d'adhésif puis on note la valeur maximale de la force nécessaire pour décoller le poinçon. Une mesure de tack est une mesure de rupture adhésive.

## Consommation ou grammage

---

La valeur du grammage correspond à la quantité de colle appliquée sur une surface donnée. On la mesure en grammes par mètre carré (ou en grammes par mètre linéaire si on applique un cordon de colle).

Pour obtenir un bon collage, il faut déposer une quantité optimale d'adhésif, c'est-à-dire ni trop ni trop peu :

- Si l'on ne met pas assez de colle, la force de collage est insuffisante, car la surface de contact entre la colle et les matériaux est trop faible ; de plus, pour des matériaux poreux et absorbants, une colle fluide risque d'être absorbée en laissant alors une couche insuffisante pour assurer un bon contact ;
- Inversement, si le film de colle est trop épais, il sèche trop lentement : le durcissement insuffisant de la colle expose à des risques d'ouverture et de relâchement des collages.

Exemples :

- Contrecollage plastique / plastique : 1 à 4 g/m<sup>2</sup> ;
- Papier/carton en feuilles ou rouleaux : 10 à 20 g/m<sup>2</sup> ;
- Hot-melt en cordons : 1 à 2 g/mètre linéaire.

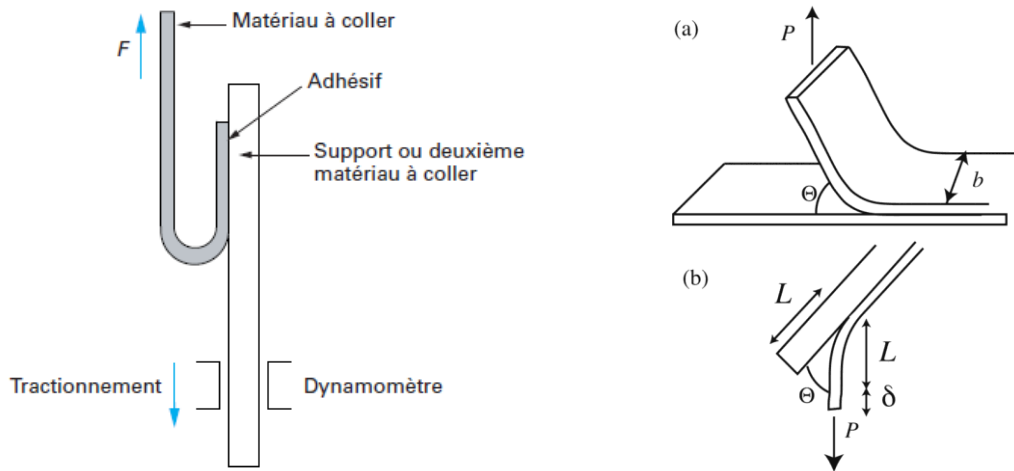
La consommation varie avec la rugosité des matériaux à coller. Si les matériaux sont très plans et lisses, la consommation sera faible.

Enfin la consommation dépend aussi de la masse volumique de la colle ( $\rho$ ). Pour un volume  $V$  déposé égal, une colle de masse volumique élevée entraîne une consommation  $c$  élevée :  $c = V \times \rho$ .

Les masses volumiques des colles pour emballages sont comprises entre 0,85 et 1,1 kg/L.

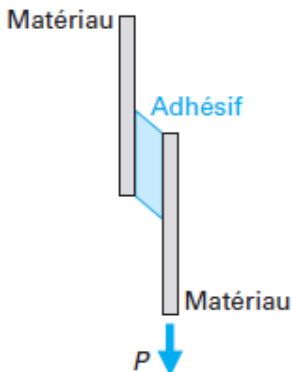
## Force de pelage (peel) : adhésion

La mesure de la force de pelage constitue le principal test d'**adhésion** (très employée notamment sur les PSA). On mesure le rapport de la force  $P$  nécessaire pour effectuer le pelage (à l'aide d'un banc de traction) à la largeur  $b$  du ruban. Il existe plusieurs types de pelage : pelage à  $90^\circ$ , à  $180^\circ$ , etc.



## Résistance au cisaillement (shear) : cohésion

La résistance au cisaillement est un test de **cohésion** de l'assemblage collé. Dans ce cas, la force exercée sur l'assemblage collé est parallèle à la surface d'encollage.



### Essai de traction

La résistance au cisaillement d'un joint de colle est mesurée à l'aide d'une machine à traction. Le résultat de ce test dépend de plusieurs paramètres (Température, vitesse de déplacement des mors, épaisseur du joint de colle, traitement de surface des supports, surface d'encollage...).

### Essai de fluage

Le fluage est la déformation lente (de cisaillement) et irréversible de la colle sous l'action de sollicitations extérieures (chaleur, poids des matériaux, effet ressort des rabats d'un emballage, etc.). Pour la mesurer, on suspend un poids  $P$  à l'assemblage collé, et on mesure le déplacement en fonction du temps (et de la température).