

# RHEOTEST Medingen

Rheometer RHEOTEST<sup>®</sup> RN zur rheologischen Bewertung von „Zwei-Komponenten-Systemen“ am Beispiel von Lacken und Dichtungsmassen mit Hilfe von Oszillationstests

---



## Generelle Aufgabenstellung

Zwei-Komponenten-Systeme müssen nach dem Mischen innerhalb eines definierten, zumeist von den Verarbeitungsbedingungen abhängigen Zeitraums (Topfzeit) leicht verarbeitbar sein. Das bedingt:

***eine möglichst niedrige Viskosität und / oder niedrige Fließgrenze***                      ***keine oder sehr kleine elastische Anteile am Fließverhalten***

Außerdem muss das Zwei-Komponenten-System nach der Verarbeitung möglichst komplett vernetzen, um die gewünschten mechanischen, thermischen und / oder anderen Eigenschaften zu erhalten.

**Im Forschungs- und Entwicklungsbereich**    untersucht man den ***Einfluss von Rezepturbestandteilen*** (z.B. verschiedener Härter)  
und den ***Einfluss der Verarbeitungsbedingungen*** auf die gewünschten Produkteigenschaften, wie z.B.:

***Temperatur auf die Topfzeit***                      und                      ***Verarbeitungszeit auf die rheologischen Kennwerte***

Die mit dem Rheometer ermittelten Topfzeiten und rheologischen Kennwerte müssen aufgrund der Produktvielfalt und sehr unterschiedlicher Verarbeitungsbedingungen in weiten Messbereichen sicher gemessen werden können.

**Für die Qualitätskontrolle**                      gibt es vor allem zwei Aufgaben:  
***reproduzierbares und messtechnisch korrektes Bestimmen der Topfzeit***  
***Kontrolle der rheologischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Vernetzungsreaktion***

Die mit dem Rheometer ermittelten Topfzeiten und rheologischen Kennwerte müssen eine gute Vergleichbarkeit innerhalb der Produktpalette des Herstellers gewährleisten und auch gegenüber Lieferanten und Endabnehmern messtechnisch nachweisbar sein.

**Die wichtigsten rheologischen Kenngrößen sind:**

**komplexe Viskosität  $\eta^*$ ,**      **Speichermodul  $G'$ ,**  
**Verlustmodul  $G''$**       *oder vereinfacht*      **Phasenverschiebungswinkel  $\delta$**

**Diese Kenngrößen lassen sich aus dem Versuchstyp „Oszillation konstant“ bestimmen**

Die komplexe Viskosität  $\eta^* = \tau_{\text{Max}} / \gamma_{\text{Max}} \times \omega$  ist vergleichbar mit der dynamischen Viskosität  $\eta$  unter der Bedingung Kreisfrequenz  $\omega =$  Scherrate  $D$

Der Speichermodul  $G' = G^* \times \cos \delta$  ist ein Maß für den elastischen Anteil an der Gesamtdeformation ( $G^* = \tau_{\text{Max}} / \gamma_{\text{Max}}$  – komplexer Modul)

Der Verlustmodul  $G'' = G^* \times \sin \delta$  ist ein Maß für den viskosen Anteil (Dissipation) an der Gesamtdeformation

Der Phasenverschiebungswinkel  $\delta$  spiegelt das Verhältnis der beiden Anteile wieder:  $\delta = 0^\circ$  rein elastische Deformation,  $\delta = 90^\circ$  rein viskose Deformation

**Beispiel 1: Zwei-Komponenten PUR-Lack**

- Beurteilung der Vernetzungsreaktion durch „Oszillationstest konstant“
- Bestimmung des Einflusses von Rezepturbestandteilen auf die Topfzeit  
(die Topfzeit entspricht der Zeit, die bis zum Erreichen einer kritischen komplexen Viskosität  $\eta^*$  vergeht)
- Bestimmung des Einflusses von Rezepturbestandteilen auf den Verlauf der rheologischen Größen:  
**komplexe Viskosität  $\eta^*$ ,**      **Speichermodul  $G'$**       **Verlustmodul  $G''$**
- Bestimmung des Einflusses von Rezepturbestandteilen auf die Kinetik der Vernetzungsreaktion  
(*Aufgabenstellung für Forschung und Entwicklung*)
- Kontrolle der Topfzeit und der rheologischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Vernetzungsreaktion  
(*Aufgabenstellung für Qualitätskontrolle*)

