



Mesures fiables depuis la préparation des échantillons jusqu'à l'interprétation des résultats

La rhéologie pour le contrôle qualité - De meilleurs résultats rhéologiques

Pouvez-vous vous fier à vos résultats de mesure rhéologique ? Ce livre blanc offre un aperçu de l'importance des procédures opérationnelles normalisées (SOP) et de ce que vous devez prendre en considération lorsqu'il s'agit de mesures rhéologiques.

Les procédures opérationnelles normalisées (SOP) pour la rhéologie courante offrent l'opportunité d'améliorer l'efficacité, la sécurité, la qualité et l'homogénéité grâce à des instructions écrites et détaillées étape par étape. Une SOP garantit une qualité permanente des résultats, même lorsque des opérateurs non aguerris procèdent aux tests.

Ce livre blanc décrit le développement d'une SOP efficace et exhaustive pour les mesures rhéologiques dans le contrôle qualité. Le rhéomètre, les accessoires et le logiciel sont pris en considération.

- Plans, cônes, cylindres coaxiaux. Lesquels sont les plus adaptés ?
- Considérations d'échantillonnage. À quoi dois-je penser pour l'historique d'échantillonnage, l'évaporation, le glissement, etc. ?
- Chargement de l'échantillon, découpe et comblement de l'entrefer. Comment garantir le remplissage optimal de l'échantillon ?
- Gestion des utilisateurs, évaluation des mesures et des données. Quelles capacités offre le logiciel pour supporter les mesures courantes du contrôle qualité ?

Ce guide fournit des réponses à ces questions et à bien d'autres.

Bien préparés pour de bons résultats

Auteurs

Cornelia Küchenmeister-Lehrheuer at Klaus Olddörp
Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Allemagne

Introduction

Ces dernières années, les exigences relatives à la fiabilité des résultats des tests rhéologiques ont considérablement augmenté, comme pour la plupart des méthodes analytiques. Les résultats des tests ne peuvent être utilisés pour une comparaison des substances ou une caractérisation fiables que s'ils peuvent être produits et facilement reproductibles.

Sur la base de résultats de test corrects, il est par exemple possible pour le service qualité de comparer différents matériaux entrants ou différents lots issus de la production, indépendamment du fait que ces résultats aient été ou non produits sur des instruments différents ou même sur des sites différents. Il est néanmoins essentiel d'utiliser un viscosimètre ou un rhéomètre avec une géométrie de mesure qui donne des résultats absolus, comme par exemple des cylindres coaxiaux (CC), des plateaux parallèles (plan-plan, PP) ou des géométries cône-plan (CP). Selon la nature de l'échantillon, il peut également être nécessaire de s'accorder sur le processus de test et la méthode d'évaluation des données.

Chaque résultat de test comporte une marge d'erreur, ce qui est la somme de nombreux effets principalement liés à l'échantillon, l'instrument et la manipulation. En prenant l'exemple des géométries PP et CP, ce rapport décrit la préparation d'un test rhéologique destiné à démontrer les erreurs possibles et comment les minimiser. Il est supposé que le rhéomètre a été installé correctement sur une surface bien plane.

Cone ou plan? Comment choisir la bonne géométrie de mesure

Les géométries de mesure classiques disponibles pour les rhéomètres Thermo Scientific™ HAAKE™ ont un sommet équipé d'une encoche (Fig. 1). L'axe du moteur comporte une aiguille qui s'adapte dans l'encoche permettant ainsi à la géométrie d'être toujours montée uniquement dans la même position par rapport au rotor du moteur.



Fig. 1: géométrie de mesure classique avec un sommet équipé d'une encoche (à gauche) et une géométrie de mesure Connect Assist avec une marque sur son arbre en céramique pour un montage défini (à droite).

Les toutes nouvelles géométries de mesure Connect Assist ont une marque qui peut être alignée sur une marque similaire du rhéomètre pour obtenir le même effet. Lorsqu'un calibrage comme le MicroStressControl (MSC) [1] est effectué pour améliorer la qualité des données dans le couple à bas régime (nNm), ses résultats peuvent également être utilisés pour des tests ultérieurs puisque l'ensemble de la configuration moteur plus géométrie de mesure est toujours assemblé exactement de la même façon.

Les plateaux de mesure utilisés comme partie inférieure des géométries PP ou CP sont également conçus pour n'être montés que dans une seule position (Fig. 2) [2].

Dans une géométrie CP, la vitesse de cisaillement est homogène dans tout l'échantillon, alors que dans une géométrie PP, la vitesse de cisaillement diminue de sa valeur maximale au bord à zéro au centre de la géométrie. Lorsque des échantillons non newtoniens sont testés avec une géométrie PP, les valeurs de viscosité comportent toujours une erreur intrinsèque parce que différentes parties de l'échantillon sont exposées à des vitesses de cisaillement différentes. Par conséquent, lorsque c'est possible, il est préférable d'utiliser une géométrie CP pour les tests de viscosité. Toutefois, du fait de la plus grande flexibilité concernant la mesure d'entrefer, les géométries PP sont le meilleur choix, et parfois le seul, pour de nombreuses applications. Le diamètre de la géométrie doit être choisi en fonction de la viscosité de l'échantillon. Pour des échantillons de type aqueux, il est recommandé d'utiliser des cônes ou des plateaux du plus grand diamètre (60 mm). Plus la viscosité augmente, plus le diamètre doit être petit. Par exemple, pour du bitume ou du caoutchouc dur, un plateau de 8 mm est souvent le meilleur choix.

Pour des géométries PP et CP, la quantité adéquate d'échantillons devient plus importante pour des petits volumes d'échantillons et de grands effets de bord. Par conséquent, charger la quantité adéquate d'échantillons devient plus important pour les petits diamètres, les plus petits entrefers et les viscosités plus élevées.



Fig. 2: pour nos géométries PP et CP, les plateaux de mesure TMP avec diamètres correspondants sont disponibles. L'encoche sous la marque sur les TMP glisse au-dessus de l'aiguille dans l'unité de contrôle de la température pour un positionnement facile et précis.

Détermination de l'entrefer zéro - référence pour la mesure d'entrefer

Lorsqu'un cône, un plan ou le plateau de mesure inférieur a été monté, p. ex. après qu'il doit être retiré de l'instrument pour nettoyage ou lorsqu'une géométrie différente a été sélectionnée, le point zéro axial de la géométrie doit être déterminé. En d'autres termes, la position axiale où la partie supérieure de la géométrie de mesure touche la partie inférieure est nécessaire comme point de référence pour le paramétrage précis de la mesure de l'entrefer. Toute erreur de l'entrefer zéro mène automatiquement à une augmentation du taux d'erreur au niveau des résultats du test imputable à une mauvaise taille de l'entrefer au cours du test.

L'entrefer zéro peut être déterminé manuellement en utilisant le mode moniteur dans le gestionnaire de tâches (Job Manager) du logiciel du rhéomètre Thermo Scientific™ HAAKE™ RheoWin™ (Fig. 3). Lorsque l'on utilise un instrument avec un ascenseur automatique (p. ex. un rhéomètre Thermo Scientific™ HAAKE™ MARS™), il est recommandé d'inclure une détermination d'entrefer zéro automatique dans la tâche HAAKE RheoWin (Fig. 4). Cela évite d'oublier cette étape importante et mène à un entrefer zéro déterminé précisément indépendamment de l'intervention de l'utilisateur.

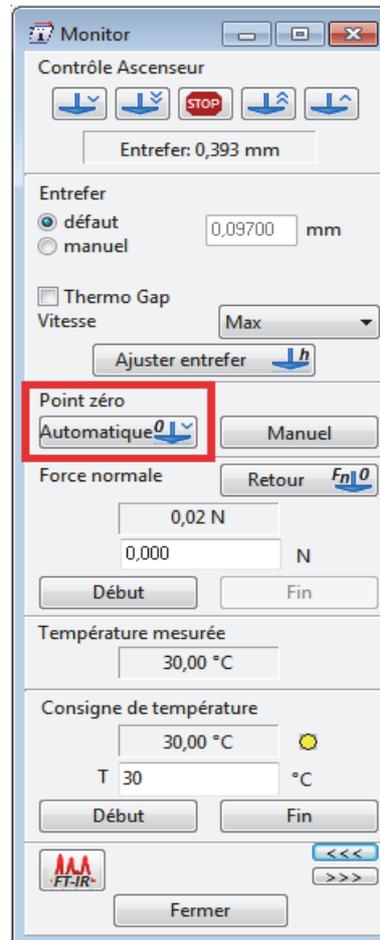


Fig. 3: détermination automatique de l'entrefer zéro en utilisant le mode moniteur.

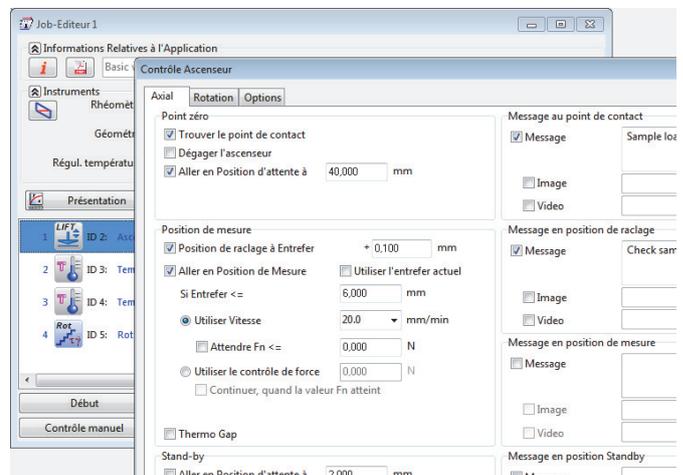


Fig. 4: détermination automatique de l'entrefer zéro en utilisant l'élément de contrôle de l'élévateur au cours d'un test. Ici, un message défini par l'utilisateur a été activé pour demander à ce que l'échantillon soit placé dans la géométrie.

Pour éviter toute erreur due à la dilatation ou au rétrécissement thermique de la géométrie de mesure, l'entrefer zéro doit être déterminé à la température et le test démarré par la suite. La partie supérieure de la géométrie peut être positionnée sur le plateau de mesure inférieur dont la température est directement contrôlée. Une fois que la lecture de la température demeure constante, la partie supérieure de la géométrie a besoin de temps additionnel pour également adapter sa température. Si cela est fait alors que la géométrie supérieure a déjà été montée, il convient de vérifier soigneusement que le palier à air du rhéomètre n'est pas endommagé par la géométrie en expansion, par exemple en paramétrant une petite force normale constante. Après que chaque partie de la géométrie de mesure a atteint la température adéquate, l'entrefer zéro peut être déterminé et il sera mémorisé comme point de référence pour la mesure de l'entrefer.

