

MI-TECH™

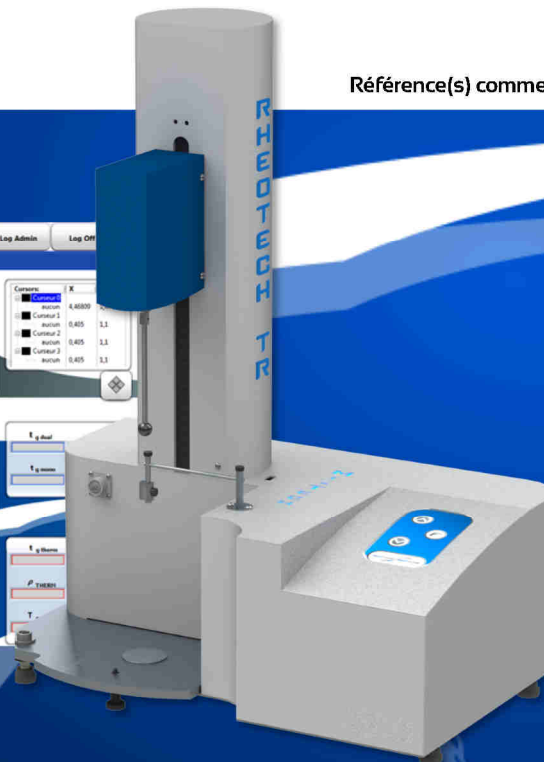
Activité de **MATÉRIAU** **INGÉNIERIE**



RHEOTECH^{TR}

Caractérisation de la
cinétique de durcissement des
résines thermodurcissables et des gels

Référence(s) commerciale(s) : M042-00 - M043-00



Type d'essais :
Rhéologique

Type de matériaux :
Thermodurcissables
Gels
Mastics
Mortiers

Normes :
ISO 2535

INTRODUCTION

La cinétique de réticulation d'une résine thermodurcissable est une caractéristique primordiale inhérente à ce type de matériaux. Les motivations peuvent être diverses : choix d'un système, adaptation d'une formulation, ajustage en production, etc.

Même si le phénomène est facile à mettre en évidence (la réticulation s'accompagnant de l'élévation de la viscosité), suivre une réticulation complète, i.e. jusqu'à un état complètement rigide, s'avère très délicat avec des viscosimètres ou des rhéomètres traditionnels. Soit le système de mesure risque l'endommagement fatal,

soit les volumes mesurables ne sont pas représentatifs des conditions réelles d'utilisation...

Rheotech^{TR} apporte une réelle solution de mesure dans ce domaine, le risque d'endommagement de l'appareil étant nul. Ainsi, il permet une caractérisation complète de la réticulation d'un système thermodurcissable (et tout matériau connaissant une transition liquide/solide). **Rheotech^{TR}** est conçu pour une utilisation continue ou occasionnelle, mais toujours aisée (ergonomie optimisée) ■

MATÉRIAU / INGÉNIERIE

L'INSTRUMENTATION AU SERVICE DES MATÉRIEAUX



DOMAINES D'APPLICATION

Le spectre de matériaux caractérisables par **Rheotech^{TR}** est large. Il peut être utilisé sur :

- des résines thermodurcissables (époxy, polyester insaturé, polyuréthane, vinylester,...);
- des colles;
- des vernis;
- des bitumes;
- des mastics;
- des mortiers;
- des produits alimentaires (pectines, gélatines);
- ect...

Sa conception originale lui permet d'être utilisable de la fabrication des composants/réactifs de départ jusqu'à l'utilisation finale des matériaux énoncés plus haut :

- Contrôle en fabrication (procédé) ;
- Contrôle qualité ;
- Contrôle après stockage (durée de vie en pot) ;
- Contrôle lors de la formulation (R&D) ■

PRINCIPE

Un mobile est animé d'un mouvement sinusoïdal de translation alternée (± 1 mm) à faible fréquence (0,5 Hz en mode standard ISO 2535). Ce mobile est plongé dans le matériau dont on cherche à caractériser le temps de gélification/durcissement. La force s'opposant au mobile est mesurée en continu. Cette force, qui est l'image de la viscosité, est équivalente à une « rigidité » (raideur d'un matériau).



