

# Partie 2 – Optimisation des propriétés d'un adhésif structural époxy à l'aide d'un plan d'expériences



L'objectif est ici de formuler un adhésif structural époxy bicomposant (voir annexe, **document 1**), destiné au collage de métaux, et applicable au pistolet EPX (voir figure ci-contre).

Le pistolet EPX (Exact Proportioning miXer) permet l'application de colles bicomposantes. La base et le durcisseur sont conditionnés séparément, dans une cartouche à 2 compartiments. Le dosage se fait automatiquement lorsqu'au moment de l'application des deux résines sont mélangées.

L'adhésif formulé sera conditionné dans des cartouches positionnables dans le pistolet EPX. Il devra répondre au cahier des charges indiqué ci-dessous.

## Cahier des charges

Caractéristiques techniques de l'assemblage collé				
Tenue mécanique	Cisaillement	Pelage	Autres performances techniques	
Effort à la limite élastique	> 6000 N	> 1500 N	Résistance à la corrosion	Oui
Déplacement à la limite élastique	< 2 mm	< 0,5 mm	Température de service	-40°C à 85° C
Effort à la rupture	> 14000 N	> 13000 N	Durée de vie	30 ans
Type de rupture	Cohésive	Cohésive		

Application / mise en œuvre		Contraintes règlementaires et économiques	
Temps ouvert	> 20 min	Adhésif non toxique	
Temps de prise à 20° C	24 ± 2 h	Prix, 1L	< 300 €
Préparation de surface	Dégraissage	Conditionnement	Cartouches 50 mL

## Matières premières

La formulation de l'adhésif se fera à partir des résines suivantes :

- **Base 1 : Beckopox EP 116**  
Résine époxy  
Extrait sec massique : 100 %  
Pois équivalent en époxyde : 180 g.mol<sup>-1</sup>
- **Base 2 : Grilonit 1605**  
Résine époxy  
Extrait sec : 100 %  
Poids équivalent en hydrogène actif : 172 g.mol<sup>-1</sup>
- **Durcisseur 2 : Beckopox EH 661**  
Résine polyamidoamine  
Extrait sec : 100 %  
Poids équivalent en hydrogène actif : 39 g.mol<sup>-1</sup>

### Poids équivalent

Le poids équivalent, pour une fonction donnée, désigne la masse de produit à peser pour obtenir un équivalent de cette fonction. Il s'exprime en g.mol<sup>-1</sup>.

Par exemple, un poids équivalent en époxyde de 100 g.mol<sup>-1</sup> signifie qu'il est nécessaire de peser 100 g de résine pour avoir 1 équivalent d'époxyde.

## 1. Mélanges à réaliser

Afin de déterminer les meilleures conditions d'utilisation à préconiser à vos clients, vous allez réaliser un plan factoriel complet  $2^3$ . Les facteurs étudiés seront les suivants :

Facteur	Niveau -1	Niveau +1
X <sub>1</sub> (Résine)	Résine 1	Résine 2
X <sub>2</sub> (Stœchiométrie)	0,8	1,3
X <sub>3</sub> (Température)	Température ambiante	100°C

Les réponses étudiées permettront d'évaluer la cohésion du film, propriété primordiale pour un adhésif structural :

- Y<sub>1</sub> : dureté Persoz
- Y<sub>2</sub> : résistance au cisaillement

1. Indiquez la formule générale d'une résine époxy.
2. Donnez l'équation bilan de la réaction de réticulation de l'époxy avec une résine comportant des fonctions amine.
3. Des mélanges différents, de masse totale 20g, seront réalisés. Calculez les quantités de résine et de durcisseur dans les 5 cas afin de compléter le tableau.