Historique d'échantillonnage

Le prétraitement de l'historique de l'échantillon peut jouer un rôle crucial dans l'obtention de données correctes et reproductibles. L'utilisateur doit concevoir la méthode de test en gardant à l'esprit que l'échantillon doit être en équilibre thermique et mécanique avant le démarrage du test rhéologique, c'est-à-dire en accordant un temps d'attente suffisamment long entre le comblement de la mesure d'entrefer et le début du test. Pendant cette période, la structure d'un échantillon thixotropique, par exemple, peut retrouver son intégrité après sa destruction partielle au cours de la procédure de chargement et de fermeture.

Dans certains cas, il est impossible d'atteindre un équilibre stable avant de commencer le test rhéologique. Des échantillons subissant une réaction chimique comme les colles ou les enduits sont des exemples classiques. Lors de la manipulation de ce type d'échantillons, chaque étape de la préparation de l'échantillon doit être faite en suivant toujours la même chronologie et le même séquençage pour commencer tous les tests avec un même état de l'échantillon afin d'obtenir des données comparables. Dans le cas d'échantillons présentant un rétablissement structural très long, comme par exemple les revêtements thixotropiques, un pré-cisaillement défini dans le rhéomètre permet de commencer le test au moins à partir du même degré de dommage structural, ce qui induit des résultats comparables. Les fluides newtoniens ne présentent pas les effets mentionnés ci-dessus. Ici, l'accent doit être mis „seulement“ sur le fait d'obtenir un équilibre thermique correct et de remplir l'entrefer de façon appropriée, ce que nous verrons plus en détail ci-dessous.

Particulièrement lorsque des accessoires spéciaux sont utilisés, comme par exemple un revêtement avec un piège à solvant pour minimiser l'évaporation du solvant dans l'échantillon ou une géométrie de mesure avec une surface sablée ou striée pour éviter le glissement, le même paramétrage doit être utilisé pour produire des résultats comparables.

Le volume d'échantillons nécessaire pour le remplissage correct d'une géométrie de mesure peut être trouvé dans le logiciel HAAKE RheoWin dans la section propriétés de la géométrie (Fig. 5) et dans l'annexe du manuel du rhéomètre.

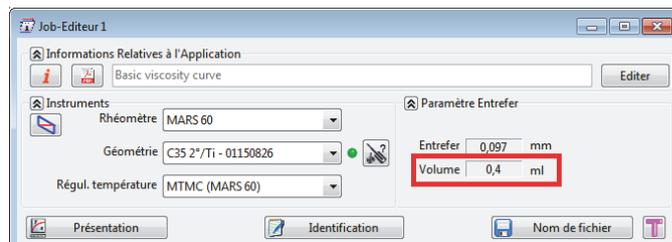


Fig. 5: logiciel HAAKE RheoWin affichant le volume d'échantillons pour remplir correctement l'entrefer. Dans cet exemple d'un cône C35/2° Ti L, tous les paramètres de géométrie, incluant l'entrefer et le numéro de série, ont été lus à partir de la géométrie après l'avoir montée dans le rhéomètre.

Choisir une mesure d'entrefer appropriée

L'une des différences fondamentales entre les géométries PP et CP est liée à la mesure de l'entrefer. Pour chaque cône, il n'existe qu'un seul entrefer correct, égal à la troncature de la pointe du cône. Au cas où un entrefer différent serait nécessaire, un cône avec un angle de cône différent doit être utilisé. Pour les angles de cônes types compris entre 0,5° et 4°, l'entrefer est généralement compris en 25 µm at 140 µm.

En revanche, la mesure d'entrefer d'une géométrie PP peut varier dans une certaine plage et les conditions de mesure peuvent donc être adaptées aux propriétés de l'échantillon.

La mesure d'entrefer pour toute géométrie CP ou cylindrique fait partie de son ensemble de paramètres individuels, mesurés et calculés sur la base de ses dimensions. Après la production, chaque partie est mesurée précisément et son diamètre, l'angle du cône et sa troncature imprimés sur un certificat individuel inclus dans la case géométrie. Pour les géométries de mesure classiques, ces paramètres ont été saisis manuellement dans HAAKE RheoWin une fois et sont ensuite automatiquement disponibles dès lors que la géométrie est utilisée pour un test. Avec les géométries Connect Assist, tous les paramètres appropriés seront automatiquement transmis à HAAKE RheoWin lorsque la géométrie sera montée dans le rhéomètre.

Pour les géométries PP et CP, la règle qui s'applique consiste en une mesure d'entrefer qui doit être d'au moins 5 fois le diamètre de la particule la plus grosse de l'échantillon pour pouvoir mesurer l'échantillon dans son ensemble. Dans le pire des cas, certaines particules plus grosses pourraient s'accumuler sous le cisaillement et bloquer l'entrefer entraînant des données sonores voire un endommagement de la surface de la géométrie de mesure. Par exemple, une suspension avec des particules allant jusqu'à 100 µm de diamètre nécessite un entrefer d'au moins 0,5 mm. Dans ce cas, seule une géométrie PP peut être utilisée parce que les géométries CP avec un angle supérieur à 4° ne seraient pas conformes aux normes actuelles et, par conséquent, n'existent pas. Le facteur 5 est juste une règle empirique. En fonction des caractéristiques des particules, il peut même être nécessaire de sélectionner un entrefer plus important.

Lorsque l'on procède à des tests sur des écumes ou des émulsions, la mesure de l'entrefer doit être choisie en fonction du diamètre des gouttelettes ou des bulles les plus

grosses. Autrement, les propriétés de l'échantillon pourraient être déjà modifiées simplement parce qu'il est inclus dans la mesure de l'entrefer.

Lorsqu'une mesure d'entrefer suffisamment large est utilisée, comme par exemple 1 mm avec une géométrie PP, tout type d'erreur dans le parallélisme peut être omis du fait de la tolérance de fabrication. Pour les très petits entrefers, ces petites imperfections peuvent mener à une erreur de la détermination de l'entrefer zéro et donc de la mesure d'entrefer elle-même. Une plus grande incertitude doit être prise en compte pour les résultats de tests recueillis avec de très petits entrefers ou une plus grande attention doit être accordée lors de la production et de l'ajustement des composantes pour un tel test.

Chargement de l'échantillon, découpe de l'échantillon, remplissage de l'entrefer: détermination de l'entrefer optimal

Dans des conditions idéales, l'échantillon remplit complètement la mesure d'entrefer et sans aucune bulle d'air. Autour du bord d'une géométrie PP ou CC, la surface ouverte de l'échantillon doit faire un léger renflement vers l'extérieur.

En fonction de la consistance de l'échantillon, un outil approprié doit être utilisé pour insérer l'échantillon dans la géométrie de mesure. Pour les échantillons de faible viscosité, il est possible d'utiliser une pipette. Pour les échantillons de viscosité plus élevée ou ayant une texture plus dure, il convient d'utiliser une spatule ou une cuillère. Les échantillons ayant une structure fragile doivent être cisailés le moins possible au cours de la procédure de chargement pour réduire au maximum les risques d'endommager la structure. En général, l'échantillon doit être placé au centre de la géométrie.

La quantité optimale d'échantillons est disponible dans les paramètres pour chaque géométrie de mesure listée dans HAAKE RheoWin (Fig. 5). Il est recommandé de légèrement sur-remplir la géométrie en premier lieu afin d'éviter qu'il reste de l'air dans la mesure d'entrefer après l'avoir fermée. Le sous-remplissage de la mesure d'entrefer doit être évité en toutes circonstances!

Après avoir fermé la géométrie de mesure, l'échantillon doit être découpé, c'est-à-dire que l'excès d'échantillon qui a été comprimé à l'extérieur de l'entrefer doit être retiré avec un outil approprié. Dans la mesure où cette procédure permet d'obtenir un contour d'échantillon droit, il est recommandé de d'abord atteindre la position de découpe au-delà de la mesure d'entrefer, de découper l'échantillon puis de fermer la géométrie pour ainsi former un contour d'échantillon légèrement boursoufflé.

La règle empirique consiste en un entrefer de 1 à 5 % plus large que la position de mesure utilisée comme position de découpe. Après avoir chargé l'échantillon, cette position est paramétrée soit manuellement soit automatiquement au cours d'un test de fonctionnement dans le logiciel HAAKE RheoWin. Pour les échantillons sensibles, la vitesse de l'ascenseur doit être réduite pour minimiser les dommages sur la structure de l'échantillon au cours de la fermeture de l'entrefer.

Position de mesure	
<input checked="" type="checkbox"/> Position de raclage à Entrefer	+ 0,100 mm
<input checked="" type="checkbox"/> Aller en Position de Mesure	<input type="checkbox"/> Utiliser l'entrefer actuel
Si Entrefer <=	6,000 mm
<input checked="" type="radio"/> Utiliser Vitesse	20.0 mm/min

Fig. 6: géométrie de plans parallèles dans la position de mesure sans et avec revêtement de l'échantillon. La position de découpe peut être paramétrée dans HAAKE RheoWin. La recommandation est de 1 à 5 % au-delà de la mesure d'entrefer choisie pour le test (dans l'exemple ci-dessus, 100 μ m).

Lorsque la géométrie supérieure approche la position de découpe en utilisant la fonction d'élévateur de HAAKE RheoWin, l'axe du rhéomètre est verrouillé pour éviter tout dommage sur la structure de l'échantillon dû à un tour accidentel de la géométrie de mesure. L'excès d'échantillon peut être retiré avec une spatule de laboratoire ou un outil de découpe spécial [3]. Le plateau inférieur visible sur la Fig. 7 a été choisi pour correspondre au diamètre de la géométrie supérieure, ce qui rend plus facile la procédure de découpe nécessaire.

Les outils sélectionnés pour la découpe doivent être constitués de matériaux non absorbants pour éviter que du solvant soit aspiré de l'échantillon. Tout type de papier simple ou d'outil en bois est donc exclu. L'outil doit avoir un bord droit pour former une surface d'échantillon droite et propre.



Fig. 7: plateau TMP de mesure inférieur avec un diamètre choisi pour correspondre à la géométrie supérieure.

Pour un ajustement correct de l'échantillon, la spatule est déplacée autour de l'échantillon total en utilisant le côté du plateau inférieur comme guide (Fig. 8a). Suite à cela, on vérifie visuellement le contour pour s'assurer que tout excès a bien été retiré. Cette étape peut être répétée si nécessaire.

Plus particulièrement lorsque l'on doit découper des échantillons très visqueux, il est possible qu'un peu d'excès d'échantillon soit repoussé sur la bordure de la géométrie supérieure. Au cours de la procédure de test, ce matériau peut s'écouler à nouveau, entraînant des effets de bord perturbants qui ont donc une mauvaise influence sur la qualité des données. Il est ainsi recommandé, particulièrement pour les échantillons très visqueux et les géométries de petit diamètre, de retirer l'excès de matériau restant sur le bord de la géométrie supérieure (Fig. 8b).

Enfin, la géométrie se déplacera jusqu'à la position de mesure et l'échantillon présentera un léger renflement sur sa bordure tel qu'indiqué sur la Fig. 9.

