

# 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.

---

RHEOTEST Messgeräte Medingen GmbH • Medingen • Rödertalstr. 1 • D-01458 Ottendorf-Okrilla

Phone: +49-(0)-35205-580 • Fax: +49-(0)-35205-58297 • e-mail: Rheotest-Medingen@t-online.de • internet: www.rheotest.de

Najważniejsze parametry reologiczne to:

*lepkość zespolona  $\eta^*$ , moduł sprężystości  $G'$ ,*

*moduł stratności  $G''$  lub w uproszczeniu kąt przesunięcia fazowego  $\delta$*

**Parametry te można określić na podstawie próby „oscylacja stała“**

Lepkość zespolona  $\eta^* = \tau_{\text{Max}} / \dot{\gamma}_{\text{Max}}$ ,  $\omega$  jest porównywalna z lepkością dynamiczną  $\eta$  przy prędkości kątowej  $\omega$  = szybkość ścinania D

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

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

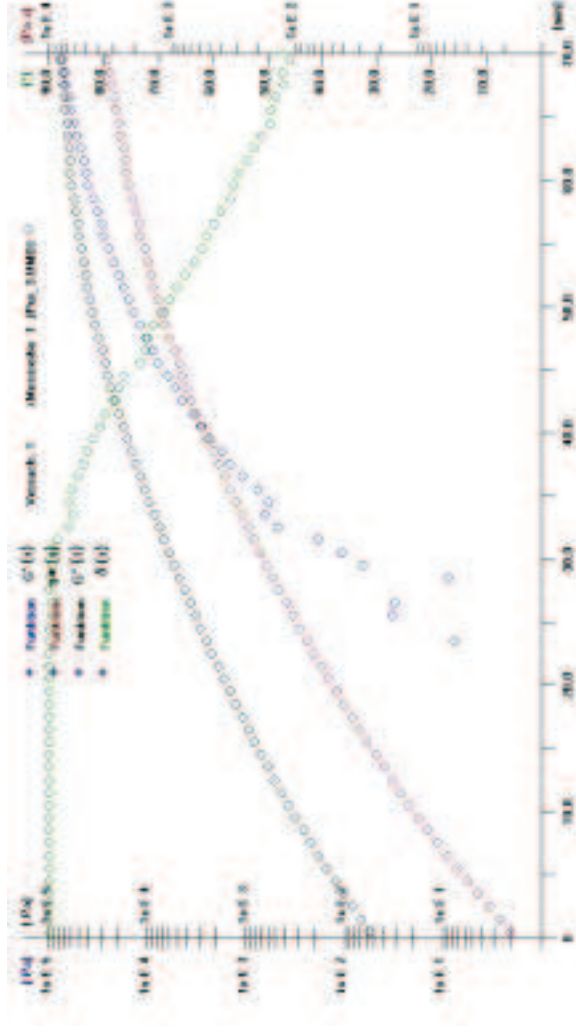
Kąt przesunięcia fazowego  $\delta$  odzwierciedla stosunek obu udziałów:  $\delta = 0^\circ$  odkształcenie czysto sprężyste,  $\delta = 90^\circ$  odkształcenie czysto lepkie

**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  $\eta^*$ )
- określanie wpływu składników receptury na przebieg parametrów reologicznych:  
*lepkość zespolona  $\eta^*$ , 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 – osł lewa) jak również kąt przesunięcia fazowego  $\delta$  oraz lepkość zespolona  $\eta^*$  (kolor czerwony i zielony – osł prawa) jako funkcja czasu

#### Stosowany system pomiarowy / ustawienia próby:

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

#### Przebieg próby / wynik:

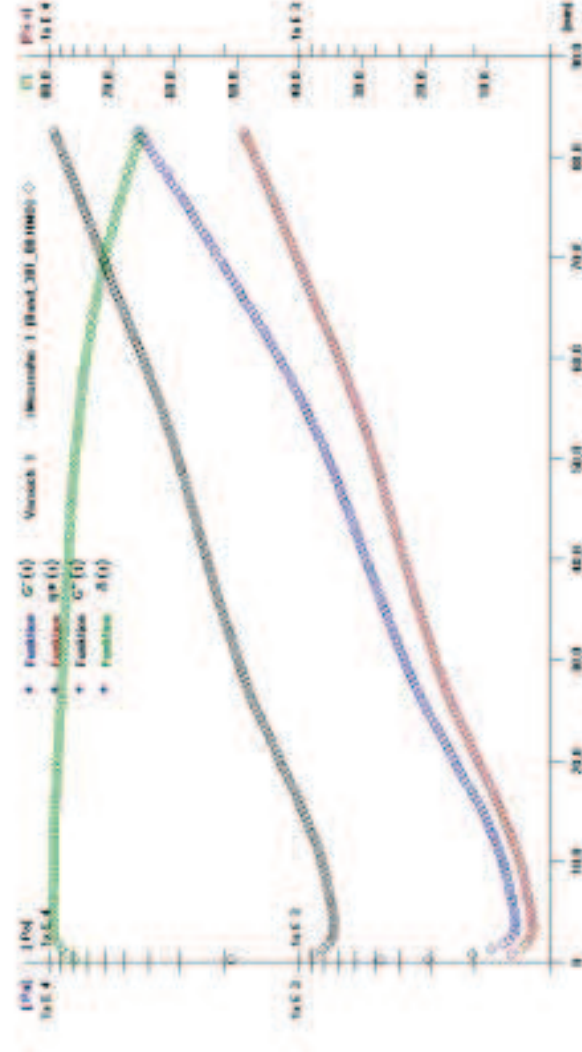
- Po dodaniu utwardzacza od razu wzrasta lepkość zespolona  $\eta^*$  oraz moduł sprężystości  $G'$ . Przyczyną jest wzrost ciężaru cząsteczkowego w wyniku reakcji polimeryzacji addycyjnej
- Do ok. 25 min od dodania utwardzacza lakier wykazuje właściwości czysto lepkie (kąt przesunięcia fazowego  $\delta = 90^\circ$ ; 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  $\delta$

### Przykład 2: Masa uszczelniająca dwuskładnikowa:

- określanie reakcji sieciowania na podstawie „badania oscylacji stałej“
- ocena wpływu składników receptury na urabialność, zwłaszcza na lepkość zespoloną  $\eta^*$  masy uszczelniającej oraz na reaktywność substancji sieciującej
- określanie wpływu składników receptury na przebieg parametrów reologicznych:  
**lepkość zespolona  $\eta^*$**     **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 zsięciowanej masy uszczelniającej.



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

### Stosowany system pomiarowy / ustawienia próby:

- system pomiarowy stożek-płyta ze stożkiem 3 (Ø 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  $\eta^*$ , 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 lepkoelastyczne
- Po ok. 60 min rozpoczyna się sieciowanie polimerów, które można stwierdzić po ponadproporcjonalnym wzroście  $G'$  i silnym spadku kąta przesunięcia fazowego  $\delta$ . Do tego momentu masa uszczelniająca jest jeszcze dobrze urabialna.