

Praktikumsversuch Rheologie

Bachelor

Einleitung

Rheologie ist die Wissenschaft, die sich mit der Verformung und dem Fließverhalten von Stoffen beschäftigt. Unter anderem wird dabei anhand von Spannungs-Dehnungs-Beziehungen untersucht, wie ein Material auf eine mechanische Kraft reagiert. Die meisten Materialien sind entweder flüssig oder fest. In diesem Kurs möchten wir Ihnen aber zeigen, dass alle Materialien durch sowohl eine elastische als auch eine viskose Komponente beschrieben werden können. Wie hoch der Anteil der viskosen, bzw. elastischen Antwort eines Materials ist, hängt dabei von der Deformationsrate ab, sowie der Stärke der Deformation. Die Theorie der Viskoelastizität liefert eine gute Beschreibung der mechanischen Eigenschaften eines Materials. Im Bereich der linear viskoelastischen Antwort eines Materials kann dessen Verhalten durch entsprechende Netzwerke aus Federn (engl. „springs“) und Dämpfungszyklindern (engl. „dashpots“) dargestellt werden. In diesem Praktikum sollen Sie lernen, mit Hilfe eines Plattenrheometers (hier wird das Material zwischen zwei Platten geschert), die viskoelastischen Eigenschaften eines Materials zu bestimmen.

Grundlagen

Hookescher Festkörper

Die einfachste Form der Deformation ist, wenn ein Material entlang einer Achse durch Anlegen einer Kraft deformiert wird (**Abb.1**). Man misst die relative Dehnung, $\varepsilon = \Delta L/L$, als Funktion der angelegten Kraft F_{\perp} , die senkrecht auf die Fläche A wirkt. Dies wird als „(Normal)spannung“ (engl. „stress“), $\sigma_{\perp} = F_{\perp}/A$ bezeichnet.

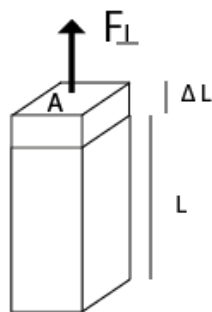


Abb. 1: Hooke'scher Festkörper. Ein Material wird entlang einer Achse durch Anlegen der Kraft F_{\perp} , welche senkrecht auf die Fläche A wirkt, deformiert. Dies führt zu der relativen Dehnung $\varepsilon = \Delta L/L$.

Robert Hooke stellte fest, dass für viele Materialien eine lineare Beziehung zwischen der Kraft und der Streckung vorliegt (*ut tensio, sic vis*, „as the extension, so the force“; *Lectures de Potentia Restitutive*, 1678) und daher gilt:

$$\sigma_{\perp} = E \cdot \varepsilon$$

Die Proportionalitätskonstante E wird elastischer Modul oder auch 'Youngs-Modul' genannt. Materialien, die eine lineare Spannungs-Dehnungs-Beziehung aufweisen

werden ‚hooke‘sch‘ genannt, und verhalten sich wie eine elastische Feder, $F = k \cdot \Delta L$, mit der Federkonstante, $k = A \cdot E/L$.

Scherung ist die Deformation eines Materials, bei der zwei parallele Oberflächen gegeneinander geschert werden (**Abb. 2**). Indem die obere Platte durch die Kraft F_{\parallel} parallel verschoben wird, wird die Probe unterhalb der Fläche A geschert.

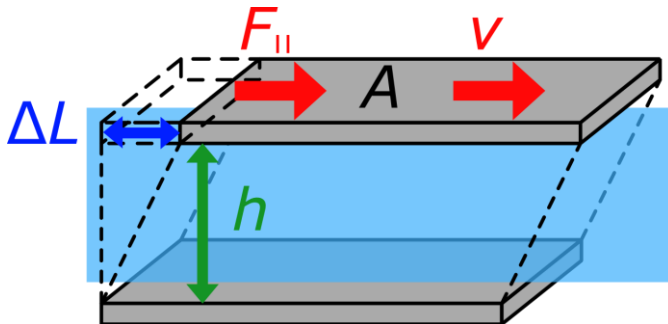


Abb. 2: Zwei-Platten-Model der Scherrheometrie:

Die Probe (blau) wird zwischen den beiden Platten (grau) mit dem Abstand h eingebracht. Die obere Platte (Scherfläche A) wird mit der Scherkraft F_{\parallel} bewegt. Die effektive Geschwindigkeit v resultiert aus dem Widerstand der Probe. Dies führt zu einer Verschiebung ΔL zur unteren Platte.

Man misst die Scherverformung $\gamma = \Delta L/h$, d.h. die Verschiebung über die Plattentrennung h , als Funktion der Scherspannung.

$$\sigma_{\parallel} = G \cdot \gamma$$

Der entsprechende Modul G wird Schermodul genannt. Für ein homogenes Material sind das Youngsmodul und das Schermodul verknüpft durch:

$$G = \frac{E}{2(1 + \mu)}$$

Dabei gibt die Poisson-Zahl $\mu = -(\Delta d/d)/(\Delta L/L)$ das Verhältnis der relativen lateralen Verdünnung des Materials zu der relativen Verlängerung an (**Abb. 3**).