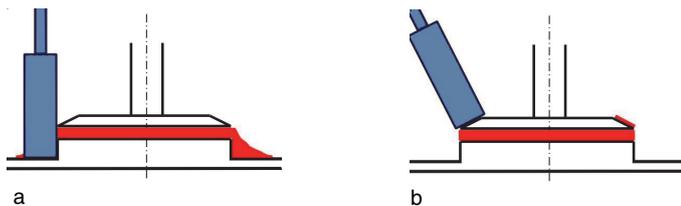


Fig. 8: retrait de l'excès d'échantillon avec une spatule en position de découpe ; 8b : retrait de l'excès d'échantillon du bord de la géométrie supérieure.

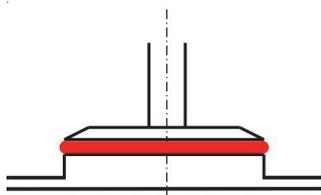


Fig. 9: remplissage correct de l'entrefer après fermeture de la géométrie de mesure.

Un remplissage parfait est la base idéale pour générer de bonnes données avec un test rhéologique. Des exemples d'un tel test sont décrits en détail en [4] et [5] en utilisant les exemples d'un test d'huile pour bain d'étalonnage et d'un PDMS avec un niveau de viscoélasticité standard, respectivement.

Résumé

Pour la détermination de données rhéologiques fiables, l'échantillon et le rhéomètre doivent être préparés et manipulés avec précaution. En plus de sélectionner la bonne géométrie de mesure et de déterminer le point zéro correct, il existe des étapes qui ne sont pas directement liées au rhéomètre lui-même, mais qui sont cruciales pour la qualité des données. La procédure sur la façon de préparer l'échantillon dans le rhéomètre et les précautions avec lesquelles l'échantillon est découpé par la suite sont au moins aussi importantes.

Il convient d'accorder une attention particulière lorsque l'on utilise des petites géométries de mesure, des petites mesures d'entrefer et des grandes viscosités, car dans ces cas-là, les effets de bord ont une plus grande influence sur la qualité des données. Dans le cas de petites mesures d'entrefer, un ajustement individuel de toutes les composantes impliquées peut améliorer la qualité des données.

Le respect des recommandations listées dans ce document peut contribuer largement à la précision et la reproductibilité des résultats rhéologiques. Particulièrement lorsque les résultats rhéologiques doivent être comparés avec les résultats issus d'autres services ou d'autres entreprises, leur précision est une nécessité absolue.

Références

- [1] Thermo Fisher Scientific Application note V285 "Preparing the Rheometer for Highest Sensivity Tests" (Préparer le rhéomètre pour des tests de très haute sensibilité), Klaus Oldörp (in preparation)
- [2] Thermo Fisher Scientific Product information P029 "Overview parallel plates and cone & plate geometries" (Aperçu des géométries de plans parallèles et cône-plan), Cornelia Küchenmeister-Lehrheuer, Jint Nijman and Fabian Meyer
- [3] Thermo Fisher Scientific Product information P003 "Trimming tool to remove overfilling in a plate/plate-and cone/plate-measuring geometry" (Outils de découpage pour retirer l'excès d'échantillon dans une géométrie de mesure plan-plan et cône-plan), Küchenmeister-Lehrheuer and Klaus Oldörp
- [4] Thermo Fisher Scientific Application note V218 "Test liquids" (Tests sur liquides), Klaus Oldörp
- [5] Thermo Fisher Scientific Application note V264 "Testing a Viscoelastic PDMS Standard in Oscillation" (Tester un PDMS avec un niveau de viscoélasticité standard en oscillation), Klaus Oldörp

Pour en savoir plus, veuillez consulter thermofisher.com/rheometers

ThermoFisher
SCIENTIFIC

À des fins de recherche uniquement. Non destiné à une utilisation dans le cadre de procédures de diagnostic.

© 2018 Thermo Fisher Scientific Inc. Tous droits réservés. Toutes les marques déposées sont la propriété de Thermo Fisher Scientific et de ses filiales sauf mention contraire.

V248 0318

Logiciel HAAKE RheoWin: caractéristiques pour le contrôle qualité et les mesures courantes

Auteur

Fabian Meyer

Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Allemagne

Introduction

La rhéologie est utilisée dans plus en plus d'industries pour le développement produit et le contrôle qualité. La tendance est au développement de procédures opérationnelles normalisées comme cela est commun pour beaucoup d'autres méthodes analytiques. Les procédures de mesures normalisées sont nécessaires pour optimiser les propriétés d'un produit et pour déterminer les éventuelles fluctuations qualitatives d'un produit.

En déterminant les paramètres rhéologiques pertinents, les relations entre la structure, les spécificités du processus et les propriétés finales du produit peuvent être établies. Les normes de qualité peuvent être respectées et les nouveaux produits peuvent être commercialisés plus rapidement. Cela s'applique à de nombreux domaines industriels tels que les plastiques et les adhésifs, les peintures et les revêtements, les produits d'hygiène personnelle et les détergents, les denrées alimentaires ou même les matériaux de construction.

Les mesures rhéologiques fournissent des informations concernant la stabilité de stockage, la transformabilité ou les propriétés d'écoulement des formulations liquides ou semi-solides, qui sont essentielles pour le contrôle qualité et le développement de futurs produits.

Cependant, du fait de la complexité croissante des matériaux et des exigences de performance élevées, il n'est pas toujours facile de développer la méthode de test optimale pour une application spécifique. Dans ce contexte, un logiciel d'évaluation et de mesure adaptable peut fournir une aide utile à la fois aux débutants et aux experts dans le domaine de la rhéologie, afin d'établir et de mettre en œuvre des procédures adaptées. Le logiciel Thermo Scientific™ HAAKE™ RheoWin™ permet le contrôle des instruments et l'évaluation des données pour tous les rhéomètres Thermo Scientific™ HAAKE™ et il est utilisé pour paramétrer et exécuter les procédures de mesures, et générer des rapports et des évaluations de données subséquentes automatiques.

L'article suivant est destiné à fournir un aperçu des possibilités offertes par le logiciel HAAKE RheoWin afin de vous permettre de réaliser une caractérisation rhéologique exhaustive et significative du contrôle qualité.

Structure générale du logiciel HAAKE RheoWin

Le logiciel HAAKE RheoWin peut être utilisé en 12 langues différentes que vous pouvez choisir en appuyant simplement sur un bouton, et il est constitué de trois modules différents:

- Le Gestionnaire de tâches HAAKE RheoWin (JobManager) pour créer et exécuter des procédures de mesure et d'évaluation, également nommées Tâches. Le Gestionnaire de tâches permet également de contrôler individuellement toutes les fonctionnalités du rhéomètre indépendamment des processus d'évaluation et de mesure complets.
- Le Gestionnaire de données HAAKE RheoWin (DataManager) pour afficher et évaluer plus en détail les données mesurées. Il est possible de superposer et de comparer différents ensembles de données. La configuration des graphiques et des tableaux peut être formée et les données peuvent être transférées sous divers formats.
- Le Gestionnaire des utilisateurs HAAKE RheoWin (UserManager) pour créer des comptes utilisateurs de différents niveaux et attribuer des accès utilisateurs individuels et spécifiques.

De plus, les modules optionnels suivants du logiciel sont disponibles pour des applications et des besoins spécifiques:

- Un outil CFR Part 11 pour répondre aux exigences de la réglementation 21 CFR Part 11 de la FDA (États-Unis)
- Des modules supplémentaires pour l'analyse des polymères: Time Temperature Superposition (TTS), générant des spectres de relaxation et le calcul de la répartition de la masse moléculaire (MWD, molecular weight distribution)
- Un module logiciel pour la rhéologie interfaciale
- Un module logiciel pour l'association avec un spectromètre IRTF

Pour créer des tâches avec le Gestionnaire de tâches HAAKE RheoWin (JobManager), on utilise des éléments graphiques prédéfinis (Fig. 1). Ces éléments couvrent tous les aspects d'une procédure opérationnelle normalisée complète, incluant:

- Pré et post-paramétrages d'instruments expérimentaux
- Paramétrage expérimental
- Évaluation des données
- Traitement et exportation des données
- Création de rapports

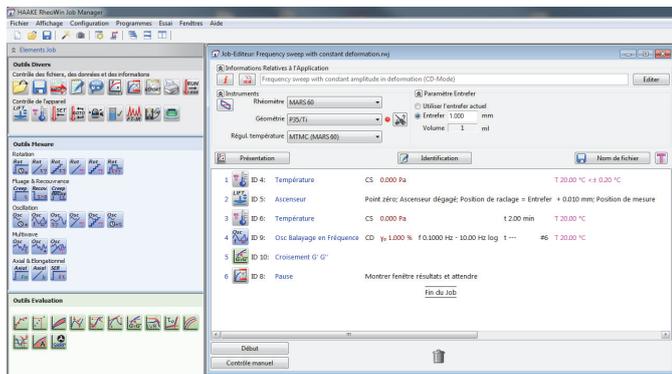


Fig. 1: éléments graphiques pour créer des procédures de mesure et d'évaluation dans le Gestionnaire de tâches HAAKE RheoWin (JobManager).

Tous les éléments peuvent être sélectionnés rapidement et aisément via la méthode glisser-déposer. Toutes les mesures et les évaluations peuvent être effectuées complètement automatisées en une simple séquence de tâches. Un mode opérationnel manuel peut être utilisé pour effectuer des pré-tests rhéologiques ou pour le paramétrage de l'entrefer et le contrôle de la température indépendamment du processus d'évaluation et de mesure.

Le logiciel HAAKE RheoWin permet de tester plusieurs échantillons en simultanément et une évaluation des données ou de multiples mesures avec différents rhéomètres connectés au même PC. Les résultats de mesure peuvent être exportés et stockés sous différents formats (ASCII, MS-Excel ou PDF). La connexion au système de gestion de l'information du laboratoire est également possible.

Sélection des éléments d'évaluation et de mesure pour la caractérisation rhéologique dans le contrôle qualité et le développement produit

Les propriétés importantes d'un produit pour les consommateurs et les fabricants sont par exemple la stabilité de stockage, la viscosité, la contrainte d'écoulement, la thixotropie ou le phénomène de réticulation. La détermination de ces paramètres rhéologiques permet d'améliorer la performance du produit et de parvenir à une évaluation efficace et reproductible au cours du contrôle qualité.

Comment un produit réagit-il à la déformation ou à la contrainte ? Dans quelle mesure des additifs différents, tels que des enduits ou des pigments, affectent-ils les propriétés d'un matériau ? Quel agent thixotropique, et en quelle quantité, faut-il ajouter à un produit afin de maintenir de bonnes propriétés d'écoulement ou d'éviter les effets de relâchement ? Dans quelle mesure la contrainte d'écoulement doit-elle être ajustée afin d'assurer la durée de conservation et la transportabilité d'un produit ? À quelle

vitesse une micro structure doit-elle se reconstituer après qu'un matériau a été exposé à un cisaillement important ?

