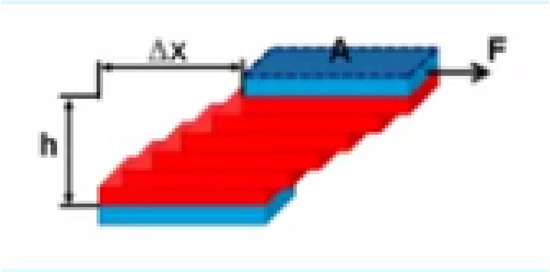
Aula 7 – Experimentos em reologia

PPG Encimat – Disciplina ZEM 5008 Tópicos em reologia

Docente: Dra. Izabel Cristina Freitas Moraes

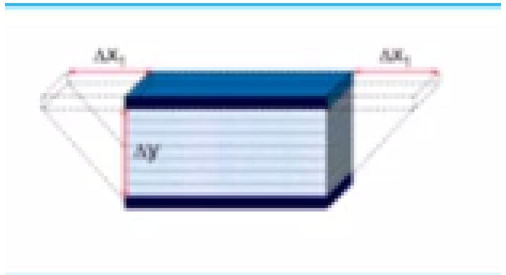
Diferentes tipos de escoamento em medidas reológicas

- ✓ Escoamento cisalhante rotacional



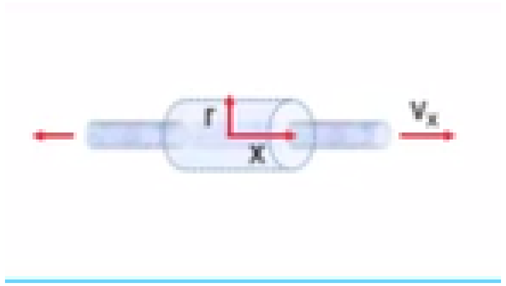
- ✓ Viscosidade (“shear”) absoluta (ou aparente)
- ✓ Diferenças de tensão normal
- ✓ Comportamento de tensão inicial (*yield stress*)
- ✓ Tixotropia

- ✓ Escoamento cisalhante oscilatório



- ✓ Comportamento viscoelástico
- ✓ Viscosidade complexa
- ✓ Estabilidade
- ✓ Transições de fase

- ✓ Escoamento extensional



- ✓ Propriedades de escoamento extensional

Experimentos de reologia

(i) Vídeo: Reômetro AR2000 (TA Instruments)/ Geometria (moodle)

(ii) https://www.youtube.com/watch?v=kHLAeLREmqU (geometria placa-placa, curva de fluxo)

(iii) Vídeo: Análises reológicas (curvas de fluxo/ ensaios oscilatórios): amostras solução e/ou blendas gelatina/quitosana

(iv) https://www.youtube.com/watch?v=dz8TTrTCCjw
Determinação da tensão limite; tensão inicial, tensão crítica – Mostarda e maionese!

(v) https://www.youtube.com/watch?v=VcIdMHnjz4Y
Determinação da tensão normal e da curva de fluxo (óleo de silicone e gel de pectina). Análise reológica com microscópica (emulsão)

(vi) https://www.youtube.com/watch?v=JwRIqECvMsc (6 min 30 s) – vários instrumentos

Experimentos de reologia

(vii) https://www.youtube.com/watch?v=3eqtuQvQIH4&t=130s
Brookfield

https://www.youtube.com/watch?v=YBbIv83UMEs
https://www.youtube.com/watch?v=gIZRT98qtGY (*)

https://www.youtube.com/watch?v=zsXArhpFSRI
Funcionamento de um viscosímetro Brookfield DV2T
https://www.youtube.com/watch?v=nt1CMXSQVkg (4 min) Bostwich and Brookfield

(viii) https://www.youtube.com/watch?v=7BS3O_i1Fng
https://www.youtube.com/watch?v=6WWjEhddoaI
Viscosímetro Hoppler – 5 min

(ix) https://www.youtube.com/watch?v=I0aYfmbGmSA
https://www.youtube.com/watch?v=J2jC199vlAg
Viscosímetro capilar

(x) https://www.youtube.com/watch?v=jWOKE0qyJMw (MATERIAL CIMENTÍCIO), 5 MIN
https://www.youtube.com/watch?v=iS69BUR6Ltc (MATERIAL CIMENTÍCIO), 6 MIN ,
https://www.youtube.com/watch?v=bzblGLTMuXI (MATERIAL CIMENTÍCIO), 7 MIN

https://www.youtube.com/watch?v=3yESkHN1_b4
Palestra sobre reologia de cimento!
https://www.youtube.com/watch?v=O-ep7kiUvYA 18 min)

Tensões Normais: Coeficiente de tensão Normal

$$\Psi_1(\dot{\gamma}_0) \equiv \frac{\tilde{\tau}_{11}-\tilde{\tau}_{22}}{\dot{\gamma}_0^2} = \frac{-(\tau_{11}-\tau_{22})}{\dot{\gamma}_0^2}$$

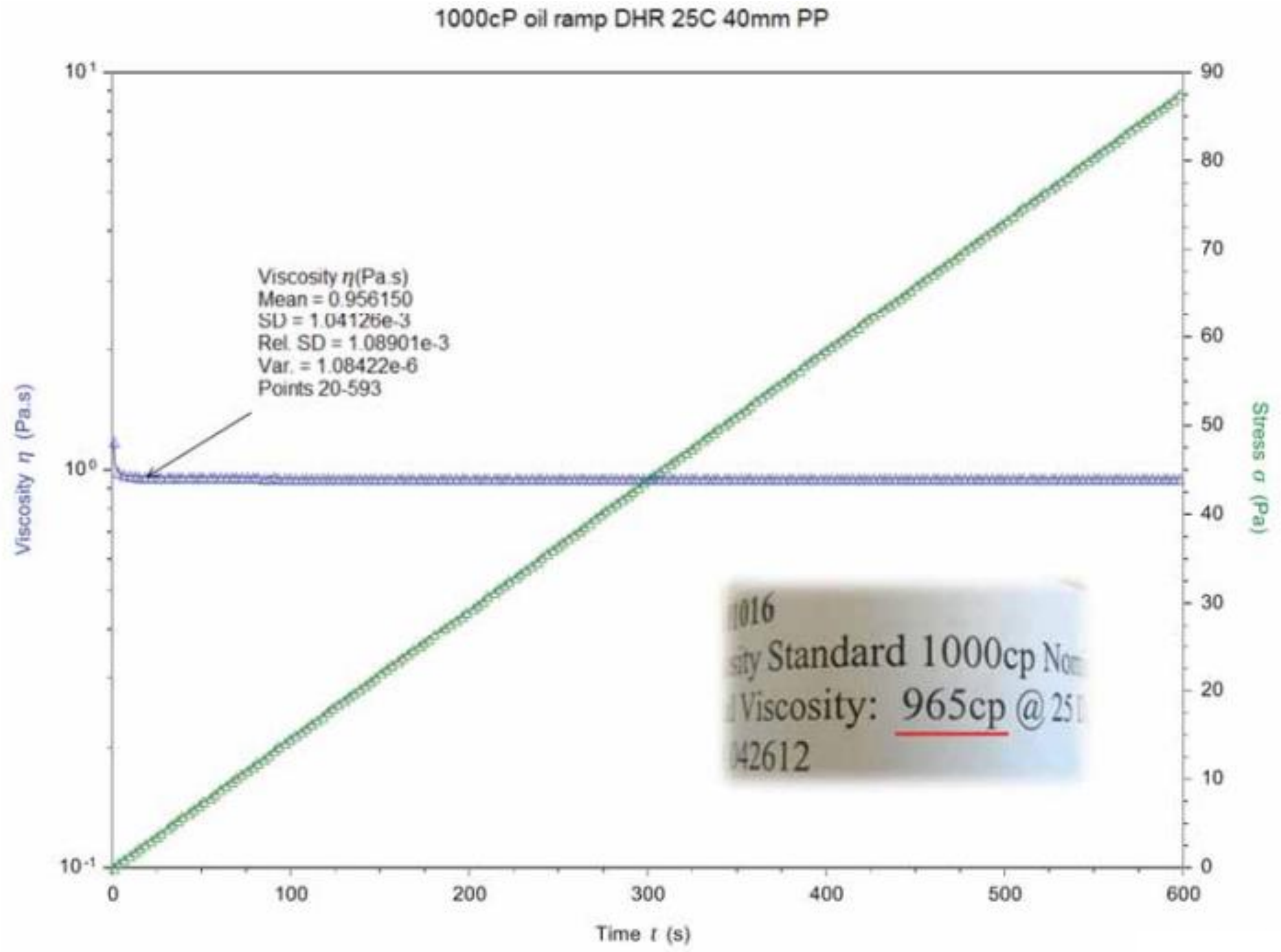
Primeiro coeficiente de tensão normal

$$\Psi_2(\dot{\gamma}_0) \equiv \frac{\tilde{\tau}_{22}-\tilde{\tau}_{33}}{\dot{\gamma}_0^2} = \frac{-(\tau_{22}-\tau_{33})}{\dot{\gamma}_0^2}$$

Segundo coeficiente de tensão normal

Faith A. Morrison,

Óleo de Silicone (Serviço de teste)

