

APPLICATION NOTE

Farben – Rotationsrheometrie



Wie beeinflusst das Trocknen von Farben ihre rheologischen Eigenschaften? Die Immobilisierungszelle

Claire Strasser und Senol Gezgin, Applikationslabor

Einleitung

Die Immobilisierungszelle wird zusammen mit dem Rotationsrheometer Kinexus eingesetzt, um die rheologischen Eigenschaften einer Farbe oder Beschichtung während der Trocknung auf einem Substrat zu charakterisieren.

Dank eines solchen Tests wird der Einfluss

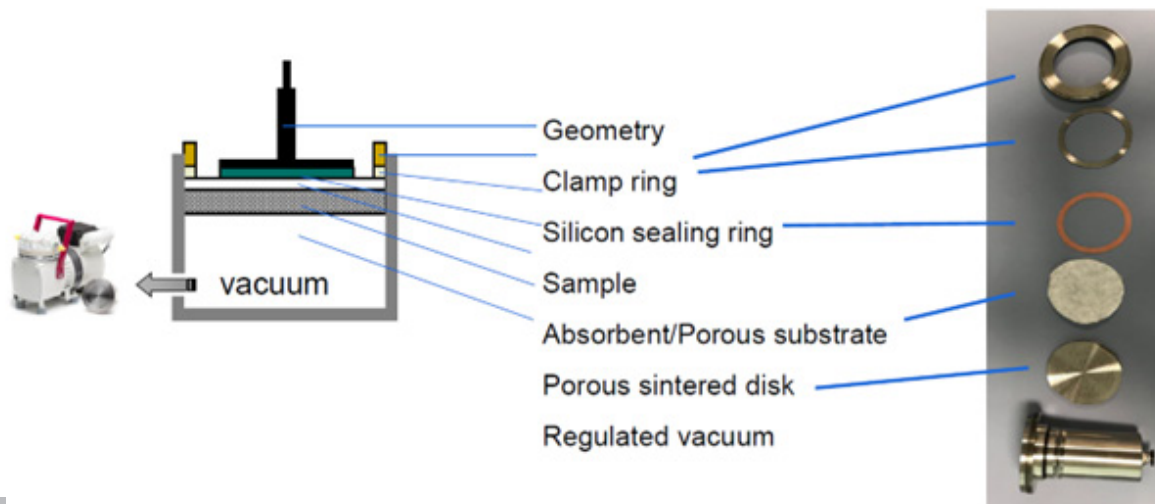
- des Feststoffgehalts
- der Porosität des Beschichtungssubstrats
- der Dicke des Beschichtungssubstrats
- der Wasserretentionsmittel
- des angewandten Druckabfalls

auf die rheologischen Eigenschaften eines Materials untersucht.

Die Immobilisierungszelle

In Abbildung 1 ist eine schematische Darstellung der Immobilisierungszelle gezeigt.

Die Messung erfolgt durch Aufbringen der Probe auf ein Substrat, das auf einer porösen Sinterscheibe positioniert ist. Darunter wird ein Vakuum angelegt, um den Entwässerungsprozess einzuleiten. Es kann eine obere Geometrie (Kegel oder Platte) mit einem Durchmesser von bis zu 45 mm verwendet werden. Echtzeitmessungen können in Rotation (Viskosimetrie) durchgeführt werden, um die Immobilisierungskinetik der Probe zu charakterisieren, oder in Oszillation, um Änderungen der viskoelastischen Eigenschaften zu erfassen.



1 Immobilisierungszelle

APPLICATIONNOTE Wie beeinflusst das Trocknen von Farben ihre rheologischen Eigenschaften? Die Immobilisierungszelle

Messparameter

Im Folgenden wurden die rheologischen Eigenschaften einer Wandfarbe während der Trocknung bestimmt. Die Messparameter sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Anmerkungen zu den Messparametern

Es wurde eine Deformationsamplitude von 0,5 % gewählt, da diese im Bereich der linearen Viskoelastizität (LVB) liegt und somit nicht zum Zusammenbruch der Probenstruktur führt. Dies wurde mit Hilfe eines Amplitudensweeps ermittelt (hier nicht dargestellt). Natürlich verändert sich die Probe während der Messung aufgrund der Trocknung, so dass sich auch der LVB ändern kann. Ein Blick auf die Klirrfaktorkurve zeigt, dass die Probe während der gesamten Messung innerhalb des LVB blieb.

LVB – Linear viskoelastischer Bereich

- Der LVB ist der Amplitudenbereich, in dem Spannung und Dehnung proportional sind.
- Die in diesem Bereich aufgebrachten Spannungen (oder Deformationen) reichen nicht aus, um einen Zusammenbruch der Struktur hervorzurufen, wodurch mikrostrukturelle Eigenschaften gemessen werden können.

Für die Untersuchung wurde ein Spalt von 1 mm gewählt. Um jedoch die zu erwartende Schrumpfung durch das Trocknen der Probe zu berücksichtigen, wurde eine geringe Normalkraft aufgebracht. Das stellt sicher, dass der Kontakt zwischen der oberen Platte und der Probe trotz Änderung des Spalts erhalten bleibt. Die Aufrechterhaltung der Normalkraft führte dazu, dass die Verringerung des Spalts der Schrumpfung der Probe entsprach.