Légende:

1- Mobile

3- Capteur de force

2- Thermocouple

4- Moteur

Simultanément une mesure de température au sein de l'échantillon est réalisée au moyen d'un thermocouple. Ce thermocouple est souple et jetable (livré en standard) ou rigide et gainé inox (en option).

L'acquisition des signaux de raideur et de température est faite sur un ordinateur PC via un logiciel spécialement développé. Il permet également de traiter ces résultats afin de mettre en évidence de manière simple et conviviale les différents points caractéristiques ■

DESRIPTIF

La conception inédite du **Rheotech^{TR}** lui permet d'afficher une valeur hors de la zone de linéarité. Le **Rheotech^{TR}** est linéaire de 1 Pa.s à 1000 Pa.s, mais affiche l'état de la viscosité au-delà de 10000 unités de rigidité.

L'ensemble des mesures faites par **Rheotech^{TR}** est transmis en continu à un ordinateur type PC. Celui-ci assure également le pilotage des fonctions de sollicitation.

Il est ainsi possible de suivre le durcissement du matériau jusqu'à l'état entièrement solide, sans risque de détériorer le **Rheotech^{TR}** par un blocage trop important ou trop rapide de la cellule de mesure.

Un thermocouple (type « J ») plongé dans le matériau à l'état liquide permet de suivre l'évolution de la température du matériau pendant l'essai.

Rheotech^{TR} mesure une évolution de propriété mécanique en fonction du temps.

◆ Versions disponibles

Rheotech^{TR} apporte des solutions à des problématiques de mesures nouvelles. C'est pourquoi deux versions différentes sont disponibles.

Le contrôle qualité restant le fil conducteur de la gamme **Rheotech^{TR}**, il a donné lieu à une première version dédiée Contrôle Qualité (**Rheotech^{TR} QC**).

Par ailleurs, notre département recherche et développement a constitué avec des clients partenaires le cahier des charges de la version Experts (**Rheotech^{TR} XP**).

◆ Caractéristiques communes

Rheotech^{TR} est un instrument de paillasse compact et modulaire. Tout comme son prédécesseur (Trombotat/Trombotech), il est robuste. Son niveau à bulle assure la bonne horizontalité pour des essais en sécurité.

Un pilotage complet pour davantage d'ergonomie. La position de la tête est pilotable pour un meilleur positionnement du mobile dans le milieu à caractériser. Ce positionnement est par ailleurs reproductible assurant une homogénéité parfaite des résultats.

La fréquence de sollicitation est également contrôlée par le logiciel dédié. Cela permet dans la version QC d'assurer une fréquence stable de 0,5 hz, et dans la version XP d'ajuster cette fréquence (de 0,1 à 5 hz) selon le protocole de mesure.



Cette **cuve double paroi à isolation thermique** permet une régulation thermique optimale de l'échantillon pendant le test grâce à un bain thermostaté à circulation externe.

Cette cuve est munie d'une entrée et d'une sortie pour la circulation du fluide caloporteur. Ce dernier peut être choisi selon que l'on souhaite représenter les conditions réelles (eau) ou limiter l'exothermie (liquide de refroidissement).

Cette cuve est spécialement conçue pour accueillir divers accessoires adaptés au maintien de contenants de différents volumes (bêchers en PP de 50 ou 100 ml, tubes à essais à verre).

Une **gamme de plaques thermo-régulées** adaptées aux essais en couche mince (température contrôlée) permettant de s'affranchir de l'effet de masse.