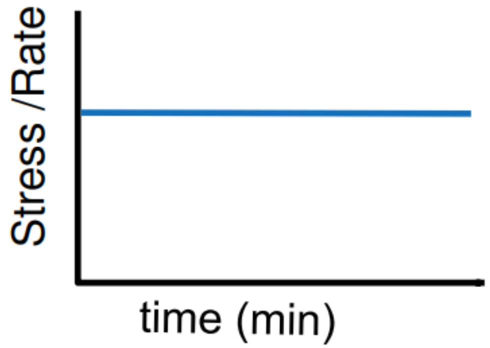


TAINSTRUMENTS.COM

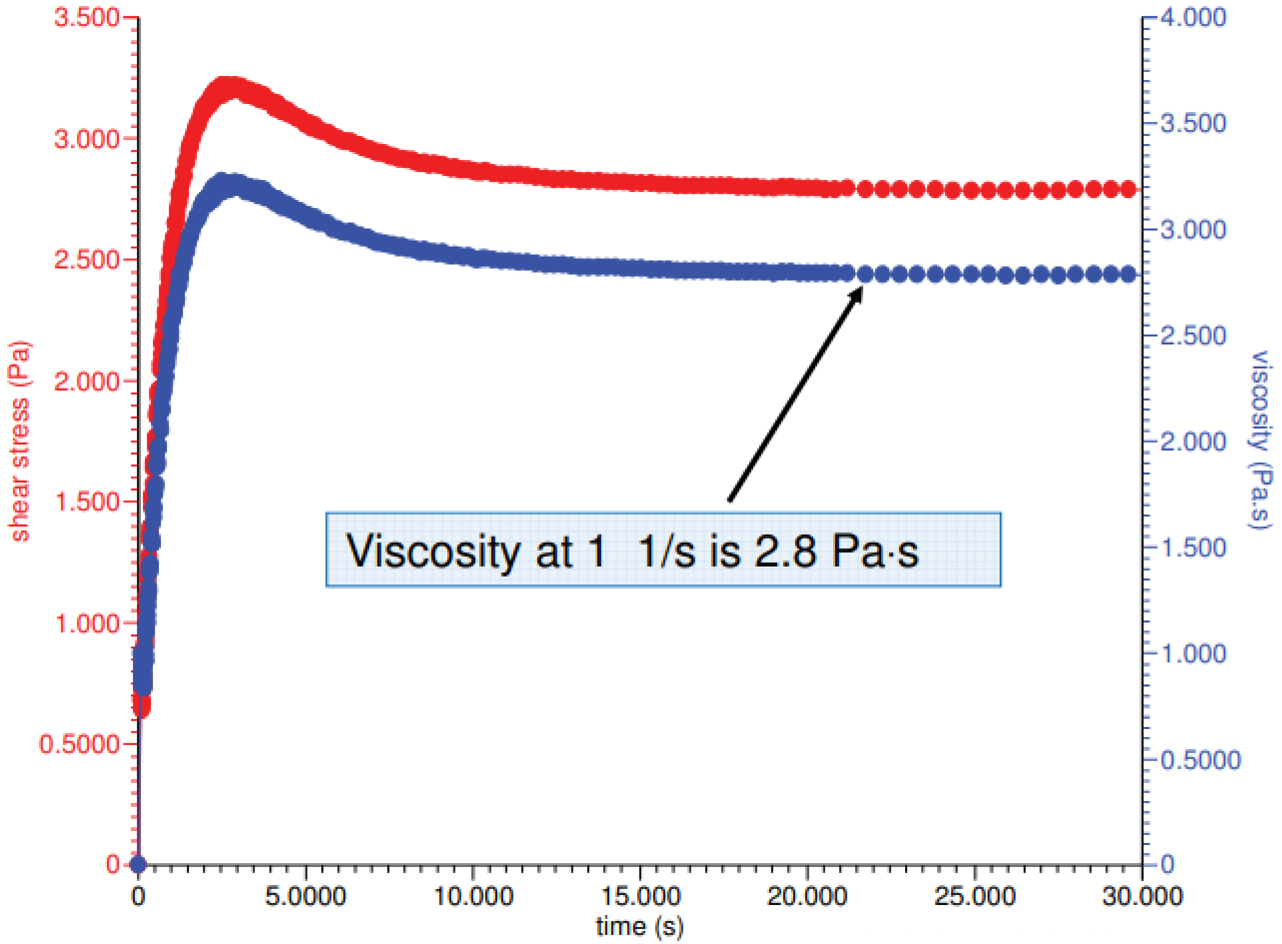
Experimentos de escoamento

- ✓ Tensão ou taxa de cisalhamento constante (*ou Peak hold*)
- ✓ Rampa contínua de tensão/ taxa de cisalhamento de subida e descida
- ✓ *Stepped flow (ou flow swee)*
- ✓ Escoamento em estado estacionário
- ✓ Rampa de temperatura no escoamento

Tensão/taxa de cisalhamento constante (*Peak hold)*



- Constant rate vs. time
- Constant stress vs. time



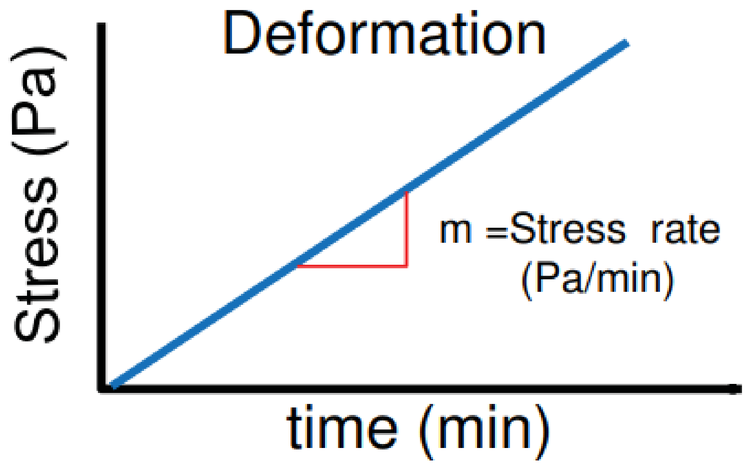
Taxa de cisalhamento constante = teste *Stress Growth*

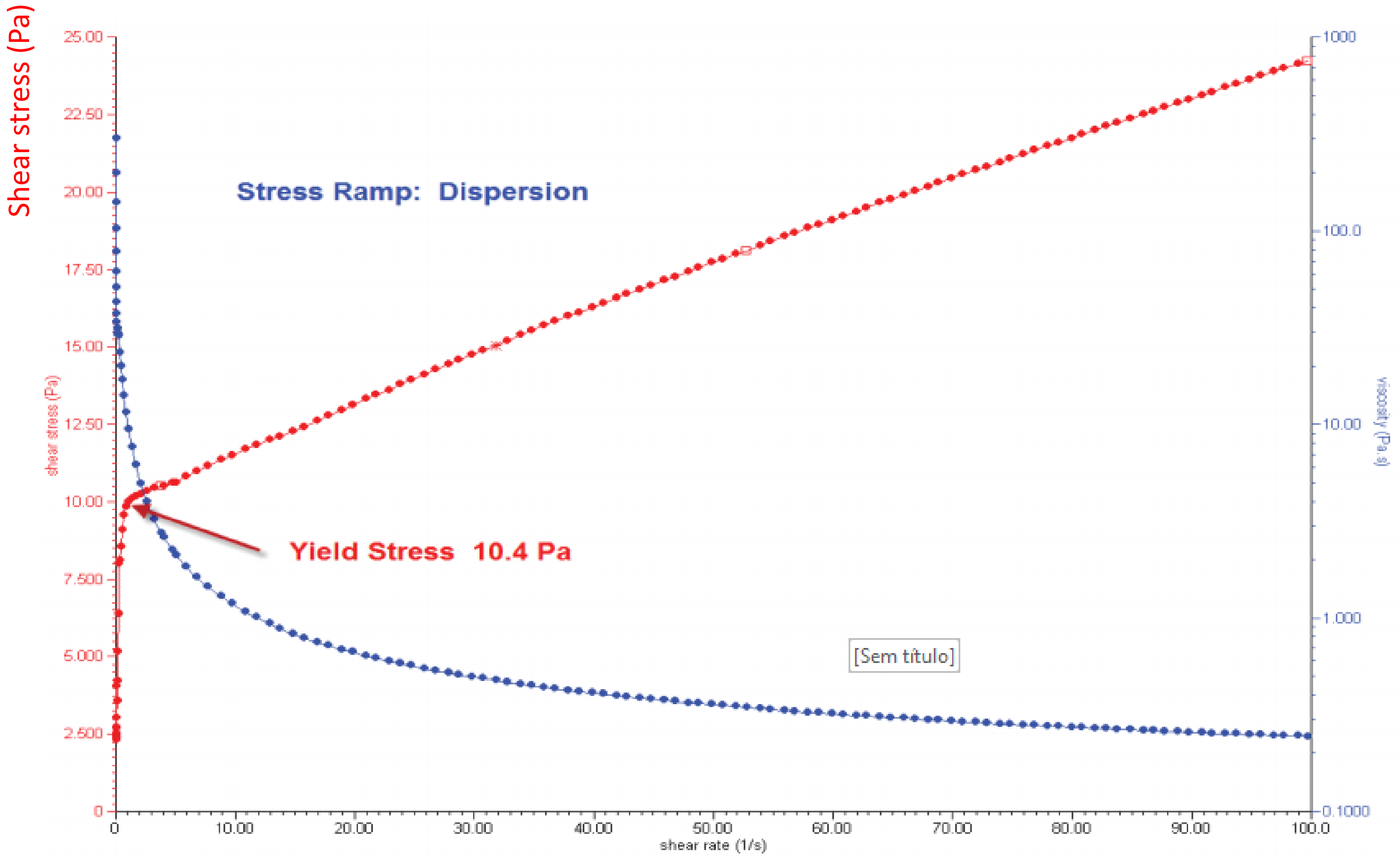
Uso:

✓ Teste de ponto único

✓ Definir o tempo para o estado estacionário sob determinada taxa de cisalhamento