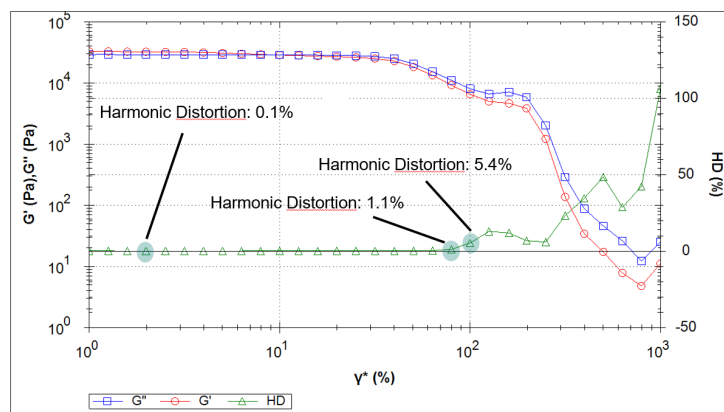
Tabelle 1 Messparameter

Gerät	Rotationsrheometer Kinexus ultra+
Testart	Oszillation, Zeitsweep
Geometrie	PP40 (Platte/Platte, Durchmesser: 40 mm)
Spalt bei Messbeginn	1 mm
Normalkraft während der Messung	0,5 N
Frequenz	1 Hz
Deformationsamplitude	0,5 %

Klirrfaktor (Harmonic Distortion HD)

Innerhalb des LVB ist die Eingangsfrequenz gleich der Ausgangsfrequenz. Jenseits des LVB kommt es zur **Verzerrung des Signals**. Die Eingangsfrequenz zerfällt in höhere (d.h. harmonische) Frequenzen.

Je weiter die Belastung über den LVB hinausgeht, desto größer wird der Klirrfaktor. Dieser lässt sich einfach in der NETZSCH rSpace-Software darstellen.



APPLICATIONNOTE Wie beeinflusst das Trocknen von Farben ihre rheologischen Eigenschaften? Die Immobilisierungszelle

Messergebnisse

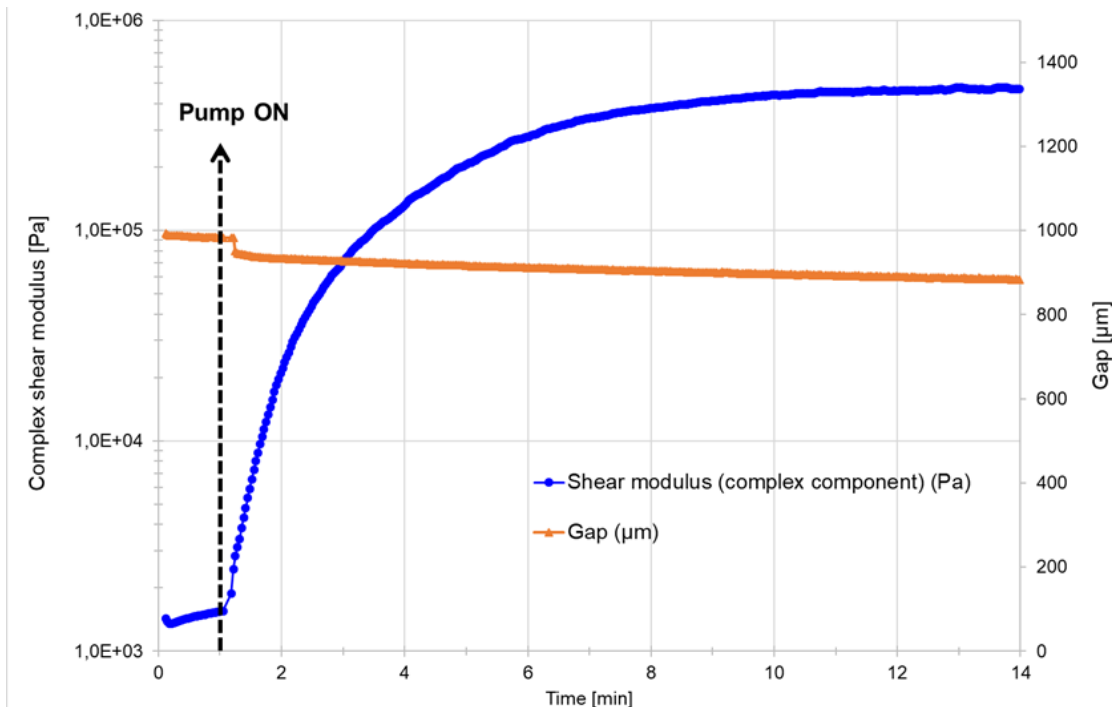
In Abbildung 2 sind die komplexe Steifigkeit und der während der Trocknung der Wandfarbe gemessene Spalt dargestellt.

Nach einer einminütigen Ausgleichsphase, in der eine Oszillation ohne Vakuum angelegt wurde, wurde die Pumpe eingeschaltet und mit der Entwässerung der Farbe begonnen. Dies führte innerhalb von 11 Minuten

zu einem Anstieg des komplexen Moduls (Steifigkeit) um drei Dekaden, während die Probe um mehr als 10 % schrumpfte. Nach dieser Zeit haben sowohl der komplexe Modul als auch der Spalt ein Plateau erreicht, was das Ende des Trocknungsprozesses anzeigt.

Der Aufbau der Immobilisierungszelle ist in folgendem Video gezeigt:

[How to use the immobilization cell.mp4](#)



2 Komplexe Steifigkeit und Spalt während des Trocknens der Farbe.