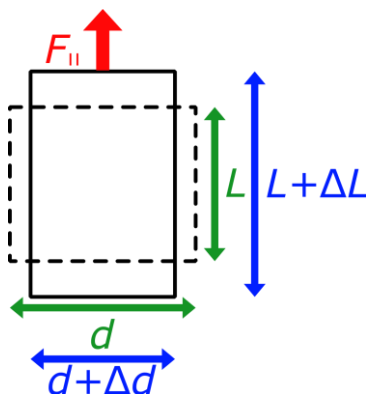


Abb. 3: Laterale Kontraktion durch axiale Elongation eines Materials:

Durch Anlegen einer Kraft F_{\parallel} wird eine axiale Verlängerung ΔL und eine laterale Verdünnung Δd bewirkt.

Bitte beachten Sie, dass Ausdehnung und Scherung linear-elastische Verformungen darstellen, welche als federartiges Verhalten beschrieben werden können. Die Verformungen sind proportional zur Kraft, und ändern sich nicht, solange die Belastung konstant bleibt. Sobald die Kraft wegfällt, kehrt das Material sofort zum Ausgangszustand zurück. Hierbei wird die Energie, die während des Scherungsprozesses in Form von Deformation gespeichert wurde, vollständig wieder zurückgewonnen in Form von kinetischer Energie.

Nicht-lineare Verformung

Wie gerade erklärt wird das linear-elastische Verhalten eines Materials durch das Hookesche Gesetz beschrieben. Allerdings zeigen viele Materialien wie z.B. Gummi ein nicht-lineares Verhalten. Hier ist die Belastung nicht linear mit der Verformung verknüpft. Die sogenannte Gummielastizität beschreibt das mechanische Verhalten von Polymeren, vor allem solchen, die Quervernetzungen aufweisen. Die Verformung eines Polymers führt zu einer Verlängerung der Makromoleküle, bzw. Segmenten davon, welche in den Ausgangszustand reversibel zurückkehren, sobald die Belastung wegfällt. Wenn die Verformung irreversibel ist, liegt eine plastische Verformung vor (**Abb. 4**).

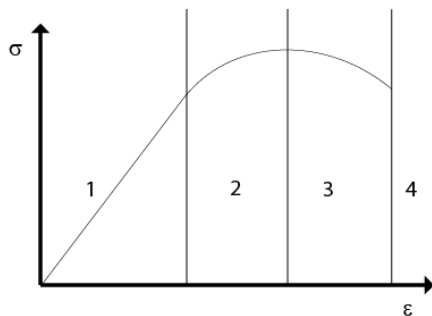


Abb. 4: Spannungs-Dehnungsdiagramm:

- 1) Linear-elastische Verformung (Hookesch).
- 2) Plastische Verformung
- 3) Einschnürung.
- 4) Bruch/Abriss.

Newtonsche Flüssigkeit

Der Widerstand zu Bewegung, wenn Flüssigkeiten verformt werden, wurde zuerst von Sir Isaac Newton beschrieben. Er nannte es „*lack of slipperiness*“ zwischen den Flüssigkeitspartikeln in seinem Buch *Philosophiae Naturalis Principia Mathematica*. Die Kraft F , welche benötigt wird um eine konstante Bewegung zweier relativ zueinander bewegten Platten zu erzeugen, ist proportional zu der relativen Geschwindigkeit v zwischen den beiden Platten. A bezeichnet die Kontaktfläche zwischen der Flüssigkeit und der bewegten Platte.

$$F = A \cdot \eta \cdot \frac{v}{h}$$

Diese Beziehung definiert die dynamische Viskosität η . Da das Verhältnis der Geschwindigkeit zum Plattenabstand gleich der Scherrate $\dot{\gamma} = d\gamma/dt = v/h$ ist, ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der Viskosität:

$$\sigma = \eta \dot{\gamma}$$

Die Viskosität ist ebenfalls abhängig von der Konzentration einer Substanz:

$$\eta = \eta_0 + [\eta]c$$

mit η_0 der Viskosität von Wasser, $[\eta]$ der intrinsischen Viskosität der Substanz und c der Konzentration der Substanz.

Für Polymere gilt diese lineare Beziehung nicht. Nur für geringe Polymerkonzentrationen findet man eine lineare Abhängigkeit der Viskosität von der Konzentration. Erhöht man die Konzentration weiter, findet man einen starken Anstieg der Viskosität. Diese Beobachtung ist erklärbar durch das Verhalten der Moleküle in Lösung. In verdünnten Lösungen liegen die Polymerketten getrennt voneinander als

einzelne Schlaufen vor. Mit steigender Konzentration überlappen die Polymere und verschlaufen sich miteinander. Die Konzentration, bei welcher dieses Verhalten auftritt, nennt man die *Überlappungskonzentration* c^* für Polymerlösungen. Ist diese Konzentration erreicht, steigt die Viskosität dramatisch an (**Abb. 5**).