Rampa Contínua – *flow curve*



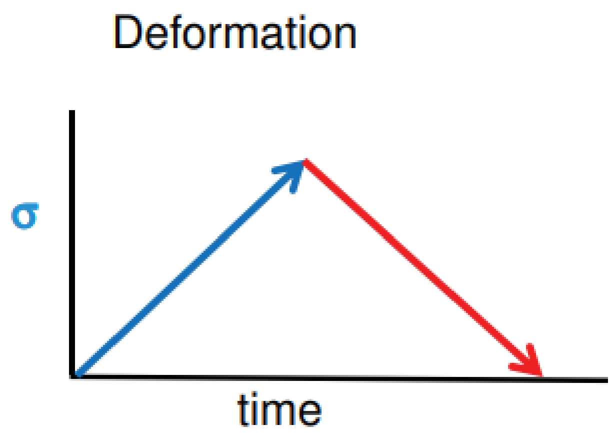


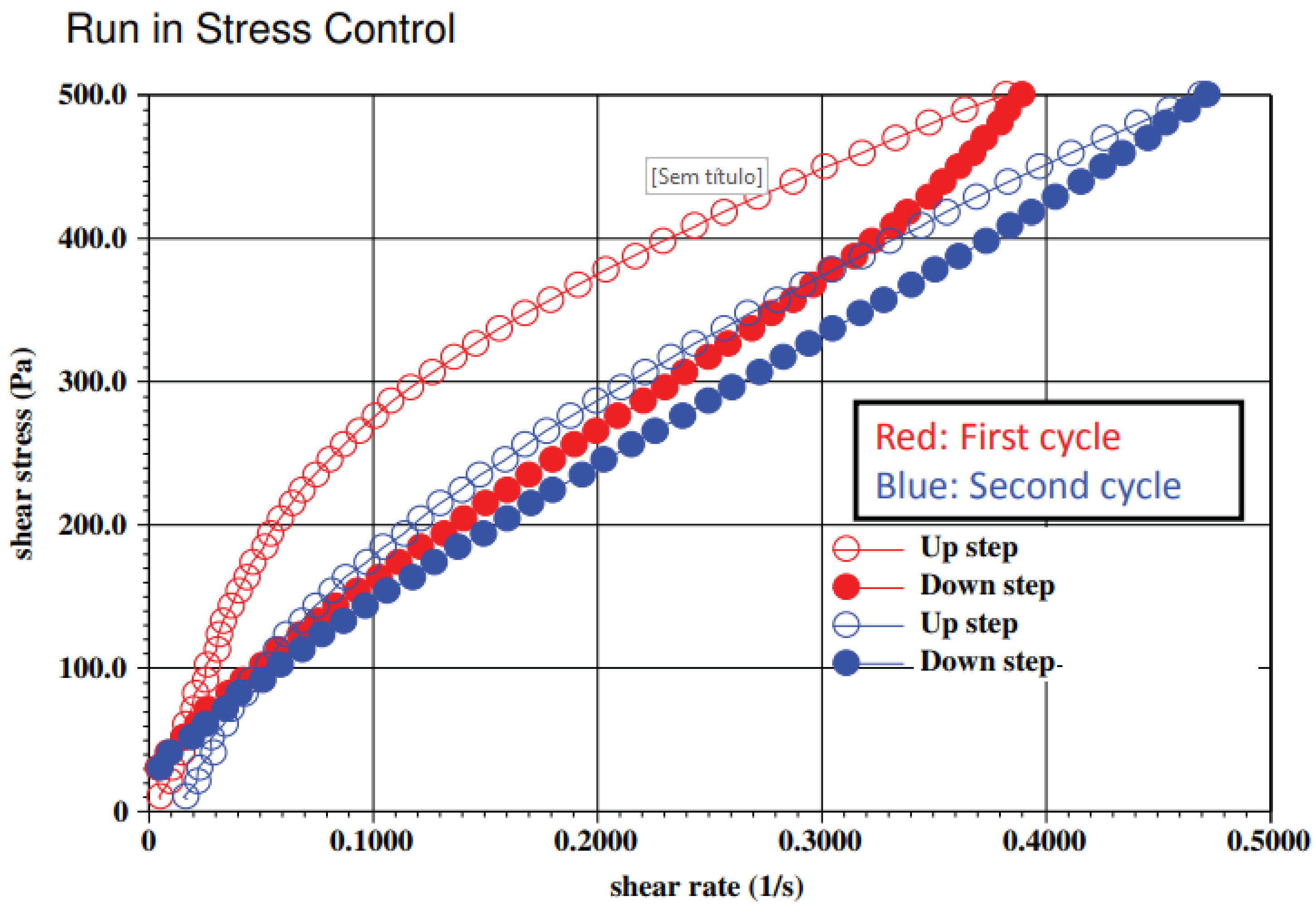
Uso:

- ✓ Limite de escoamento (*Yield stress*)
- ✓ viscosidade

TAINSTRUMENTS.COM

Loop Tixotropia Rampa contínua de subida e de descida



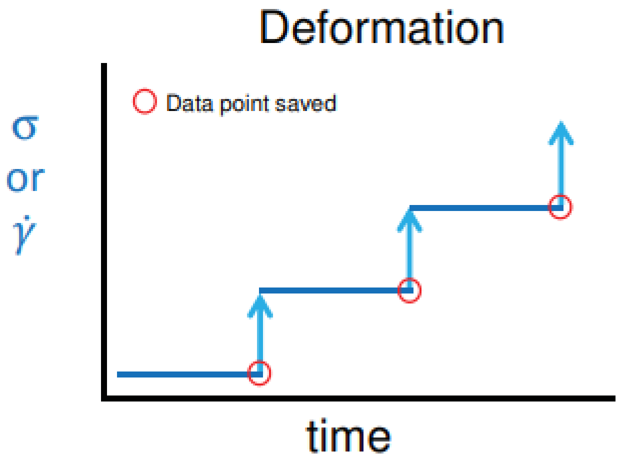


Uso:

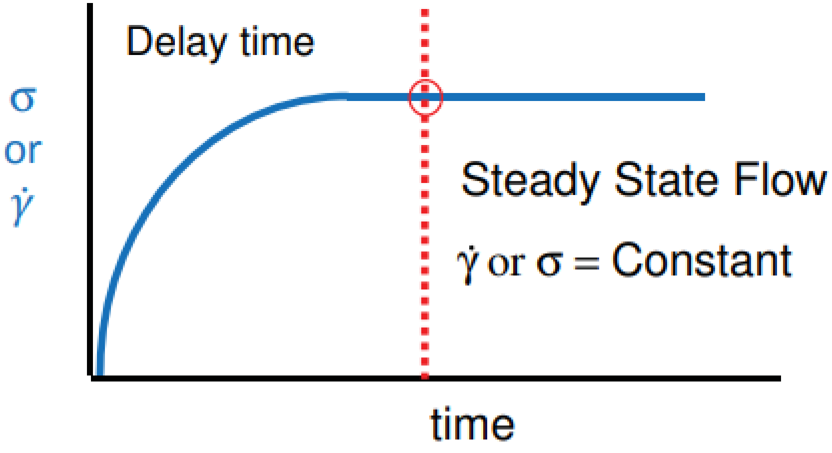
- ✓ "Pseudo-tixotropia"

TA TAINSTRUMENTS.COM

Stepped or Steady-state flow

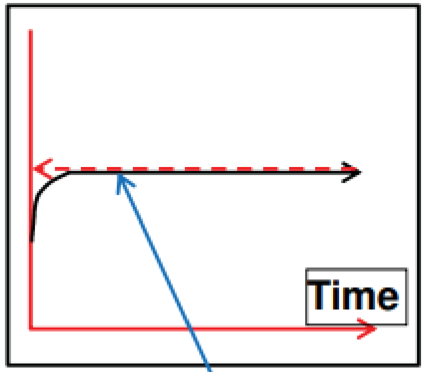


Tensão é aplicada na amostra. A viscosidade é calculada quando é atingido o escoamento em estado estacionário. A tensão é aumentada (modo logarítmico) e o processo é repetido para obter as "Flow curves"



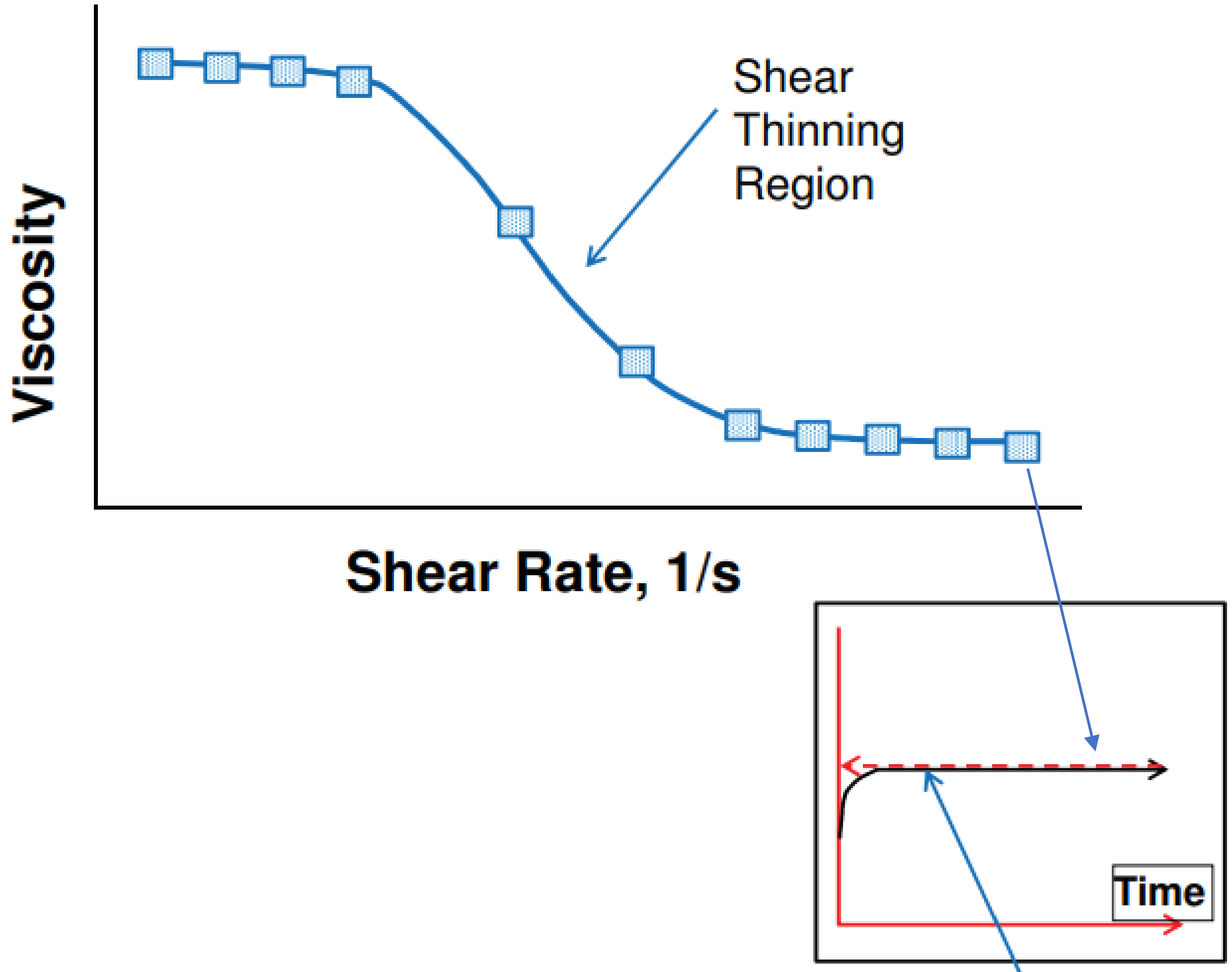
Uso:

- ✓ Curva de viscosidade
- ✓ Medidas de *Yield stress*

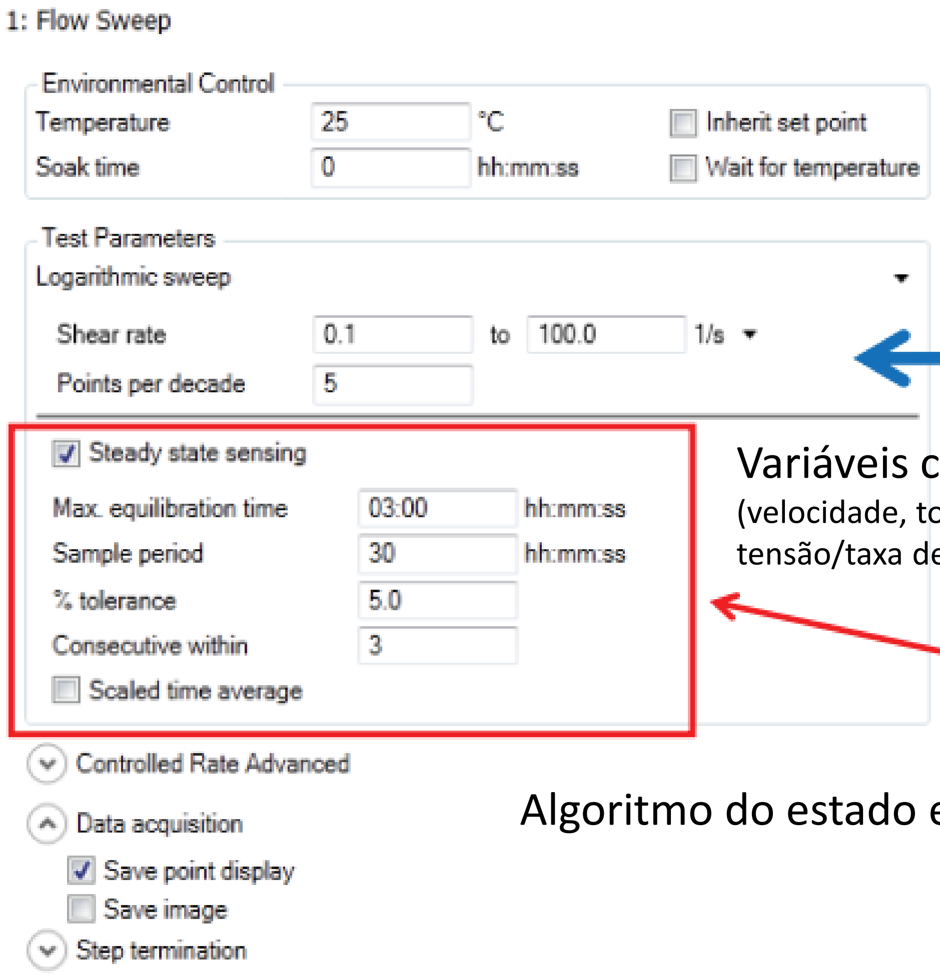


$$\eta = \sigma / (d\gamma/dt)$$

Stepped or Steady-state flow



$$\eta = \sigma / (d\gamma/dt)$$

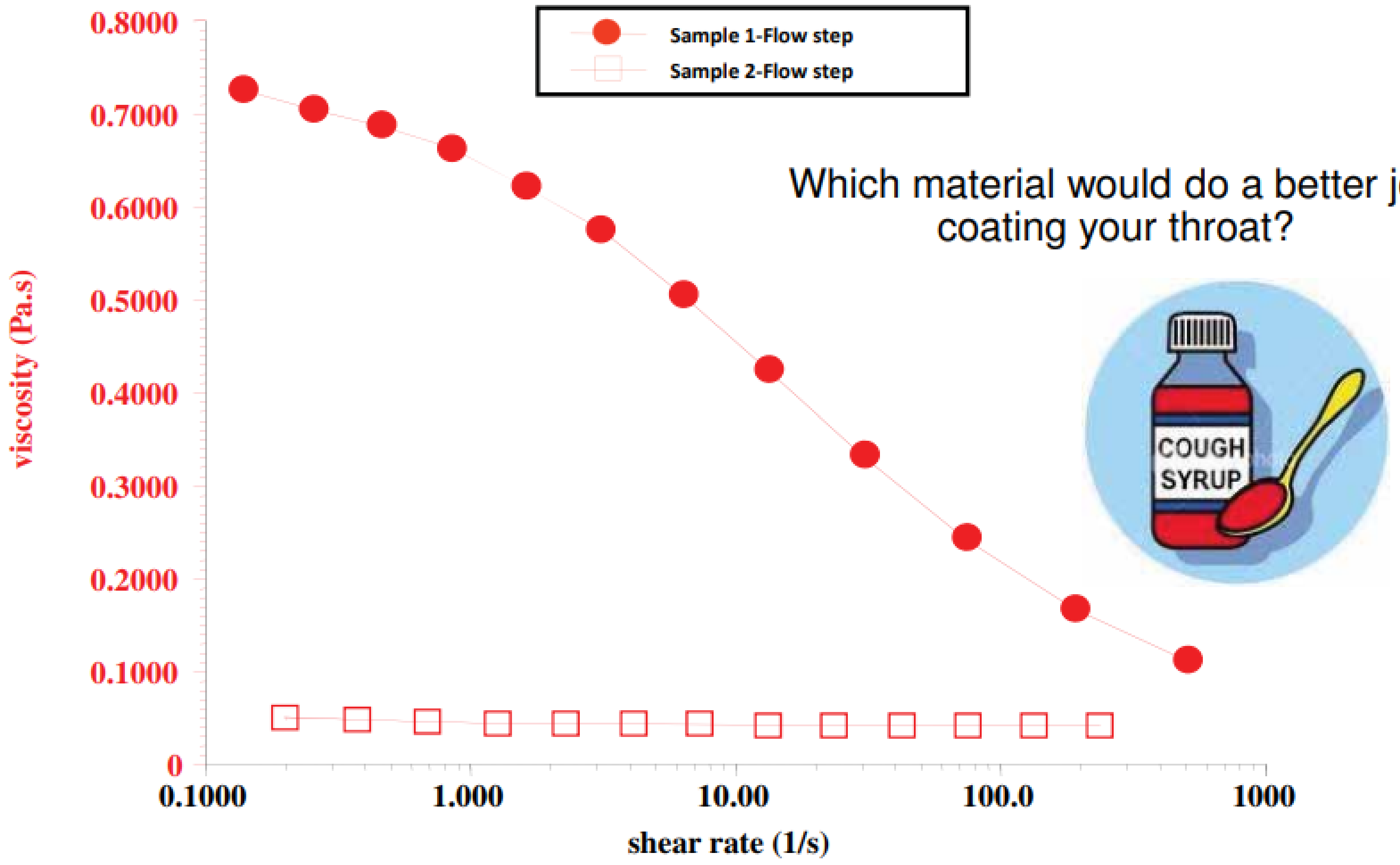


Variáveis controle
(velocidade, torque, tensão/taxa de cisalhamento)

Algoritmo do estado estacionário

TAINSTRUMENTS.COM

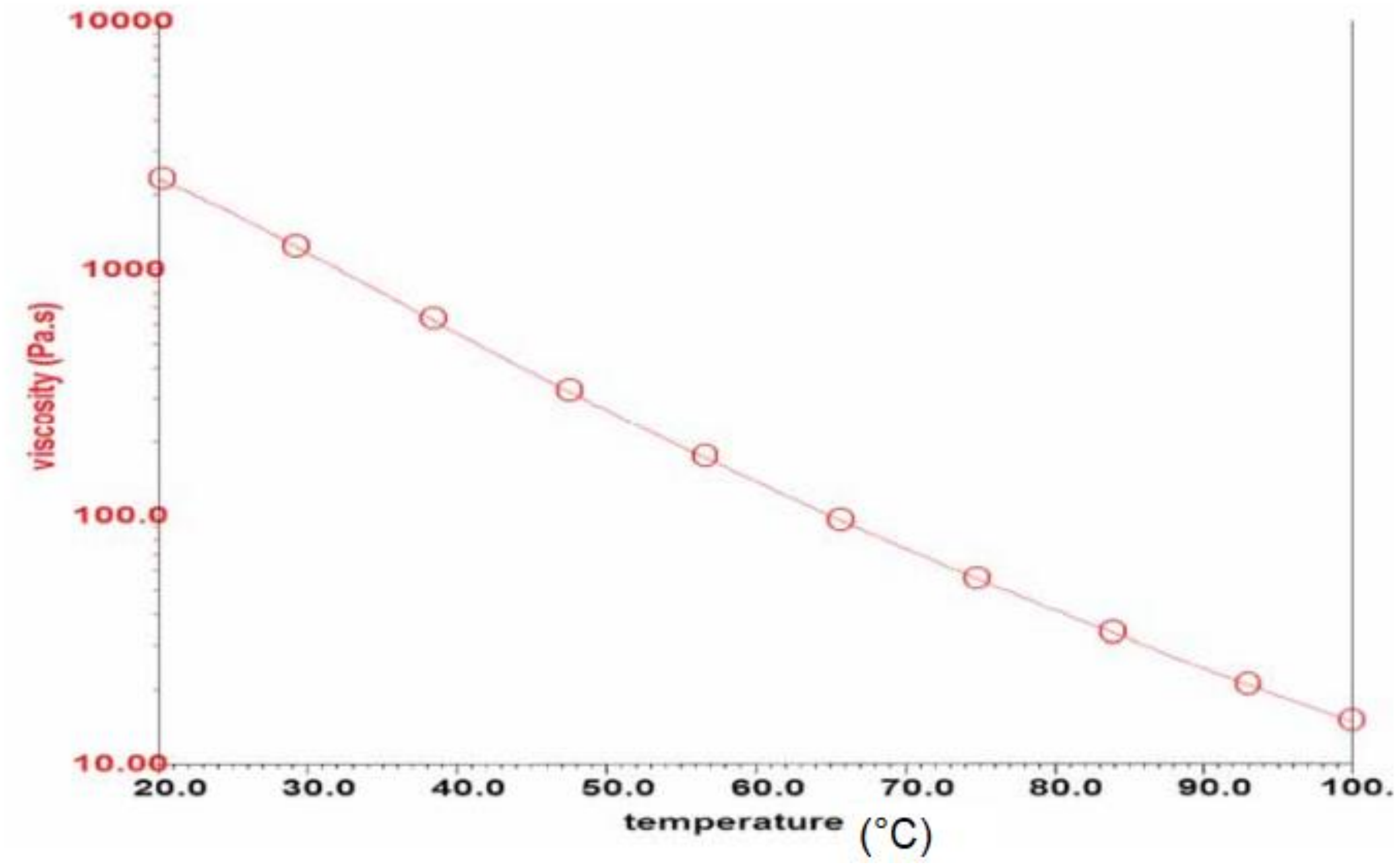
Comparação entre dois xaropes para tosse



Which material would do a better job coating your throat?

