

RHEOTEST Medingen

Reometr RHEOTEST[®] RN służący do reologicznej oceny „systemów dwuskładnikowych“ na przykładzie lakierów i mas uszczelniających przy pomocy testów oscylacji



Zadania podstawowe

Systemy dwuskładnikowe muszą być urabialne po wymieszaniu w określonym czasie uzależnionym przeważnie od warunków urabiania (przydatność do stosowania). Warunkuje to:

możliwie jak najniższą lepkość oraz / lub niską granicę płynięcia **brak lub bardzo mały udział sprężystości we właściwościach przepływowych**

Ponadto system dwuskładnikowy musi po urobieniu całkowicie sieciować, aby zachować żądane właściwości mechaniczne, termiczne i / lub inne właściwości.

W zakresie badań i rozwoju

bada się **wpływ składników receptury** (np. różnych utwardzaczy)

oraz **wpływ warunków urabiania** na żądane właściwości produktu jak np.:

temperatury na przydatność do stosowania i **czasu urabiania na parametry reologiczne**

Przydatność do stosowania oraz parametry reologiczne określone za pomocą reometra muszą być możliwe do zmierzenia w sposób pewny ze względu na różnorodność produktów oraz różne warunki urabiania.

Dla kontroli jakości

są przede wszystkim dwa zadania:

powtarzalne oraz poprawne z punktu widzenia techniki pomiarowej określanie przydatności do stosowania

kontrola parametrów reologicznych w zależności od reakcji sieciowania

Przydatność do stosowania oraz parametry reologiczne określone przy pomocy reometra muszą zapewniać porównywalność w obrębie palety produktów producenta i muszą być możliwe do wykazania przy pomocy techniki pomiarowej dla dostawców i odbiorców końcowych.

Najważniejsze parametry reologiczne to:

lepkość zespolona η^ , moduł sprężystości G' ,*

moduł stratności G'' lub w uproszczeniu kąt przesunięcia fazowego δ

Parametry te można określić na podstawie próby „oscylacja stała“

Lepkość zespolona $\eta^* = \tau_{\text{Max}} / \gamma_{\text{Max}} \times \omega$ jest porównywalna z lepkością dynamiczną η przy prędkości kątowej $\omega =$ szybkość ścinania D

Moduł sprężystości $G' = G^* \times \cos \delta$ jest miarą udziału sprężystości w całkowitym odkształceniu ($G^* = \tau_{\text{Max}} / \gamma_{\text{Max}}$ – moduł zespolony)

Moduł stratności $G'' = G^* \times \sin \delta$ jest miarą udziału lepkości (dyssypacja) w całkowitym odkształceniu

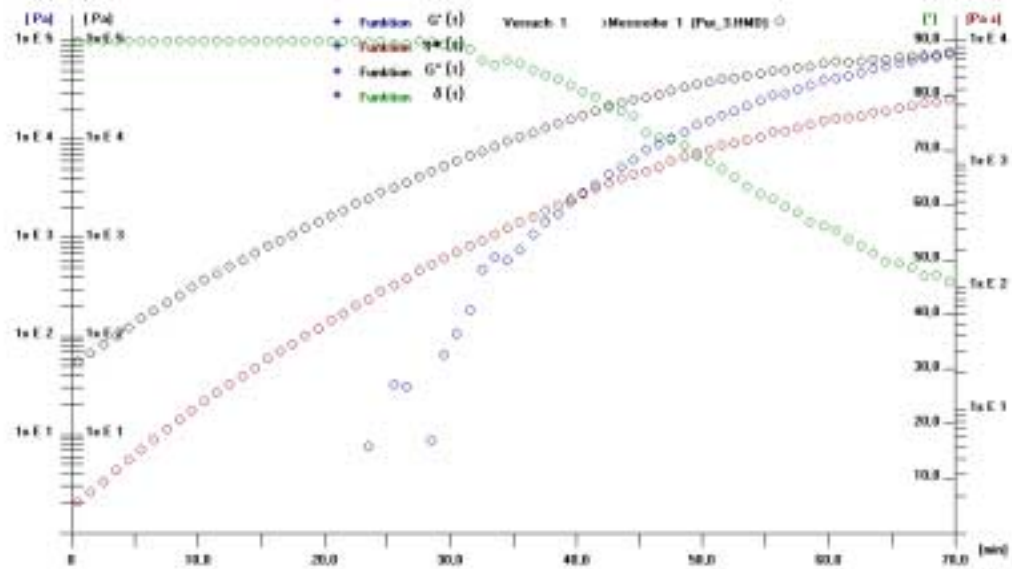
Kąt przesunięcia fazowego δ odzwierciedla stosunek obu udziałów: $\delta = 0^\circ$ odkształcenie czysto sprężyste, $\delta = 90^\circ$ odkształcenie czysto lepkie

