



Seminarie: Toepassing van reologie in de  
zoetwarenindustrie (11/12/2003)

## Inleiding tot de reologie

Prof. Dr. ir. Koen Dewettinck

# Inleiding

- ❖ Heraclitus (500 voor Christus):
  - alle materialen vertonen vloeï : "πανταρει"
- ❖ Eugene C. Bingham (1928) definieerde het concept reologie (rheology):
  - de wetenschap van de vervorming (deformation) en vloeï (flow) van materialen. Het beschrijft hoe materialen reageren op een welbepaalde spanning (stress) of vervorming (strain)
- ❖ Vandaag komt de invloed van tijd op de reologische parameters hier nog eens bovenop
- ❖ Een beschrijvende definitie van reologie is aldus:
  - *Reologie is de tak van de wetenschap die zich bezighoudt met de bestudering van het verband tussen de vervorming (deformatie) van een materiaal en de daarbij optredende krachten als functie van de tijdsduur (of tijdschaal) waarover de krachten worden uitgeoefend*
- ❖ Reologie kent vele applicatiedomeinen naast voeding: polymeren, composietmaterialen, bodem, cosmetica etc.

# Inleiding

- ❖ De reologische eigenschappen van levensmiddelen zijn uitermate belangrijk, ondermeer bij:
  - Het ontwerpen van processen (pompen, leidingen, mixers,...)
  - Het evalueren van ingrediëntfunctionaliteit (productontwikkeling)
  - Het controleren en beoordelen van de kwaliteit van grondstoffen, intermediaire en eindproducten
  - Het instrumenteel evalueren van de textuur ter ondersteuning van de organoleptische beoordeling van een levensmiddel (vb in houdbaarheidstesten)
  - Fundamenteel onderzoek van de levensmiddelstructuur mbv reologische modellen

# Inleiding

- ❖ Het meten van de reologische eigenschappen vormt een wetenschap op zich.
- ❖ Hierbij moet onderscheid gemaakt worden tussen enerzijds:
  - Fundamentele reologische eigenschappen: bekomen meetwaarde is onafhankelijk van de meettechniek (ideaal)
  - Empirische reologische eigenschappen: bekomen meetwaarde is afhankelijk van de gebruikte meettechniek; standaardisatie van instrument en procedure zijn cruciaal

# Viskeus en elastisch gedrag

## ❖ Viskeus gedrag

- manifesteert zich in levensmiddelen zoals melk en suikerstroop
- hierbij gaat de materie vervormen met een bepaalde vervormingsnelheid van zodra er een kracht wordt op uitgeoefend
- bij het wegnemen van de kracht blijft de vervorming onveranderd bestaan; de materie keert niet terug naar de oorspronkelijke vorm

## ❖ Elastisch gedrag

- manifesteert zich in levensmiddelen zoals een gelatinepudding, een hardgekookt ei en kristalsuiker
- hierbij vervormt de materie onder invloed van een kracht nagenoeg instantaan
- wordt de kracht weggenomen dan keert de materie volledig naar de oorspronkelijke vorm terug

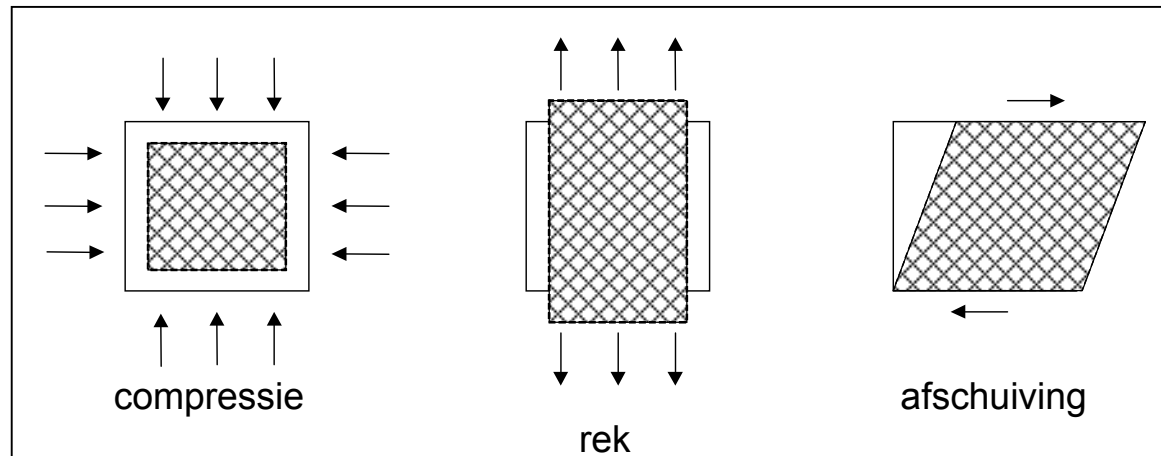
## ❖ Heel wat levensmiddelen vertonen een gedrag dat deels viskeus, deels elastisch is, dwz visco-elastisch gedrag

# Fundamentele reologische grootheden

- ❖ Volgens de definitie van reologie worden reologische grootheden bepaald door de vervorming en de hiervoor benodigde kracht als functie van de tijd te meten
- ❖ In principe kan materie op zeer veel verschillende manieren aan een vervorming onderworpen worden:
  - snel of heel langzaam
  - heel ingewikkelde of eenvoudige vervormingen

# Eenvoudige vervormingen

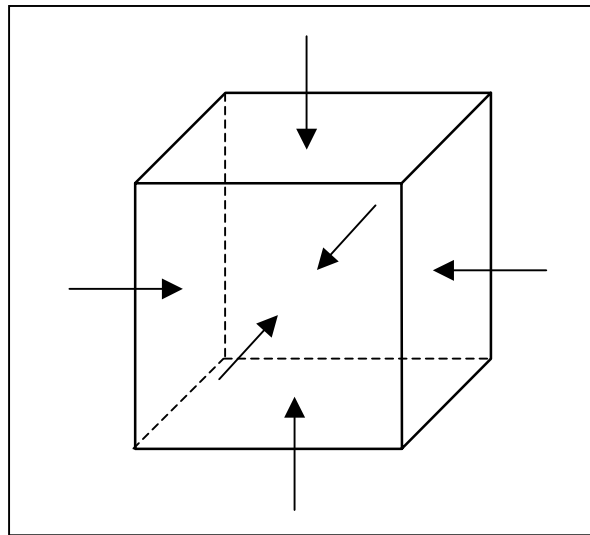
- ❖ Voor het bestuderen van de reologische eigenschappen van levensmiddelen kan men zich beperken tot relatief eenvoudige vervormingen
- ❖ Drie vervormingen worden behandeld:
  - Alzijdige compressie (tegengestelde: expansie)
  - Rek (tegengestelde: éézijdige compressie)
  - Afschuiving



# Alzijdige compressie

- ❖ Bij alzijdige compressie verandert het volume van de materie, waarbij de (compressie)vervorming,  $\varepsilon_V$ , wordt gegeven door de relatieve volumeverandering van de materie:

$$\varepsilon_V = \frac{\Delta V}{V}$$





# Alzijdige compressie

- ❖ Gedraagt de materie zich zuiver elastisch, dan wordt de relatie tussen de uitgeoefende kracht per oppervlakte-eenheid  $P$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ) en de daarbij horende vervorming gegeven door:

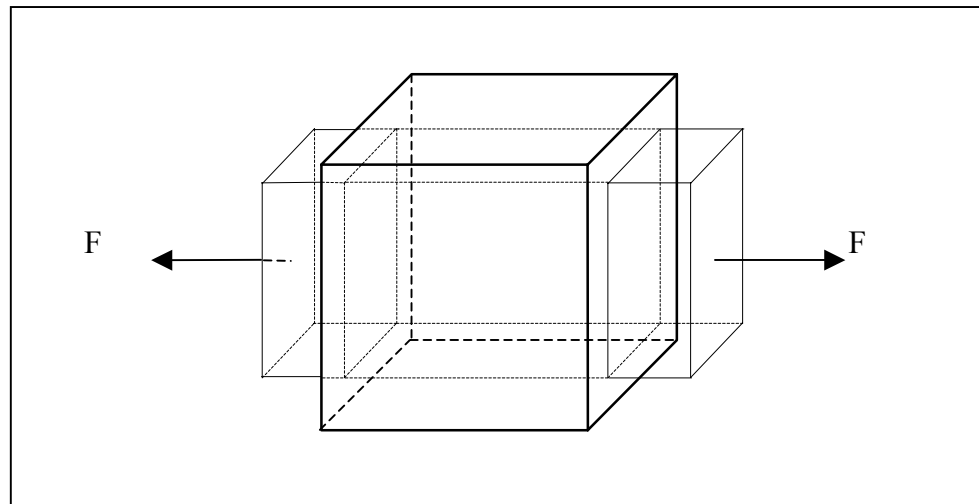
$$P = -K\varepsilon_V$$

- ❖  $K$  is de compressiemodulus die voor kleine vervormingen  $\varepsilon_V$  constant is
  - De reciproke waarde van de compressiemodulus wordt de compressibiliteit genoemd.