Rapport H actif / epoxy	Masse de Beckopox EP 116	Masse de Grilonit 1605	Masse de Beckopox EX 661
0,8		X	
0,8	X		
1,3		X	
1,3	X		

4. Vous trouverez la matrice des effets du plan d'expériences en annexe, **document 2**. Choisissez une expérience, et réalisez le mélange dans un petit pot. (un point sera répété plusieurs fois pour étudier la variance)

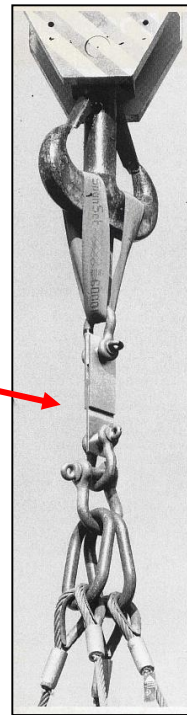
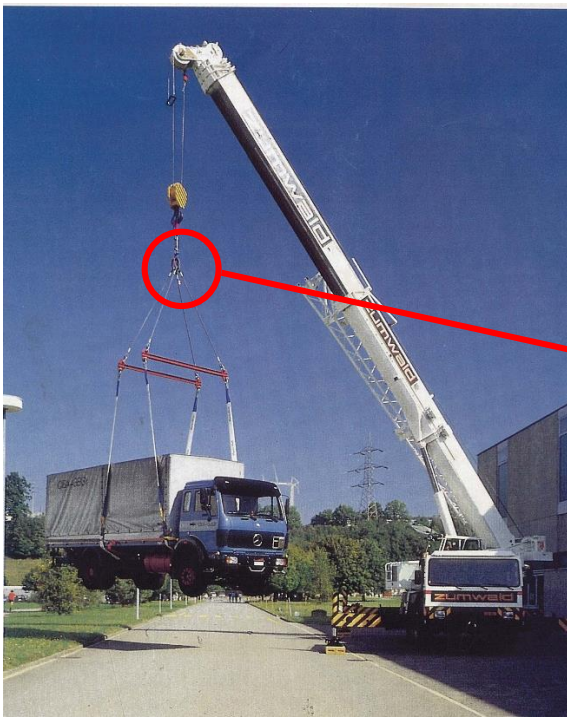
## 2. Contrôle de l'assemblage collé

5. Pour chaque mélange réalisez une éprouvette acier / acier (encollage à l'aide d'un serre-joint type pince afin d'obtenir la meilleur homogénéité possible en épaisseurs) et appliquez sur plaque de verre à 200 µm.
6. Placez l'éprouvette et la plaquette dans l'étuve réglée à la température souhaitée, et ceci pendant une heure.
7. Sur chacune des éprouvettes, réalisez un test de résistance au cisaillement en suivant la norme.
8. Mesurez la dureté Persoz sur la plaque de verre.
9. A l'aide du logiciel, déterminer les effets du plan. Quels sont les facteurs les plus influents ?
10. Y a-t-il des synergies ou des inhibitions entre ces effets ? Lesquelles ?
11. Discutez de la validité de ce plan.
12. Quelles sont vos conclusions : quelles sont les meilleures conditions d'utilisation de l'adhésif ?

# Annexes

## Document 1 : Adhésifs structuraux

Les adhésifs structuraux permettent d'obtenir des assemblages collés aussi résistants que les matériaux constituant une structure. Les performances sont alors équivalentes aux assemblages soudés. Ils sont conçus pour résister à des contraintes supérieures à 7 MPa à température ambiante ! Ils peuvent être sollicités sans défaillance à un pourcentage élevé de leur résistance maximale pendant une longue période, ceci dans des conditions hostiles (basses températures, chaleur, agents chimiques, etc.).



Assemblage à l'aide  
d'une colle structurale  
sur 10 cm<sup>2</sup>

Les liants époxy sont fréquemment employés pour le collage structural. Ils permettent d'obtenir des adhésifs thermodurcissables bi-composants extrêmement performants. Le mélange du durcisseur avec la résine de base se fait au moment du collage, en respectant bien les quantités préconisées par la fiche technique. Une réaction exothermique a alors lieu, permettant la réticulation. Généralement, le collage est effectué à température ambiante, mais il peut être accéléré par un apport de chaleur. L'adhésion est excellente sur la plupart des matériaux plastiques, ainsi que la résistance au vieillissement. On les emploie fréquemment pour des collages métal/métal ou métal/plastique.

## Document 2 : Matrice des effets

Exp	X <sub>0</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>
1	+	-	-	-	+	+	+	-		
2	+	+	-	-	-	-	+	+		
3	+	-	+	-	-	+	-	+		
4	+	+	+	-	+	-	-	-		
5	+	-	-	+	+	-	-	+		
6	+	+	-	+	-	+	-	-		
7	+	-	+	+	-	-	+	-		
8	+	+	+	+	+	+	+	+		
<b>Effets</b>										