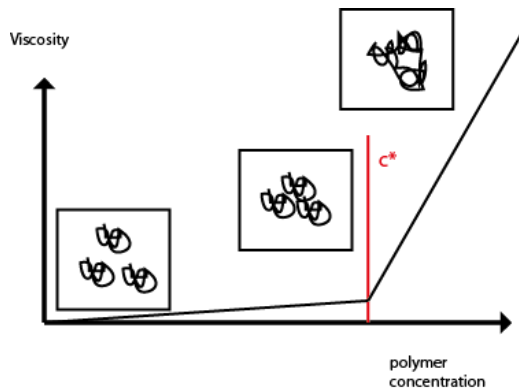


Abb. 5: Viskosität steigt nicht-linear mit der Konzentration von Polymeren in Lösungen an. Die rote Linie zeigt die Überlappungskonzentration c^* an.

Nicht lineares Fließverhalten

In Abhängigkeit der Verformungszeit kann sich ein Material unterschiedlich verhalten. Elastizität bedeutet, dass die Substanz sofort in den Ursprungszustand zurückkehrt. Eine viskose Verformung ist dagegen zu beobachten, wenn die Form des Objektes sich aufgrund der angelegten Kraft nachhaltig ändert. Die Substanz ist dann plastisch verformt. Eine Flüssigkeit kann verschiedene Arten von Fließverhalten aufweisen (**Abb. 6**) die im Folgenden diskutiert werden.

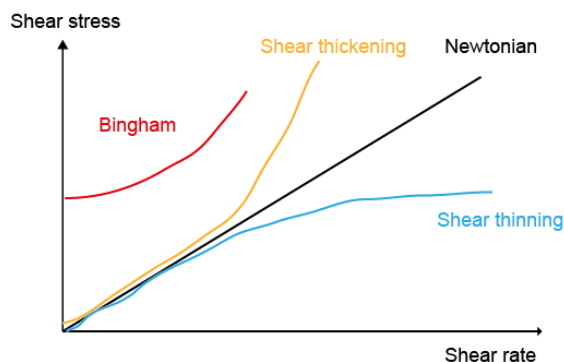


Abb. 6: Nicht-lineare Antwort flüssigkeitsähnlicher Substanzen. Eine Newtonsche Flüssigkeit zeigt eine lineare Antwort. Daher ist die Viskosität η unabhängig von der Scherrate $\dot{\gamma}$. Wenn die molekulare Struktur einer Flüssigkeit mit steigender Scherrate zusammenbricht, spricht man von *Scherverdünnung*. Das Gegenteil ist *Scherverdickung*. Ein *Bingham-Fluid* (engl. *Bingham plastic*) hat eine Fließspannung. Für hohe Scherraten ist die Viskosität des Bingham-Fluids unabhängig von der Scherrate.

Newtonsches Fließverhalten

Newtonsche Flüssigkeiten zeigen eine direkte Proportionalität der Scherrate $\dot{\gamma}$ und der Scherspannung (**Abb. 6**). Daher ist die Viskosität unabhängig von der Scherrate für einen großen Scherratenbereich. Beispiele: Wasser, Öl, Glycerol oder Honig.

Scherverdünnung

Scherverdünnung tritt auf, da die molekulare Struktur der Probe durch die hydrodynamischen Kräfte, die durch die Scherung erzeugt werden, zerstört wird. Daher führt eine Erhöhung der Scherrate nur zu einer unterproportionalen Erhöhung des Scherstress und die Viskosität nimmt mit der Scherrate ab. Beispiele: Duschgel, Joghurt, Zahnpasta, Marmelade.

Scherverdickung

Die Ursache für Scherverdickung ist eine Größenzunahme der Probe (Volumenzunahme/Dilatanz) oder eine Zunahme der Anzahl der strukturellen Untereinheiten durch die Scherung. Erhöhen der Scherrate führt daher zu einer überproportionalen Erhöhung des Scherstress. Daher steigt die Viskosität mit der Scherrate an. Beispiel: Stärkelösung.

Fließspannung

Manche Materialien 'fließen' erst, wenn ein bestimmter Grenzwert erreicht ist. Solange dieser Grenzwert nicht überschritten ist, verhält sich die Substanz wie ein Feststoff. Die Viskosität ist also abhängig von der Scherrate (Bingham-Fluid).

Thixotropes Verhalten (Zeitabhängig)

Thixotropes Verhalten liegt vor, wenn die Viskosität eines Materials mit der Zeit abnimmt, während die Scherrate konstant ist. Bei geringen Kräften sind die Moleküle in der Flüssigkeit miteinander verknüpft. Bei hohen Scherraten oder andauernder Scherspannung werden diese Bindungen zwischen den Molekülen gebrochen. Thixotropie kann gemessen werden, indem man die Viskosität bei steigender Scherrate misst und direkt im Anschluss mit abnehmender Scherrate (**Abb. 7**). Wenn die erste Kurve größere Werte für die Viskosität aufweist als die zweite Kurve, ist die Substanz thixotrop (**Abb. 7**). Beispiele: Farbe, Salatdressing, Weicher Käse. Das Gegenteil des thixotropen Verhaltens wird anti-thixotrop genannt. Hier steigt die Viskosität mit der Zeit bei einer konstanten Scherrate. Das liegt an intermolekularen Interaktionen, die mit der Zeit eine größere Reibung erzeugen, wenn ein konstante Scherspannung angelegt wird. Beispiel: Druckertinte.