# Alzijdige compressie

- ❖ Voor vloeistoffen en vaste stoffen wordt voor  $K$  een waarde gevonden van de orde  $10^9$  Pa
- ❖ Voor gassen heeft  $K$  een waarde van ongeveer  $10^5$  Pa

# Rek



# Rek – vaste stoffen

- ❖ De rekkracht  $F$  (N) werkt loodrecht op het oppervlak  $A$  (m<sup>2</sup>); de rekspanning  $\sigma_L$  (N.m<sup>-2</sup>) wordt gegeven door:

$$\sigma_L = \frac{F}{A}$$

- ❖ De (rek)vervorming  $\varepsilon_L$  wordt gegeven de relatieve lengteverandering:

$$\varepsilon_L = \frac{\Delta L}{L}$$

# Rek – vaste stoffen

- ❖ Heeft men te maken met zuiver elastisch gedrag dan geldt onafhankelijk van de tijdsduur:

$$\sigma_L = Y \varepsilon_L$$

- waarbij  $Y$  ( $\text{N.m}^{-2}$ ) de Young's modulus (rekmodulus) voorstelt

- ❖  $Y$  is constant voor kleine  $\varepsilon_L$  (gedrag volgens Hooke)

Materiaal	$Y$ ( $\text{N.m}^{-2}$ )	Materiaal	$Y$ ( $\text{N.m}^{-2}$ )
Rubber	$8 \times 10^5$	Peren	$(1,2-3) \times 10^7$
Beton	$1,7 \times 10^{10}$	Aardappelen	$(0,6-1,4) \times 10^7$
Ijzer	$8 \times 10^{10}$	Appelen	$(0,6-1,4) \times 10^7$
Droge spaghetti	$0,3 \times 10^{10}$	Gelatine-gel	$2 \times 10^5$
Wortelen	$(2-4) \times 10^7$	Banaan	$(0,08-0,3) \times 10^7$

# Rek – vaste stoffen

- ❖ In de praktijk worden ook nog de begrippen Cauchy-ervorming en Hencky-ervorming gebruikt
  - De Cauchy-ervorming (*Cauchy strain or engineering strain*) wordt gegeven door:

$$\varepsilon_C = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{L}{L_0} - 1$$

- De Hencky-ervorming (*Hencky strain or true strain*) wordt gegeven door:

$$\varepsilon_H = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right)$$

# Rek - vloeistoffen

- ❖ Bij vloeistoffen zal de vervorming met de tijd blijven veranderen zodat er een reksnelheid is gegeven door:

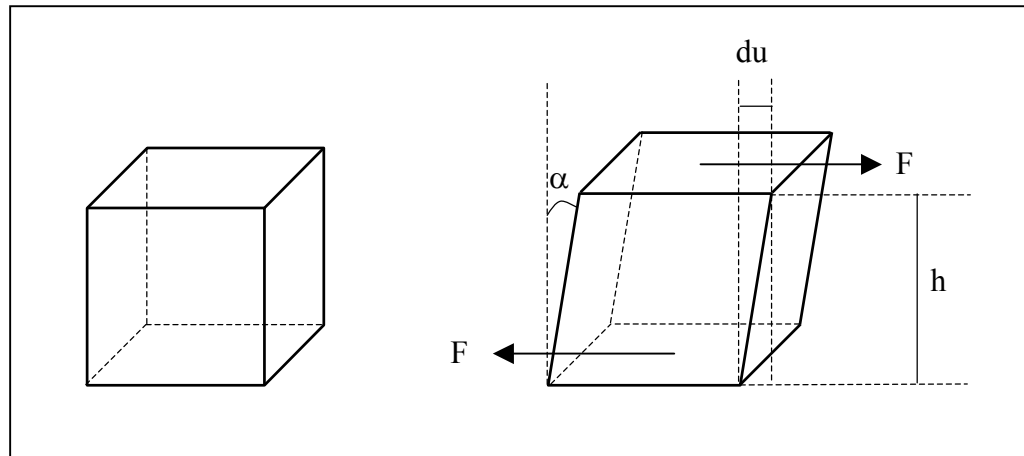
$$\dot{\varepsilon}_L = d\varepsilon_L / dt$$

- ❖ De rekviscositeit  $\eta_L$  (Pa.s) wordt gedefinieerd door:

$$\eta_L = \frac{\sigma_L}{\dot{\varepsilon}_L}$$

- ❖ Voor Newtoniaanse vloeistoffen geldt dat  $\eta_L$  niet afhangt van de reksnelheid

# Afschuiving





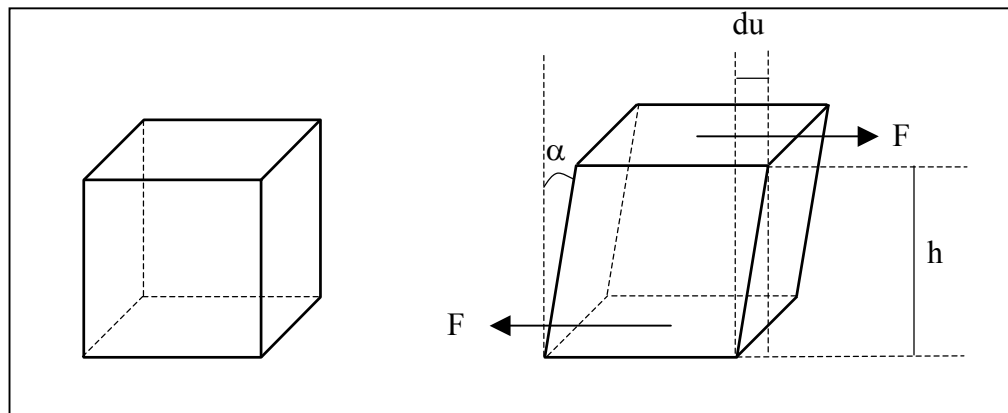
# Afschuiving – vaste stoffen

- ❖ De afschuifkracht  $F$  werkt evenwijdig aan het oppervlak  $A$ . De afschuifspanning  $\sigma_s$  (N.m<sup>-2</sup>, *shear stress*) wordt gegeven door:

$$\sigma_s = \frac{F}{A}$$

- ❖ De afschuifspanning  $\sigma_s$  geeft aanleiding tot een (afschuif)vervorming (afschuiving)  $\gamma$ . Deze vervorming wordt gegeven door:

$$\gamma = \frac{du}{h} = \operatorname{tg} \alpha$$



# Afschuiving – vaste stoffen

- ❖ Bij deze vervorming geldt dat alleen de vorm verandert en het volume quasi constant blijft (kleine vervormingen). Bij zuiver elastisch gedrag (gedrag volgens Hooke) geldt:

$$\sigma_s = G\gamma$$

- waarbij  $G$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ) de afschuifmodulus voorstelt
- ❖ Bij kleine  $\gamma$  is  $G$  constant

# Afschuiving - vloeistoffen

- ❖ Bij vloeistoffen zal de vervorming met de tijd blijven veranderen zodat er een vervormingsnelheid ( $s^{-1}$ , strain rate) is gegeven door:

$$\dot{\gamma} = d\gamma/dt$$

- ❖ De vervormingsnelheid is gelijk aan de snelheidsgradiënt:

$$\dot{\gamma} = dv/dx$$

- waarbij  $v$  de snelheid van de vloeistofstroming is en  $x$  de afstand waarover de verandering in  $v$  plaatsvindt
- ❖ In plaats van vervormingsnelheid ( $s^{-1}$ , strain rate) wordt meestal de term afschuifnelheid ( $s^{-1}$ , shear rate) gebruikt

# Afschuiving - vloeistoffen

<b>Proces</b>	<b>Min. afschuifsnelheid (s<sup>-1</sup>)</b>	<b>Max. afschuifsnelheid (s<sup>-1</sup>)</b>
Sproeien	1e+04	1e+05
Mengen/roeren	1e+01	1e+03
Pompen	1e+00	1e+03
Extrusie	1e+01	1e+02
Dip coating	1e+01	1e+02
Uitspreiden	1e-02	1e-01
Sedimenteren	1e-06	1e-04

# Afschuiving - vloeistoffen

- ❖ Vormverandering bij constant volume
- ❖ Gedraagt de vloeistof zich zuiver viskeus dan geldt:

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

- waarbij  $\eta$  (Pa.s) de dynamische viscositeit voorstelt
- ❖ Bij lineair viskeus gedrag (Newtoniaans gedrag) is  $\eta$  een materiaalconstante die niet van de vervormingsnelheid afhangt maar wel temperatuursafhankelijk is (1cP = 1 mPa.s)

