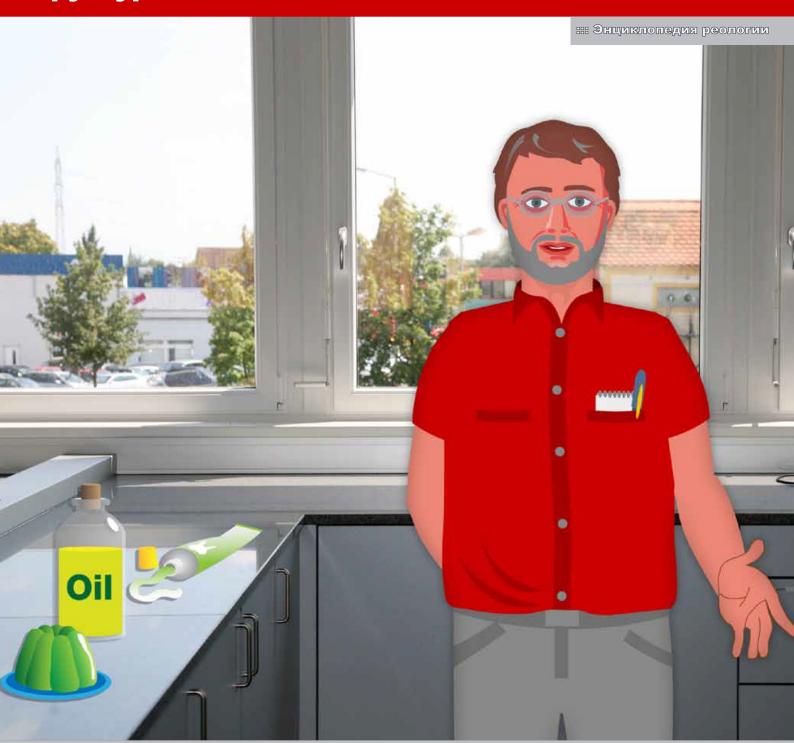
Режим осцилляции: исследуй без разрушения структуры





Советы и рекомендации Джо Флоу

Осцилляционный режим измерения используют для получения подробной информации о поведении материалов, а именно для полного анализа структуры и вязкоупругих свойств образца.

Режим осцилляции: исследуй без разрушения структуры

Применение осцилляционного теста. Набор параметров

В осцилляционном режиме измерительная система совершает колебательные движения с заданной частотой и амплитудой. Преимущество данного теста заключается в возможности измерения образца, без разрушения структуры образца.

На рис. 1. показана принципиальная схема процесса осцилляционного измерения на примере модели двух плоскостей: нижняя плоскость находится в состоянии покоя, в то время как верхняя совершает гармонические колебания.

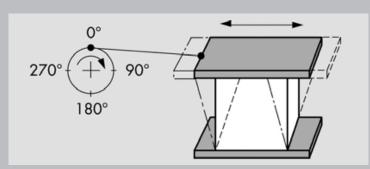


Рис. 1. Модель двух плоскостей для режима осцилляции

При достижении положения в 90° или 270° верхняя плоскость максимально отклоняется от начального положения, данное положение называется амплитудой колебания. Другими важными задаваемыми параметрами являются напряжение сдвига и деформация. Чтобы найти напряжения сдвига необходимо значение крутящего момента, прикладываемого к верхней плоскости, разделить на ее площадь. Значение деформации рассчитывается как отношение смещения плоскостей относительно начального положения к толщине зазора.

В осцилляционном тесте возможно измерение в двух режимах:

- с контролируемым напряжением сдвига (Controlled Shear Stress (CSS)-режим). В данном режиме прикладывается крутящий момент, необходимый для достижения заданного напряжения сдвига, и определяется значение деформации.
- с контролируемой деформацией сдвига (Controlled Shear Deformation (CSD)-режим). Данный режим позволяет определить напряжение сдвига путем задания угла отклонения (деформации).

Большинство осцилляционных измерений проводится в режиме контроля деформации (CSD). Измерения в осцилляционном режиме дают уникальную информацию о реологических характеристиках образца, благодаря возможности выделения упругой и вязкой составляющих. Упругий модуль (модуль накоплений) G' характеризует накопленную энергию деформации в системе, и отражает характеристики образца как твердого тела (упругая составляющая). Величина вязкого модуля (модуля потерь) G'' определяет диссипацию энергии, и отвечает за поведение образца как жидкости (вязкая составляющая). Измерение этих двух параметров наиболее часто интересует исследователей при проведении осцилляционного теста.

Какие тесты наиболее востребованы?

Обычно тесты выполняются в амплитудной и частотной развертке, а также исследуются температурная и временная зависимости.

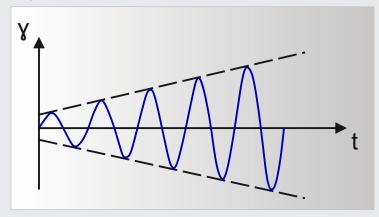


Рис. 2. Задаваемые значения в амплитудном тесте

При исследовании образца в режиме осцилляции первым тестом всегда является тест с амплитудной разверткой, т.к. этот тест позволяет определить диапазон линейной вязкоупругости (LVE-диапазон). Зная эту информацию, мы можем определить интервал значений деформации, в котором структура исследуемого образца не разрушается под действием деформации.

