



Mesures effectuées dans le cadre de la recherche et développement

Les paramètres rhéologiques doivent être définis et mesurés à l'aide d'un rhéomètre possédant une bonne reproductibilité afin d'optimiser les propriétés des produits. De plus, les critères de qualité ci-dessous influencent les propriétés rhéologiques des peintures et des vernis et doivent pouvoir être déterminés par une technique de mesure.

⇒ **Stabilité optimale au sein des processus de stockage et de transport**

La limite élastique et/ou la viscosité-zéro sont définies de telle sorte que les processus de sédimentation et de séparation au sein des couches ne se produisent pas.

⇒ **De bonnes propriétés rhéologiques au cours du traitement**

Elles sont définies à l'aide de courbes d'écoulement selon des taux de cisaillement propres aux conditions de traitement, comme par exemple pour:

- L'étalement simple sur une surface plane entre 0,001 et 1 s^{-1} ;
- Les processus de pompage et de mélange entre 1 et 1000 s^{-1} ;
- Les processus de peinture et de pulvérisation, ainsi que l'application au rouleau entre 1000 et 100000 s^{-1} ;

⇒ **Une bonne adhérence sur la paroi ou la surface**

Pour cela, la limite élastique et la viscosité-zéro doivent être définies et contrôlées à l'aide des instruments de mesure

⇒ **Un étalement, un séchage et un durcissement optimaux lors de l'obtention de la surface nécessaire**

La limite élastique et la viscosité-zéro doivent être définies et contrôlées à l'aide des instruments de mesure en tenant compte des effets thixotropiques et des propriétés viscoélastiques

Mesure effectuée dans le cadre du contrôle qualité

Tout d'abord, le contrôle qualité sert à acquérir les données reproductibles et correctes sur le plan métrologique concernant les propriétés rhéologiques. Les caractéristiques d'écoulement déterminées à l'aide d'un rhéomètre doivent avoir une bonne comparabilité au sein de la gamme de production d'un fabricant, et être significatives sur le plan métrologique pour les fournisseurs et pour les organismes de contrôle qualité.

Pour interpréter les propriétés rhéologiques des produits pharmaceutiques et cosmétiques, il est tout d'abord nécessaire d'étudier les **courbes d'écoulement d'une plage de taux de cisaillement déterminée** et de mesurer en outre **la limite élastique exacte du produit final**. Une détermination approximative de la limite élastique à l'aide de mesures de déformation et de mesures de rotation suivies d'une extrapolation peut provoquer d'importantes distorsions et des défauts en termes de qualité, et ne doit donc être recommandée que dans des cas exceptionnels.

Les paramètres les plus importants en matière d'interprétation du produit sont la limite élastique, la viscosité-zéro, la viscosité dépendant du taux de cisaillement et la viscosité à un taux de cisaillement infini. Des méthodes de mesure permettant de déterminer ces paramètres sont décrites, et les résultats des mesures sont présentés sous forme graphique. Les méthodes standard de mesure et les algorithmes d'évaluation doivent être utilisés afin de garantir une bonne reproductibilité et une bonne comparabilité.

Il est nécessaire de contrôler la viscosité directement avant et pendant les processus d'application de revêtement afin de vérifier la qualité des encres d'impression et des vernis de revêtement. Cette opération doit être effectuée de manière rapide, facile et précise par le *personnel de production*. Nous avons conçu un nouveau viscosimètre à capillaire RHEOTEST®LK à cet effet. Ce viscosimètre permet d'obtenir en moins d'une minute, même dans des conditions de production difficiles, des résultats de mesure précis dans une plage de viscosité située entre 1 et 10000 mPas, grâce à sa conception rigide et à son système de mesure en acier de grande qualité. Il est possible d'étalonner le RHEOTEST®LK de manière très simple et très rapide à l'aide de la valeur de viscosité contrôlée définie pour les normes internes de contrôle qualité, même si cette valeur a été définie pour être utilisée avec d'autres méthodes de mesure de la viscosité.