Vloeistof	$\eta$ , 0°C (mPa.s)	$\eta$ , 20°C (mPa.s)	$\eta$ , 30°C (mPa.s)
Water	1,79	1,00	
Volle melk	4,28	2,12	
Melasse		6600	
Olijfolie			84,0

# Indeling naar reologisch gedrag

- ❖ Levensmiddelen worden vaak geclassificeerd naar hun reologisch gedrag
- ❖ Bij de indeling wordt uitgegaan van de geschetste soorten reologisch gedrag: viskeus en elastisch gedrag
- ❖ De meeste levensmiddelen vertonen een gedrag dat tussen deze beide in ligt

# Overwegend viskeus gedrag

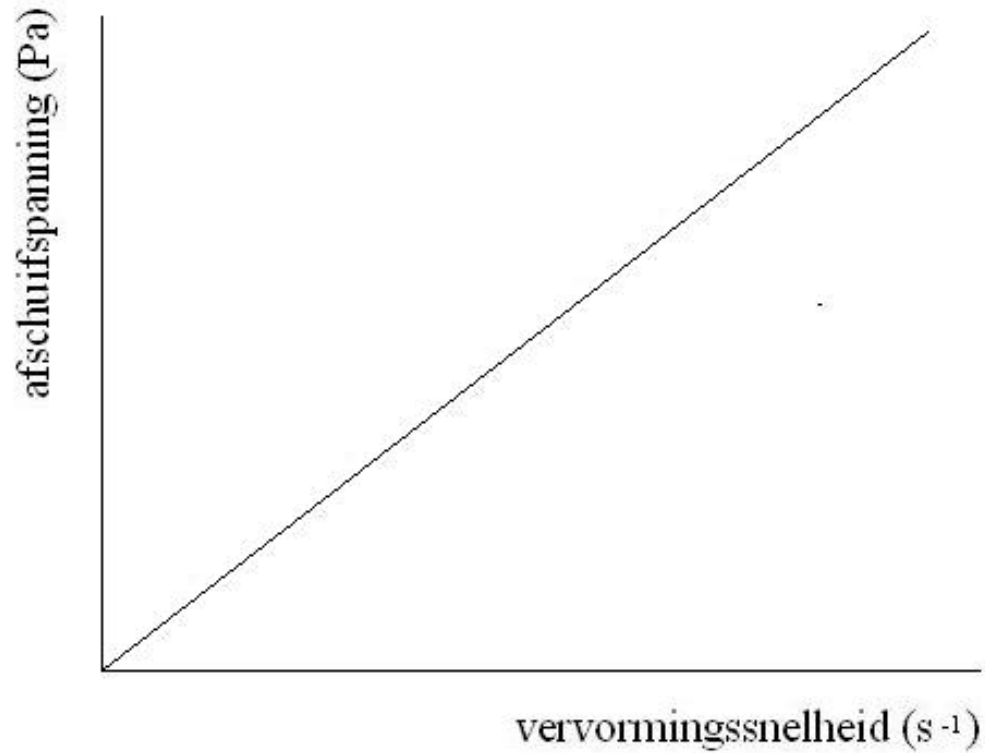
- ❖ Newtoniaanse vloeistoffen
- ❖ Niet-newtoniaanse vloeistoffen
- ❖ Tijdsafhankelijkheid
- ❖ Reologische modellen

# Newtoniaanse vloeistoffen

- ❖ Bij newtoniaans of lineair viskeus gedrag neemt de afschuifspanning  $\sigma_s$  evenredig met de vervormingsnelheid toe
- ❖ De evenredigheidsconstante  $\eta$  (Pa.s) is de viscositeit. Deze is dus onafhankelijk van de vervormingsnelheid
- ❖ Vloeibare levensmiddelen met een (quasi) newtoniaans gedrag zijn: honing, suikerstroop, water, alcohol, gepasteuriseerde melk
- ❖ Verdunde dispersies vertonen doorgaans eveneens Newtoniaans gedrag



# Newtoniaanse vloeistoffen



# Niet-newtoniaanse vloeistoffen

- ❖ Bij niet-newtoniaanse vloeistoffen hangt de viscositeit af van de heersende afschuifsnelheid
- ❖ Een schijnbare viscositeit kan gedefinieerd worden als:

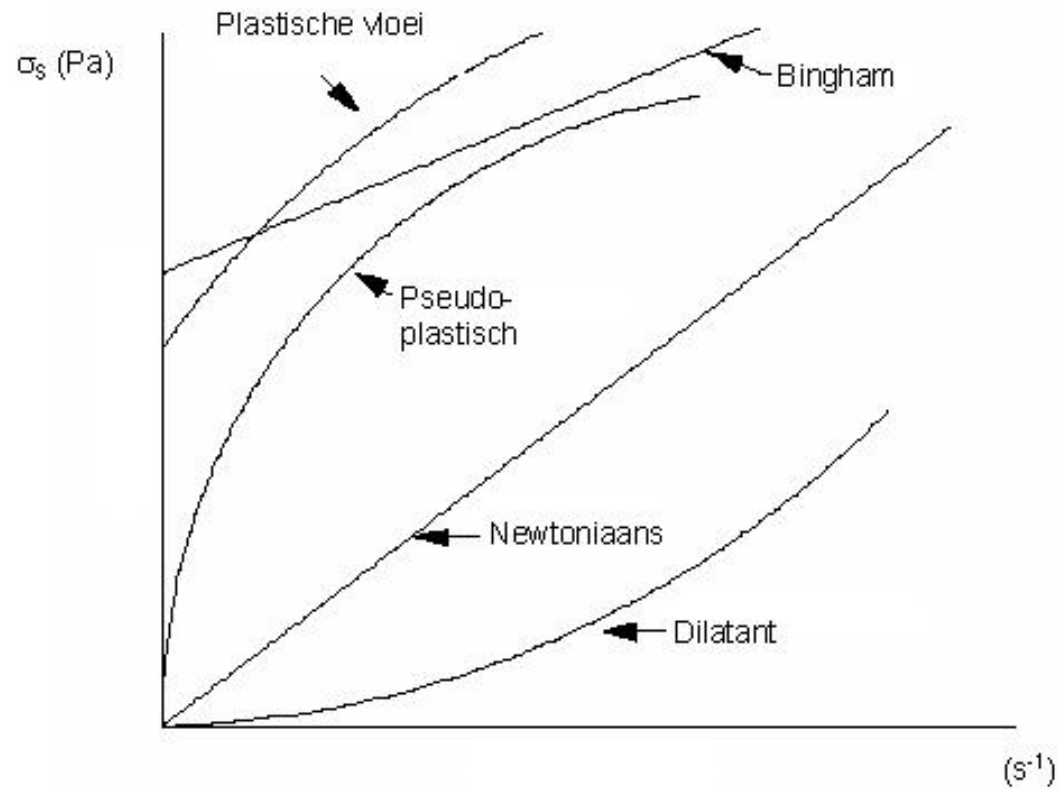
$$\eta^* = \frac{\sigma_s}{\dot{\gamma}} \quad \eta^* = f(\dot{\gamma})$$

- ❖ Als  $\eta^*$  afneemt met toenemende vervormingsnelheid spreekt men van pseudo-plastisch gedrag ook wel '*shear thinning*' genaamd
  - geconcentreerde melk, drinkyoghurt, smeerkaas, vruchtensappen
- ❖ Het omgekeerde van pseudo-plastisch gedrag is dilatant gedrag of '*shear thickening*'
  - sommige dispersies met een grote volumefractie deeltjes zoals gehomogeniseerde pindakaas

# Niet-newtoniaanse vloeistoffen

- ❖ Bij sommige materialen moet de afschuifspanning een bepaalde minimale waarde overschrijden wil het materiaal gaan vloeien
- ❖ Deze drempelwaarde wordt de zwichspanning  $\sigma_0$  (N.m<sup>-2</sup>, *yield stress*) genoemd
  - Is de aangelegde spanning kleiner dan deze zwichspanning dan is de vervormingsnelheid gelijk aan nul en gedraagt het materiaal zich als een vaste stof
  - Boven deze zwichspanning gedraagt het materiaal zich viskeus. Een Bingham vloeistof is hiervan een ideaal model en wordt in de praktijk bij nauwkeurig meten nooit gevonden
  - Plastische vloeï (pseudo-plastisch gedrag met een zwichspanning) komt daarentegen zeer veel voor
    - ✓ deeg, margarine, vloeibare chocolade, tomatenketchup, opgeklopte slagroom, appelmoes