Ce ne sont que quelques-unes des nombreuses questions que les fabricants de produits doivent se poser des milliers de fois. Le logiciel HAAKE RheoWin propose des processus d'évaluation avec la possibilité de définir des critères de contrôle qualité pour de nombreuses méthodes de test normalisées (Fig. 2).

La section suivante présente une sélection d'options offertes par le logiciel HAAKE RheoWin pour réaliser des procédures de tests de contrôle qualité. Les éléments d'évaluation et de mesure prédéfinis doivent simplement être adaptés aux produits concernés et les critères de qualité correspondants doivent être définis en conséquence.

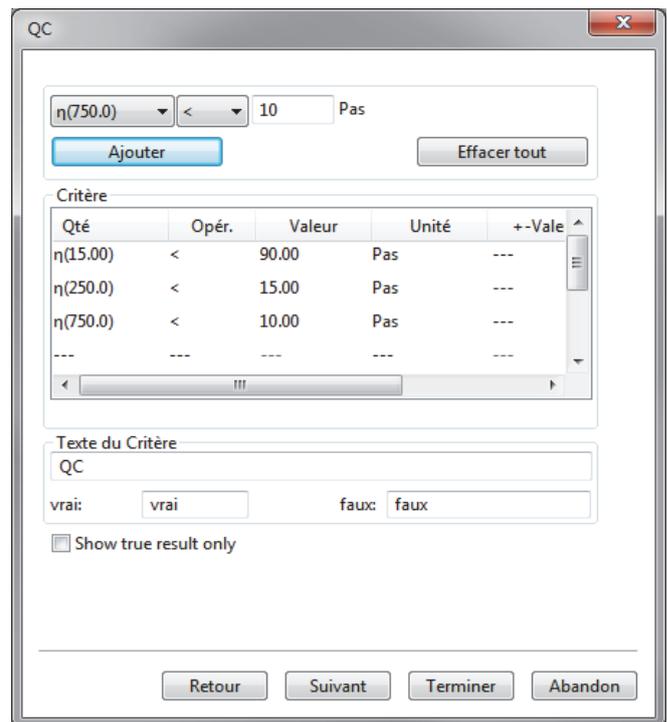


Fig. 2: définition d'un critère de contrôle qualité dans un processus de mesure et d'évaluation.

Courbe de référence avec tolérance de déviation

En utilisant la courbe de référence, de nouveaux résultats de mesure peuvent être comparés avec des données de mesure antérieures (Fig. 3). Une courbe de référence peut être soit un fichier de données fixe, soit des données sélectionnées individuellement par l'opérateur pour chaque mesure.

La tolérance selon laquelle les valeurs mesurées peuvent dévier de la courbe de référence peut être précisée soit en pourcentages soit en valeurs absolues. De plus, la tolérance de déviation peut être paramétrée soit linéairement soit sur une échelle logarithmique.

Interpolation avec tolérance de déviation

L'interpolation est le calcul d'un point de données entre deux valeurs mesurées. Une interpolation peut être effectuée automatiquement après une mesure (Fig. 4). Différentes méthodes sont disponibles pour cela. Pour les valeurs interpolées, une tolérance de déviation peut être définie dans le logiciel HAAKE RheoWin. Les valeurs interpolées doivent être comprises dans la tolérance de déviation afin que l'échantillon puisse réussir l'évaluation de qualité.

Ajustement des courbes

Le logiciel HAAKE RheoWin permet d'effectuer des ajustements de courbes avec des modèles rhéologiques et mathématiques différents (Fig. 5). Les courbes ajustées peuvent être extrapolées au-delà de la plage des données mesurées. Après l'ajustement d'une courbe, tous les paramètres calculés sont reportés et stockés avec les données mesurées.

Détermination d'une plage viscoélastique linéaire (i.e. limite du domaine de linéarité)

Dans la plage viscoélastique linéaire, les paramètres rhéologiques sont indépendants de la déformation ou de la contrainte appliquée. La plage viscoélastique linéaire d'un échantillon peut être déterminée en effectuant un balayage de l'amplitude des oscillations à une fréquence constante.

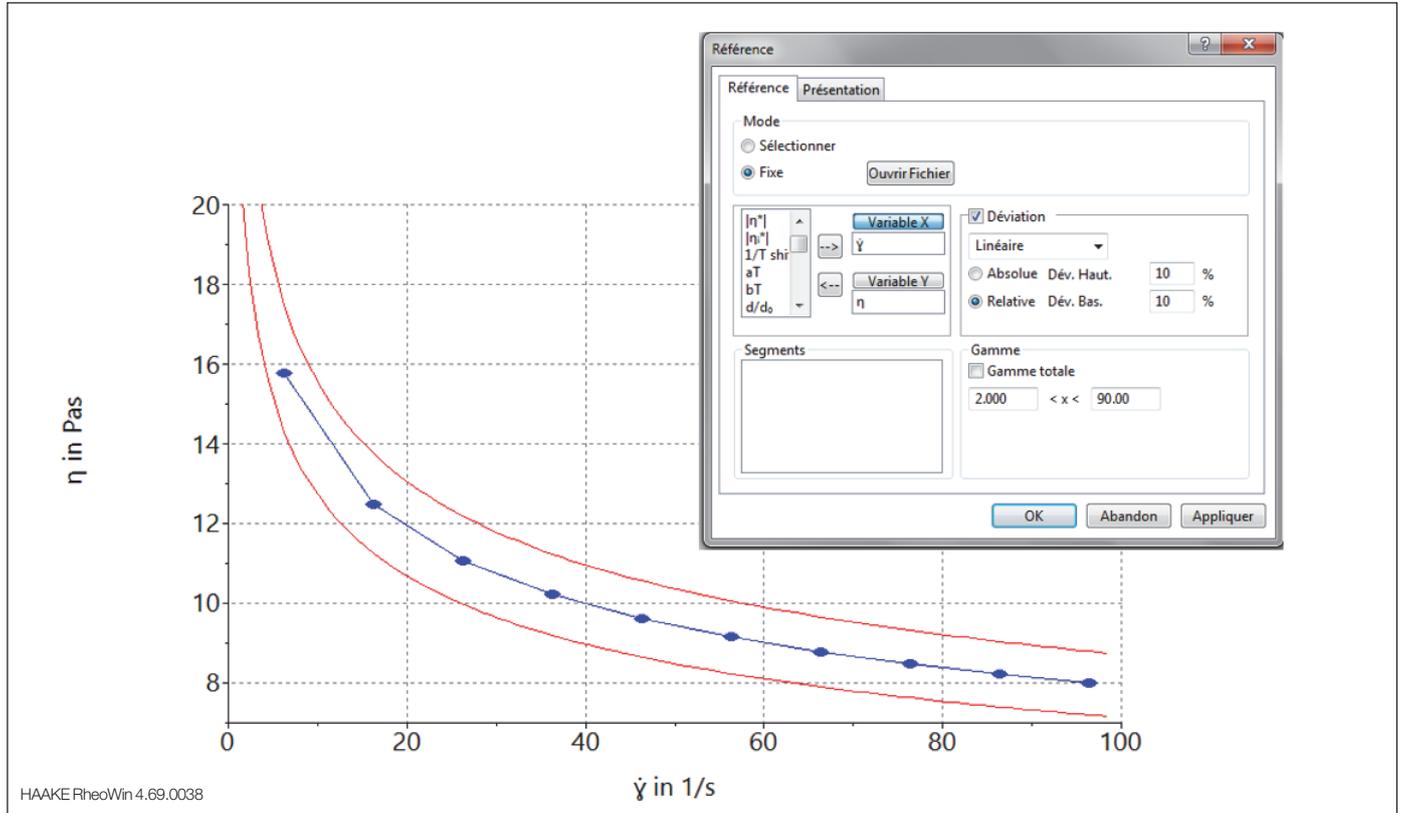


Fig. 3: courbe de référence avec tolérance de déviation.

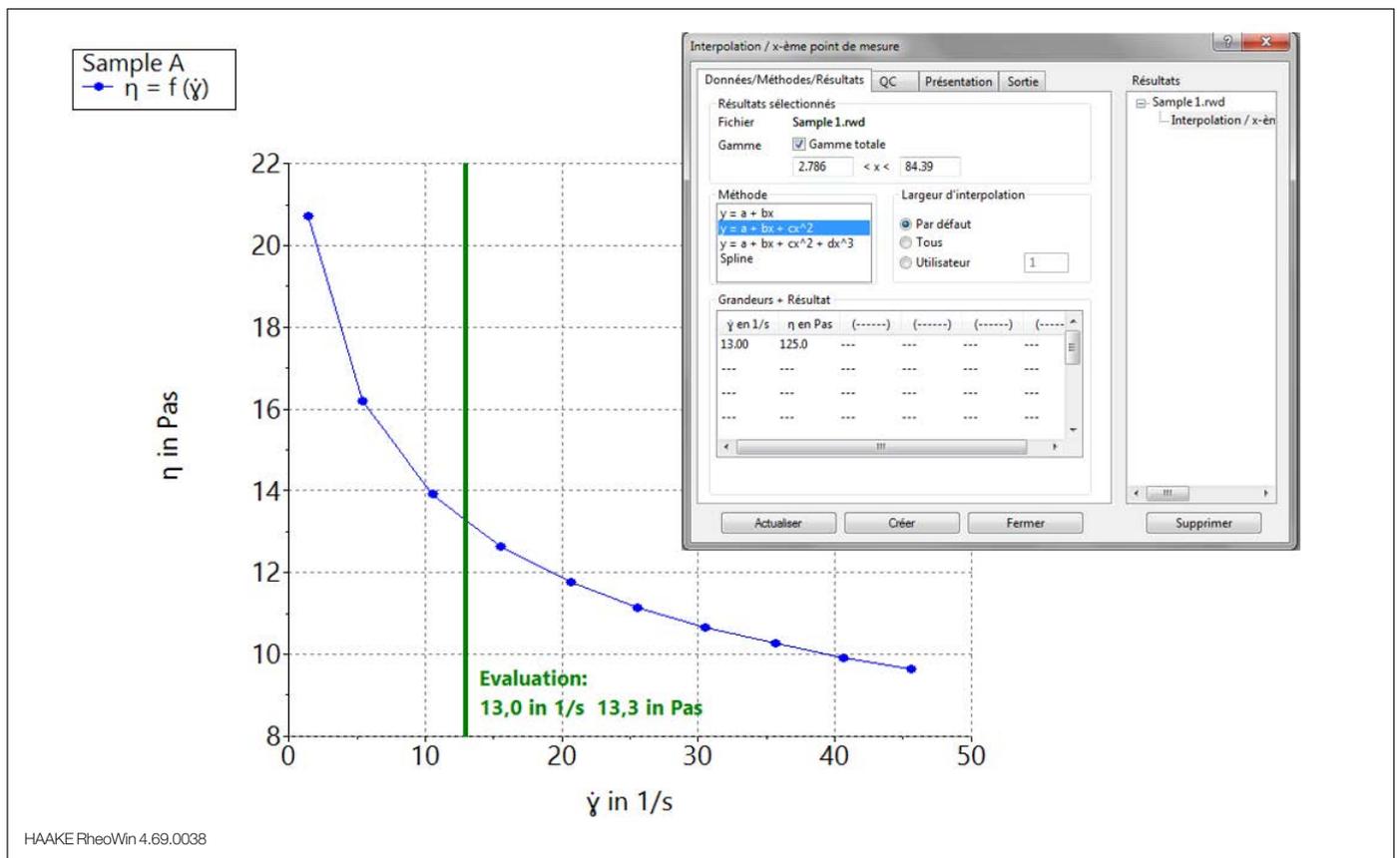


Fig. 4: interpolation d'une valeur de viscosité à une vitesse de cisaillement définie.