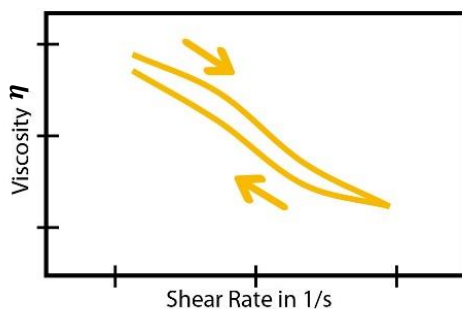


Abb. 7: Thixotropes Verhalten. Thixotropie kann gemessen werden, indem man die Viskosität bei steigender Scherrate und direkt im Anschluss bei abnehmender Scherrate misst. Wenn die erste Kurve größere Werte für die Viskosität aufweist als die zweite Kurve, ist die Substanz thixotrop.

Lineare Visko-elastizität

Bei linearer Visko-elastizität zeigt ein Material sowohl elastisches als auch viskoses Verhalten, aber es wird lediglich eine lineare Antwort des Materials in beiden Anteilen berücksichtigt. Diese Kombination wird am einfachsten durch sogenannte Äquivalenzmodelle beschrieben, indem elastische und viskose Komponenten durch Kombinationen von Federn („springs“) und Dämpfungszyklindern („dashpots“) dargestellt werden. (Abhängig vom Material kann eine präzisere Darstellung durch Modellierung der viskoelastischen Antwort mittels eines Potenzgesetzes erfolgen.)

Der Hooke'sche Festkörper wird, wie bereits erklärt, durch eine Feder beschrieben. Da wir uns im Folgenden mit der Scherverformung beschäftigen, wird die Materialeigenschaft der Feder durch den Schermodul G dargestellt.

Eine Newtonsche Flüssigkeit wird schematisch durch einen Dämpfungszyylinder dargestellt. Hierbei handelt es sich um einen mit Flüssigkeit gefüllten Zylinder. In diesem Zylinder ist ein Presskolben eingetaucht, der die Wände nicht berührt (**Abb. 8**). Das Verschieben des Presskolbens ist irreversibel und gleicht daher der Verformung einer Flüssigkeit. Die aufgebrachte Energie wird vollständig verbraucht, d.h. in Wärme umgewandelt. Daher kann der Presskolben nicht zum ursprünglichen Zustand zurückkehren. Die Verformungsrate ist proportional zur angewandten Kraft.

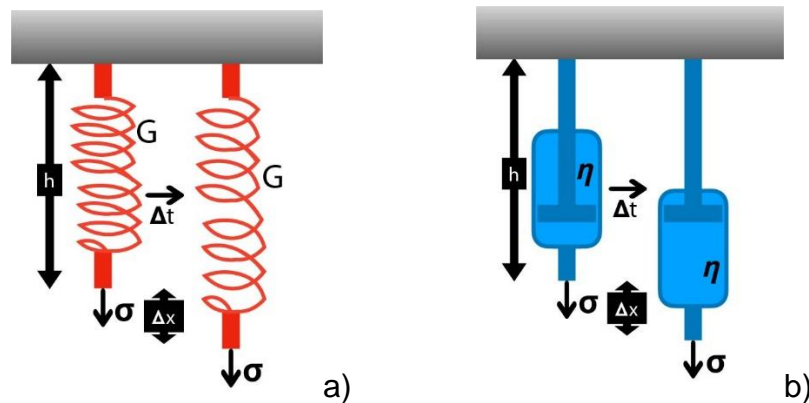


Abb. 8: Der Hookesche Festkörper wird durch eine Feder (a) und die viskose Flüssigkeit durch einen Dämpfungszyylinder (b) dargestellt. a) Die Feder als schematisches Modell für die elastische Komponente einer Probe. Sie besitzt den Schermodul G und die Anfangshöhe h . Das Ergebnis der Spannung σ über die Zeit Δt ist die Dehnung Δx . **b)** Der Dämpfungszyylinder als schematisches Modell für das Newtonsche Fließverhalten. Er ist gefüllt mit einer Flüssigkeit der Viskosität η und besitzt eine Ursprungshöhe h . Das Ergebnis der Spannung σ über die Zeit Δt ist die Dehnung Δx .

Maxwellsches Model der Viskoelastizität

James Maxwell argumentiert in seinem Artikel ‚*On the Dynamical Theory of Gases*‘, dass ein Material während seiner Verformung sowohl Flüssigkeits- als auch Festkörpermerkmale aufweisen kann. Ein Material dieser Art wird durch einen Dämpfungszyylinder und eine Feder beschrieben, die in Serie angeordnet sind (**Abb. 9**). Wenn eine äußere Kraft angelegt wird und wieder weggenommen wird, wird ein Teil der Verformungsenergie, genutzt um wieder in den ursprünglichen Zustand zurückzukehren, während der andere Anteil verloren ist, also in Wärme umgewandelt wurde. Reale Materialien werden als viskoelastisch bezeichnet, da Sie beide Komponenten aufweisen.