- **Procédure de mesure visant à déterminer la limite élastique et la viscosité-zéro**

- Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)**

- ⇒ Rampes linéaires à cisaillement contrôlé visant à mesurer la limite élastique ou la viscosité-zéro
Exemple: voir figure 4

- **Procédure de mesure permettant de déterminer la viscosité dépendant du taux de cisaillement**

- Tests à taux imposé (CR-tests)**

- ⇒ Courbe d'écoulement d'équilibre dans la plage de taux de cisaillement située entre 0,04 et 20000 s⁻¹ en vue d'une étude des propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement
Exemple: voir figure 1

- ⇒ Rampes linéaires à taux de cisaillement imposé vers l'avant et vers l'arrière permettant d'étudier les propriétés rhéologiques dépendant du taux de cisaillement et les propriétés rhéologiques à dépendance chronologique (thixotropie).
Exemple: voir figure 2

- **Procédure de mesure permettant de déterminer la cinétique des processus de destruction ou de formation de structure**

- Tests à taux imposé (CR-tests)**

- ⇒ Tests à changement de stades et à taux de cisaillement imposé permettant de déterminer la destruction ou la formation de structure
Exemple: voir figure 3

- Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)**

- ⇒ Tests à changement de stades et à cisaillement contrôlé permettant de déterminer la destruction ou la formation de structure
Exemple: voir figure 5

- **Procédure de mesure permettant de déterminer les propriétés viscoélastiques**

- Tests à cisaillement contrôlé (CS-tests)**

- ⇒ Tests de fluage et tests de récupération au fluage à cisaillement contrôlé permettant de déterminer les propriétés viscoélastiques d'un matériau
Exemple: voir figure 6

- **Mesure précise de la viscosité des encres d'impression et des vernis pour revêtements à faible viscosité**

(ex.: encres d'impression textile et vernis pour revêtements d'écrans de PC et de téléviseurs)

Mesure en un point à l'aide du viscosimètre à capillaire breveté RHEOTEST® LK. 25 ml du matériau étudié sont automatiquement aspirés dans le capillaire en acier de grande qualité, et sont renvoyés dans la coupelle graduée après que la viscosité ait été déterminée. Le résultat de la mesure est présenté sur l'écran et sur l'interface RS 232 au bout de 25 secondes seulement. La compensation thermique électronique de la viscosité intégrée garantit une uniformisation des écarts de température ambiante jusqu'à 5 K environ, sans aucune perte de précision des mesures.

Exemple: voir figure 7

Mesure (figure 1):

Détermination de l'influence des composants reçus sur les changements de viscosité à l'aide de la courbe d'écoulement d'équilibre selon une très large plage de taux de cisaillement. Détermination de l'influence des composants reçus sur la stabilité d'écoulement possédant une influence sur le traitement.

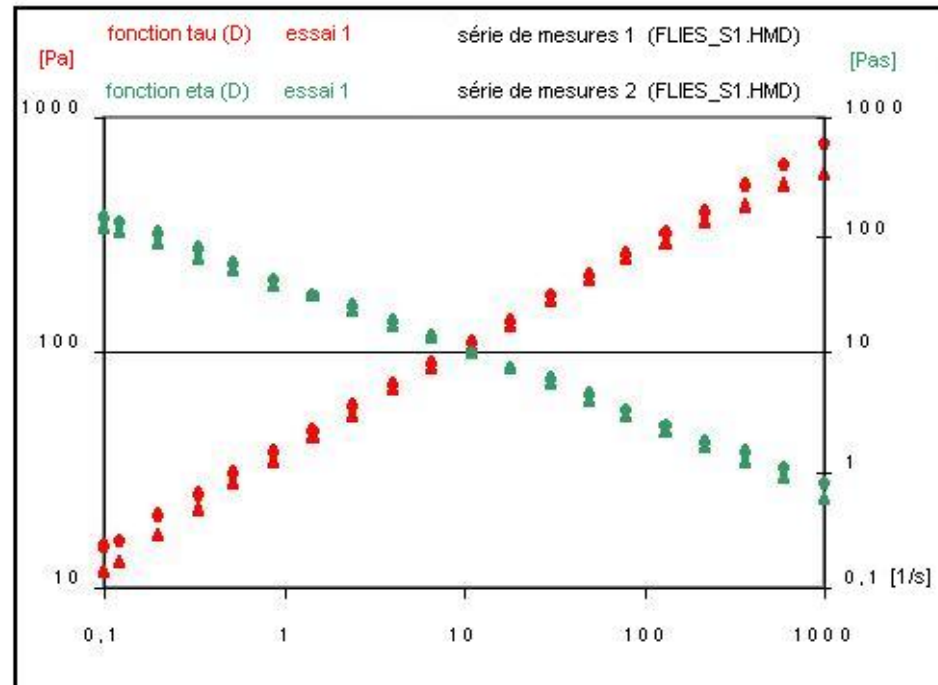
(Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement)

Contrôle et évaluation des courbes d'écoulement d'équilibre par comparaison de courbes définies. Contrôle et évaluation de la courbe d'écoulement d'équilibre à l'aide d'algorithmes associés au produit (ex.: Casson ou Herschel-Bulkley), et traitement des résultats des mesures à l'aide de valeurs de base.

