

# Viskoelastizität wäßriger Lackbindemittel-Emulsionen

## Viscoelasticity of aqueous paint binder emulsions

Beiträge  
Papers

### 1 Einleitung

Durch den zunehmenden Einsatz wasserverdünbarer Lacksysteme gewinnt der Begriff Viskoelastizität bei der rheologischen Charakterisierung solcher Systeme immer größere Bedeutung. Das Phänomen der Viskoelastizität ist auf den kolloidalen Zustand der den wäßrigen Lacksystemen zugrunde liegenden Dispersionen/Emulsionen zurückzuführen [1, 2]. Bei konventionellen lösemittelhaltigen Lacken wird normalerweise kein elastisches Verhalten beobachtet. Werden jedoch zur direkten Steuerung der rheologischen Eigenschaften sogenannte SCA-Mittel (sagging control agents) eingesetzt, sind elastische Effekte von enormer Bedeutung [3].

Viskoelastische Eigenschaften von Flüssigkeiten können mit Hilfe oszillierender Messungen, bei denen die Reaktion der Flüssigkeit auf eine periodische Scherung registriert wird, untersucht werden [4, 5].

In diesem Artikel werden viskoelastische Messungen an organischen Bindemittellösungen und wäßrigen Emulsionen, die auf den gleichen Lackharzen basieren, gegenübergestellt.

### 2 Experimentelles

#### 2.1 Materialien

##### 2.1.1 Chemische Struktur

Bei den untersuchten Materialien handelt es sich um Polyacrylatlösungen sowie daraus hergestellte wäßrige Emulsionen. Über radikalische Lösungspolymerisation wurden die funktionalisierten Polyacrylat-Bindemittellösungen A und C erhalten.

In diesem Artikel werden dynamische Messungen an organischen Bindemittellösungen und wäßrigen Emulsionen zur Untersuchung ihres viskoelastischen Verhaltens vorgestellt. Die Bindemittellösungen und Emulsionen besitzen die gleiche chemische Basis, zeigen jedoch deutliche Unterschiede hinsichtlich ihrer elastischen Eigenschaften.

This article discusses dynamic determinations carried out on organic binder solutions and aqueous emulsions, with the aim of investigating their viscoelastic behaviour. The binder solutions and emulsions are chemically identical but exhibit marked differences in their elastic properties.

### 1 Introduction

In view of the increasing use of water-borne paints, their rheological characterisation through examination of their viscoelastic properties is becoming more and more important. Viscoelasticity is due to the colloidal state of the dispersion or emulsion in water-borne paints [1, 2]. Elastic behaviour is not normally observed in conventional, solvent-based paints. If, however, sagging control agents are added to directly influence rheological properties, elastic effects become enormously important [3].

The viscoelastic properties of liquids can be investigated by oscillation measurements, in which the reaction of the liquid to periodic shear is recorded [4, 5].

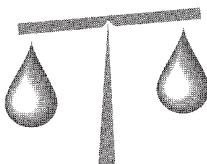
In this article, viscoelastic measurements on organic binder solutions and aqueous emulsions, based on identical paint resins, are compared.

### 2 Experimental details

#### 2.1 Materials

##### 2.1.1 Chemical structure

The materials under investigation are polyacrylate solutions and aqueous emulsions made from them. The functionalised polyacrylate solutions A and C were obtained by radical solution polymerisation. Emulsions B and D were obtained by removing the solvent by



Harz	Emulsion	Festharzanteil (%)	Lösemittelgehalt (%)	Molekulargewicht Mn	Molekulargewicht Mw
Resin		Solid resin content	Solvent content	Molecular weight	Molecular weight
A	-	51.4	48.6	3000	7400
-	B (aus A)	52.3	9.4	-	-
C	-	51.0	49.0	2300	6100
-	D (aus C)	51.9	8.9	-	-

Tabelle 1: Harz- und emulsionstechnische Kenndaten

Table 1: Resin and emulsion data

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website  
<http://www.appliedrheology.org> Rheology 92

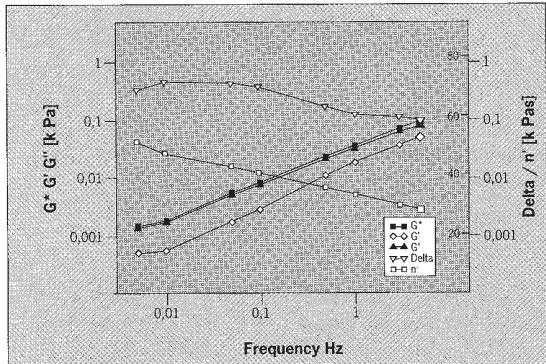
December/Dezember 1992

245

This is an extract of the complete reprint-pdf, available at the Applied Rheology website  
<http://www.appliedrheology.org>