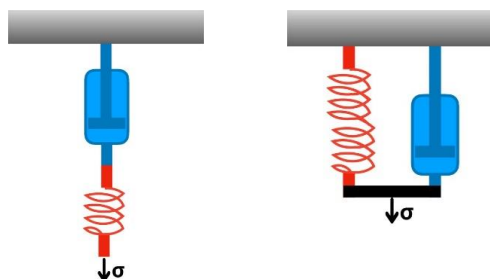


Abb. 9: Maxwell- und Voigt-Modell. Links) Ein Dämpfungszyylinder und eine Feder in Serie (Maxwell-Modell). **Rechts)** Ein Dämpfungszyylinder und eine Feder parallel angeordnet (Voigt-Modell).

Im Maxwell-Modell ist die Spannung σ , der beide Komponenten ausgesetzt werden (viskos und elastisch), gleich $\sigma = \sigma_\eta = \sigma_G$, während die Gesambelastung γ die Summe der Teilbelastungen der flüssigen und festen Anteile darstellt: $\gamma = \gamma_\eta + \gamma_G$. Daher ist die Schergeschwindigkeit im Maxwell-Modell eine lineare Superposition:

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} (\gamma_\eta + \gamma_G) = G^{-1} \frac{d\sigma}{dt} + \eta^{-1} \sigma$$

Für den speziellen Fall einer unverzüglichen Dehnungsverformung, z.B. ein sprunghaftes Ansteigen der Belastung, $\gamma(t) = \gamma_0 \Theta(t)$, wird die Differentialgleichung durch die folgende Zeitabhängige Stressfunktion gelöst:

$$\sigma(t) = G\gamma_0 \cdot \exp(-t/\lambda)$$

Im Maxwell-Modell wird also ein Druck aufgrund der elastischen Komponente aufgebaut, dieser Druck nimmt aber exponentiell ab mit der Relaxationszeit $\lambda = G/\eta$ aufgrund des Anteiles der viskosen Komponente. Für große Zeitskalen verhält sich das Maxwell-Modell wie eine Flüssigkeit. Daher werden visko-elastische Flüssigkeiten oft in der Form des Maxwell-Modells dargestellt.

Voigt-Modell

Das Voigt-Modell wird verwendet um viskoelastische Festkörper zu beschreiben, die nach einer Verformung wieder in den Ausgangszustand zurückkehren. Hierbei sind ein Dämpfungszylinder und eine Feder parallel angeordnet (**Abb. 9**). Diese Anordnung ermöglicht eine vollständige Rückkehr in den Ursprungszustand.

Visko-elastische Eigenschaften

Um die visko-elastischen Eigenschaften eines Materials zu untersuchen, wird oft ein Oszillationstest durchgeführt. Hier wird die Substanz einer Spannung oder Belastung mit einer Frequenz von ca. 0.1 Hz bis 10 Hz ausgesetzt. Die Belastungs- oder Spannungsantwort wird dann gemessen.

Wir nehmen eine oszillatorische Verformung an.

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t)$$

Die sich daraus ergebende Spannung hat dieselbe Frequenz, aber zeigt abhängig vom Material eine Phasenverschiebung:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$$

Drückt man die phasen-verschobene Oszillation in sin- und cos-Termen aus, zeigt die Spannung einen Anteil der in Phase mit der Verformung ist und einen zweiten Anteil der in Phase mit der Verformungsgeschwindigkeit ist $\dot{\gamma}(t) = \gamma_0 \cos(\omega t)$. Per Definition folgt dann:

$$\sigma(t) = \sigma_0 (\cos(\delta) \sin(\omega t) + \sin(\delta) \cos(\omega t)) = G \cdot \gamma(t) + \eta \cdot \dot{\gamma}(t)$$

Diese Beziehung kann auch dargestellt werden als ein komplexes Spannungs-Dehnungsverhältnis:

$$\sigma(t) = \gamma_0(G' \sin(\omega t) + G'' \cos(\omega t)) = G^* \cdot \gamma(t)$$

wobei der Schermodul G^* nun eine komplexe Größe darstellt, mit einem reellen und imaginären Anteil:

$$G^* = G' + iG'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta))$$

G' ist der Speichermodul und G'' der Verlustmodul. Der Speichermodul beschreibt die elastische Komponente des Materials. Der Name kommt daher, dass eine elastische Verformung mechanische Energie speichern kann. Die Viskosität kann auch als komplexe Größe dargestellt werden:

$$\eta^* = \eta' + i \eta''$$

Hierbei ist η' die dynamische und η'' die elastische Viskosität. Der Verlustmodul G'' ist verknüpft mit der dynamischen Viskosität über $\eta' = G''/\omega$ und gibt den Verlust von Energie in viskosen Flüssigkeiten an. Das Verhältnis von Verlustmodul zu Speichermodul ist der sog. Verlustfaktor, $\tan(\delta) = G''/G'$. Für einen elastischen Festkörper ist der Verlustfaktor 0, für eine viskose Flüssigkeit ∞ . Ein Verlustfaktor von 1 beschreibt eine Substanz die am Übergang zwischen dem flüssigen und festen Zustand steht. Dieser Übergang wird auch der Gelierpunkt genannt.

