

Reolojik Karakterizasyon Laboratuvarı (RKL)

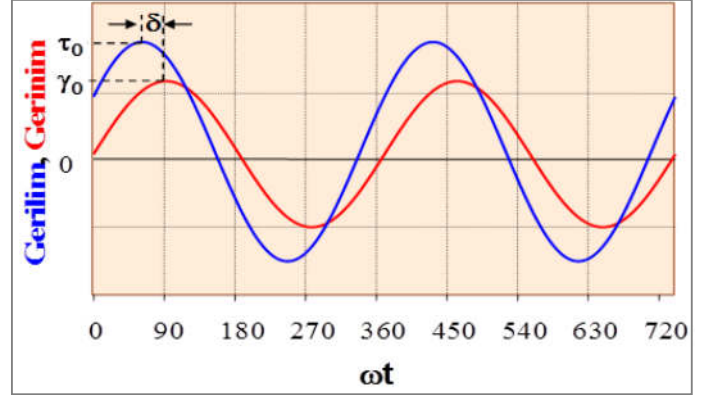


Reoloji malzemelerin deformasyon ve akma özelliklerini inceleyen bilim dalıdır. Merkez Laboratuvar ARGE Eğitim ve Ölçme Merkezinde malzemelerin reolojik özelliklerini belirlemek için **Reometre, Dinamik Mekanik Analizör (DMA)** ve **Kapiler Viskometre** cihazları mevcuttur.

TEMEL PRENSİPLER

Kapiler viskometre ölçümünde bir haznede eriyik haline getirilen malzemeye (polimer) bir piston yardımıyla kuvvet uygulanır ve malzeme uzunluğu ve çapı belli olan kapiler kalıptan değişik sabit kayma hızlarında geçirilir. Bu ölçümler sonucunda malzemenin akma eğrileri (görünür viskozitenin kayma hızı ile değişimi) belirlenir.

Reometre cihazında akma eğrilerinin elde edilmesinin dışında dinamik ve stres relaksasyon ölçümleri de yapılabilmektedir. Dinamik reoloji ölçümünde bir malzemeye devamlı bir şekilde artıp azalan gerinim (γ) belirli bir frekans değerinde (ω) uygulanır ve en yüksek gerilim (τ_0) değeri ile gerinim ve gerilim arasındaki faz farklılığı (δ) ölçülerek malzemelerin viskoelastik özellikleri belirlenir. Eğer malzeme ideal bir elastik malzeme davranışı gösterirse, oluşan gerilim gerinim ile doğru orantılıdır ve gerilim ve gerinim sinyalleri aynı fazdadır. İdeal bir elastik malzemenin davranışı Hooke Kanunu ile temsil edilir. İdeal viskoz bir malzeme için, gerilim ile gerinim hızı doğru orantılıdır ve gerilim ile gerinim arasında 90 derecelik bir faz farklılığı vardır. İdeal viskoz bir malzemenin davranışı Newton Kanunu ile temsil edilir. Viskoelastik malzemeler için gerilim ve gerinim arasındaki faz farklılığı elastik (0°) ve viskoz (90°) davranışların arasında bir değer alır.



Bir viskoelastik malzemenin gerilim sinyali iki parçaya ayrılabilir: (i) Gerinim ile aynı fazda olan elastik gerilim ve (ii) Gerinim ile arasında 90° faz farklılığı olan viskoz gerilim. Depolama Modülü (G') (elastik gerilimin gerinime oranı) bir malzemenin enerjiyi elastik olarak saklayabilmesini temsil eder. Kayıp Modülü (G'') (viskoz gerilimin gerinime oranı) bir malzemenin enerjiyi dağıtabilmesini temsil eder. Kompleks modül (G^*) bir malzemenin deformasyona karşı toplam dayanıklılığını temsil eder.