Rampa de temperatura para escoamento

Dependência da viscosidade com a temperatura (a tensão ou taxa de cisalhamento é mantida constante

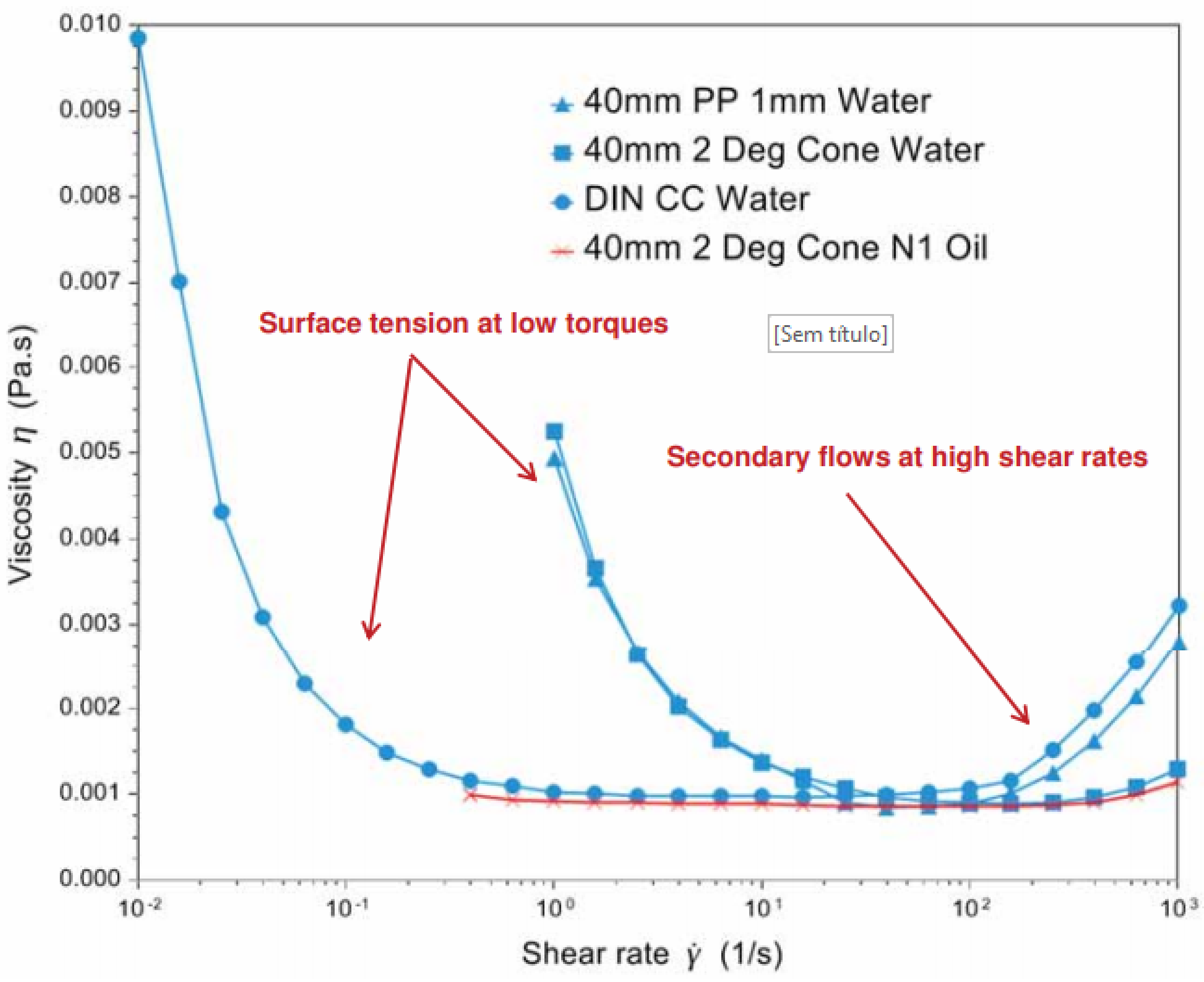


Considerações em experimentos de escoamento

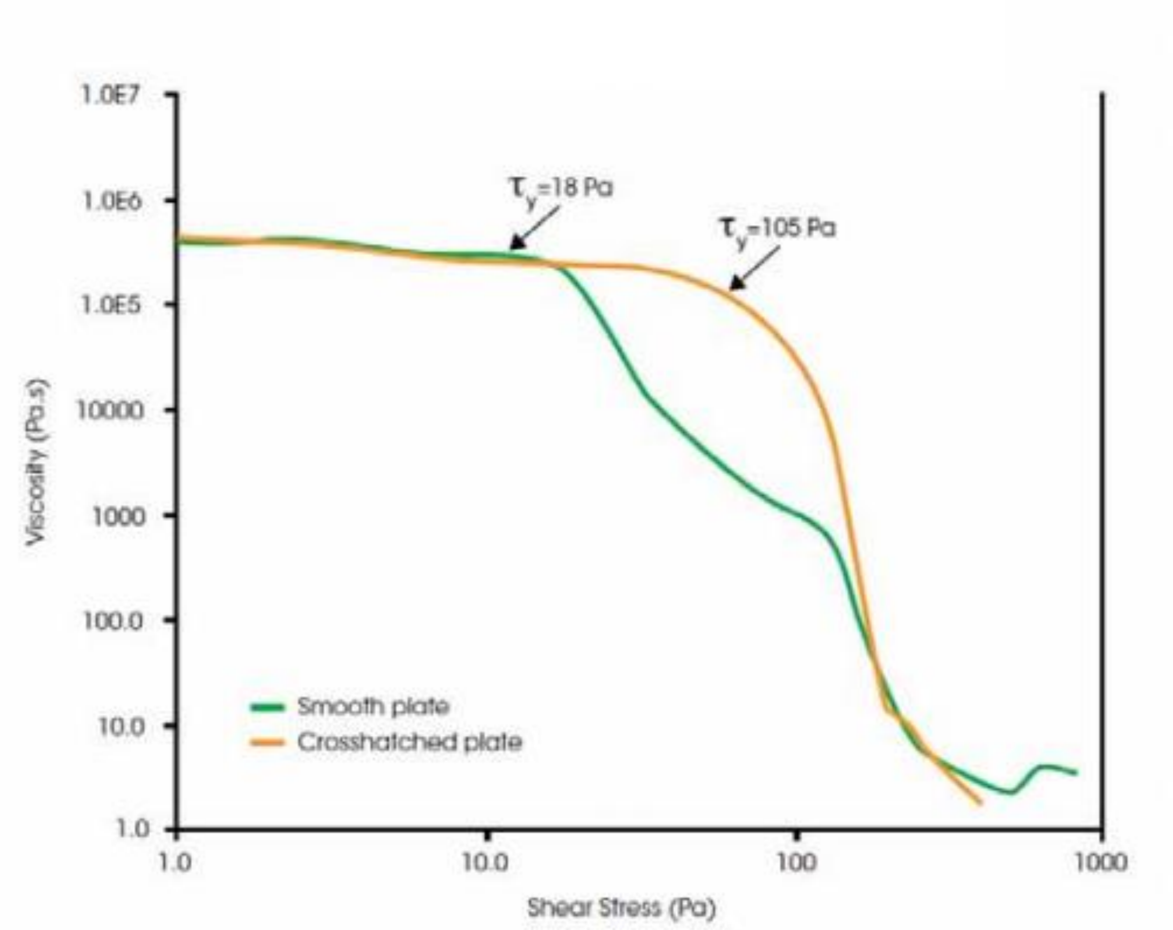
- ✓ *Gaps* pequenos resultam em altas taxas de cisalhamento
  - ✓ Aquecimento por cisalhamento e compensação por temperatura (erros medidas)
  - ✓ Recomendação 0,5 a 2 mm
  - ✓ Escoamento secundários pode aumentar a viscosidade (curva)
- ✓ Cuidado com a interpretação dos dados a baixa taxa de cisalhamento
  - ✓ A tensão superficial pode afetar medidas de viscosidade, especialmente em meio aquoso
- ✓ Falha de borda –amostra sai ou deixa lacuna devido à forças normal

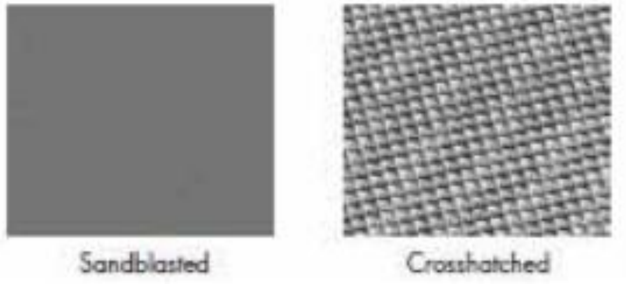
  (alternativa usar regra de Cox-Merz $\eta(\dot{\gamma}) \equiv \eta^{*}(\omega)$

Água a 25 °C – escoamento secundário



Escorregamento na parede **Medidas de *Yield stress* em pasta de dente**





- ✓ Escorregamento na parede "limite de escoamento" impreciso
- ✓ Pode ser verificado com corridas no mesmo teste em diferentes gaps
- ✓ Por ex., se a amostra não escorrega, os resultados serão independentes do gap

Experimentos oscilatórios

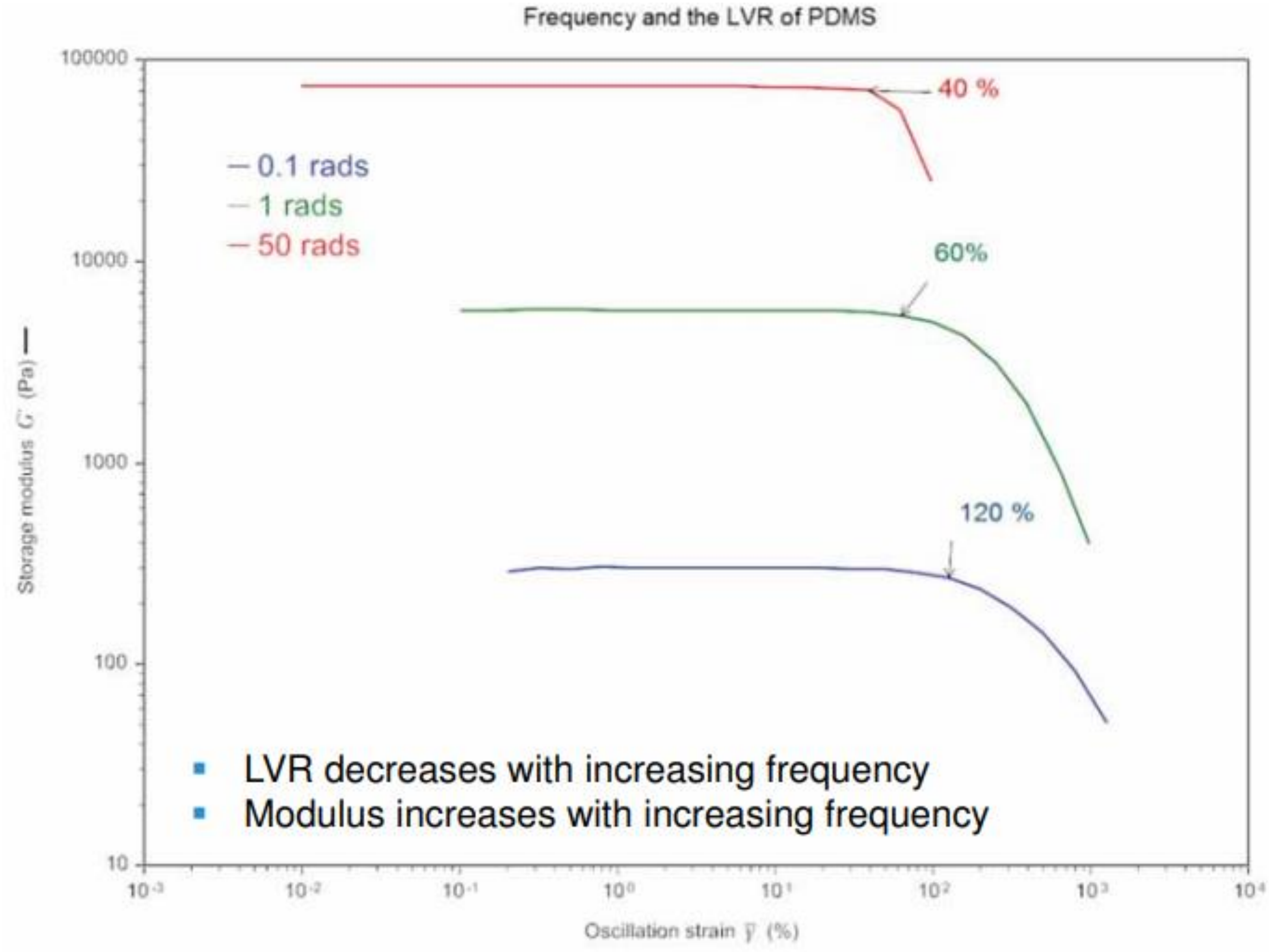
- ✓ Varredura de tensão ou deformação
- ✓ Varredura de tempo
- ✓ Varredura de frequência
- ✓ Rampa de temperatura
- ✓ Sobreposição de tempo e temperatura (rampa de temperatura)