Schematische Diagramme der Scherverformung γ mit der resultierenden Spannungsantwort σ sind in **Abb. 10** gezeigt. Eine perfekt elastische Substanz (Hookescher Festkörper) hat einen Phasenwinkel von 0 zwischen Verformungsinput und der Spannungsantwort. Eine ideale Flüssigkeit zeigt bei einer oszillatorischen Verformung eine Stressantwort σ die proportional zu Scherverformung γ ist. Der Phasenwinkel ist dann $\delta = \pi/2$.

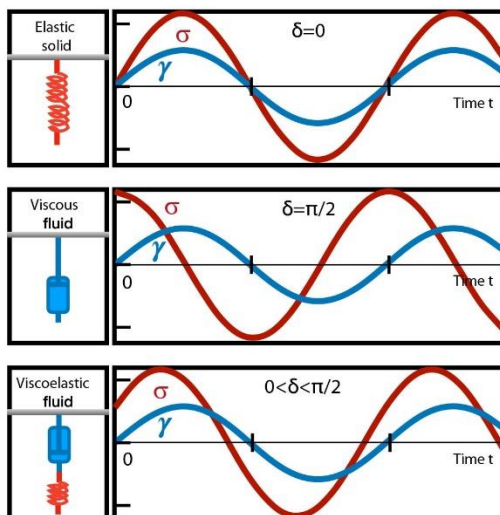


Abb. 10: Oszillatorische Verformung.

Schematische Diagramme der Scherverformung γ (blaue Kurve) und der resultierenden Spannungsantwort σ (rote Kurve).

Phasenwinkel $\delta = 0$, elastischer Festkörper.

Phasenwinkel $\delta = \frac{\pi}{2}$, viskose Flüssigkeit.

Phasenwinkel zwischen $\delta = 0$ und $\frac{\pi}{2}$, visko-elastische Flüssigkeit.

Grundlagen des Experimentes

Das Gerät, das verwendet wird um die viskoelastischen Eigenschaften eines Materials zu bestimmen, ist ein Rheometer. Es gibt verschiedene Arten von Rheometern, die je nach zu untersuchender Substanz oder Fragestellung verwendet werden können. In diesem Versuch werden wir ein Rotationsrheometer verwenden (**Abb. 11**). Bei diesem Gerät wird die Probe zwischen zwei Platten aufgetragen. Durch Anlegen eines Drehmoments an die obere Platte wird eine Scherspannung erzeugt; die daraus resultierende Deformation, Verformungsgeschwindigkeit oder Schergeschwindigkeit wird gemessen.

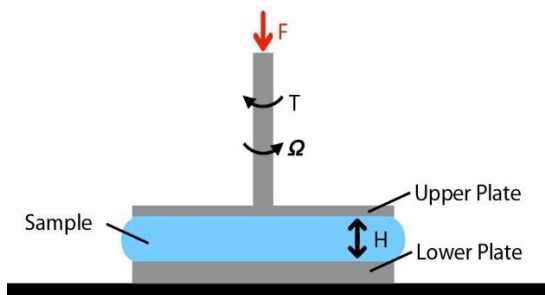


Abb. 11: Das Rotations-Platten-Platten-Rheometer. Die Probe (blau) ist zwischen zwei Platten (grau) aufgetragen. Die angelegte Winkelgeschwindigkeit Ω führt zu einem Drehmoment T unter Berücksichtigung der gesamten Normalkraft F , die auf die fixierte Platte wirkt.

In diesem Versuch benutzen wir das KINEXUS ultra+ Rheometer von Malvern Panalytical. Ein Handout, das beschreibt, wie das Gerät benutzt wird, befindet sich neben dem Rheometer im Labor. Während des Kurses werden Sie verschiedene rheologische Experimente durchführen, die im Folgenden beschrieben werden.

Viskosität versus Scherrate

Bei diesem Experiment wird die Viskosität als Funktion der Scherrate gemessen. Der Größenbereich der Scherrate beträgt dabei in der Regel 10^0 bis 10^2 s^{-1} . Um die Probe zu charakterisieren, kann diese Abhängigkeit durch ein Potenzgesetz beschrieben werden. Die Viskosität einer Newtonschen Flüssigkeit hängt nicht von der Scherrate ab (**Abb. 12**). Ein Gel zeigt im logarithmischen Plot eine Steigung von $-1/2$ und ein visko-elastischer Festkörper zeigt eine Steigung von -1 .

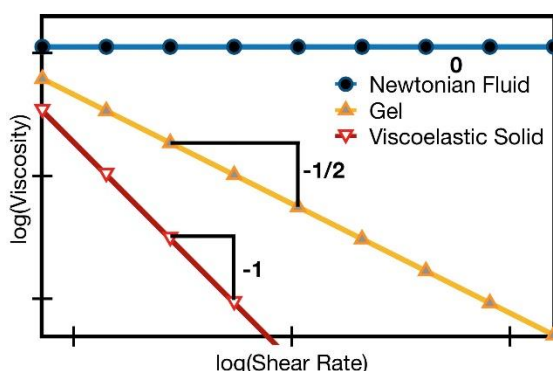


Abb. 12: Das Potenzgesetz als erste Näherung für die Beschreibung einer Probe. Newtonsche Flüssigkeit (blau), Gel (gelb) und viskoelastischer Festkörper (rot).