**Abb. 9:**  
Oszillations-Test der Emulsion 2 (Probe D)

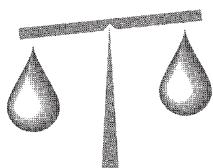
**Fig. 9:**  
Oscillation test for emulsion 2 (sample D)



wird langsam zerstört. Die beiden Bindemittellösungen (Probe A, C) zeigen praktisch rein viskoses Verhalten mit einer konstanten Phasenverschiebung von rd.  $88^\circ$  ( $G'/G'' \approx 30$ ). Eine völlig viskose Flüssigkeit würde eine Phasenverschiebung von  $90^\circ$  aufweisen.

### 3.3 Oszillations-Messungen

Bei Variation der Oszillationsfrequenz im Bereich von 15 bis 0.05 Hz ist wiederum vornehmlich viskoses Verhalten der Bindemittellösungen (Probe A, C) zu beobachten ( $\delta > 80^\circ$ ). Lediglich bei höheren Frequenzen (ab etwa 3 Hz) fällt die Phasenverschiebung etwas, und die Proben reagieren geringfügig elastischer (s. Abbildungen 6 und 7). Die dynamische Viskosität  $\eta'$  ist im untersuchten Frequenzbereich konstant und stimmt gut mit der Scherviskosität  $\eta$  überein (s. Tabelle 2).



pletely viscous liquid would have a phase displacement of  $90^\circ$ .

### 3.3 Oscillation measurements

If the oscillation frequency is varied in the range of 15–0.05 Hz, the binder solutions (samples A and C) will exhibit mainly predominantly viscous behaviour ( $\delta > 80^\circ$ ). Only at higher frequencies, from about 3 Hz upwards, does phase displacement decrease slightly, and the samples react slightly more elastic (see Figs. 6 and 7). The dynamic viscosity  $\eta'$  is constant in the investigated frequency range and shows good agreement with the shear viscosity  $\eta$  (see Table 2).

In comparison, the aqueous emulsions (samples B and D) react far more elastically. In a frequency range of 5 to 0.005 Hz, the phase displacement is between 60 and 70°, which corresponds to a viscous to elastic content ratio of about 2–3, see Figs. 8 and 9). The dynamic viscosity  $\eta'$  increases towards lower frequencies which indicates pseudoplasticity or thixotropy. This interpretation of flow behaviour from oscillation determinations is confirmed by flow curves. Comparison of the absolute values of dynamic viscosity  $\eta'$  at  $\omega = 15\text{s}^{-1}$  with the shear viscosity  $\eta$  at a shear rate of  $15\text{s}^{-1}$  gives agreement within 20 %, Table 2.

## 4 Summary

The viscoelastic behaviour of two binder systems, in the form of organic binder solutions and of two aqueous emulsions was determined. The aqueous emul-

### Dipl.-Ing. Willi Schlesing

geb. 1952, war nach Beendigung des Studiums der Physikalischen Technik an der FH Hagen von 1978 bis 1982 bei IBM/Sindelfingen und anschließend in der Qualitätssicherung bei DeTeWe/Berlin tätig. Seit 1990 arbeitet er im Zentralbereich Forschung, Abt. Zentrale Physik, der Herberts GmbH Wuppertal.

Dipl. Ing. Willi Schlesing was born in 1952. After completing his studies in physics technology at the University College, Hagen, he joined IBM, Sindelfingen in 1978. In 1982 he went to work on quality assurance at DeTeWe in Berlin. Since 1990 he has been working in the physics department of the Central Research Department of Herberts GmbH, Wuppertal.

### Dr. Walter Schubert

geb. 1957, studierte Chemie an der Universität Essen und promovierte mit einem Thema über die Gruppentransferpolymerisation. Seit 1988 ist er bei der Herberts GmbH, Wuppertal, in der Kunstharz-entwicklung tätig.

was born in 1957, studied chemistry at the University of Essen and obtained his doctorate with a dissertation on the subject of Group Transfer Polymerisation. Since 1988 he has been working on synthetic resin development at Herberts GmbH, Wuppertal.