(Mesure effectuée dans le cadre du contrôle qualité)

Remarques:

- ⇒ La diminution de la viscosité doit correspondre aux conditions d'utilisation ou de traitement
- ⇒ Les irrégularités de la courbe d'écoulement indiquent des propriétés rhéologiques instables et entraînent des imperfections en termes de qualité
- ⇒ Les viscosités peu importantes à des gradients de cisaillement élevés sont synonymes de bonnes propriétés au cours du pompage et du traitement.



Mesure (figure 2):

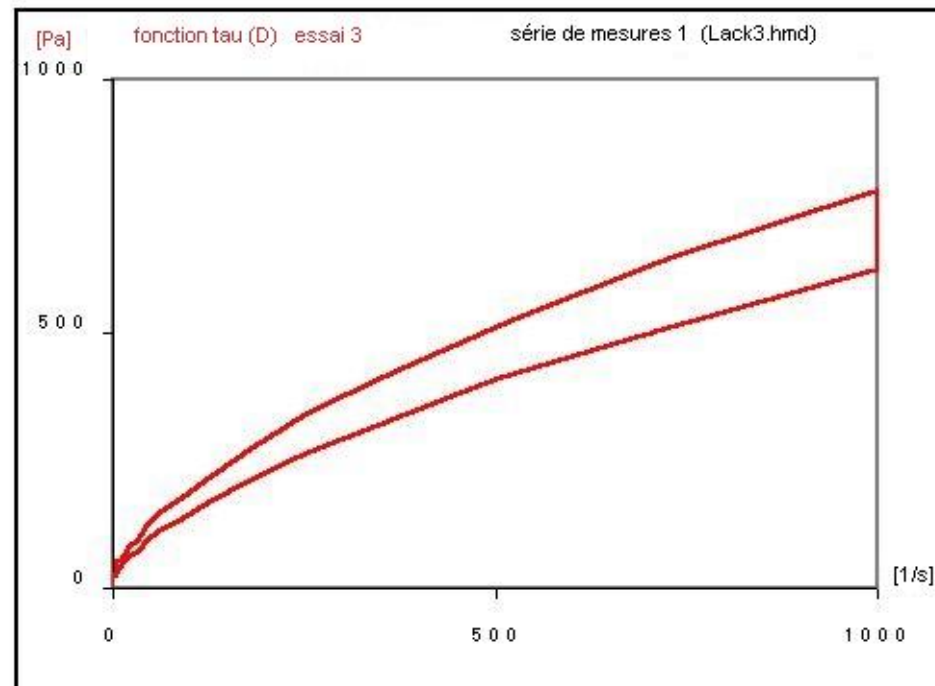
Détermination de l'influence des composants reçus sur la stabilité du produit et diminution de la viscosité sous l'effet d'une charge (cisaillement) à l'aide de plans inclinés vers l'avant et vers l'arrière.

(Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement)

Détermination de la zone d'hystérésis. *(Mesure effectuée dans le cadre du contrôle qualité)*

Remarques:

- ⇒ En relation avec la simplification du traitement des produits finaux, l'objectif est de diminuer considérablement la viscosité sous l'effet d'une charge. Bien entendu, la charge ne doit pas dépasser la valeur limite, sous peine de provoquer une destruction irréversible de la structure.