Dinamik mekanik analizörün çalışma prensibi reometre ile aynıdır. Bu iki cihaz arasındaki en önemli fark DMA cihazında örneğe uzama (extension) yükleri reometrede ise kayma (shear) yükleri uygulanır. Dinamik ölçümler sonucunda malzemelerin aşağıda belirtilen viskoelastik özellikleri belirlenir

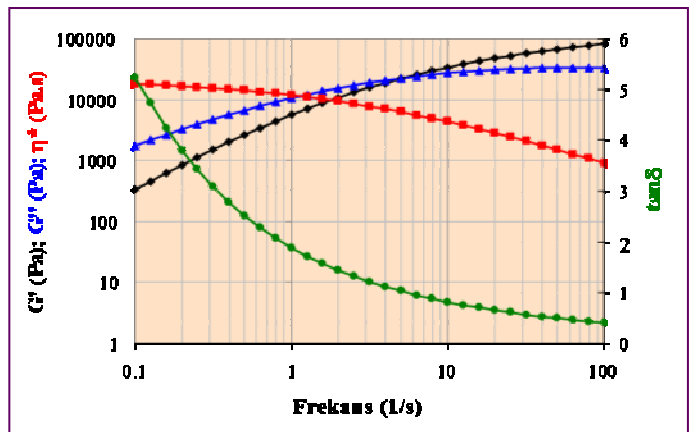
$$\text{DEPOLAMA MODÜLÜSÜ} = G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cos \delta$$

$$\text{KAYIP MODÜLÜSÜ} = G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \sin \delta$$

$$\text{KOMPLEKS MODÜLÜSÜ} = G^* = \frac{\tau_0}{\gamma_0}$$

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'}$$

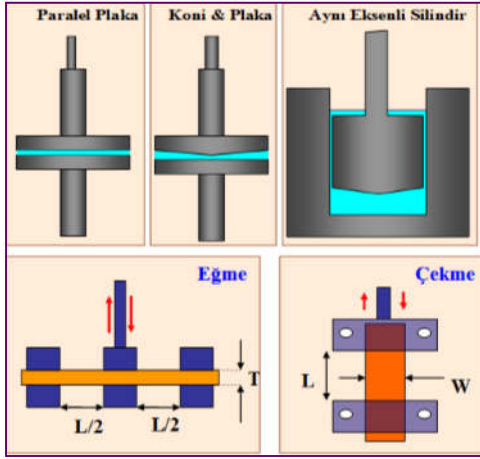
$$\text{KOMPLEKS viskozite} = \frac{G^*}{\omega}$$



ÖRNEKLER

Reometre cihazında *Paralel Plaka*, *Koni & Plaka* veya *Aynı Eksenli Silindir* ölçme sistemlerinden biri kullanılarak katı olmayan örneklerin, DMA cihazında ise genellikle *Eğme* veya *Çekme* ölçme sistemlerinden biri kullanılarak katı örneklerin reolojik özellikleri belirlenebilir.

Kapiler viskometre ölçümü için 10 gram toz veya granül örnek gerekmektedir. Reometre cihazındaki ölçümler için 20 ml örnek yeterli olmaktadır. Dinamik mekanik cihazında eğme modunda ölçüm yapmak için örneklerin 5 cm boyunda, 5-10 mm genişliğinde 1-3 mm kalınlığında olması gerekmektedir. Çekme modunda ise örneklerin 4-5 cm uzunluğunda 5-10 mm genişliğinde ve 0,1- 3 mm kalınlığında olabilir.



MALZEMELER

Reolojik karakterizasyon laboratuvarında mevcut olan cihazları kullanarak aşağıda belirtilen malzemelerin reolojik özellikleri (viskozite, viskoelastik (depolama, kayıp, ve kompleks modülüs) karakterize edilebilir.

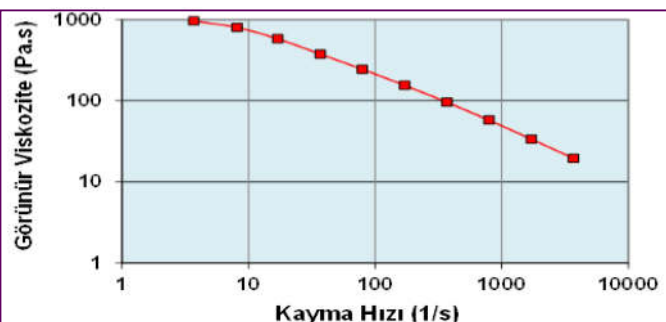
Polimerler, plastic malzemeler, polimer karışımları, elastomerler, kompozitler, yiyecekler, erimiş polimerler, orta - yüksek viskoz sıvılar.