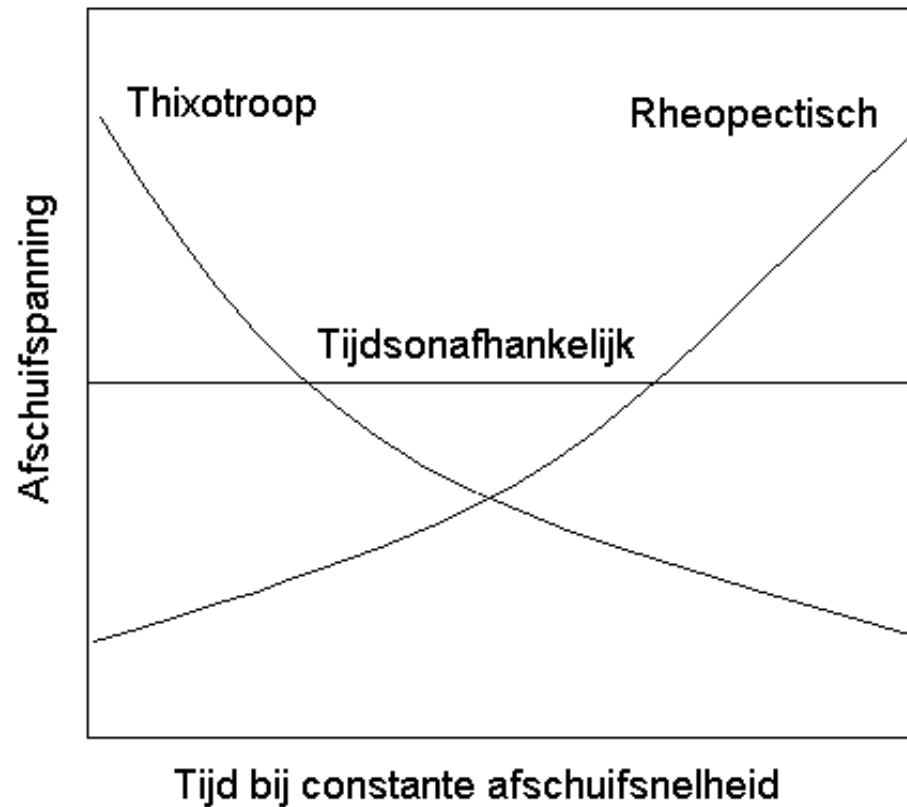
# Niet-newtoniaanse vloeistoffen



# Tijdsafhankelijkheid

- ❖ Bij bepaalde vloeistoffen blijkt dat het verband tussen  $\sigma_s$  en de vervormingsnelheid afhangt van de tijd en dus de voorgeschiedenis
- ❖ Twee soorten gedrag worden onderscheiden in het bijzonder: thixotropie en reopexie (anti- thixotropie)

# Tijdsafhankelijkheid



# Tijdsafhankelijkheid

❖ In het geval van thixotropisch gedrag:

daalt de schijnbare viscositeit  $\eta^*$  bij afschuiving bij constante  $\sigma_S$  of  $\dot{\gamma}$  en bereikt na een zekere tijd een constante waarde

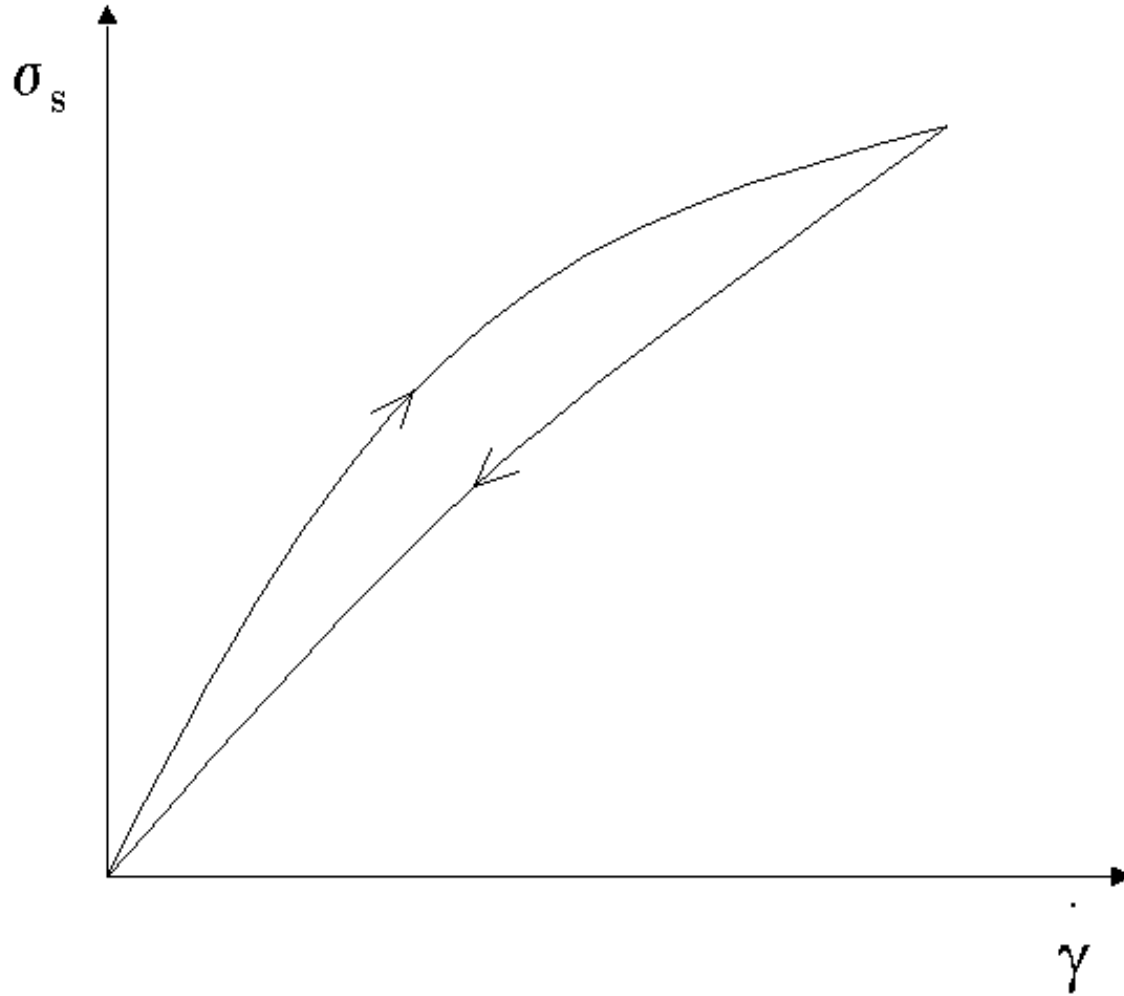
$\eta^*$  neemt weer geleidelijk toe als men het materiaal met rust laat of bij een lagere snelheid afschuift

# Tijdsafhankelijkheid

- ❖ Het  $\sigma_S$ - diagram voor een thixotrop systeem is vrijwel altijd gelijk aan dat voor een materiaal met een *shear thinning* karakter indien bij elke ingestelde waarde van  $\sigma_S$  of  $\dot{\gamma}$  gewacht wordt tot  $\eta^*$  een evenwichtswaarde bereikt
- ❖ Wordt  $\dot{\gamma}$  zeer snel verhoogd dan wordt eerst een toestand met dezelfde  $\eta^*$  bereikt waarna deze langzaam daalt tot de evenwichtswaarde
- ❖ Indien  $\dot{\gamma}$  zeer snel verlaagd wordt wordt eerst een toestand met dezelfde  $\eta^*$  bereikt waarna deze langzaam stijgt tot de evenwichtswaarde
- ❖ Verloopt de evenwichtsinstelling slechts weinig langzamer dan de snelheid waarmee  $\dot{\gamma}$  varieert, dan wordt een tussenliggende waarde voor  $\eta^*$  gevonden (hysteresislus)



# Tijdsafhankelijkheid



# Tijdsafhankelijkheid

- ❖ In het geval van reopectisch gedrag (ook wel aangeduid met anti-thixotropie) stijgt  $\eta^*$  bij afschuiving bij constante  $\sigma_S$  of
- ❖ Dergelijk gedrag komt omzeggens niet voor bij levensmiddelen

# Reologische modellen

- ❖ Wiskundige modellen die het reologisch gedrag van vloeistoffen beschrijven zijn nuttig voor:
  - het dimensioneren van allerlei apparatuur;
  - het ontwikkelen van meetmethoden voor kwaliteitscontrole.
- ❖ Volgende modellen worden besproken
  - *Machtwet-model*
  - *Bingham-model*
  - *Herschel-Bulkley-model*
  - *Casson-model*

# Machtwet-model (power law model)

- ❖ In dit model wordt het verband tussen  $\sigma_s$  en  $\dot{\gamma}$  gegeven door:

$$\sigma_s = k \cdot \dot{\gamma}^n$$

- waarin  $k$  en  $n$  constanten zijn
- ❖ Dit model is zeer flexibel en daarom erg populair; de vergelijking beschrijft:
  - newtoniaans gedrag:  $k=\eta$  en  $n=1$
  - pseudo-plastisch gedrag:  $n<1$
  - dilatant gedrag:  $n>1$
- ❖ Dit model heeft geen fysische betekenis (behalve voor  $n=1$ , newtoniaans gedrag)
- ❖ Voor de limiet  $\eta^*$  nadert  $\eta^*$  naar  $\infty$  voor  $n<1$  en naar 0 voor  $n>1$ .