Parâmetros da reologia dinâmica (ou testes oscilatórios)

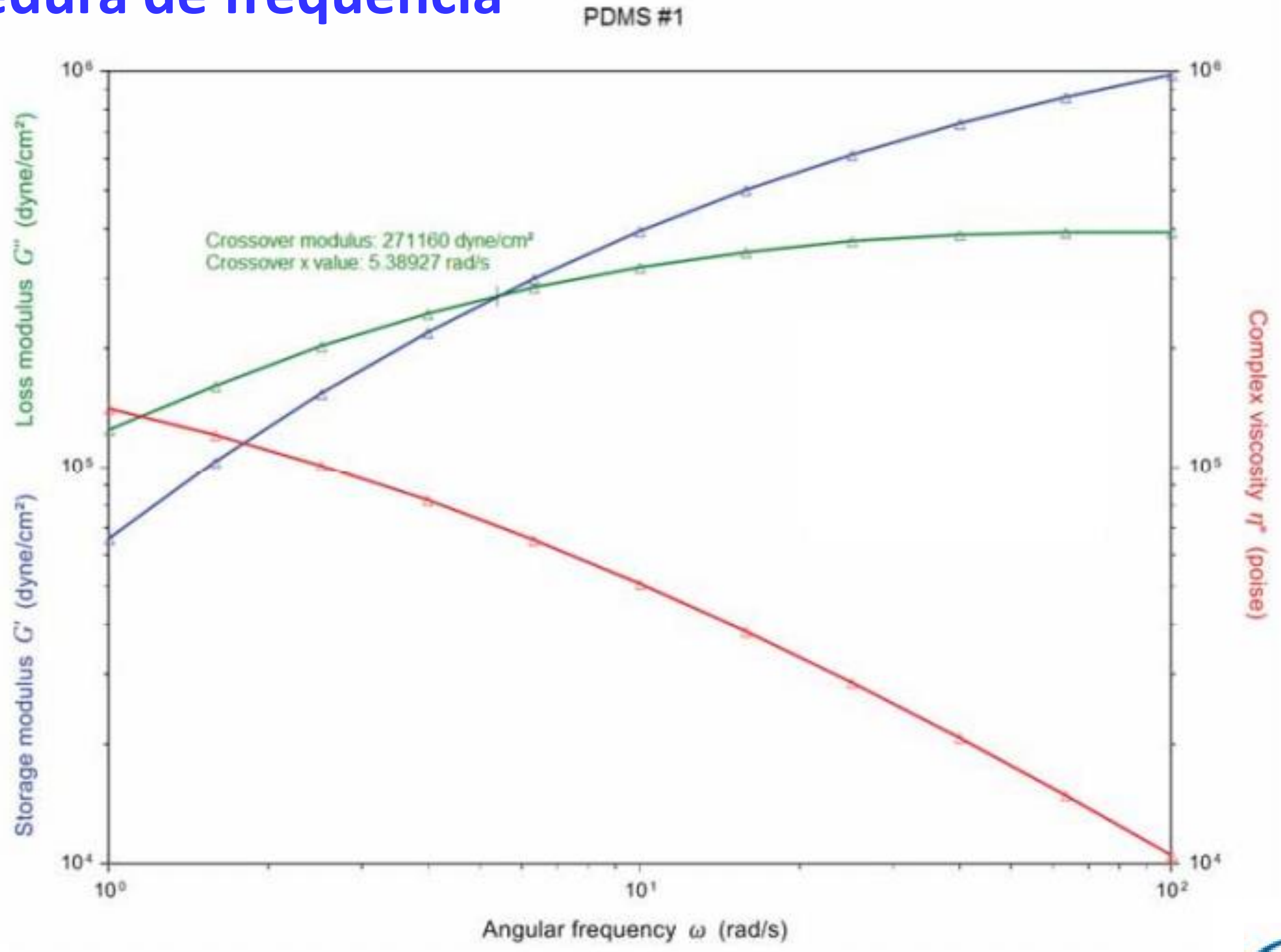
Parameter	Shear	Elongation	Units
Strain	$\gamma = \gamma_0 \sin(\omega t)$	$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t)$	---
Stress	$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$	$\tau = \tau_0 \sin(\omega t + \delta)$	Pa
Storage Modulus (Elasticity)	$G' = (\sigma_0/\gamma_0)\cos\delta$	$E' = (\tau_0/\varepsilon_0)\cos\delta$	Pa
Loss Modulus (Viscous Nature)	$G'' = (\sigma_0/\gamma_0)\sin\delta$	$E'' = (\tau_0/\varepsilon_0)\sin\delta$	Pa
Tan δ	G''/G'	E''/E'	---
Complex Modulus	$G^* = (G'^2+G''^2)^{0.5}$	$E^* = (E'^2+E''^2)^{0.5}$	Pa
Complex Viscosity	$\eta^* = G^*/\omega$	$\eta_E^* = E^*/\omega$	Pa·sec

Cox-Merz Rule for Linear Polymers: $\eta^*(\omega) = \eta(\dot{\gamma})$ @ $\dot{\gamma} = \omega$