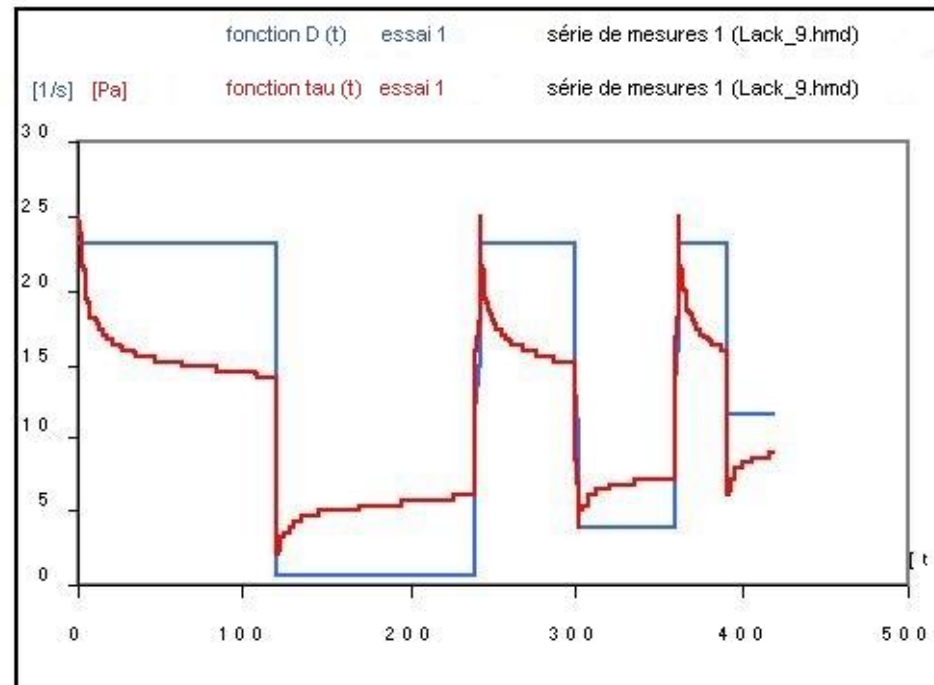


Mesure (figure 3):

Interprétation de l'influence des composants reçus sur la formation et la destruction de la structure interne à l'aide de tests à changements de stades et à taux de cisaillement imposé (CR-tests à changements de stades) – (Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement)

Remarques:

- ⇒ La destruction dépendant du taux de cisaillement permet d'obtenir des informations importantes concernant la diminution de viscosité nécessaire en relation avec le traitement ultérieur des produits finaux
- ⇒ La formation de structure à l'état de repos (viscosité-zéro) et à de faibles gradients de cisaillement est essentielle à la stabilité pendant le stockage et aux propriétés au cours du traitement
- ⇒ A l'inverse des mesures effectuées avec un cisaillement contrôlé, il est également possible d'obtenir des résultats de mesure possédant une bonne reproductibilité avec les CR-tests.
Cependant, il n'existe pas de lien direct entre ces données et la stabilité du produit.



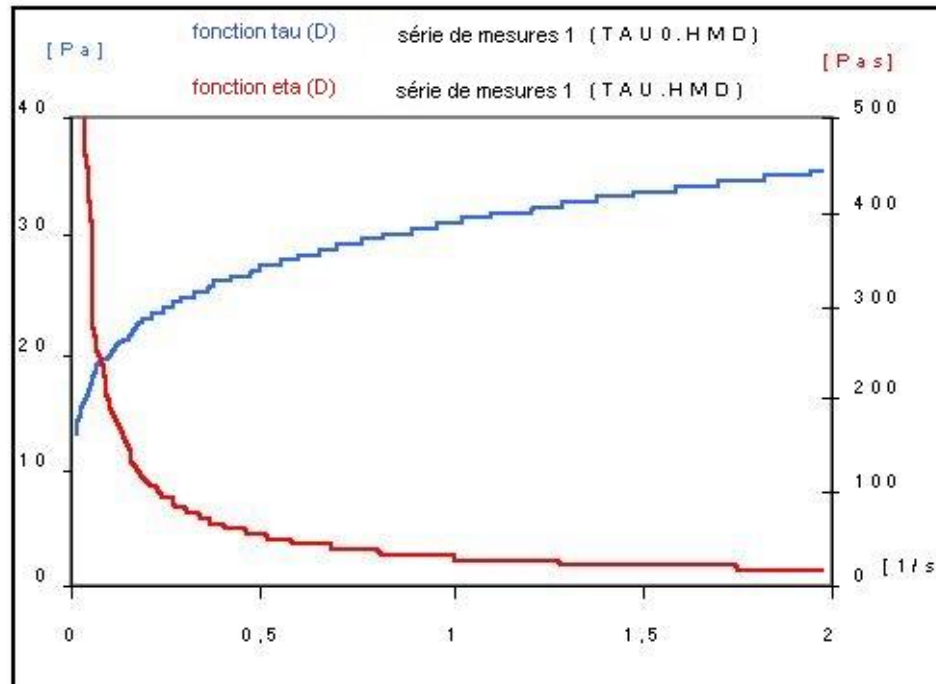
Mesure (figure 4):