Przykład 1: Lakier dwuskładnikowy PUR

- ocena reakcji sieciowania przy pomocy „test oscylacji stałej“
- określanie wpływu składników receptury na przydatność do stosowania (przydatność do stosowania odpowiada odcinkowi czasu mijającego do chwili osiągnięcia krytycznej lepkości zespolonej η^*)
- określanie wpływu składników receptury na przebieg parametrów reologicznych:
lepkość zespolona η^* , moduł sprężystości G' moduł stratności G''
- określanie wpływu składników receptury na kinetykę reakcji sieciowania (zadanie dla badań i rozwoju)
- kontrola przydatności do stosowania oraz parametrów reologicznych w zależności od reakcji sieciowania (zadanie dla kontroli jakości)

Uwagi:

- ⇒ Przydatność do stosowania oraz parametry reologiczne muszą być dostosowane do warunków stosowania ewentualnie do warunków urabiania
- ⇒ **Przydatność do stosowania** dostarcza informacji na temat czasu urabialności, **kinetyka reakcji sieciowania** dostarcza informacji na temat koniecznego czasu twardnienia oraz oczekiwane właściwości mechaniczne / termiczne utwardzanego lakieru



rysunek: moduł sprężystości G' oraz moduł stratności G'' (kolor niebieski i czarny – oś lewa) jak również kąt przesunięcia fazowego δ oraz lepkość zespolona η^* (kolor czerwony i zielony – oś prawa) jako funkcja czasu

Stosowany system pomiarowy / ustawienia próby:

- system pomiarowy stożek- płyta ze stożkiem 3 (\varnothing 36 mm; kąt stożka 1°)
- badanie oscylacji z oscylacją stałą; amplituda naprężeń ścinających 90 Pa; prędkość kątowna 31,42 Hz; temperatura 20°C

Przebieg próby / wynik:

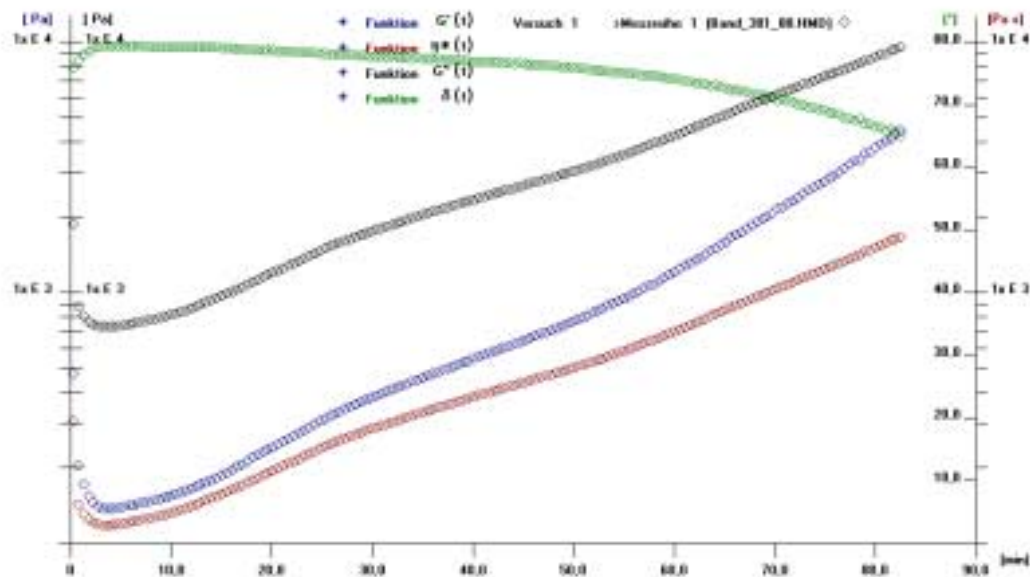
- Po dodaniu utwardzacza od razu wzrasta lepkość zespolona η^* oraz moduł sprężystości G' . Przyczyną jest wzrost ciężaru cząsteczkowego w wyniku reakcji polimeryzacji addycyjnej
- Do ok. 25 min od dodania utwardzacza lakier wykazuje właściwości czysto lepkie (kąt przesunięcia fazowego $\delta = 90^\circ$; moduł stratności $G'' = 0$); oznacza to, że nie doszło jeszcze do sieciowania, gdyż długość cząsteczek jest jeszcze zbyt mała
- po 25 min od dodania utwardzacza lakier zaczyna „sieciować”. Charakterystyczny jest wówczas ponadproporcjonalny wzrost modułu stratności G'' oraz spadek kąta przesunięcia fazowego δ