Viscoelasticidade linear

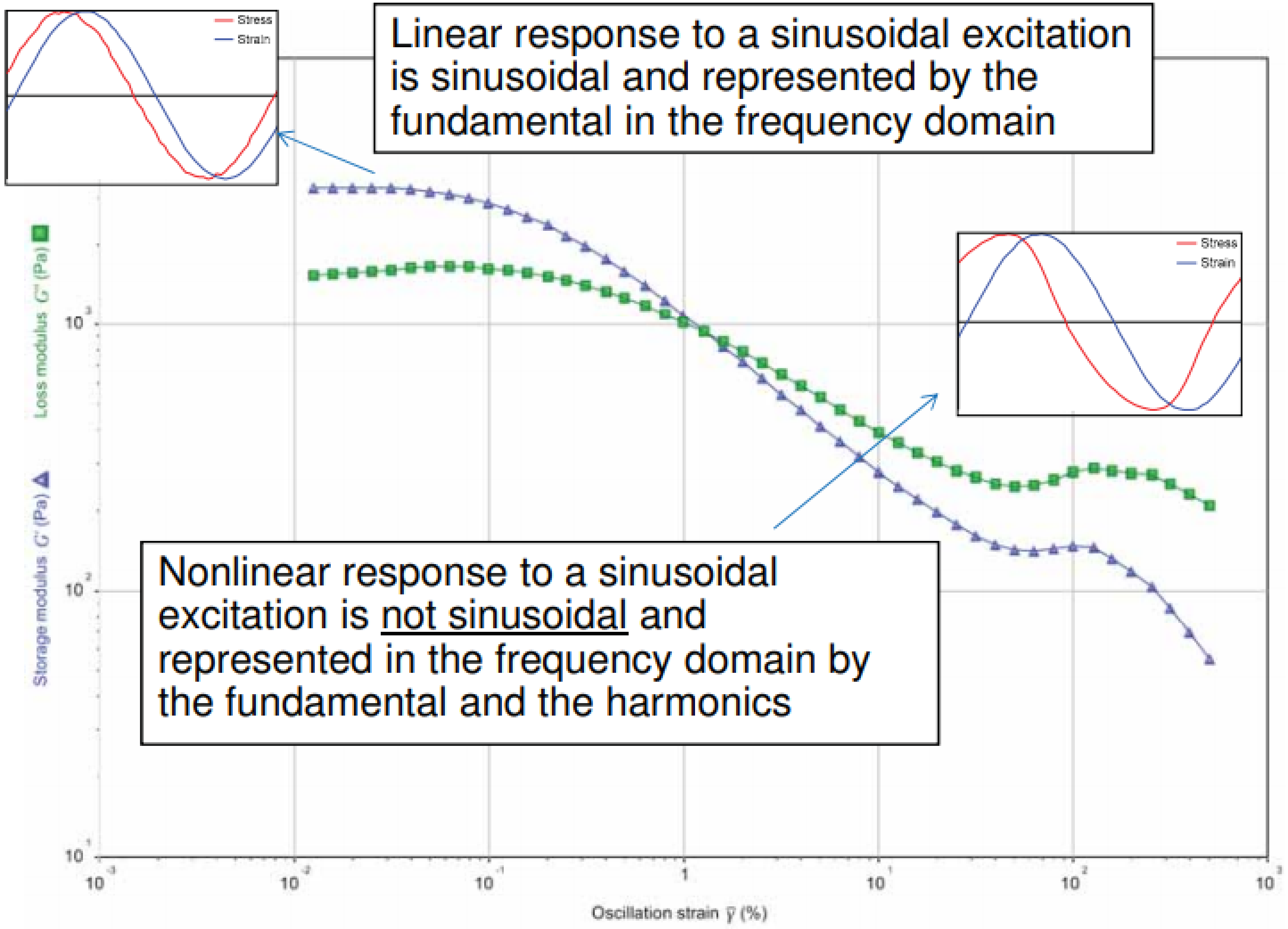


Varredura de frequência

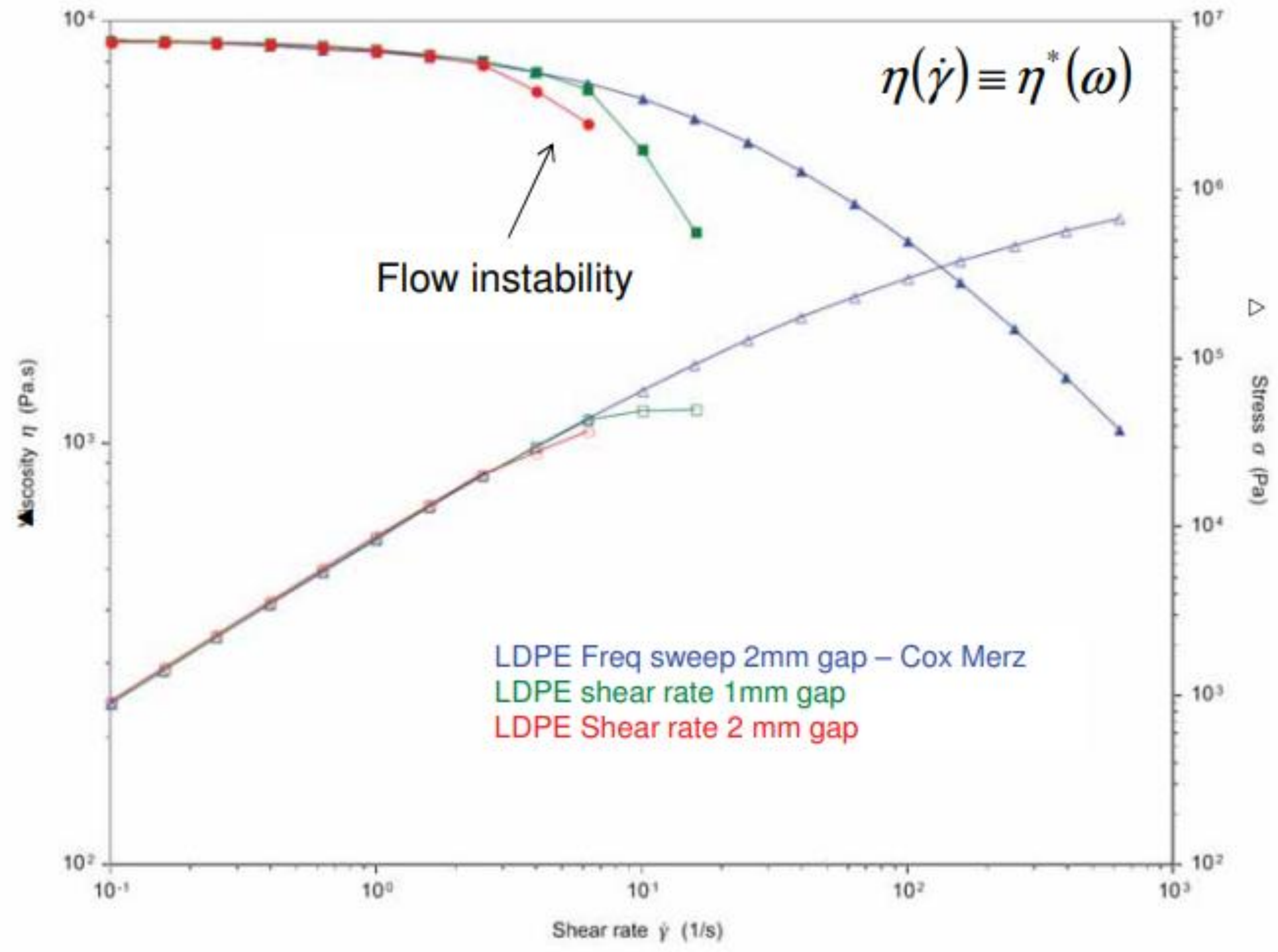


TAINSTRUMENTS.COM

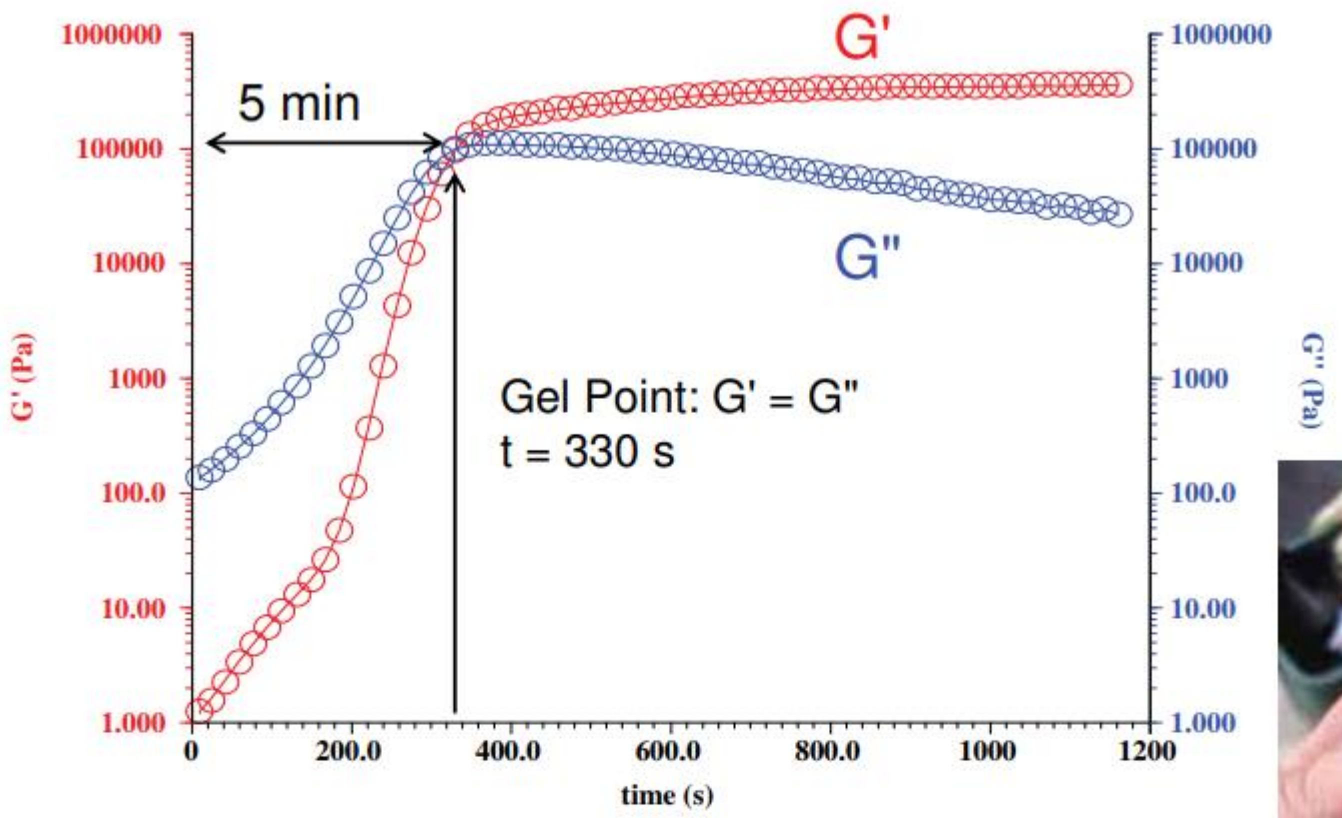
Varredura de frequência



Exemplo da aplicação regra de Cox-Merz – LDPE a 190 °C



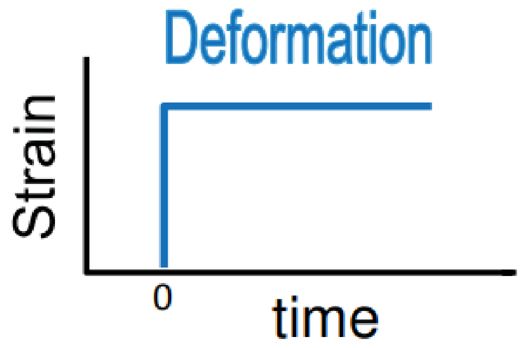
Varredura de tempo – Cura de uma epóxi “5 min”



Experimentos transientes

- ✓ Experimentos de relaxação de tensão
- ✓ Experimentos de *Creep recovery*

Experimento de relaxação de tensão

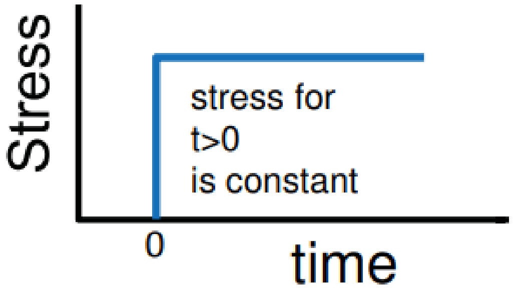


- This function is a material property known as the STRESS RELAXATION MODULUS, G(t)