Détermination de l'influence des composants reçus sur la limite élastique d'un produit final et sur sa viscosité à de très faibles taux de cisaillement à l'aide de tests à cisaillement contrôlé. (*Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement*)

Mesures de la limite élastique (*Mesure effectuée dans le cadre du contrôle qualité*)

Remarques:

- ⇒ La limite élastique possède une influence correspondante sur l'épaisseur de film optimale du revêtement
- ⇒ La viscosité-zéro est essentielle aux propriétés lors du processus



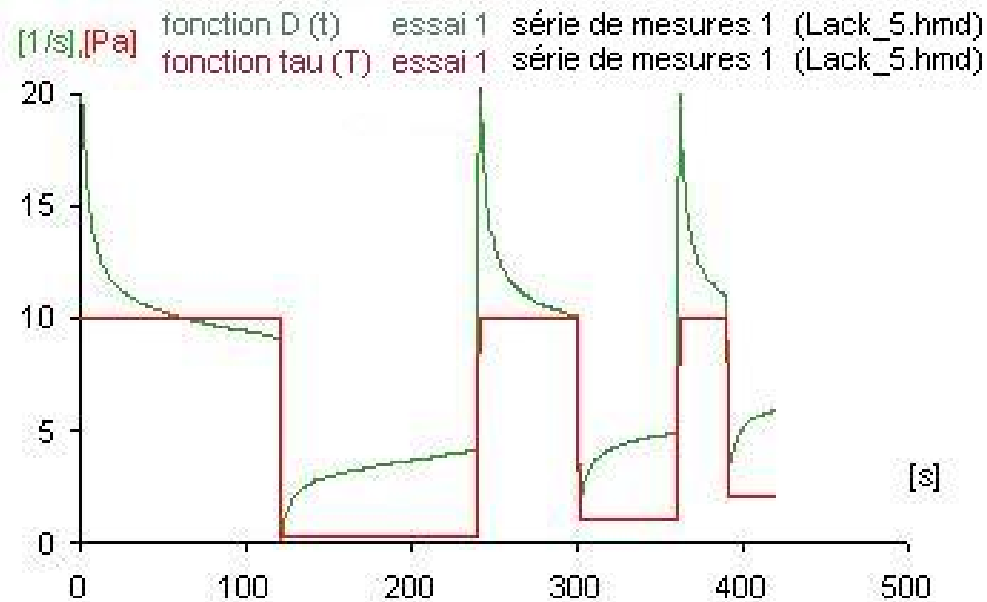
Mesure (figure 5):

Interprétation de l'influence des composants reçus sur la formation et la destruction de la structure interne du produit à l'aide de tests à changements de stades et à cisaillement contrôlé (CS-tests à changements de stades) – (Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement)

Régulation intentionnelle de la destruction de la structure (diminution de la limite élastique) et de la formation de structure (augmentation de la limite élastique).

Remarques:

- ⇒ La destruction dépendant du taux de cisaillement permet d'obtenir des informations importantes concernant la diminution de viscosité nécessaire en relation avec le traitement ultérieur du produit final. À l'inverse des mesures avec un taux de cisaillement imposé, la stabilité du produit est directement liée à la contrainte.
- ⇒ La formation de structure à l'état de repos (viscosité-zéro) et à de faibles contraintes est essentielle à la stabilité pendant le stockage et aux propriétés au cours du traitement. L'influence sur la limite élastique est mesurée directement, à l'inverse des mesures effectuées avec un taux de cisaillement imposé.