**Bemerkungen:**

- ⇒ Topfzeit und rheologische Kennwerte müssen an die Anwendungs- bzw. Verarbeitungsbedingungen angepasst sein
- ⇒ Die **Topfzeit** liefert Informationen zum Verarbeitungsfenster, die **Kinetik der Vernetzungsreaktion** liefert Informationen zur notwendigen Aushärtezeit und die zu erwartenden mechanischen / thermischen Eigenschaften des ausgehärteten Lackes

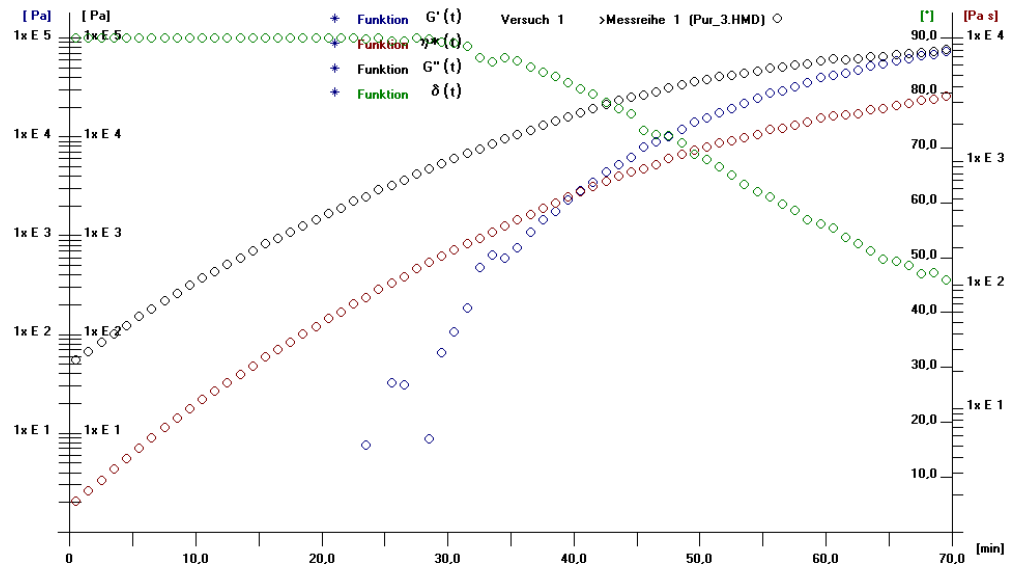


Bild: Speichermodul  $G'$  und Verlustmodul  $G''$  (blau und schwarz – linke Achse) sowie Phasenverschiebungswinkel  $\delta$  und komplexe Viskosität  $\eta^*$  (rot und grün – rechte Achse) als Funktion der Zeit

### Verwendetes Messsystem / Versuchsvorgaben:

- Kegel-Platte- Messsystem mit Kegel 3 ( $\varnothing$  36 mm; Kegelwinkel  $1^\circ$ )
- Oszillationsversuch mit Oszillation konstant; Schubspannungsamplitude 90 Pa; Kreisfrequenz 31,42 Hz; Temperatur  $20^\circ\text{C}$

### Versuchsablauf / Ergebnis:

- Nach Zugabe des Härters steigen komplexe Viskosität  $\eta^*$  und Speichermodul  $G'$  sofort an. Ursache ist Molekülwachstum durch Polyadditionsreaktion
- Bis ca. 25 min nach Zugabe des Härters zeigt der Lack rein viskoses Verhalten (Phasenverschiebungswinkel  $\delta = 90^\circ$ ; Verlustmodul  $G'' = 0$ ); das heißt, es kam noch nicht zur Ausbildung von Vernetzungen, da die Moleküllänge noch zu gering ist
- 25 min nach Zugabe des Härters beginnt der Lack „zu vernetzen“. Charakteristisch dafür sind ein überproportionales Ansteigen von Verlustmodul  $G''$  und ein Abfall des Phasenverschiebungswinkels  $\delta$

## Beispiel 2: Zwei-Komponenten Dichtungsmasse:

- Bestimmung der Vernetzungsreaktion durch „Oszillationstest konstant“
- Beurteilung des Einflusses von Rezepturbestandteilen auf die Verarbeitbarkeit, insbesondere auf die komplexe Viskosität  $\eta^*$  der Dichtungsmasse und auf die Reaktivität des Vernetzers
- Bestimmung des Einflusses von Rezepturbestandteilen auf den Verlauf der rheologischen Größen:  
**komplexe Viskosität  $\eta^*$  Speichermodul  $G'$  Verlustmodul  $G''$**  (Aufgabenstellung für Forschung und Entwicklung)
- Kontrolle der Topfzeit und der rheologischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Vernetzung (Aufgabenstellung für Qualitätskontrolle)