Przykład 2: Masa uszczelniająca dwuskładnikowa:

- określanie reakcji sieciowania na podstawie „badania oscylacji stałej“
- ocena wpływu składników receptury na urabialność, zwłaszcza na lepkość zespoloną η^* masy uszczelniającej oraz na reaktywność substancji sieciującej
- określanie wpływu składników receptury na przebieg parametrów reologicznych:
lepkość zespolona η^* moduł sprężystości G' moduł stratności G'' (zadanie dla badań i rozwoju)
- kontrola przydatności do stosowania oraz parametrów reologicznych w zależności od sieciowania (zadanie dla kontroli jakości)

Uwagi:

- ⇒ Przydatność do stosowania oraz zależność czasowa parametrów reologicznych musi być dostosowana do warunków stosowania ewentualnie do warunków urabiania.
- ⇒ **Przydatność do stosowania** dostarcza informacji na temat czasu urabiania, **kinetyka reakcji sieciowania** dostarcza informacji na temat potrzebnego czasu sieciowania oraz oczekiwane właściwości mechaniczne / termiczne z sieciowanej masy uszczelniającej.



rysunek:
moduł sprężystości G' oraz moduł stratności G''
(kolor niebieski i czarny – oś lewa)
oraz kąt przesunięcia fazowego δ i
lepkość zespolona η^* (kolor czerwony i zielony – oś prawa)
jako funkcja czasu

Stosowany system pomiarowy / ustawienia próby:

- system pomiarowy stożek-płyta ze stożkiem 3 (\varnothing 36 mm; kąt stożka 1°)
- próba oscylacji z oscylacją stałą; amplituda naprężeń ścinających 200 Pa; prędkość kątowna 6,283 Hz; temperatura 35°C

Przebieg próby / wynik:

- Po rozpoczęciu pomiaru zmniejszają się wartości lepkości zespolonej η^* , modułu sprężystości G' oraz modułu stratności G'' . Przyczyną jest niezakończony jeszcze wyrównywanie temperatury do 35 °C. Następnie rozpoczyna się polimeryzacja, którą można stwierdzić po stałym wzroście wymienionych wartości mierzonych
- Już na początku pomiaru stosunkowo duża wartość modułu sprężystości G' oraz kąt przesunięcia fazowego $\delta \approx 80^\circ$ pokazuje, że już masa uszczelniająca bez działania substancji sieciujących ma właściwości lepkosprężyste
- Po ok. 60 min rozpoczyna się sieciowanie polimerów, które można stwierdzić po ponadproporcjonalnym wzroście G' i silnym spadku kąta przesunięcia fazowego δ . Do tego momentu masa uszczelniająca jest jeszcze dobrze urabialna.