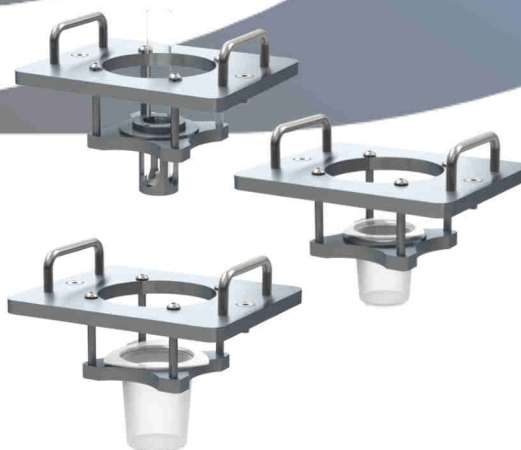
En fonction des gammes de températures visées, il sera nécessaire d'utiliser :

- une **plaque à effet Peltier**, de 5 à 70°C (ex: résines de sol);
- une **plaque chauffante**, de 40 à 250°C (ex: peintures en poudre).



La matière est déposée dans une **coupelle jetable en aluminium**.

Le **mobile** utilisé est en **PTFE**, afin de faciliter le nettoyage entre deux essais et de limiter les ponts thermiques.



Un **ensemble complet de supports** est proposé pour un maintien **adapté de différents contenants** :

- bêchers tricornes 50 ml;
- bêchers tricornes 100 ml;
- tubes à essais 18 mm de diamètre;
- tubes à essais 12.75 mm de diamètre.

Ces **supports** sont **interchangeables**. Ils s'adaptent aussi bien sur le support standard que sur la cuve à double parois.



DEUX VERSIONS POUR DEUX USAGES

◆ Rheotech^{TR}_{QC}

Cette version *reprend l'esprit du Trombomat/Trombotech* et conserve sa facilité d'utilisation, sa robustesse, et son système original de mesure : suivi en continu de la rigidité et de la température, de la phase liquide à solide.

Les fonctions citées plus haut ont été intégrées afin de rendre les résultats facilement reproductibles, quel que soit le matériau à tester.

La fréquence de translation du mobile est **figée** avec précision, et sa **position** (profondeur d'enfoncement) **dans le matériau** à tester est **parfaitement reproductible**. Le thermocouple de mesure est lui aussi positionnable avec précision, limitant ainsi la dispersion des résultats sur le phénomène d'exothermie.

◆ Rheotech^{TR}_{XP}

Cette version est plus complète en termes de fonctionnalités. Elle est davantage destinée aux utilisateurs ayant des besoins en lien avec la R&D. Cette est **plus polyvalente** car elle permet de réaliser à la fois des **essais en volume** (temps de vie en pot, temps de gel sur pièce massique) et des **essais en couche mince** (temps de gel pour peintures, revêtements, résines de sol, etc).

Elle est compatible et fournie avec **plusieurs modules** :

- **bain à recirculation** pour travailler en masse à température contrôlée (bain thermostaté non fourni);
- **plaque à effet Peltier**, pour des essais en couche mince de -20°C à + 50°C par rapport à la température ambiante;
- **(en option) plaque chauffante**, pour des essais en couche mince de 40°C à 250°C.

Le **logiciel** est aussi **plus complet** puisqu'il permet de :

- réaliser des **essais à fréquence variable** (de 0,1 à 5Hz);
- **régler l'entrefer avec précision** ($\pm 40\mu\text{m}$) lors d'essais en couche mince;
- **contrôler la température de la résine**.



◆ Un logiciel adapté

Le logiciel **Rheotech^{TR}** est commun aux deux versions (QC et XP). Il intègre l'ergonomie des logiciels de son temps et est compatible Windows XP et 7.

D'une utilisation intuitive, il comprend un ensemble complet de fonctions :

Deux niveaux d'accès : utilisateur et administrateur. L'administrateur a accès à des droits supplémentaires par rapport à l'utilisateur : création et modification de protocole, configuration du rapport, configuration de la communication entre le **Rheotech^{TR}** et le PC.

L'édition de protocole : la création d'un protocole spécifique de mesure est un gain de temps pour les essais répétitifs où les éléments récurrents peuvent être créés et sauvegardés par l'administrateur et rappelés l'utilisateur pour être utilisés. Cette fonction intègre l'édition de 24 champs qui sont donc adaptés au métier ou au système qualité de l'utilisateur. Chaque champ est selon la volonté de l'administrateur pré-rempli ou non, éditable ou non.