Im Vergleich dazu reagieren die wässrigen Emulsionen (Probe B, D) wesentlich elastischer. Im Frequenzbereich 5 bis 0.005 Hz liegt die Phasenverschiebung zwischen 60 und 70°, was einem Verhältnis des viskosen zum elastischen Anteil von rund 2 bis 3 entspricht (s. Abbildungen 8 und 9). Die dynamische Viskosität  $\eta'$  steigt zu niedrigeren Frequenzen hin an, was auf Strukturviskosität oder Thixotropie hindeutet. Diese Interpretation des Fließverhaltens aus Oszillationsmessungen wird durch die Fließkurven bestätigt. Ein Vergleich der Absolutwerte der dynamischen Viskosität  $\eta'$  bei  $\omega = 15 \text{ s}^{-1}$  mit der Scherviskosität  $\eta$  bei  $D = 15 \text{ s}^{-1}$  liefert Übereinstimmungen innerhalb von 20 % (s. Tabelle 2).

#### 4 Zusammenfassung

An zwei Bindemittelsystemen (organische Bindemittellösungen) und an zwei wässrigen Emulsionen wurden Messungen zur Charakterisierung ihres viskoelastischen Verhaltens durchgeführt. Die wässrigen Emulsionen basierten dabei auf denselben Harzen wie die organischen Bindemittelsysteme.

Während die Bindemittellösungen Newtonsches Fließverhalten zeigen, ist bei den wässrigen Emulsionen leicht strukturviskoses bis thixotropes Fließverhalten zu beobachten. Ebenso ist die Viskosität der Emulsionen rund 30mal höher als die der Bindemittellösungen. Darüber hinaus zeigen die Bindemittellösungen praktisch kein elastisches Verhalten. Der viskose Anteil  $G''$  ist hier wesentlich größer als der elastische Anteil  $G'$ . Im Vergleich dazu reagieren die Emulsionen deutlich elastischer. Der elastische Anteil  $G'$  liegt hierbei in der Größenordnung des viskosen Anteils  $G''$  ( $G''/G'$  etwa 2 bis 3).

■ Rh



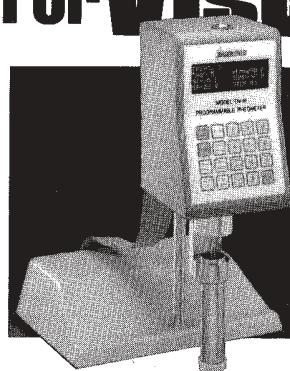
- [1] M. Breucker, Proceedings of the XVI Conf. on Org. Coatings, Athens 1990, p. 73
- [2] M. Breucker, Proceedings of the XXIII Internat. Symp. on Automotive Techn. and Automation, Wien 1990, vol. 1, p. 204
- [3] M. Osterhold and M. Breucker, Rheology (1991), p. 230
- [4] J.D. Ferry, "Viscoelastic Properties of Polymers", Third Ed., Wiley & Sons, New York (1980)
- [5] G. Marin, In: "Rheological Measurement", A.A. Collyer and D.W. Clegg eds., Elsevier Applied Science, London, New York (1988), p. 297-345
- [6] T.F. Tadros, Chem. Ind. 7 (1985), p. 210

sions were based on the same resins as the organic binder solutions.

Whereas the binder solutions exhibit Newtonian flow, the aqueous emulsions show slightly pseudoplastic to thixotropic behaviour. Similarly, the viscosity of the emulsions is about 30 times higher than that of the binder solutions. Furthermore, the binder solutions show almost no elastic behaviour. The viscous content  $G''$  here is much higher than the elastic portion  $G'$ . In comparison, emulsions have distinctly more elastic behaviour, the elastic portion  $G'$  being more or less the same as the viscous portion  $G''$  ( $G''/G'$  about 2-3).

■ Rh

**For Viscosity  
quality control  
and  
research  
applications.**



#### The Brookfield DV III stand-alone programmable rheometer

- Stand-alone capability (the computer's built in).
- Optional software allows control by PC.
- Stores up to 10 measurement programs.
- 2500 discrete speeds allow generation of flow curves.
- Test, display, print and store data without operator attention.
- Available with Brookfield spindles, Coaxial Cylinder (DIN 53-019) and Cone/Plate geometries.
- Temperature vs. Viscosity measurements.
- "Budget-friendly" price.

Send for brochure  
**BROOKFIELD**

BROOKFIELD ENGINEERING LABS, INC.  
Dept. FV 240 Cushing Street,  
Stoughton, MA 02072-2398, USA  
617-344-4310 • FAX: 617-344-7141 • 800-628-8139 (US ex MA)