Le logiciel HAAKE RheoWin permet la détermination automatique de la plage viscoélastique linéaire à partir des données de balayage de l'amplitude des oscillations (Fig. 6). La fin de la plage viscoélastique linéaire est atteinte à des valeurs de déformation ou de contrainte, lorsque les paramètres rhéologiques commencent à modifier leur comportement constant.

Le paramètre à utiliser pour l'évaluation (G' , G'' , η^*1 , δ ou $\tan \delta$) peut être sélectionné par l'opérateur. La plage viscoélastique linéaire peut être déterminée soit par la valeur

de déformation soit par la valeur de contrainte. Le logiciel HAAKE RheoWin permet également la détermination de la plage viscoélastique linéaire en fonction de la procédure normalisée DIN 51810-2.

Surface au-dessous d'une courbe de mesure

La surface au-dessous d'une courbe de mesure ou d'une section sélectionnée d'une courbe peut être calculée par le logiciel HAAKE RheoWin (Fig. 7). Les tolérances supérieures et inférieures de déviation peuvent être définies comme un critère de contrôle qualité.

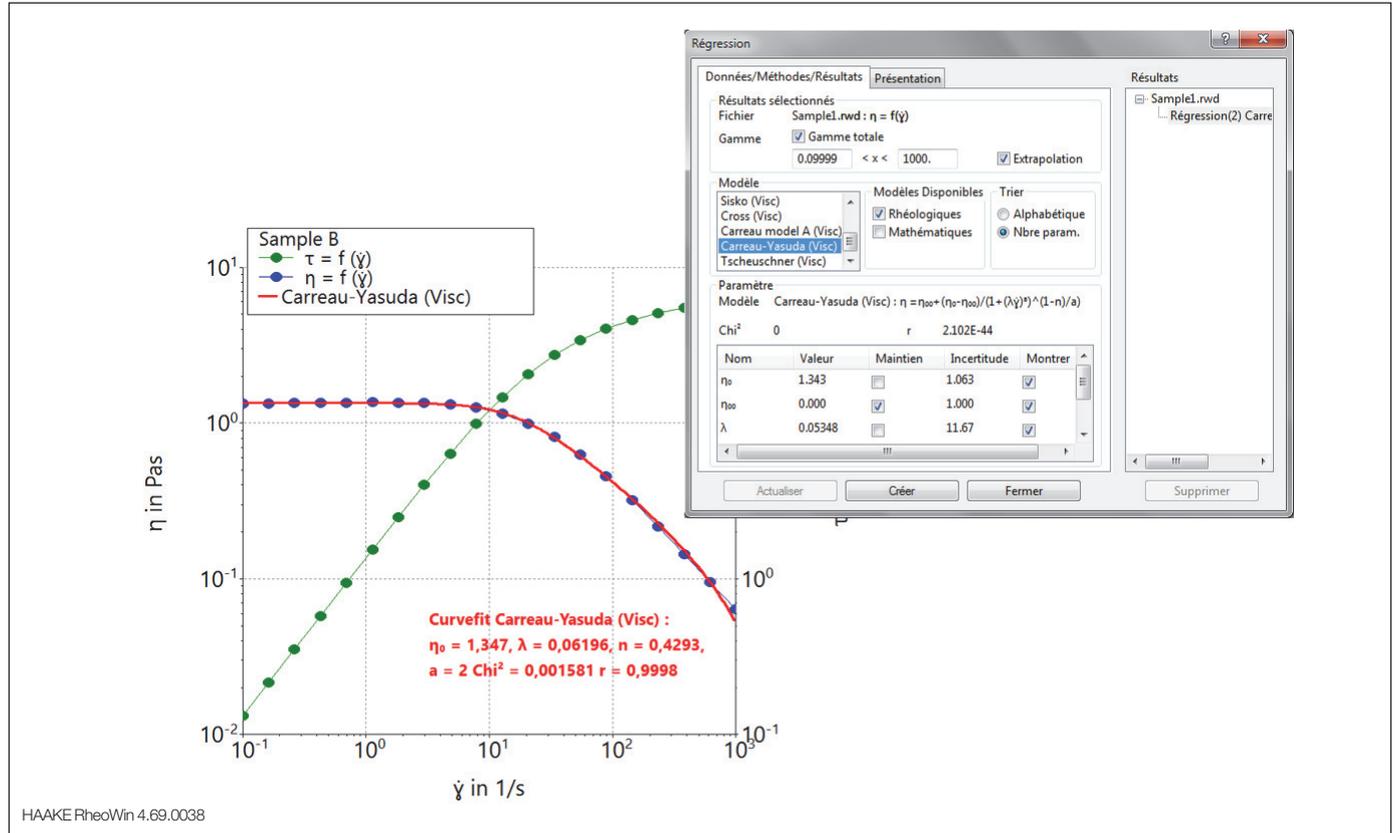


Fig. 5: ajustement d'une courbe de données de viscosité selon le modèle Carreau-Yasuda.

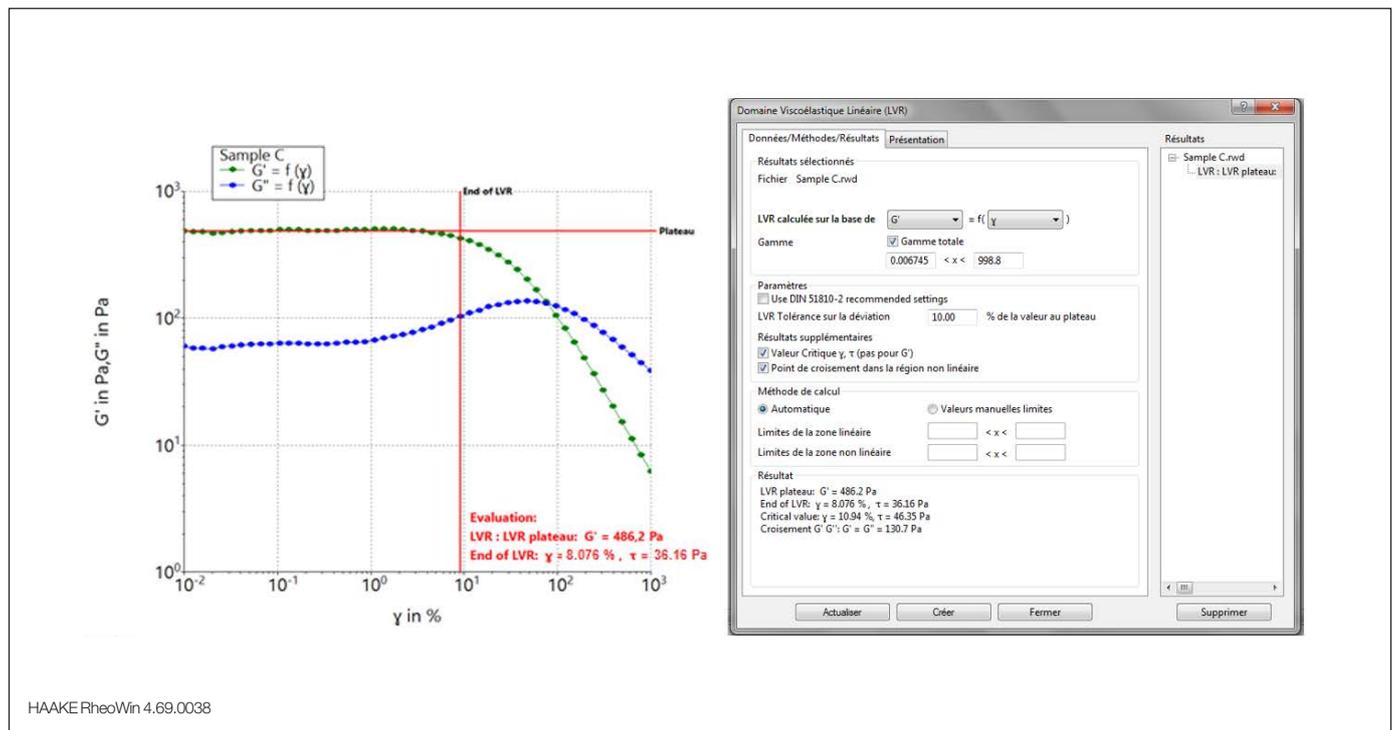


Fig. 6: détermination automatique de la plage viscoélastique linéaire à partir des données de balayage de l'amplitude des oscillations.