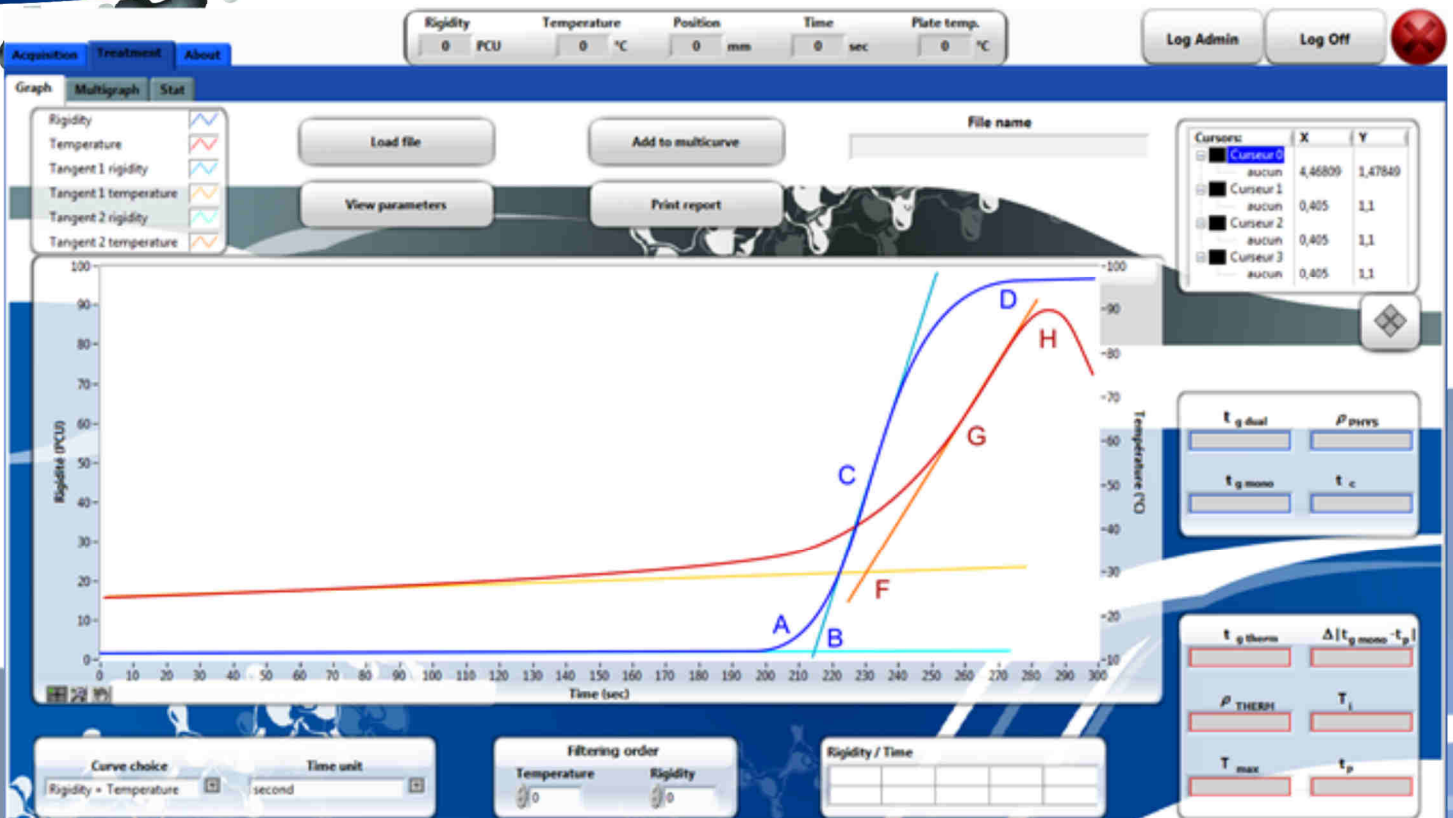
L'affichage : les courbes s'affichent en temps réel, avec les valeurs numériques instantanées. Certains points caractéristiques, ceux qui ne nécessitent pas de post traitement, sont accessibles pendant le test.

Le traitement : deux types de traitement existent.