В амплитудной развертке в LVE-диапазоне графики модулей накоплений и потерь идут параллельно оси X (см. рис.3). Обычно измерительный профиль амплитудной развертки приводится в логарифмических координатах. Деформация задается в диапазоне от 0,01 до 100% с постоянной угловой частотой 10 рад/с (рис. 3).

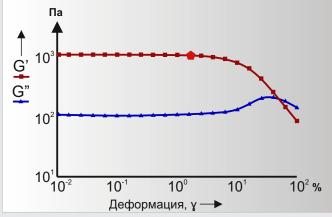


Рис. 3. Амплитудная развертка для вязкоупругого образца

В амплитудной развертке реометр точно контролирует заданное значение деформации и фиксирует точки только при достижении этих значений. Благодаря этому, пользователю нет необходимости задавать время измерения на точку. Кроме определения LVE-диапазона и предела текучести, амплитудная развертка также позволяет найти точку, при которой модули накоплений и потерь отклоняются от параллельных значений (рис. 3. красная точка). Это значение дает информацию о структуре образца: при G' > G" — образец ведет себя как вязкоупругое тело, а при G" > G' — как вязкоупругая жидкость. Прочность структуры материала определяется значением G'внутри LVE-диапазона.

paar.ru 2/3

Режим осцилляции:

исследуй без разрушения структуры

Точка пересечения G' и G" (см. рис. 3) соответствует точке течения, что говорит о течении образца при увеличении деформации. Подробную информацию о точке течения вы найдете во втором выпуске.

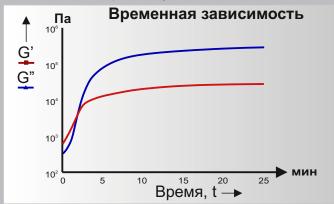
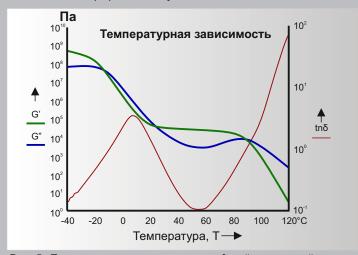


Рис. 4. Временная развертка для процесса отверждения.

Еще один тип осцилляционных измерений — определение временной и температурной зависимости. Данный тип исследования применяется для построения зависимости от температуры, и для исследования образцов в ходе отверждения. Все эти тесты выполняются при деформациях, находящихся внутри LVE-диапазона, благодаря чему структура образца не разрушается во время измерения. Данные тесты обычно проводятся при частоте, составляющей 10 рад/с.

Фактор потерь (фактор демпфирования) tg δ также часто используется при построении температурной и временной зависимости, и описывает соотношение между модулями потерь и накоплений (G"/G'). Если фактор потерь tg δ < 1, то образец является вязкоупругим телом. При достижении tg δ = 1 образец будет находиться в точке гелеобразования, а при значениях tg δ > 1 — в состоянии вязкоупругой жидкости.

При построении временной зависимости заданные условия (частота и деформация) остаются постоянными на протяжении всего исследования. Данный режим часто используется для исследования образца в процессе отверждения, прогнозирования срока хранения и определения восстановления структуры образца. Исследование поведения образца в зависимости от температуры также проводится при фиксированных значениях деформации и угловой частоты.



Puc. 5. Температурная зависимость модулей накоплений и потерь термоклея

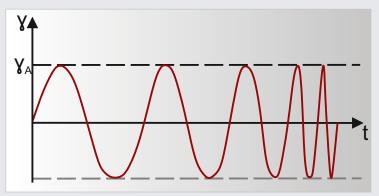


Рис. 6. Задаваемые параметры для частотной развертки

Такие тесты часто используются при исследовании полимерных материалов с целью нахождения температуры стеклования, а также определения интервалов плавления и размягчения.

Режим частотной развертки используется для исследования поведения образцов при различном времени воздействия. Задание колебаний высокой частоты соответствует короткому времени воздействия, а низкой — длительному воздействию. Вид кривых G' и G" дает информацию о внутренней структуре образца. Например, при исследовании полимерных материалов в режиме частотной развертки возможно определять следующие параметры: нулевую сдвиговую вязкость, спектр времен релаксации, молекулярно-массовое распределение.

Обычно измерительный профиль частотной развертки задается следующим образом: выбирается деформация внутри LVE-диапазона, затем задается диапазон частот в логарифмическом масштабе от 100 до 0,1 рад/с. Как и в режиме амплитудной развертки, нет необходимости задавать время на измерение одной точки. Заметьте, что при уменьшении частоты, увеличивается время измерения одной точки. Данная зависимость представлена на рисунке 6. Осцилляционный режим охватывает большой спектр исследований, недоступных для ротационного режима: позволяет исследовать не только вязкоупругие жидкости, но и вязкоупругие тела; выделять вязкую и упругую составляющую образца; прогнозировать сроки хранения и поведение образца в состоянии покоя.

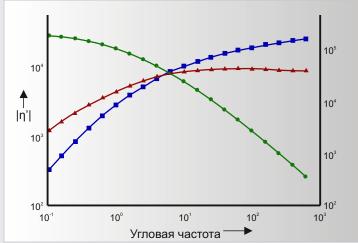


Рис. 7. Частотная развертка полидиметилсилоксана.

Еще больше полезной информации в новых выпусках...

paar.ru 3/3