# Bingham-model

- ❖ In dit model wordt verondersteld dat een materiaal zich als een elastische vaste stof gedraagt bij spanningen beneden de zwichtspanning  $\sigma_0$  en daarboven aan de volgende wet voldoet:

$$\sigma_S = \sigma_0 + \eta_B \cdot \dot{\gamma}$$

- ❖ waarin  $\eta_B$  een constante is die de Bingham viscositeit of plastische viscositeit wordt genoemd
- ❖ De schijnbare viscositeit  $\eta^*$  wordt  $\infty$  voor  $\dot{\gamma} = 0$  en nadert de waarde  $\eta_B$  voor  $\dot{\gamma} \rightarrow \infty$
- ❖ Vaak is dit model te eenvoudig

# Herschel-Bulkley-model

- ❖ In dit model wordt het verband tussen  $\sigma_s$  en  $\dot{\gamma}$  gegeven door:

$$\sigma_s = \sigma_0 + k \cdot \dot{\gamma}^n$$

- ❖ Bij een spanning groter dan de zwichtspanning  $\sigma_0$  gedraagt de vloeistof zich volgens het machtwet-model
- ❖ In dit model wordt  $k$  de consistentiecoëfficiënt genoemd ( $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ ) en  $n$  een vloeigedragindex
- ❖ Dit model beschrijft vaak bevredigend het gedrag van allerlei niet-newtoniaanse vloeistoffen

# Herschel-Bulkley-model

- ❖ Een grote moeilijkheid is de bepaling van  $\sigma_0$
- ❖ De gevonden waarde blijkt nogal afhankelijk van de bepalingsmethode met name van de tijdschaal van het experiment (*'anything flows given sufficient time'*)
- ❖ Vaak wordt de waarde van  $\sigma_0$  door extrapolatie bepaald en deze waarde kan nogal afwijken van de werkelijke waarde

# Casson-model

- ❖ In dit model wordt het verband tussen  $\sigma_S$  en  $\dot{\gamma}$  gegeven door:

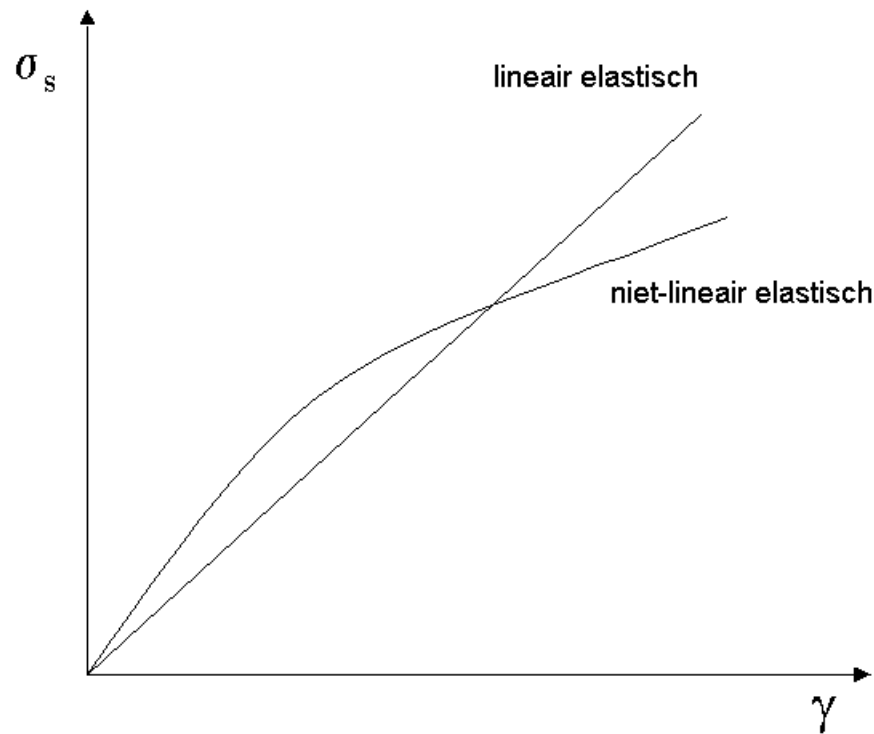
$$\sigma_S^{1/2} = \sigma_{CA}^{1/2} + \eta_{CA}^{1/2} \cdot \dot{\gamma}^{1/2}$$

- met  $\sigma_{CA}$  de Casson-zwichtspanning (N.m<sup>-2</sup>) en  $\eta_{CA}$  de Casson-viscositeit (Pa.s)
- ❖ Dit model wordt nog steeds vaak gebruikt voor het beschrijven van het reologisch gedrag van suspensies zoals vloeibare chocolade



# Overwegend elastisch gedrag

- ❖ Voor materialen die overwegend het karakter van een vaste stof hebben (elastisch gedrag) wordt  $\sigma_s$  gegeven als functie van de  $\gamma$  (reogrammen)



# Ideaal elastisch gedrag

- ❖ Voor een ideaal elastisch (ook: lineair elastisch) materiaal dat zich volgens de wet van Hooke gedraagt, is de afschuifspanning  $\sigma_s$  evenredig met de vervorming  $\gamma$
- ❖ De evenredigheidsconstante  $G$  is de afschuifmodulus ( $\text{N.m}^{-2}$ ) van het materiaal
  - binnen zekere grenzen, onafhankelijk van de grootte van de vervorming

$$\sigma_s = G\gamma$$

- ❖ Voorbeelden van ideaal elastische levensmiddelen (kleine vervormingen) zijn hard gekookt ei, gelatinepudding

# Niet-lineair elastisch gedrag

- ❖ Voor een niet-lineair elastisch materiaal hangt de waarde van de afschuifmodulus af van de vervorming
- ❖ Hier kan een schijnbare afschuifmodulus  $G^*$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ) gedefinieerd worden:

$$G^* = \frac{\sigma_s}{\gamma} \quad G^* = f(\gamma)$$

- ❖ Het materiaal gedraagt zich wel reversibel: als de kracht wordt weggenomen keert het volledig naar de uitgangstoestand terug
- ❖ De meeste lineair elastische materialen gedragen zich niet-lineair elastisch bij grote(re) vervormingen

# Visco-elastisch gedrag

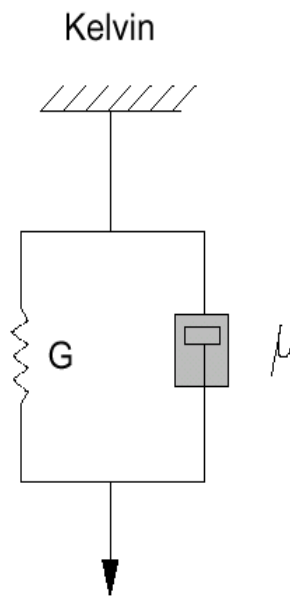
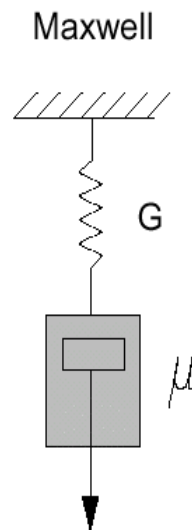
- ❖ Een visco-elastisch materiaal gedraagt zich bij het aanleggen van een toenemende afschuifspanning niet-lineair elastisch maar bij het wegnemen van de kracht keert het materiaal niet volledig terug naar de uitgangstoestand
- ❖ Dit geeft aan dat er een blijvende vervorming is opgetreden: het gedraagt zich gedeeltelijk viskeus

# Lineair visco-elastisch gebied

- ❖ Bepaalde reologische metingen dienen te gebeuren in het lineair visco-elastisch gebied (*LVR = linear viscoelastic region*)
- ❖ Dit betekent dat de vervorming lineair gerelateerd is tot de aangelegde spanning
  - De spanning-vervorming verhouding is dan enkel afhankelijk van de tijd gedurende welke de spanning wordt aangelegd en niet van de grootte van de spanning
  - Concreet betekent dit dat de elastische limiet van het materiaal niet mag overschreden worden; er mag geen structurele afbraak zijn opgetreden
  - Dit tijdseffect verschilt van het tijdseffect bij het gedrag van niet-newtoniaanse vloeistoffen. Bij dergelijke vloeistoffen is het tijdsafhankelijk gedrag het gevolg van structurele veranderingen.