Le traitement mono-courbe est automatique avec la possibilité d'ajustement manuel. Le lissage des courbes est possible sans être définitif car les points de mesure ne peuvent pas être modifiés.

Un traitement multi-courbes est accessible soit par transfert après un traitement mono-courbe, soit en ouvrant un dossier contenant les fichiers à intégrer, soit en sélectionnant un fichier multi-courbes précédemment créé.

Style graphique : des fonctions améliorent l'ergonomie d'utilisation comme la configuration de la couleur de fond des graphiques, des couleurs/formes des courbes...



EXPLOITATION DES RÉSULTATS

L'acquisition informatique, permet un traitement simple et efficace des résultats (cf. courbe ci-dessous).

Ce traitement débute par le traçage de deux courbes en continu, de la phase liquide à la phase solide :

- une courbe d'évolution de la rigidité en fonction du temps (ou courbe de polymérisation)
- une courbe d'évolution de température du matériau en fonction du temps.

La courbe d'évolution de la **rigidité** (en bleu sur le graphique ci-dessus) permet de suivre en direct la réaction mécanique.

A la fin de l'essai, le traitement de cette courbe permet de déterminer :

- [A] Le temps de début de gel (t_{gmono}) par méthode de la tangente unique;
- [B] Le temps de gel (t_{gdual}) par la méthode des doubles tangentes;
- [C] La vitesse de réticulation (ρ_{PHYS}) qui est égale à la pente de la tangente;
- [D] Le temps de fin (t_c) de polymérisation à partir du moment où la rigidité atteint son maximum;
- [E] Le temps de retrait du matériau (s'il existe).

La courbe d'évolution de **température** (en rouge) permet de suivre en cours d'essai la réaction thermique.

Le traitement de cette courbe permet d'accéder :

- [F] Au temps de gel thermique (t_{gtherm});
- [G] A la réactivité thermique de la réticulation (ρ_{THERM});
- [H] Au temps de pic exothermique (t_p) i.e. au maximum de température (T_{max}).

Lors du traitement des données (après essai), l'utilisateur a la possibilité d'afficher la courbe de la rigidité et/ou la courbe de la température.

Il est aussi possible de choisir l'échelle de temps (secondes, minutes, heures) en fonction de la réactivité de chaque matériau.

Un filtre peut par ailleurs être appliqué aux deux courbes indépendamment l'une de l'autre.

Selon la structure du matériau ou les conditions d'essai, la physionomie de la courbe peut varier. Par exemple, l'exothermie sera plus ou moins prononcée. Elle sera notamment quasiment inobservable lors d'essais en couche mince.

De même, certains points caractéristiques seront absents alors que de nouveaux apparaîtront.

Nos formateurs, des spécialistes des matériaux, sont donc là pour vous accompagner, au travers de formations initiales, et de supports techniques.

ACCESSOIRES LIVRÉS

- ◆ **Rheotech^{TR}_{QC}** (MO42-00)
 - ⇒ Logiciel **Rheotech^{TR}**, version **QC**
 - ⇒ Un kit de démarrage :
 - 100 billes Ø16 mm;
 - 50 bechers en PP 50 ml;
 - 50 bechers en PP 100 ml;
 - 25 m. de thermocouple J;
 - et un mobile pour essais avec bille.
 - ⇒ Cordon secteur type IEC
 - ⇒ Certificat d'étalonnage
 - ⇒ Notice d'utilisation
 - ⇒ Certificat CE.

- ◆ **Rheotech^{TR}_{XP}** (MO43-00)
 - ⇒ Logiciel **Rheotech^{TR}**, version **XP**
 - ⇒ Un kit de démarrage :
 - 100 billes Ø16 mm;
 - 50 bechers en PP 50 ml;
 - 50 bechers en PP 100 ml;
 - 25 coupelles aluminium;
 - 25 m. de thermocouple J;
 - un mobile pour essais avec bille;
 - un mobile pour essais en couche mince.
 - ⇒ Une cuve double parois (source non fournie)
 - ⇒ Une plaque à effet Peltier (5°C à 70°C)
 - ⇒ Cordon secteur type IEC
 - ⇒ Certificat d'étalonnage
 - ⇒ Notice d'utilisation
 - ⇒ Certificat CE