Oszillatorisches Experiment: Amplituden-Versuch

Hierbei wird die Probe einer oszillatorischen Scherverformung ausgesetzt. Mit der Zeit wird die Amplitude der Scherverformung erhöht, wobei die Frequenz konstant bleibt (**Abb. 13, links**). Gemessen werden der Speichermodul G' und der Verlustmodul G'' (**Abb. 13, rechts**). Ein konstantes Plateau von G' (oder G'') zeigt eine lineare viskoelastische Region an. Ab einer gewissen Scherrate fällt zuerst G' . Ab hier ist die Beziehung zwischen der Scherrate und G' nicht mehr linear und die Probe wird weicher. Im Falle $G'' > G'$ im linearen Bereich, zeigt der dominierende Verlustmodul das Verhalten einer Flüssigkeit an. Im Falle $G' > G''$, liegt ein Feststoff oder eine gelartige Substanz vor. Ab dem Moment, wo sich die Kurven von G' und G'' kreuzen, beginnt die Probe für höhere Scherraten zu ‚fließen‘ (*Fließpunkt*). Mit diesem Experiment wird der linear viskoelastische Regime ermittelt, der Wertebereich der Scherdehnung in diesem Regime wird für den Frequenz-Versuch verwendet.

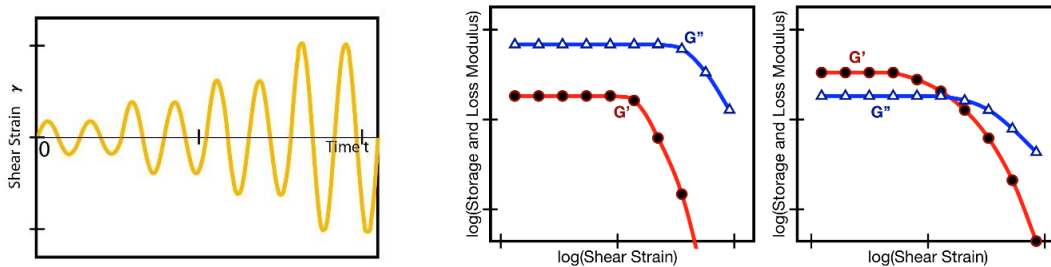


Abb. 13: Amplituden Versuch: Links: Die angelegte Scherverformung steigt schrittweise mit der Zeit an bei einer konstanten Frequenz. **Mitte:** Exemplarisches Ergebnis des Amplitudenversuchs für eine visko-elastische Flüssigkeit. **Rechts:** Exemplarisches Ergebnis für ein Gel.

Oszillatorisches Experiment: Frequenz-Versuch

Es ist ebenfalls möglich, die Frequenz zu verändern und die Stärke der Scherverformung konstant zu halten (**Abb. 14**). Die Stärke der Scherverformung sollte wie oben beschrieben aus dem Bereich der linear viskoelastischen Antwort gewählt werden. In diesem Experiment werden ebenfalls G' und G'' ermittelt. Falls $G' < G''$ bei geringen Frequenzen, so handelt es sich bei der Probe um eine viskoelastische Flüssigkeit. In einigen Fällen kreuzen sich G' und G'' bei hohen Frequenzen; dann ist eine sog. kritische Belastung erreicht. Falls $G' > G''$ unabhängig von der Frequenz ist, verhält sich die Probe wie ein Gel (hat also mehr Struktur). Für hohe Frequenzen kann G'' größer als G' werden. Dies ist wieder der Fließpunkt.

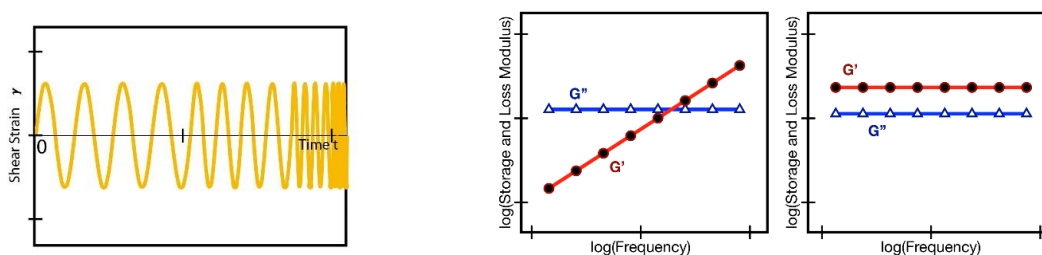


Abb. 14: Frequenz-Versuch. Links: Die angelegte Frequenz wird schrittweise mit der Zeit erhöht bei einer bestimmten Stärke der Scherverformung. **Mitte:** Exemplarisches Ergebnis für eine viskoelastische Flüssigkeit. **Rechts:** Exemplarisches Ergebnis für eine gelartige Substanz.

Für Polymere wie den Pflanzengummi Guarán kreuzen sich G' und G'' bei einer bestimmten Frequenz. An diesem Kreuzungspunkt ändert sich das Verhalten des Polymers von einem viskoelastischen zu einem rein elastischen. Man kann vier Bereiche für eine Polymerlösung ermitteln (**Abb. 15**).