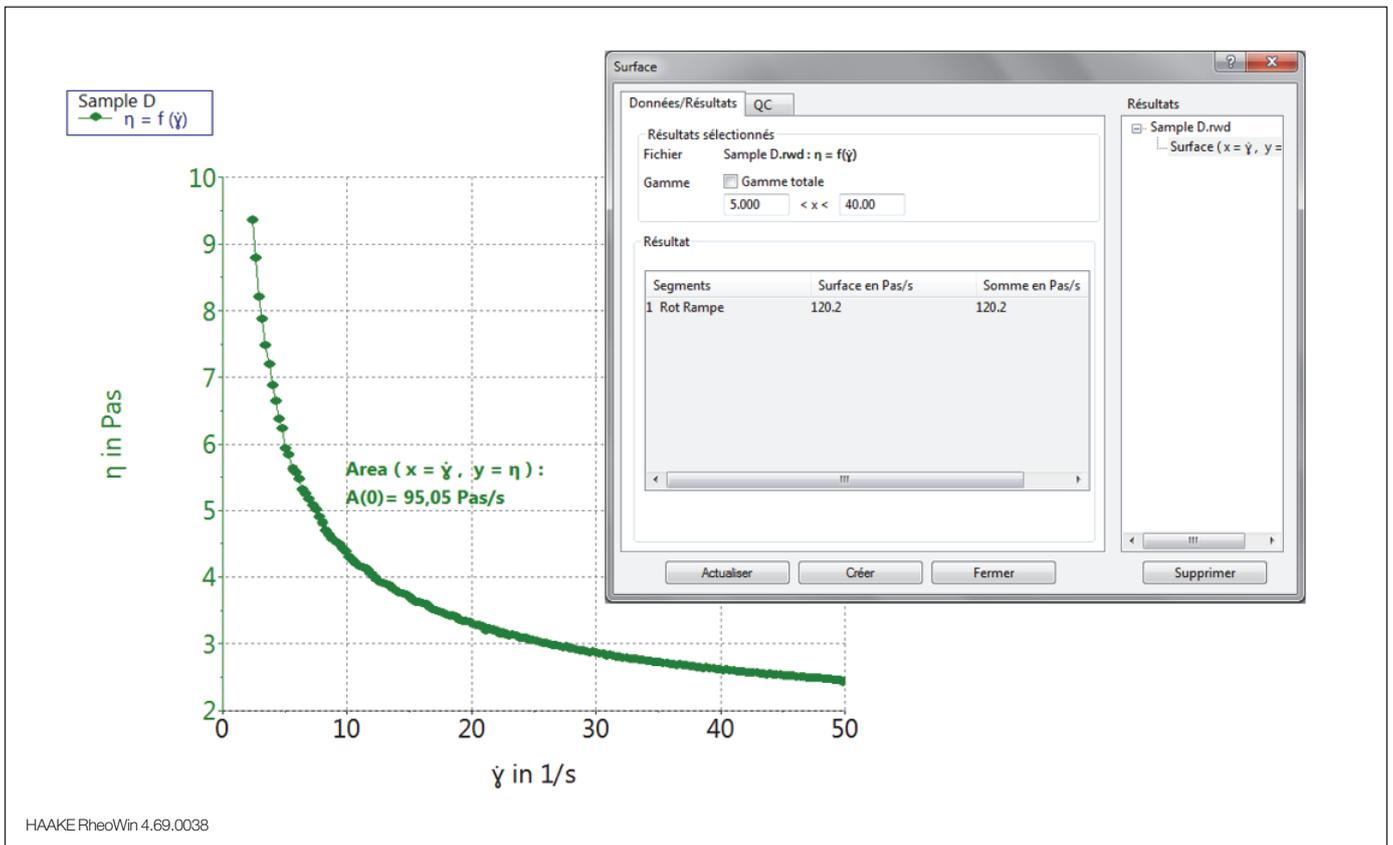


Fig. 7: calcul de la surface sous une courbe de viscosité.

Test de cycle d'hystérésis thixotropique

La thixotropie fait référence à la vitesse de cisaillement et au temps de cisaillement en fonction de la diminution de la viscosité des fluides structurés. Dans un test de cycle d'hystérésis thixotropique, un échantillon est exposé à une vitesse de cisaillement en rampe croissante suivie par une vitesse de cisaillement en rampe décroissante. La viscosité apparente et la contrainte de cisaillement sont enregistrées

en fonction de la vitesse de cisaillement. La surface d'hystérésis qui se forme entre la courbe haute et la courbe basse est une mesure pour le degré de thixotropie de l'échantillon. Lorsque l'on réalise un test de cycle d'hystérésis thixotropique, le logiciel HAAKE RheoWin peut déterminer automatiquement la surface d'hystérésis pour les données de viscosité et de contrainte de cisaillement (Fig. 8). Des critères de contrôle qualité avec tolérance de déviation peuvent être définis.

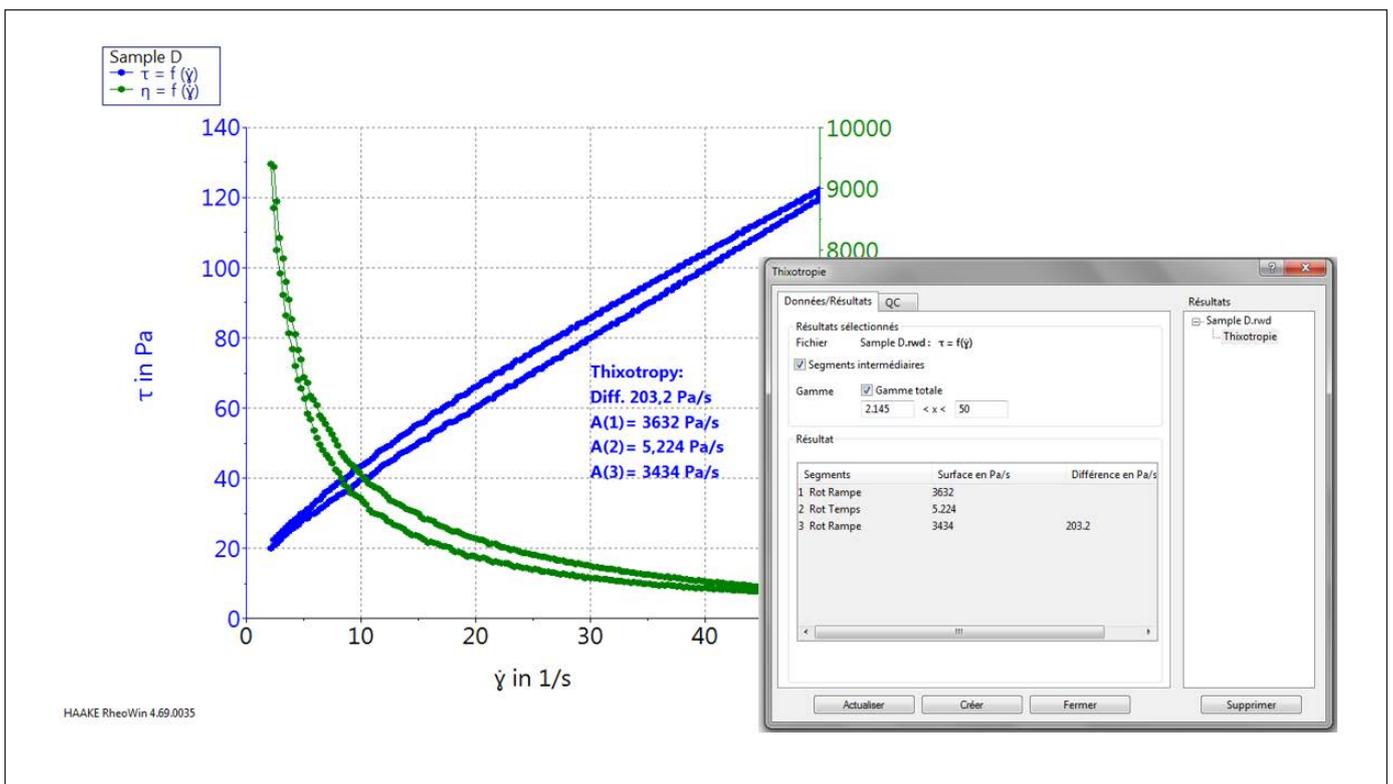


Fig. 8: détermination de la surface d'hystérésis pour des données de contrainte de cisaillement à partir d'un test de cycle d'hystérésis thixotropique.

Contrainte d'écoulement

La contrainte d'écoulement d'un échantillon peut être déterminée en réalisant une expérience en rampe de la contrainte de cisaillement dans laquelle la déformation est enregistrée en fonction de l'augmentation de la contrainte sur une double échelle logarithmique. À des vitesses de cisaillement inférieures à la contrainte d'écoulement, la déformation augmentera de manière linéaire (pente constante avec une double échelle logarithmique) avec une augmentation de la contrainte de cisaillement. Lorsque la contrainte de cisaillement s'approche de la contrainte d'écoulement, la pente augmente et l'échantillon commence à s'écouler. L'élément d'évaluation de la contrainte d'écoulement dans le logiciel HAAKE RheoWin détermine la contrainte d'écoulement au moyen de deux tangentes qui sont appliquées à la courbe de mesure. L'intersection de ces tangentes est interprétée

comme la contrainte d'écoulement de l'échantillon (Fig. 9). Des critères de contrôle qualité avec tolérance de déviation peuvent être définis.

Interprétation des courbe

Deux éléments différents pour l'interprétation des courbes sont disponibles dans le logiciel HAAKE RheoWin. Avec l'élément d'interprétation de courbes classique, les valeurs minimales, maximales, les plus basses, les plus élevées et moyennes d'une courbe de mesure peuvent être déterminées (Fig. 10). Avec l'élément d'interprétation de courbes avancé, il est possible de calculer les pentes relatives et absolues, le pourcentage de valeurs de référence, de même que les intersections des tangentes appliquées aux données mesurées (Fig. 11). Des critères de contrôle qualité peuvent être définis pour ces deux éléments d'interprétation des courbes.

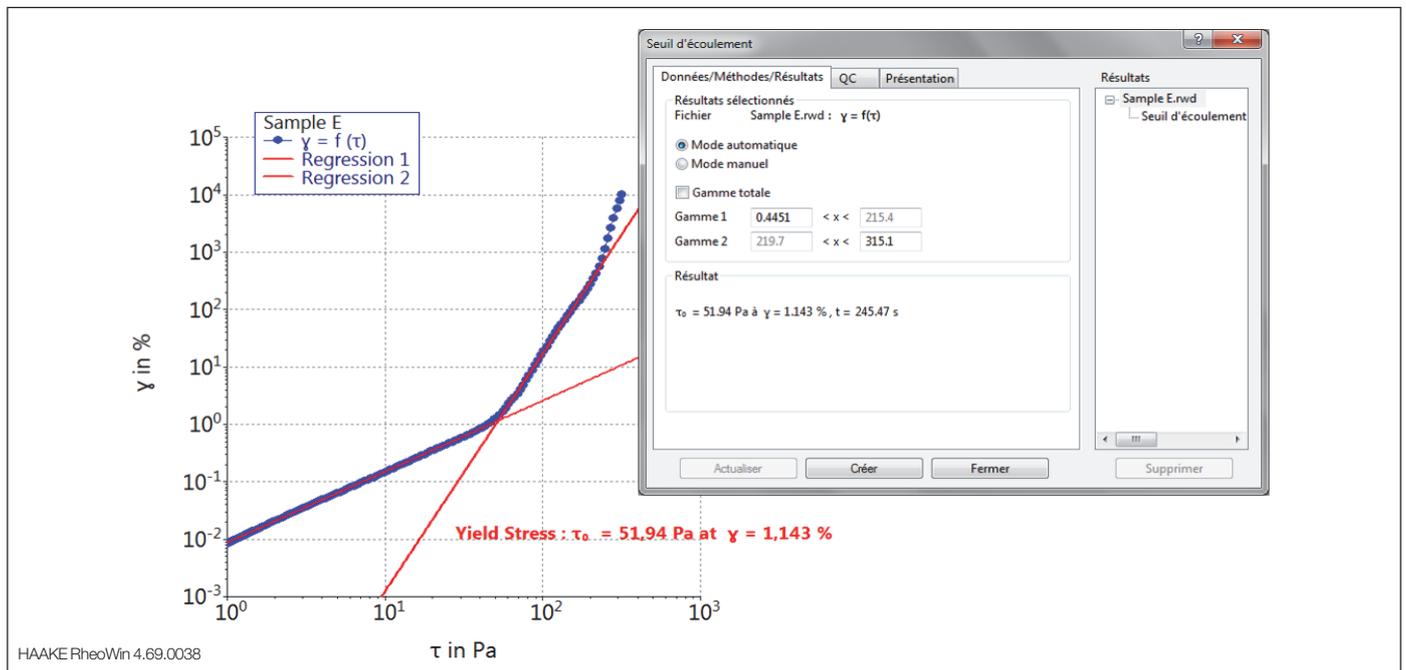


Fig. 9: détermination automatique de la contrainte d'écoulement à partir des données de la rampe de contrainte de cisaillement avec la méthode d'intersection des tangentes.