### Bemerkungen:

- ⇒ Topfzeit und Zeitabhängigkeit der rheologischen Kennwerte müssen an die Anwendungs- bzw. Verarbeitungsbedingungen angepasst sein
- ⇒ Die **Topfzeit** liefert Informationen zum Verarbeitungsfenster, **die Kinetik der Vernetzungsreaktion** liefert Informationen zur notwendigen Vernetzungszeit und die zu erwartenden mechanischen / thermischen Eigenschaften der vernetzten Dichtungsmasse

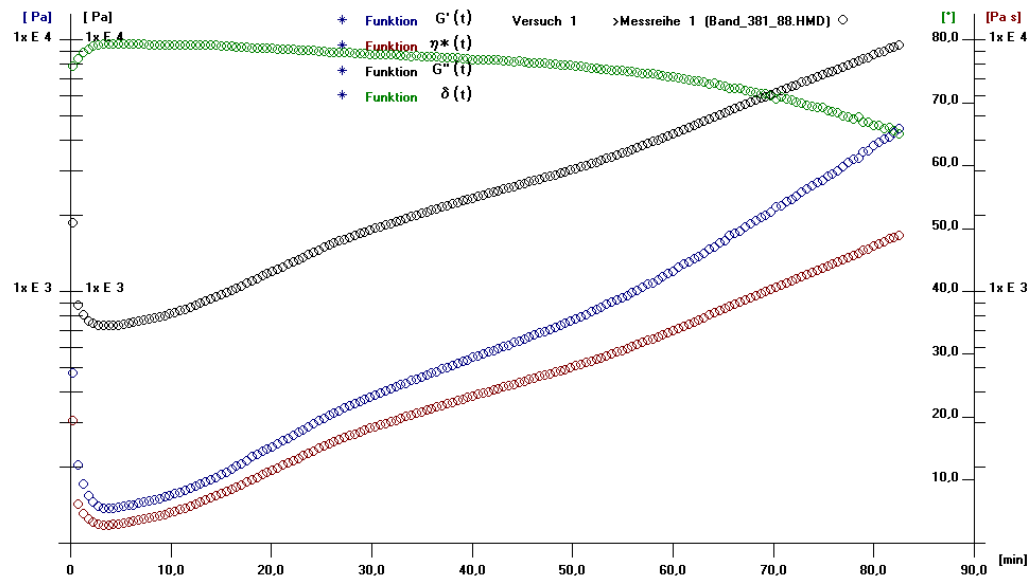


Bild:  
Speichermodul  $G'$  und Verlustmodul  $G''$   
(blau und schwarz – linke Achse)  
sowie Phasenverschiebungswinkel  $\delta$  und  
komplexe Viskosität  $\eta^*$  (rot und grün – rechte Achse)  
als Funktion der Zeit

### **Verwendetes Messsystem / Versuchsvorgaben:**

- Kegel-Platte- Messsystem mit Kegel 3 ( $\varnothing$  36 mm; Kegelwinkel 1°)
- Oszillationsversuch mit Oszillation konstant; Schubspannungsamplitude 200 Pa; Kreisfrequenz 6,283 Hz; Temperatur 35°C

### **Versuchsablauf / Ergebnis:**

- Bei Beginn der Messung verringern sich die Werte von komplexer Viskosität  $\eta^*$ , Speichermodul  $G'$  und Verlustmodul  $G''$ . Ursache ist die noch nicht abgeschlossene Temperierung auf 35 °C. Im weiteren Verlauf setzt die Polymerisation ein, erkennbar am stetigen Anstieg der genannten Messwerte
- Bereits zu Beginn der Messung zeigt der relativ große Wert von Speichermodul  $G'$  und der Phasenverschiebungswinkel  $\delta \approx 80^\circ$ , dass bereits die Dichtungsmasse ohne Vernetzerwirkung viskoelastische Eigenschaften hat
- Nach ca. 60 min beginnt die Vernetzung der Polymere, erkennbar am überproportionalen Anstieg von  $G'$  und dem starken Abfall des Phasenverschiebungswinkels  $\delta$ . Bis zu diesem Zeitpunkt kann die Dichtungsmasse noch gut verarbeitet werden.