- ⇒ Une plaque chauffante (40°C à 250°C) (option) ■

CONSOMMABLES

- ⇒ Lot de 100 billes Ø 16 mm (réf. : MO18-06)
- ⇒ Rouleau de 25 m. de thermocouple J souple (réf. : MO18-12)
- ⇒ Tige pour essai avec bille Ø 16 mm (réf. : MO42-01)
- ⇒ Tige pour essai en couche mince (réf. : MO43-01)
- ⇒ Lot de 100 béchers de 50 ml en PP (réf. : MO18-13)
- ⇒ Lot de 100 béchers de 100 ml en PP (réf. : MO18-14)
- ⇒ Lot de 100 coupelles aluminium (réf. : MO43-07)
- ⇒ Connecteur thermocouple J (réf. : MO18-17) ■

CARACTÉRISTIQUES TECHNIQUES

Caractéristiques dimensionnelles :

- Encombrement :	
- Largeur	570 mm
- Profondeur	300 mm
- Hauteur	500 mm
- Masse	» 25 kg

Alimentation électrique	230 V, 50 Hz
	110 V, 60 Hz

Sollicitations mécaniques :

- Mouvement	Sinusoïdal
- Amplitude	±1 mm
- Fréquence	0.1 à 5 Hz

Performances métrologiques :

- Echantillonnage acquisition	15 Hz
- Echantillonnage enregistrement	0.1 à 5 Hz
- Mesure rigidité	0.1 à 15000 ^{±1} PCU
- Mesure température	0 à 250 ^{±1.5} °C

Cuve double parois :

- Encombrement (Lxpxh)	170x160x210 mm
- Masse	3.5 kg
- Type de raccord	Hydraulique

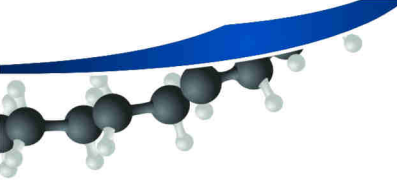
Plaques thermorégulées :

- Encombrement (Lxpxh)	170x160x85 mm
- Masse	2.9 kg
- Plages de température	5 à 70 ^{±0.2} °C
	40 à 250 ^{±0.2} °C
- Alimentation électrique	Via le Rheotech

Logiciel (inclus), configurations minimum :

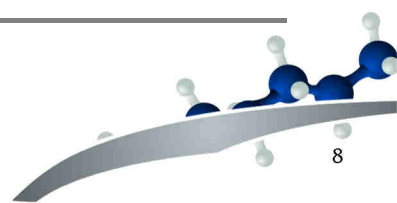
- Système d'exploitation	Windows XP
- Mémoire vive	2 Go
- Espace disque nécessaire	500 Mo
- Résolution graphique	1366 x 768 pixels
- Ecran	15"
- Carte graphique	8 Mo mini
- Périphériques	Clavier, souris et lecteur CD
- Communication	2 ports série RS232 ■

* Caractéristiques données à titre indicatif nous réservons le droit de les modifier librement dans le but de l'amélioration des performances de notre appareil de test.



NOTES

Lined area for notes, featuring horizontal lines and a large blue wavy graphic background.



MI-TECH™

POLYMÈRES THERMOPLASTIQUES, THERMODURCISSABLES & COMPOSITES



Activité historique de Matériau Ingénierie, elle représente notre "savoir-mesurer". C'est une offre originale grâce à nos différentes collaborations avec des sociétés ou des universités leaders dans leur domaine.

Propriétés mécaniques

Propriétés viscosimétriques & rhéologiques

Propriétés thermiques & thermomécaniques

Durabilité & de fin de vie

Contrôle non-destructif

Scannez et découvrez !

www.mat-ing.com

NOUS CONTACTER



MATÉRIAU INGÉNIERIE SARL

Vallon de Fontanes
2, rue des Acacias
F-30520 Saint-Martin-de-Valgugues

Tel: +33 (0)466 922 060

Email: info@mat-ing.com

NOTRE DISTRIBUTEUR :