# Mechanische analogie

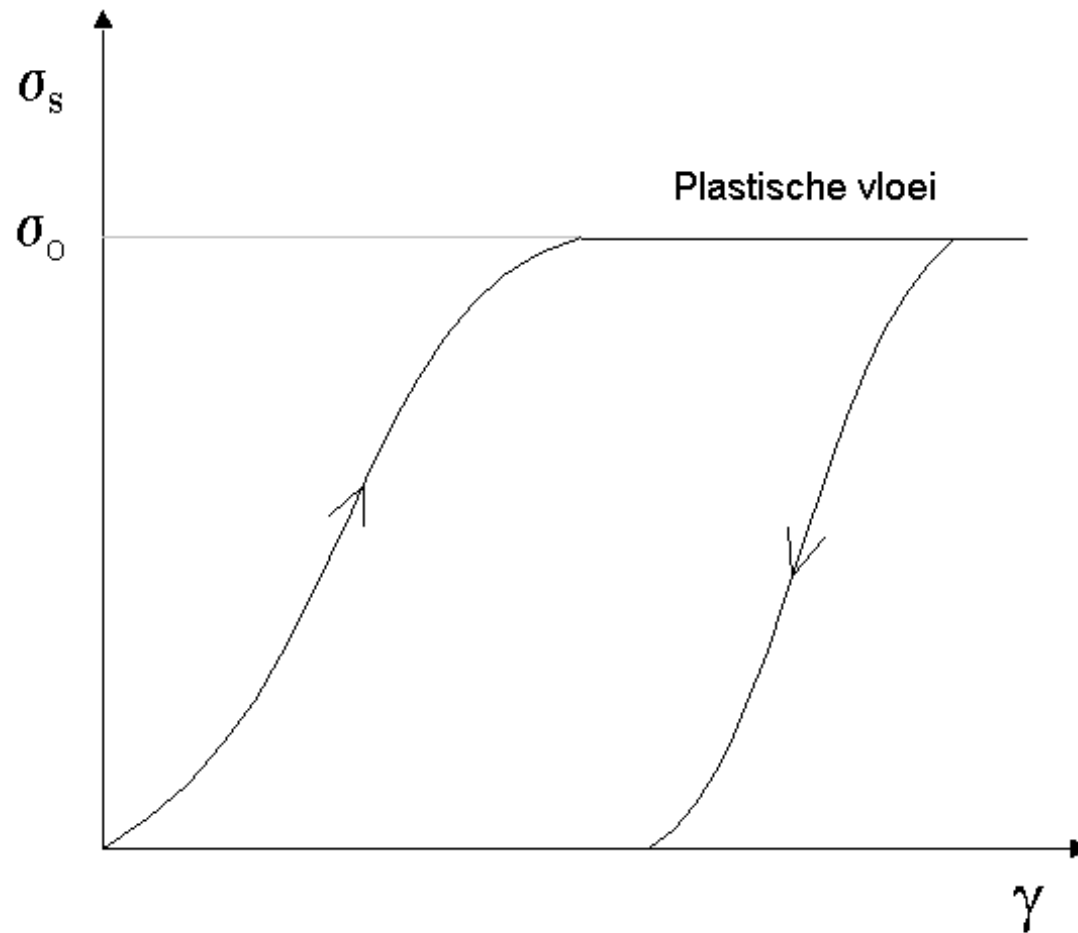
- ❖ Het gedrag van lineair visco-elastische materialen kan worden geïllustreerd met mechanisch analoge elementen
  - een veer geeft het elastische gedrag weer
  - een schokdemper geeft het viskeus gedrag weer
  - Verschillende combinaties kunnen worden gemaakt
  - Maxwell model (in serie) en het Kelvin-Voigt model (in parallel)



# Plasticiteit

- ❖ Plastische materialen vertonen geen blijvende vervorming wanneer de aangelegde spanning beneden een bepaalde zwichtspanning blijft
- ❖ Beneden de zwichtspanning vertonen dergelijke levensmiddelen elastisch gedrag en boven de vloeigrens plastische vloeï
- ❖ Dergelijk gedrag kan worden verklaard door de aanwezigheid van een relatief zwakke 'long-range' structuur die wordt verbroken bij de zwichtspanning
- ❖ Een voorbeeld van een plastisch materiaal is melkvet wanneer uitgekristalliseerd onder bepaalde voorwaarden
  - De 'long-range' structuur komt dan overeen met een gesinterd netwerk van vetkristallen
  - Bij de zwichtspanning gedraagt het melkvet zich als een dispers systeem van melkvetkristallen in een vloeibare laagsmeltende fase

# Plasticiteit





# Statische experimenten

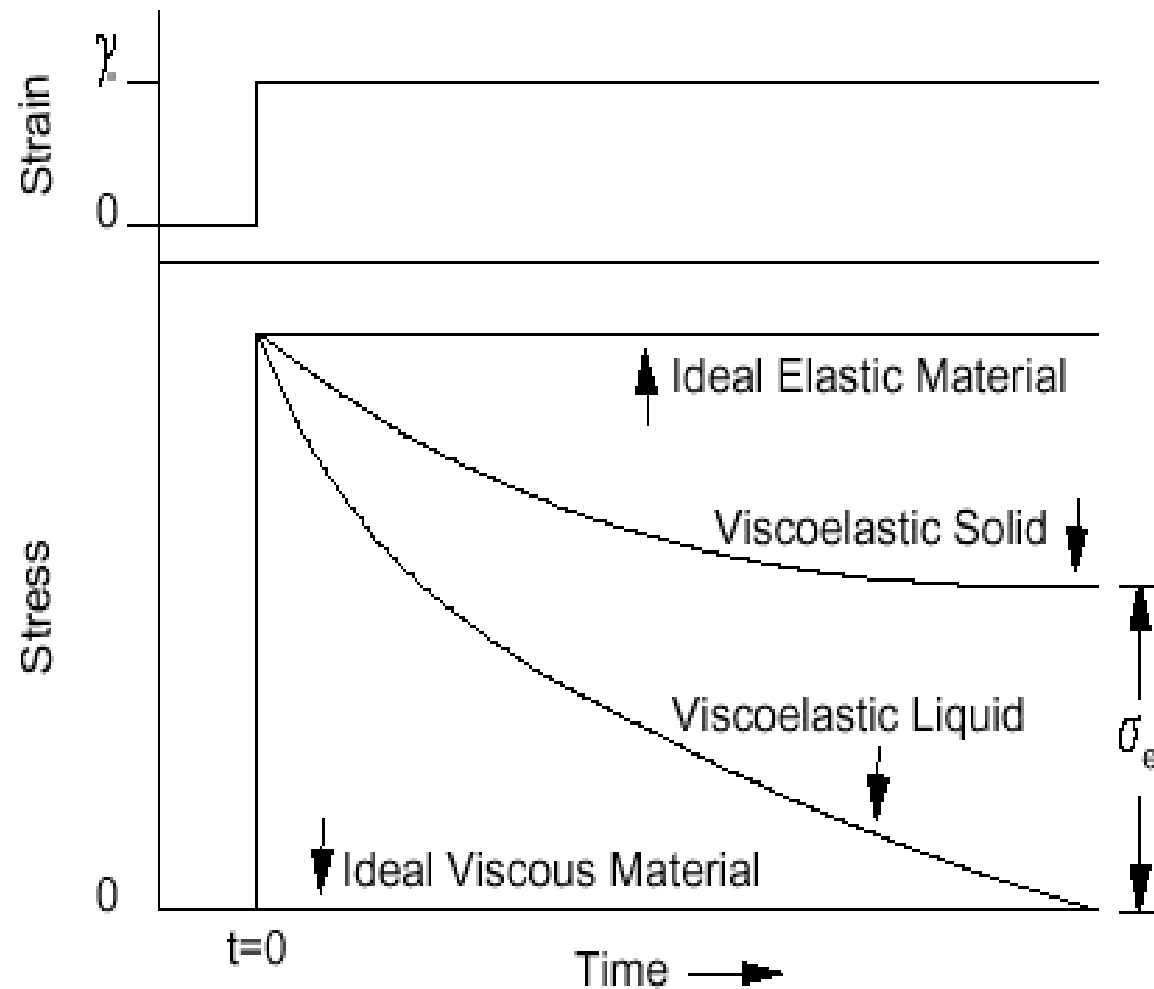
- ❖ Twee frequent gebruikte statische methoden om het gedrag te bestuderen van visco-elastische materialen in functie van de tijd zijn
  - spanning-relaxatie experimenten
  - kruipexperimenten

# Spanning-relaxatie experimenten

- ❖ Bij een spanning-relaxatie experiment wordt het staal onderworpen aan een instantane constante vervorming en wordt de afname van de spanning welke noodzakelijk is voor de vervorming gevolgd in de tijd
- ❖ In een eenvoudig afschuifexperiment wordt de visco-elastische respons bij een tijd  $t$  weergegeven door de afschuifmodulus  $G(t)$  ( $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ):

$$G(t) = f(t) = \frac{\sigma_s(t)}{\gamma_{\text{constant}}}$$

# Spanning-relaxatie experimenten



# Spanning-relaxatie experimenten

De figuur illustreert de verschillende mogelijkheden:

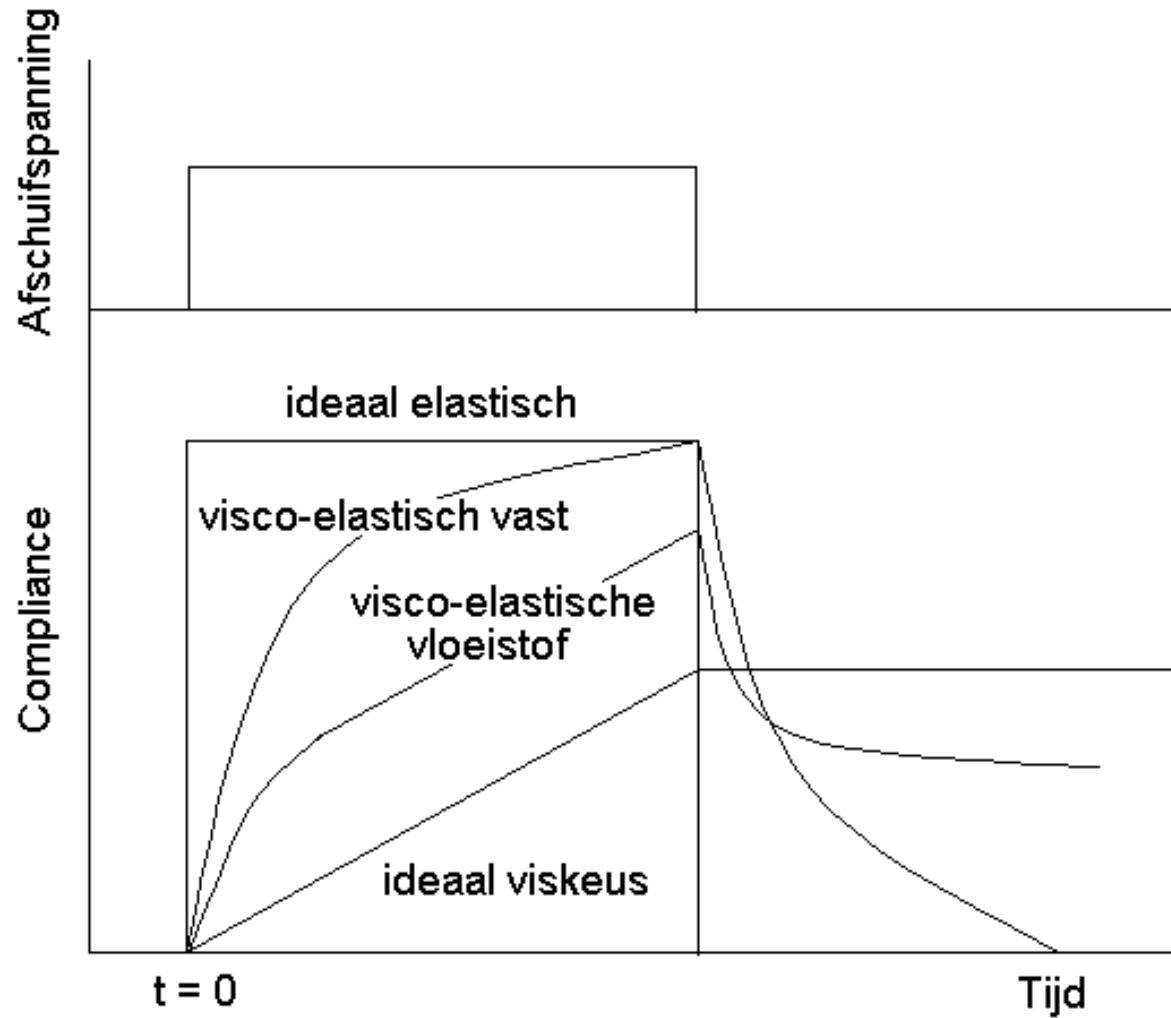
1. in geval van een perfect elastisch materiaal zal de afschuifspanning constant blijven;
2. in geval van een visco-elastisch vast materiaal zal de afschuifspanning afnemen tot een bepaalde restwaarde, de evenwichtsafschuifspanning ( $\sigma_{s,e} > 0$ ); logischerwijs bereikt de afschuifmodulus dan tevens een evenwichtswaarde ( $G_e > 0$ );
3. in geval van een visco-elastische vloeistof zal de afschuifspanning tot 0 afnemen binnen de tijdspanne van het experiment;
4. in geval van een ideaal viskeuze vloeistof kan geen spanning aangehouden worden in de afwezigheid van beweging en bijgevolg zal de spanning onmiddellijk relaxeren.

# Kruipexperimenten

- ❖ Bij een kruipexperiment wordt het staal onderworpen aan een instantane spanning en wordt de vervorming (kruip) gevolgd in de tijd
- ❖ Bij afschuiving wordt de visco-elastische respons weergegeven door de kruip-compliance  $J(t)$  ( $\text{m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$  of  $\text{Pa}^{-1}$ ):

$$J(t) = f(t) = \frac{\gamma(t)}{\sigma_{S,\text{constant}}}$$

# Kruipexperimenten



# Kruipexperimenten

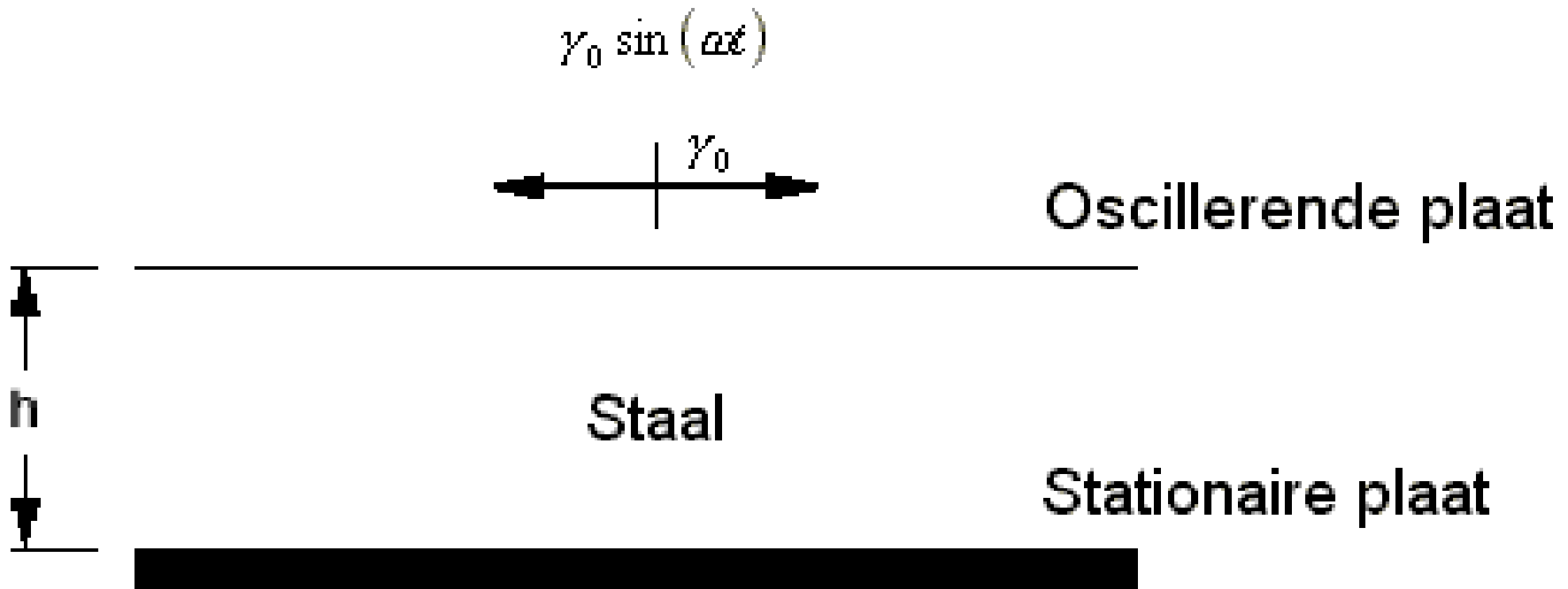
- ❖ De figuur illustreert de verschillende mogelijkheden:
  1. in geval van een perfect elastisch materiaal zal de kruip-*compliance* ogenblikkelijk de waarde aannemen van de reciproke van de afschuifmodulus ( $1/G$ );
  2. in geval van een visco-elastisch vast materiaal zal de kruip-*compliance* een evenwichtswaarde ( $J_e > 0$ ) aannemen
  3. in geval van een visco-elastische vloeistof zal  $J$  een lineaire functie van de tijd worden;
  4. in geval van een ideaal viskeuze vloeistof is  $J$  een lineaire functie van de tijd.
  