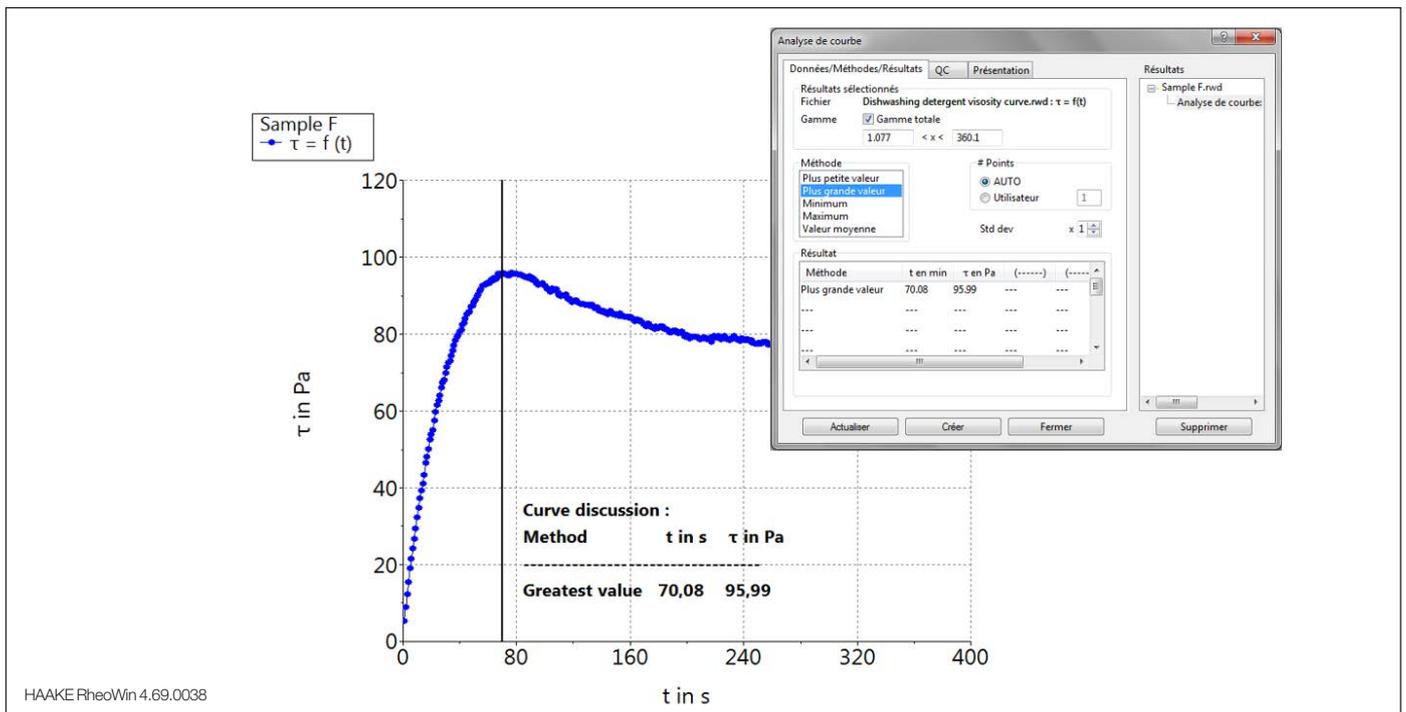


Fig. 10: détermination de la valeur la plus élevée pour la contrainte de cisaillement avec l'élément d'évaluation de l'interprétation d'une courbe.

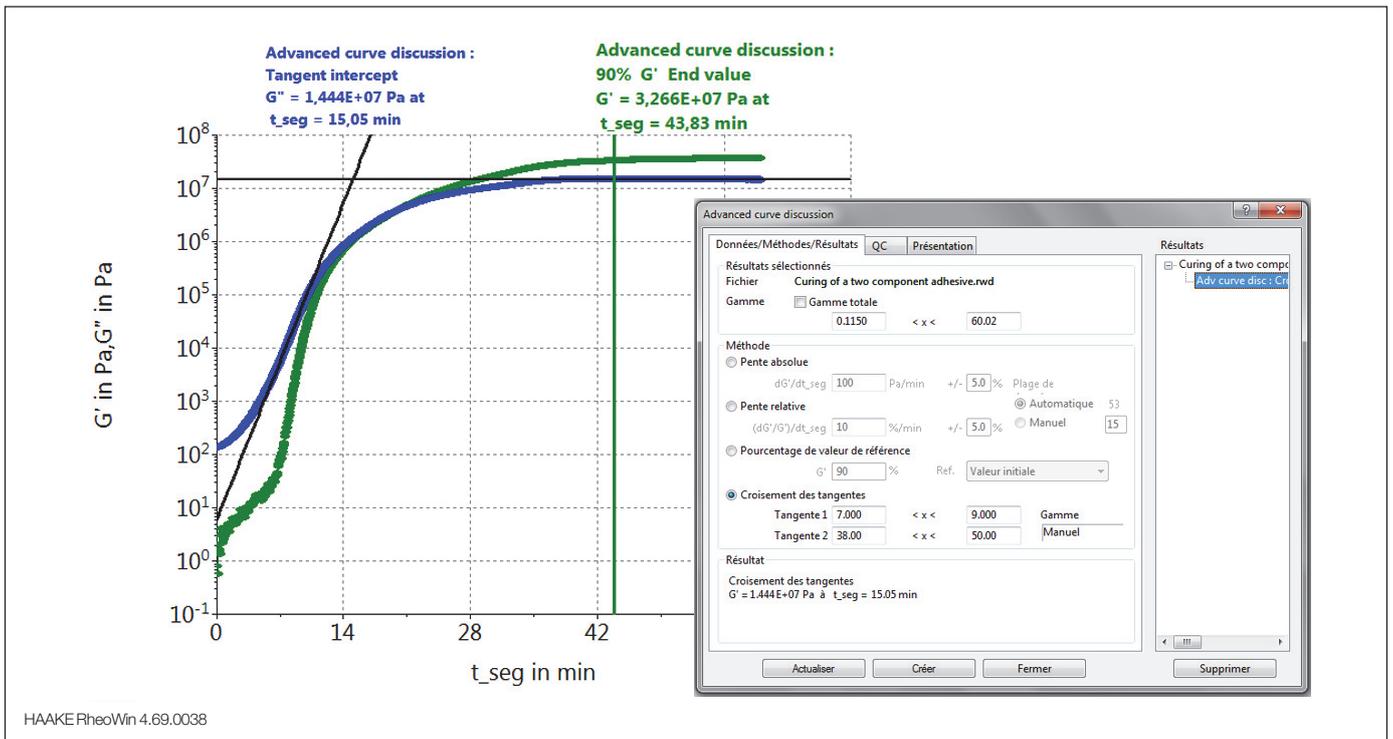


Fig. 11: évaluation avancée d'une courbe avec des données G' et G'' issues d'une expérience de séchage.

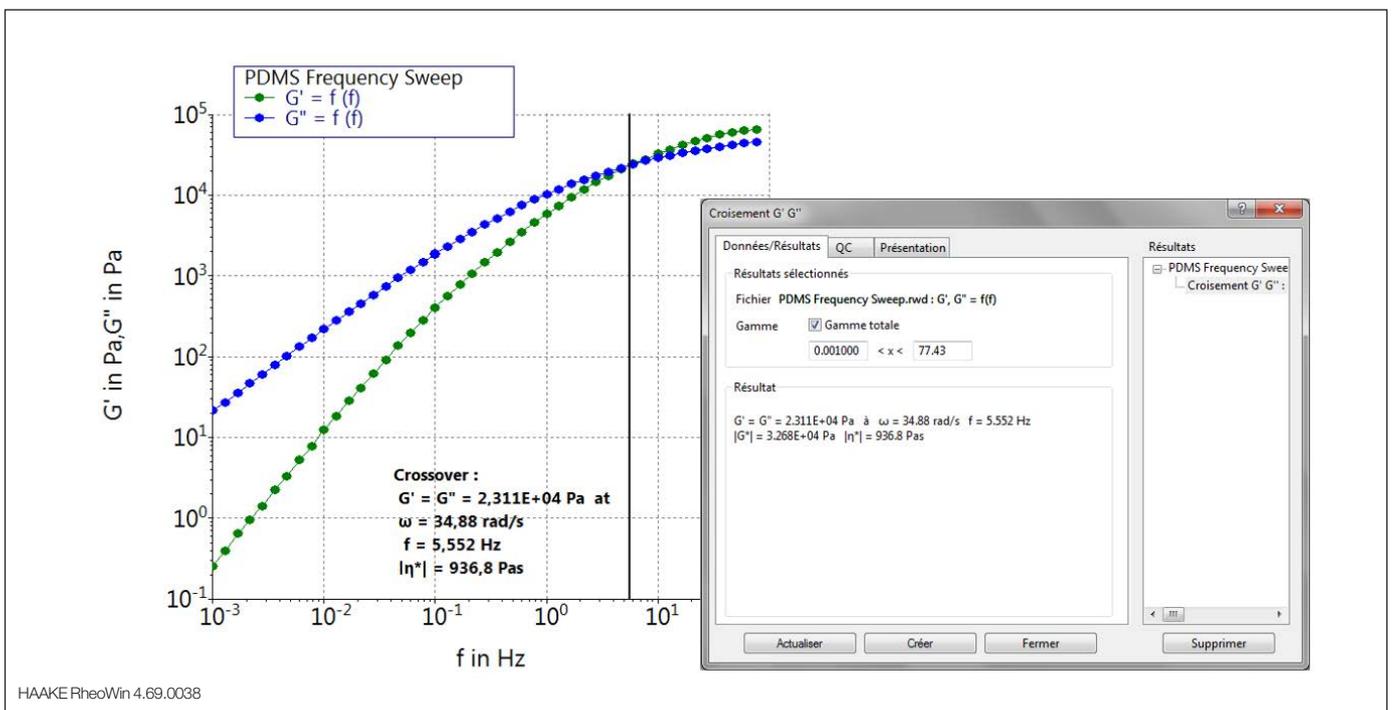


Fig. 12: détermination du croisement des données G' et G'' dans un test de balayage de fréquence.

Croisement

L'élément d'évaluation du croisement détermine le point d'intersection des courbes du module de stockage (ou module élastique) G' et du module de perte G'' à partir d'une mesure de cisaillement oscillatoire. Cela inclut des expériences de balayage d'amplitude, de fréquence, de temps et de température (Fig. 12). Des critères de contrôle qualité avec tolérance de déviation peuvent être définis.