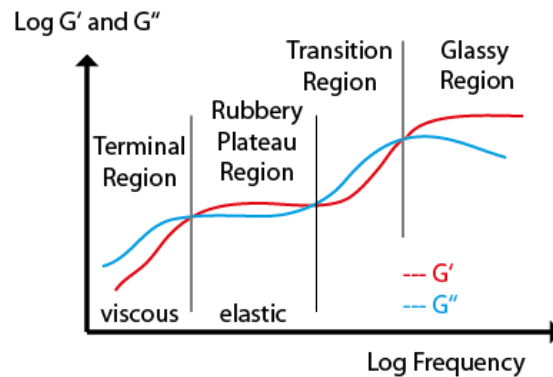


Abb. 15: Das viskoelastische Spektrum einer Polymerlösung

Ihre Experimente

Eine Anleitung für die Benutzung des Gerätes finden Sie neben dem Gerät im Labor. Sie werden zwei verschiedene Experimentreihen durchführen:

Wasser-Saccharose

Saccharose (Sucrose) ist ein Disaccharid aus den Einzelzuckern Fruktose und Glukose.

- Stellen Sie die folgenden Lösungen her: 0%, 10%, 20% und 40% Saccharose-Wasser-Lösung.
- Messen Sie die Viskosität in Abhängigkeit der Scherrate (Programm: Toolkit_V001 Shear rate Table, 1 bis 100 Hz Scherrate, Temperatur 25°C, 5 Messpunkte pro Dekade, klicken Sie auf T_{skip} nach 5 min (Offset $<0.1^\circ\text{C}$ zum Sollwert))

Beantworten Sie die folgenden Fragen in Ihrem Protokoll:

- Erstellen Sie einen Graphen Viskosität versus Scherrate (doppelt logarithmisch). Bestimmen Sie die Potenzgesetzbeziehung anhand der Steigung.
- Erstellen Sie einen Graphen der Scherspannung gegen die Scherrate (doppelt logarithmisch). Welches Fließverhalten liegt vor?
- Erstellen Sie einen Graphen der Viskosität gegen die Saccharosekonzentration. Welche Abhängigkeit finden Sie? Bestimmen Sie die intrinsische Viskosität.
- Interpretieren Sie Ihre Ergebnisse. Sind diese so, wie Sie es erwartet haben?

Guaran

Der Guaran, ein Pflanzengummi, ist ein Polymer. Es handelt sich hierbei um ein Galactomannan Polysaccharid, das aus Guarbohnen gewonnen wird. Das Polymer wird als Verdickungsmittel oder Stabilisator in der Essens-, Erdöl-, und Papierindustrie genutzt.

- Stellen Sie die folgenden Lösungen her: 0%, 0.25%, 0.5%, 1%, 1.4%, 2% und 2.3% Guaran-Wasser-Lösung. Geben Sie das Pulver direkt in das Wasser und schütteln Sie die Lösung sofort.
- Führen Sie die folgenden Experimente durch:

A) Messen Sie die Viskosität in Abhängigkeit der Scherrate

- Programm: Toolkit_V001 Shear rate Table
- Einstellungen: Scherrate 1 bis 100 Hz, Temperatur 25°C, 5 Messpunkte pro Dekade, T_{skip} nach 5 min (Offset $<0.1^\circ\text{C}$ zum Sollwert)
- Messen Sie die 0.5%-Lösung als letztes und entfernen Sie sie nach dem Experiment nicht vom Rheometer, sondern fahren Sie gleich mit B) fort.

B) Frequenzversuch (NUR für die 0.5%-Lösung)

- Programm: Toolkit_O002 Frequency table (strain control)
- Einstellungen: Scherrate 200 bis 0.01 Hz, Temperatur 25°C, 5 Messpunkte pro Dekade, T_{skip} nach 5 min (Offset $<0.1^\circ\text{C}$ zum Sollwert), Stärke der Scherverformung 0.5%.

- Folgen Sie den Anweisungen der Rheometeranleitung und räumen Sie Ihren Arbeitsplatz auf. Achten Sie darauf, dass alle benutzten Sachen an ihren ursprünglichen Platz verräumt werden und der Arbeitsplatz so sauber und aufgeräumt wie vor dem Experiment ist.

Beantworten Sie die folgenden Fragen in Ihrem Protokoll:

A)

- Erstellen Sie einen Graphen Viskosität versus Scherrate (doppelt logarithmisch). Bestimmen Sie die Potenzgesetz-Beziehung anhand der Steigung.
- Erstellen Sie einen Graphen der Scherspannung gegen die Scherrate (doppelt logarithmisch). Welches Fließverhalten liegt vor?
- Erstellen Sie einen Graphen der Viskosität gegen die Guarankonzentration. Welche Abhängigkeit finden Sie? Bestimmen Sie die Überlappungskonzentration c^* .
- Interpretieren Sie Ihre Ergebnisse. Sind diese so, wie Sie es erwartet haben?

B)

- Tragen Sie G' and G'' gegen die Frequenz auf.
- Bestimmen Sie die Frequenz, bei der das Polymer vom viskosen zum elastischen Verhalten übergeht.
- Wie viele Bereiche des viskoelastischen Spektrums des Polymers konnten Sie bestimmen?
- Interpretieren Sie Ihre Ergebnisse. Sind diese so, wie Sie es erwartet haben?