- ❖ Bij het wegnemen van de afschuifspanning (*recovery*) zal:
  1. in geval van een perfect elastisch materiaal zal de kruip-*compliance recovery* ogenblikkelijk op 0 vallen;
  2. in geval van een visco-elastisch vast materiaal de kruip-*compliance recovery* geleidelijk op 0 vallen (*decay*);
  3. in geval van een visco-elastische vloeistof een permanente deformatie waargenomen worden;
  4. in geval van een ideaal viskeuze vloeistof de vervorming niet veranderen maar constant blijven.

# Dynamische experimenten

- ❖ Bij dynamische experimenten kan het visco-elastische gedrag van materialen bestudeerd worden in een relatief korte tijdspanne
  - resultaten zijn dan ook complementair aan deze bekomen via langer durende statische experimenten
- ❖ Het is belangrijk erop te wijzen dat dynamische experimenten dienen uitgevoerd te worden in het *LVR*
  - de spanning moet proportioneel zijn tot de vervorming (*vice versa*)
  - voor visco-elastische materialen geldt dit bij kleine vervormingen
- ❖ Ook wel periodische of oscillatorische experimenten genoemd
- ❖ Het materiaal wordt onderworpen aan een sinusoidaal variërende spanning of vervorming al naargelang het soort meetapparatuur (*controlled stress of controlled strain*)



# Dynamische experimenten



# Dynamische experimenten

- ❖ Voor een vervorming-gecontroleerde reometer is één oppervlak van de meetconfiguratie stationair en het andere oppervlak wordt onderworpen aan een oscillatorische beweging waarbij de variatie van de vervorming  $\gamma$  in de tijd  $t$  kan beschreven worden volgens:

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

waarbij  $\gamma_0$  : maximale vervorming of vervormingsamplitude

$\omega$  : hoeksnelheid ( $\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ ) van de oscillatorische beweging

# Dynamische experimenten

- ❖ De vervormingsnelheid wordt bijgevolg gegeven door:

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d(\gamma_0 \sin(\omega t))}{dt} = \gamma_0 \omega \cos(\omega t)$$

# Dynamische experimenten

- ❖ De resulterende spanning  $\sigma_S$  wordt gegeven door:

$$\sigma_S = \sigma_{S,0} \sin(\omega t + \delta)$$

waarbij  $\sigma_{S,0}$  : de maximale spanning  
(spanningsamplitude)  
 $\delta$  (°) : de faseverschuiving tussen  
input (vervorming) en output (spanning)

# Faseverschuiving

- ❖ Voor een perfect elastisch materiaal zal de spanning in fase zijn met de vervorming ( $\delta = 0^\circ$ ) omdat alle energie wordt opgeslagen
- ❖ Voor een perfect viskeus materiaal zal de spanning  $90^\circ$  uit fase zijn met de vervorming ( $\delta = 90^\circ$ ) omdat alle energie als wrijvingswarmte gedissipeerd wordt

# De spanning

- ❖ De resulterende spanning  $\sigma_S$  kan ook worden geschreven als:

$$\sigma_S = \sigma_{S,0} \cos \delta \sin(\omega t) + \sigma_{S,0} \sin \delta \cos(\omega t)$$

- ❖ Hieruit kan afgeleid worden dat de resulterende spanning opgebouwd is uit twee frequentie-afhankelijke (periodische) functies:
  - één in fase ( $\delta=0^\circ$ ) met de vervorming:  $\sigma_{S,0} \cos \delta \sin(\omega t)$
  - één  $90^\circ$  uit fase ( $\delta=90^\circ$ ) met de vervorming:  $\sigma_{S,0} \sin \delta \cos(\omega t)$
- ❖ Onder woorden: voor een visco-elastisch materiaal ( $0^\circ < \delta < 90^\circ$ ) zal de resulterende spanning gedeeltelijk in fase en gedeeltelijk  $90^\circ$  uit fase zijn met de vervorming

# G'

- ❖  $G'$  (Pa) , de elastische modulus of opslagmodulus (*elastic modulus or storage modulus*), wordt gegeven door de volgende vergelijking:

$$G' = (\sigma_{s,0} / \gamma_0) \cos \delta$$

- Deze parameter is een maat voor de hoeveelheid energie die elastisch opgeslagen en vrijgesteld wordt per deformatiecyclus
- Voor een perfect elastisch en perfect viskeus materiaal is  $G'$  respectievelijk gelijk aan  $\sigma_{s,0} / \gamma_0$  en 0

# G''

- ❖  $G''$  (Pa) , de viskeuze modulus of verliesmodulus (*viscous modulus or loss modulus*), wordt gegeven door de volgende vergelijking:

$$G'' = (\sigma_{s,0} / \gamma_0) \sin \delta$$

- Deze parameter is een maat voor de hoeveelheid energie die viskeus onder de vorm van wrijvingswarmte vrijgesteld wordt per deformatiecyclus
- Voor een perfect elastisch en perfect viskeus materiaal is  $G''$  respectievelijk gelijk aan 0 en  $\sigma_{s,0} / \gamma_0$



# $G'$ , $G''$ en $\tan \delta$

- ❖  $G'$  en  $G''$  zijn bovendien frequentieafhankelijk, m.a.w. hun waarde wordt bepaald door de hoeksnelheid  $\omega$  ( $\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ ) of frequentie van de opgelegde vervorming  $\omega/2\pi$
- ❖ Nu kan afgeleid worden dat de verlies-tangens, zijnde  $\tan \delta$ , gegeven wordt door:

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

- Deze parameter is een maat voor de energie verloren vergeleken met de energie opgeslagen per deformatiecyclus
- Voor een hoofdzakelijk elastisch materiaal is  $\tan \delta < 1$  terwijl voor een hoofdzakelijk viskeus materiaal  $\tan \delta > 1$  is

# De spanning

- ❖ De spanningsfunctie kan nu geschreven worden als:

$$\sigma_s = \gamma_0 (G' \sin(\omega t) + G'' \cos(\omega t))$$

- $G' \gamma_0$  kan worden beschouwd als de component van de spanning in fase met de vervorming
- $G'' \gamma_0$  kan worden beschouwd als de component van de spanning  $90^\circ$  uit fase met de vervorming

# $G^*$

- ❖ De complexe modulus  $G^*$  (Pa) wordt gedefinieerd als:

$$G^* = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2}$$

- welke de verhouding is van de totale spanning (zowel in fase als 90° uit fase) op de vervorming

$\eta^*$ 

- ❖ De complexe viscositeit  $\eta^*$  (Pa.s) (niet te verwarren met schijnbare viscositeit) wordt gegeven door:

$$\eta^* = \frac{G^*}{\omega} = \sqrt{(\eta')^2 + (\eta'')^2}$$

met  $\eta'$  (Pa.s) de in-fase viscositeit (dynamische viscositeit)  $\eta' = G'/\omega$

□  $\eta''$  (Pa.s) de uit-fase viscositeit  $\eta'' = G''/\omega$

# De spanning

- ❖ De spanningsfunctie kan nu geschreven worden als:

$$\sigma_s = G' \gamma_0 \sin(\omega t) + \eta' \omega \gamma_0 \cos(\omega t)$$

of:

$$\sigma_s = G' \gamma + \eta' \dot{\gamma}$$

- ❖ Deze basisvergelijking geeft perfect het tweeledige gedrag van materie weer
  - het elastische gedrag:  $G' \gamma$
  - het viskeuze gedrag:
- ❖ Door een sinusoidaal variërende vervorming op te leggen is men in staat dit tweeledige gedrag uit te splitsen en dus te kwantificeren

# Basisvergelijking

- ❖ Om de visco-elastische parameters beter te begrijpen kan best de situatie beschouwen voor een perfect elastisch (hookeaans) en perfect viskeus (newtoniaans) materiaal
- ❖ Voor een perfect elastisch materiaal geldt:
  - de vervorming  $\gamma$  en spanning  $\sigma_s$  zijn in fase:  $\delta=0^\circ$ ,  $\tan\delta=0$
  - $G''$  en  $\eta'$  zijn 0: er wordt geen energie viskeus gedissipeerd
  - $G'$  is gelijk aan de afschuifmodulus  $G$
- ❖ De basisvergelijking wordt dan:

$$\sigma_s = G\gamma$$

(cf. vaste stoffen)

# Basisvergelijking

- ❖ Voor een perfect viskeus materiaal geldt:
  - de vervorming  $\gamma$  en spanning  $\sigma_s$  zijn  $90^\circ$  uit fase:  $\delta=90^\circ$ ,  $\tan\delta=\infty$
  - $G'$  en  $\eta''$  zijn 0: er wordt geen energie opgeslagen
  - $\eta'$  is gelijk aan de newtoniaanse viscositeit  $\eta$
- ❖ De basisvergelijking wordt dan:

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

(cf. vloeistoffen)