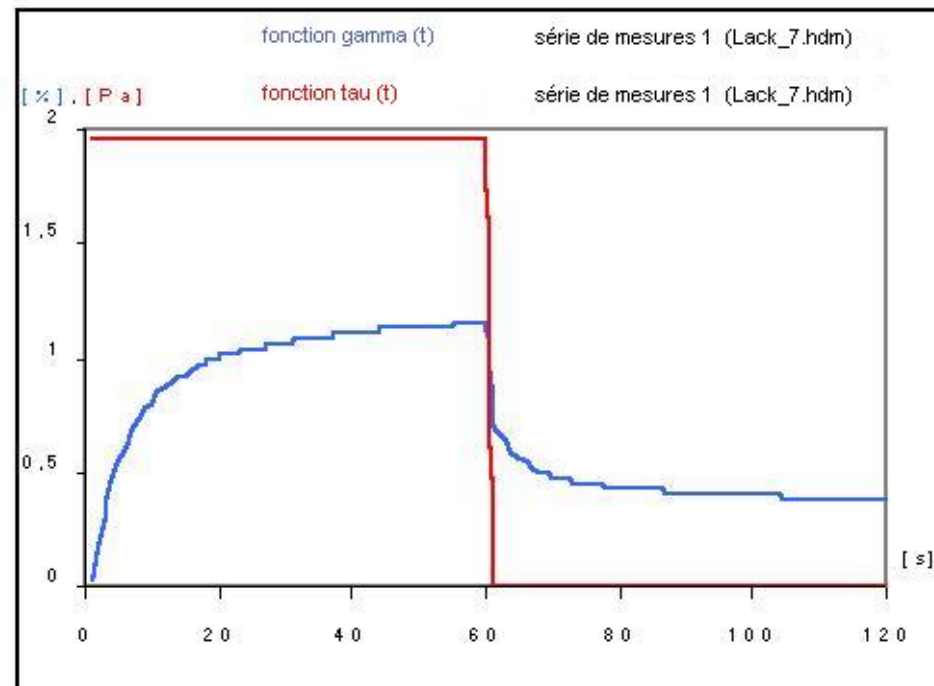
Mesure (figure 6):

L'interprétation des propriétés rhéologiques viscoélastiques et l'étude des changements de la structure dans des conditions de cisaillement sans destruction sont effectuées à l'aide de tests de récupération au fluage et de tests de mesure du fluage à cisaillement contrôlé (tests de fluage).

(Mesure effectuée dans le cadre de la recherche et développement)

Remarques:

- ⇒ Les résultats des mesures de la fonction de déformation et de contrainte par rapport à la durée de la charge constituent la base du calcul de l'élasticité de la structure par le biais de la fonction de déformation ou de module d'élasticité, ou bien de paramètres spéciaux de modèles viscoélastiques.
- ⇒ Les forces inter-particulaires et le mouvement Brownien constituent les raisons des propriétés viscoélastiques. Il est possible d'obtenir des données importantes par le biais de mesures visant à prévoir les interactions avec les pigments ainsi que leur influence à l'aide de processus d'ajout d'additifs et de dispersion.



Mesure (figure 7):

Contrôle qualité des encres d'impression et des vernis de revêtement à l'aide du viscosimètre à capillaire RHEOTEST® LK

Avantages du RHEOTEST® LK pour les laboratoires de contrôle qualité:

- Les valeurs mesurées de la viscosité, de la température, et de la viscosité avec compensation de la température sont affichées sur l'écran, sur l'imprimante ou sur le PC au bout de 25 secondes seulement
- Un contrôle très simple à l'aide de 4 touches ou d'un PC
- Une compensation viscosité-température électronique. cela signifie que le résultat de la viscosité à une température mesurée est calculé et affiché automatiquement selon la température standard souhaitée (ex.: 20°C). Il suffit de saisir un coefficient de température calculé dans le menu du logiciel.
- Le système de mesure en acier de grande qualité ne peut être endommagé dans des conditions normales
- Une facilité de maintenance, d'étalonnage et de nettoyage
- Le RHEOTEST® LK peut être acheté sous forme de cellule de travail automatisée et commandée par PC permettant d'effectuer des mesures de viscosité à l'aide d'un échantillonneur (20 échantillons)
- L'offre commerciale comprend deux versions de viscosimètre:
 - Un instrument principal sans gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure à température ambiante)
 - Un instrument principal avec gaine de régulation de la température (pour des conditions de mesure au-delà de la température ambiante)

Quelques exemples de viscosité:

- ⇒ Revêtements de tubes cathodiques: environ 5 à 50 mPas à 20°C
- ⇒ Encres d'impression: environ 100 à 500 mPas à 20°C