ÖRNEK ÇALIŞMALAR

Polimer eriyiklerinin akış eğrilerinin (viskozite – kayma hızı grafiği) belirlenmesi :

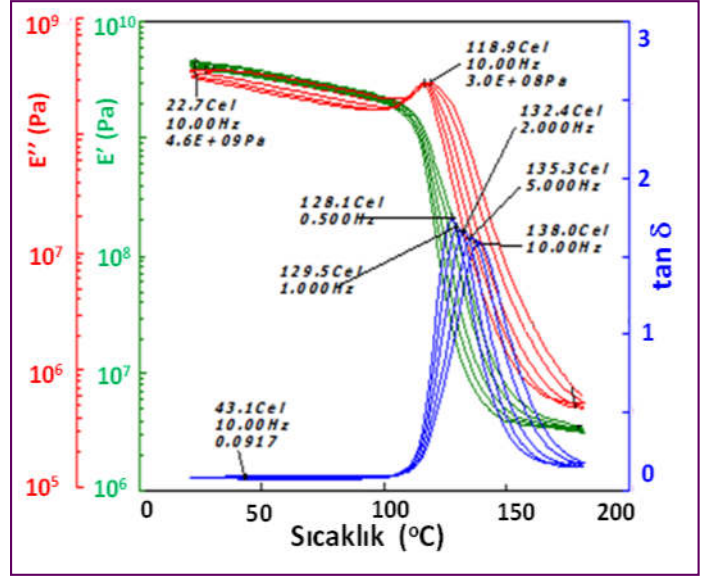
Polymer malzemelerin akış eğrilerinin bilinmesi bu malzemelerin üretim süreçlerinin belirlenmesinde çok önemlidir.

Aşağıdaki resimde bir polipropilen örneğinin Kapiler Viskometre cihazı kullanarak elde edilen akış eğrisi görülmektedir.

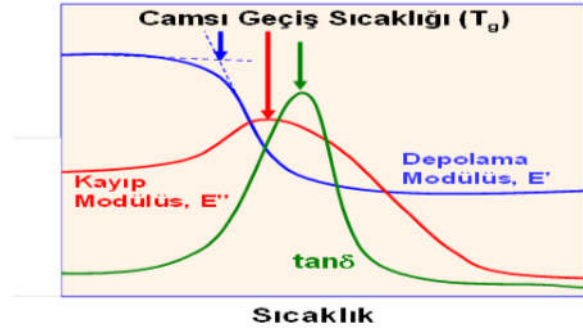


Polimerlerin viskoelastik özellikleri (depolama, kayıp, ve kompleks modülüs, ve kompleks viskozite).

Dinamik Mekanik analizör ve reometre cihazları malzemenin viskoelastik özelliklerinin belirlenmesinde kullanılır. Aşağıdaki resimde PMMA örneğinin viskoelastik özelliklerinin sıcaklığa ve frekansa göre değişimleri verilmiştir.



Camsı Geçiş Sıcaklığı: Polimer malzemelerin camsı geçiş sıcaklıkları değişik yöntemler (DSC, Dilatometre) kullanılarak ölçülebilir, DMA bu yöntemlerden en hassas olanıdır. Camsı geçiş sıcaklığı genellikle **tan δ** eğrisinden belirlenir.



STANDARD TEST METODLARI

ISO 11443: Fluidity of plastics (Capillary Rheometer)

ISO 6721-10: Complex shear viscosity (Rheometer /Parallel Plate)

ISO 6721-4: Plastics- Determination of dynamic mechanical properties - Tensile vibration (DMA)

ISO 6721-11:2012: Plastics -- Determination of dynamic mechanical properties: Glass transition temperature (DMA)

ULUSLARARASI YETERLİK TESTİ

2013 yılında Reometre ve Kapiler Viskometre cihazları kullanılarak iki test metodundan (ISO 11443 ve ISO 6721-10) Kunststoff-Institut Lüdenscheld, Almanya şirketinin düzenlediği Yeterlik Testine katılım gerçekleştirildi ve çalışılan tüm parametrelerden geçer skor elde edildi.