Rétablissement structurel

L'élément de rétablissement structurel fournit des informations sur la vitesse à laquelle la structure d'un échantillon se rétablit après qu'il a été exposé à une vitesse de cisaillement élevée, et la manière dont il le fait. Un test de rétablissement

structurel consiste en trois étapes. Lors de l'étape initiale, la viscosité ou la viscosité complexe d'un matériau avec une structure intacte est mesurée comme référence. La deuxième étape est une période de vitesse de cisaillement élevée pour décomposer la micro structure de l'échantillon. Au cours de la troisième étape, le signal de contrainte ou de déformation appliqué est de nouveau réduit à la valeur initiale et le rétablissement de l'échantillon est contrôlé après un impact de cisaillement important. L'élément d'évaluation du rétablissement structurel du logiciel HAAKE RheoWin compare les données du premier et du troisième élément pour évaluer le rétablissement (Fig. 13). Les options d'évaluation incluent le changement absolu entre la première étape et la fin de la troisième étape, le rétablissement relatif

après une période de temps définie et le rétablissement relatif lorsque l'on atteint de nouveau un certain pourcentage. De plus, le moment auquel le croisement des données G' et G'' survient (l'échantillon redevient principalement élastique) dans l'étape de rétablissement peut être détecté automatiquement.

Fluage et recouvrance

Les tests de fluage et de recouvrance sont la façon la plus directe de qualifier et quantifier l'élasticité d'un matériau. L'expérience est divisée en deux segments. Au cours de la première partie, le fluage, un signal de contrainte instantané est appliqué à l'échantillon pendant une période de temps définie. Dans la seconde partie, la contrainte est à nouveau

supprimée et la recouvrance de l'échantillon est contrôlé. La réponse de l'échantillon est une courbe de déformation avec une forme qui dépend des deux, le niveau de contrainte appliqué par le rhéomètre et la micro structure de l'échantillon.

L'élément d'évaluation du fluage et de recouvrance permet une analyse du fluage exhaustive et automatique (voir Fig. 14). Des paramètres comme la viscosité de cisaillement zéro, la déformation recouvrable ou l'état d'équilibre peuvent être extraits du fluage et des courbes de rétablissement. Des critères de contrôle qualité avec tolérance de déviation peuvent être définis pour les différents paramètres d'évaluation.

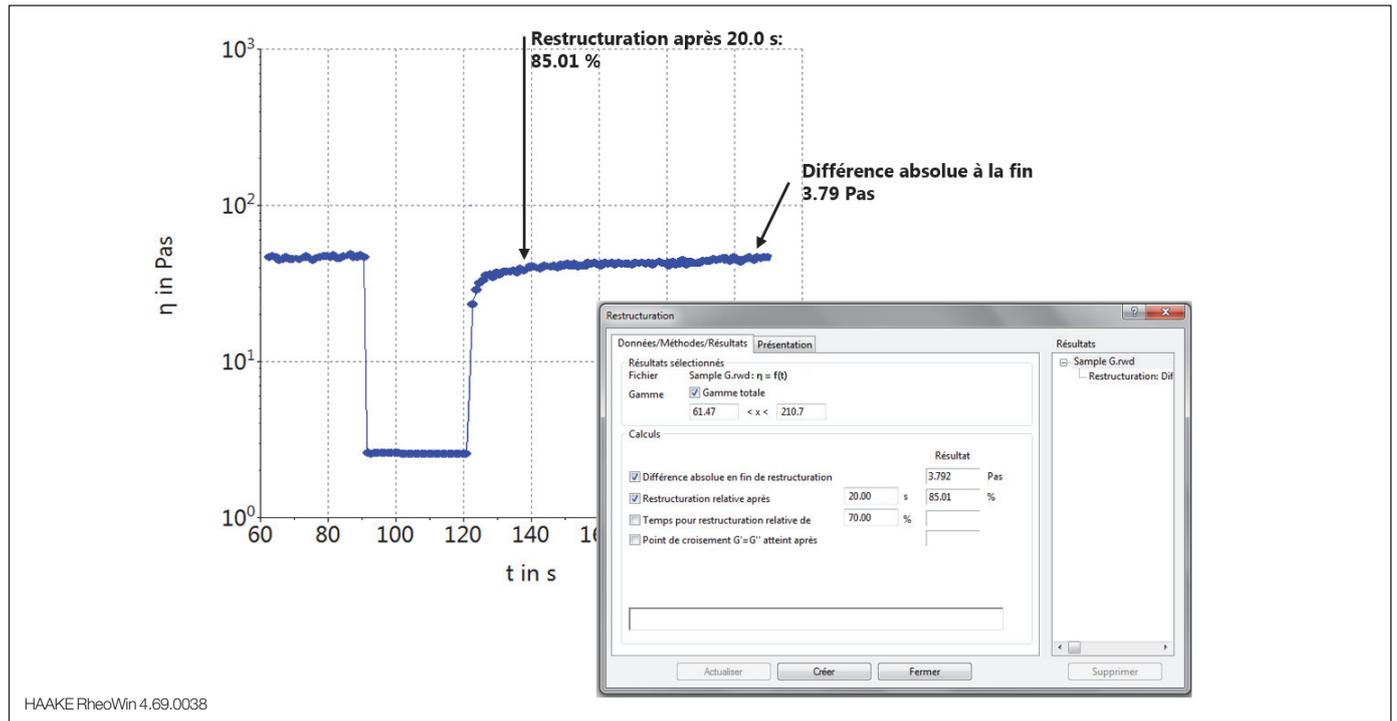


Fig. 13: évaluation du rétablissement structural après qu'un échantillon a été exposé à un cisaillement important.

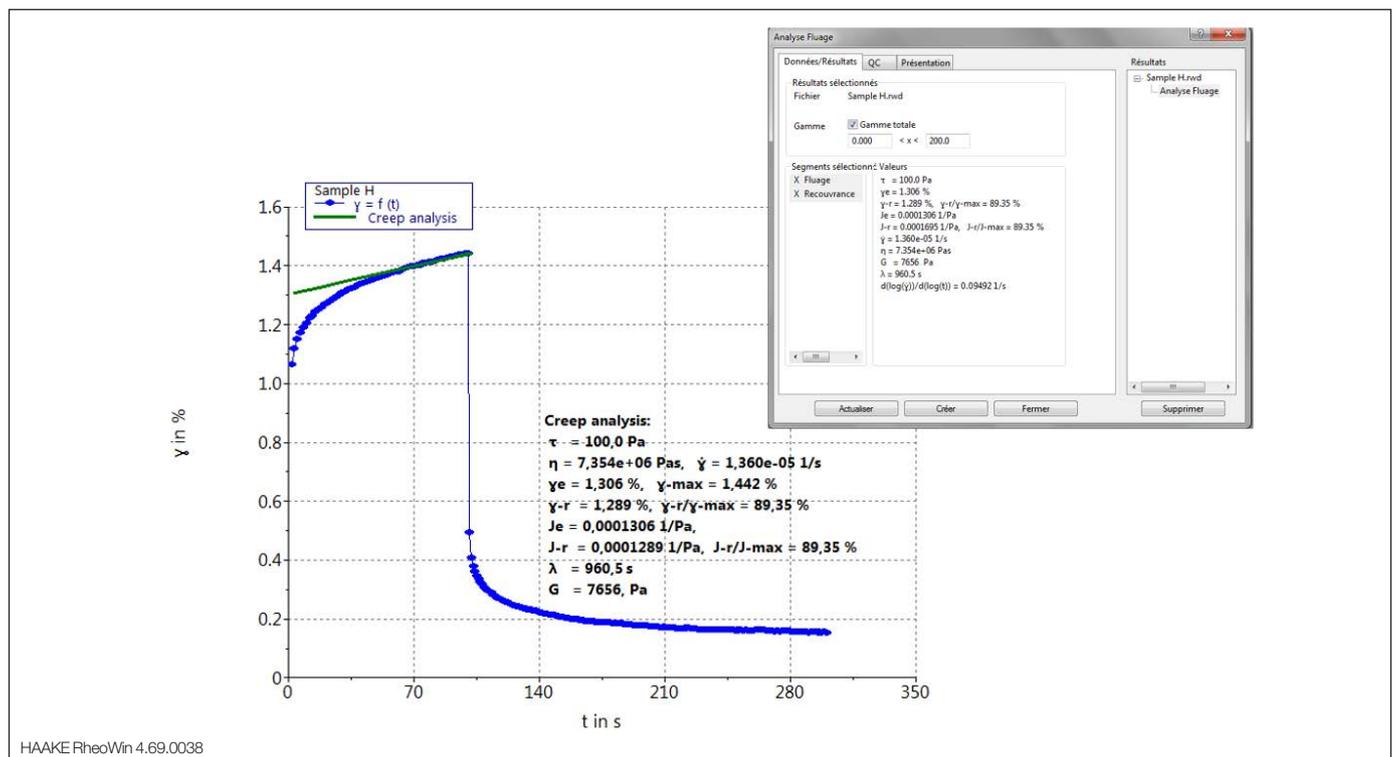


Fig. 14: analyse d'un test de fluage et de rétablissement.

Résumé

Le logiciel HAAKE RheoWin permet une caractérisation rhéologique exhaustive des matériaux liquides, semi-solides et solides. Les utilisateurs peuvent rapidement et facilement créer des procédures de mesure appropriées pour des applications et des produits variés. Une large gamme de procédures d'évaluation des données permet l'analyse automatique des données et l'intégration de critères de contrôle qualité pour des opérations de contrôle qualité simplifiées.

Pour en savoir plus, veuillez consulter thermofisher.com/rheometers

ThermoFisher
SCIENTIFIC

À des fins de recherche uniquement. Non destiné à une utilisation dans le cadre de procédures de diagnostic.

© 2018 Thermo Fisher Scientific Inc. Tous droits réservés. Toutes les marques déposées sont la propriété de Thermo Fisher Scientific et de ses filiales sauf mention contraire.

V223 0318

Service client

Nous nous engageons à fournir un service client hors-pair, y compris des produits et des services personnalisés et des délais de réponse rapide. Nous offrons une gamme de services complète qui peut répondre rapidement et avec flexibilité à de nombreux besoins de service et de nombreuses requêtes.

Laboratoires d'application et assistance

Nos laboratoires d'application entièrement équipés font l'objet de demandes constantes pour tester les échantillons de clients, et développent et optimisent des applications innovantes. Nous fournissons également une large gamme de produits et de solutions applicatives, et notre équipe de spécialistes applicatifs est à votre disposition pour répondre à vos questions.

Séminaires, formations et webinaires

Nous proposons des programmes de formation complets, des séminaires sur site et des cours pratiques de rhéologie et d'extrusion dans de nombreux endroits dans le monde.

Pour en savoir plus:

www.thermofisher.com/materialcharacterization

www.thermofisher.com/MARS