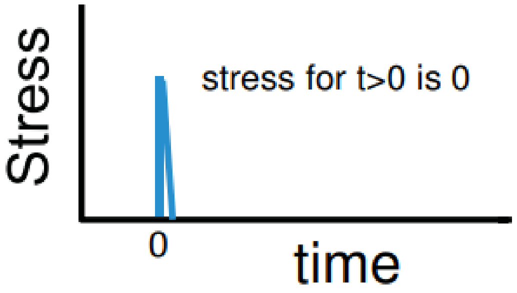
$$G(t) = \sigma(t)/\gamma$$

Response of Classical Extremes

Elastic
Hookean Solid

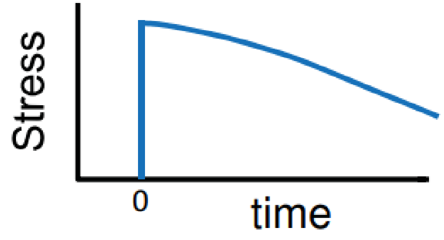


Viscous
Newtonian Fluid

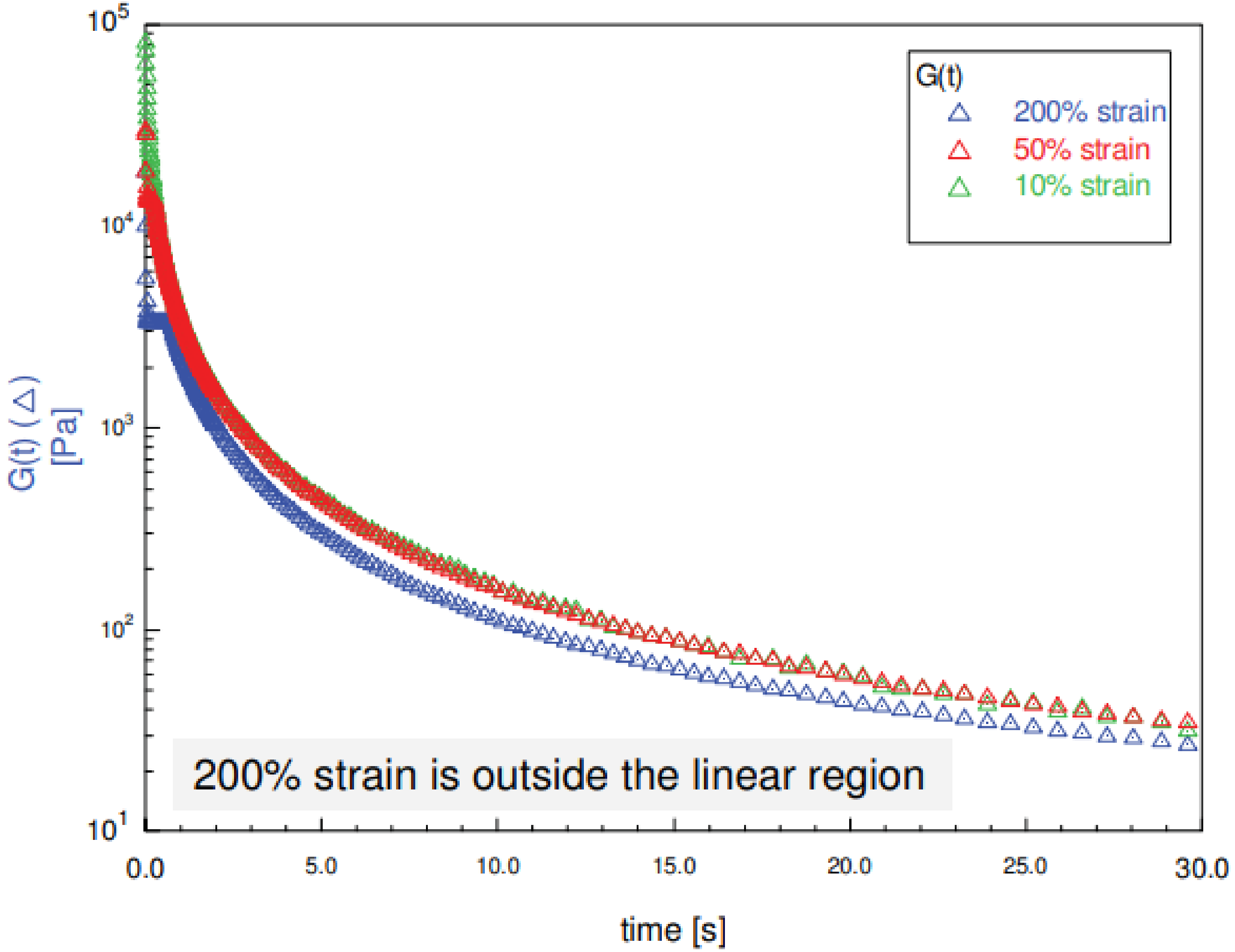


Response of ViscoElastic Material

Stress decreases with time starting at some high value and decreasing to zero.

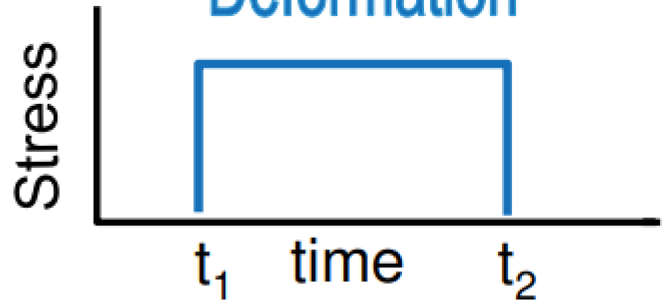


Relaxação de tensões do PDMS



Experimento de *Creep recovery*

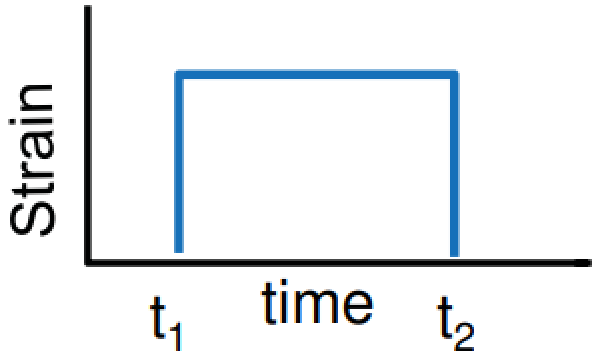
Deformation



Response of Classical Extremes

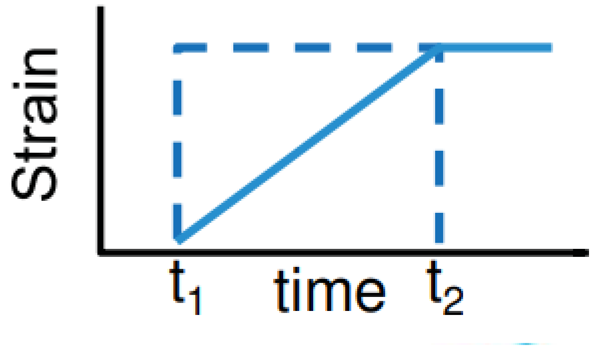
Elastic

- Stain for t>t1 is constant
- Strain for t >t2 is 0

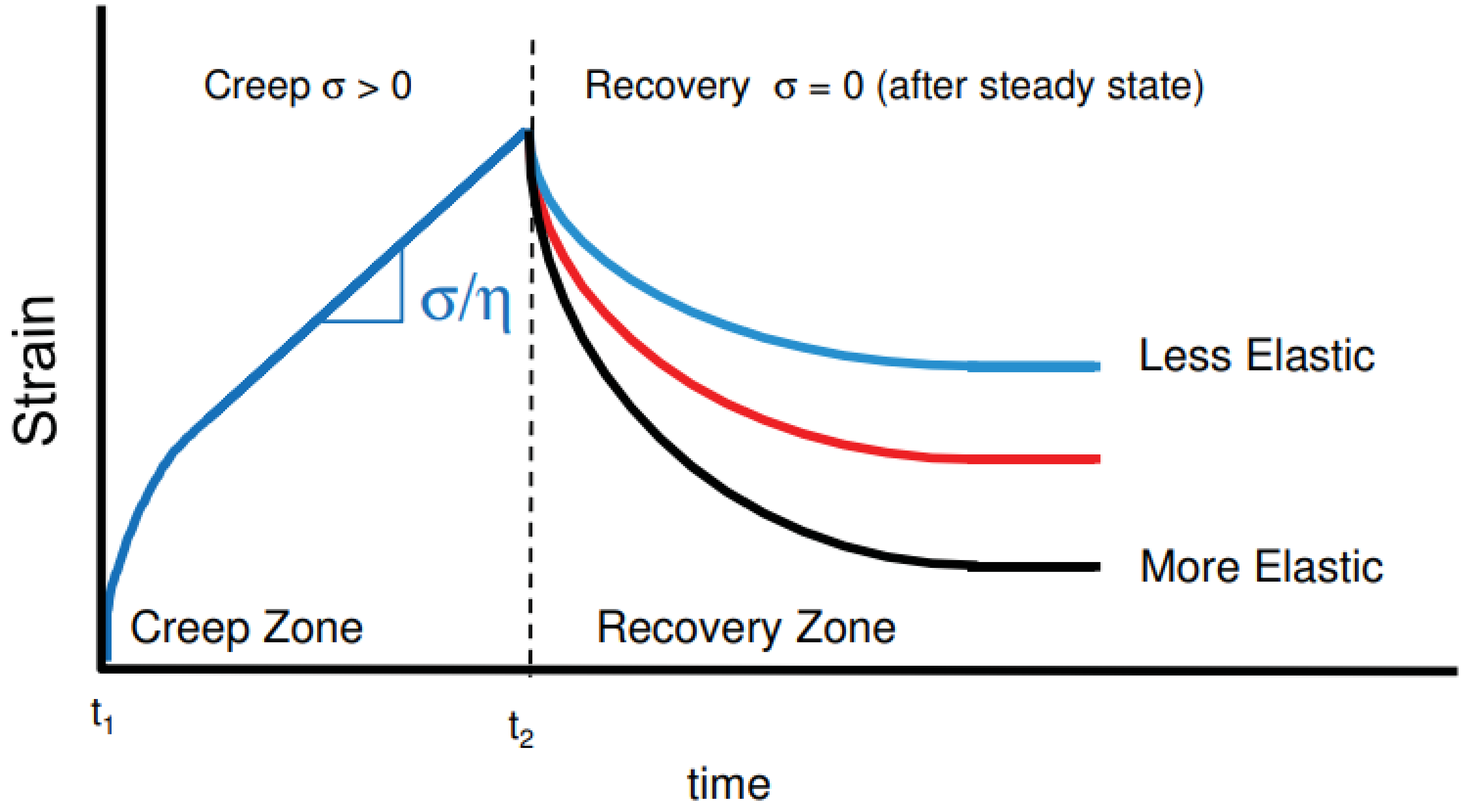


Viscous

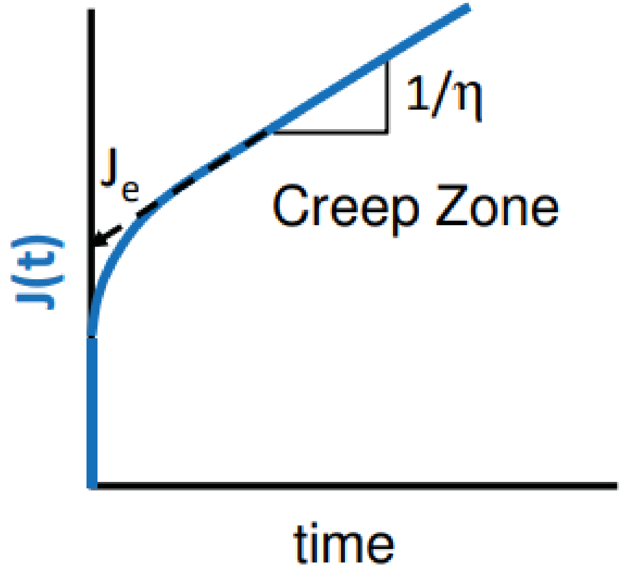
- Stain rate for t>t1 is constant
- Strain for t>t1 increase with time
- Strain rate for t >t2 is 0

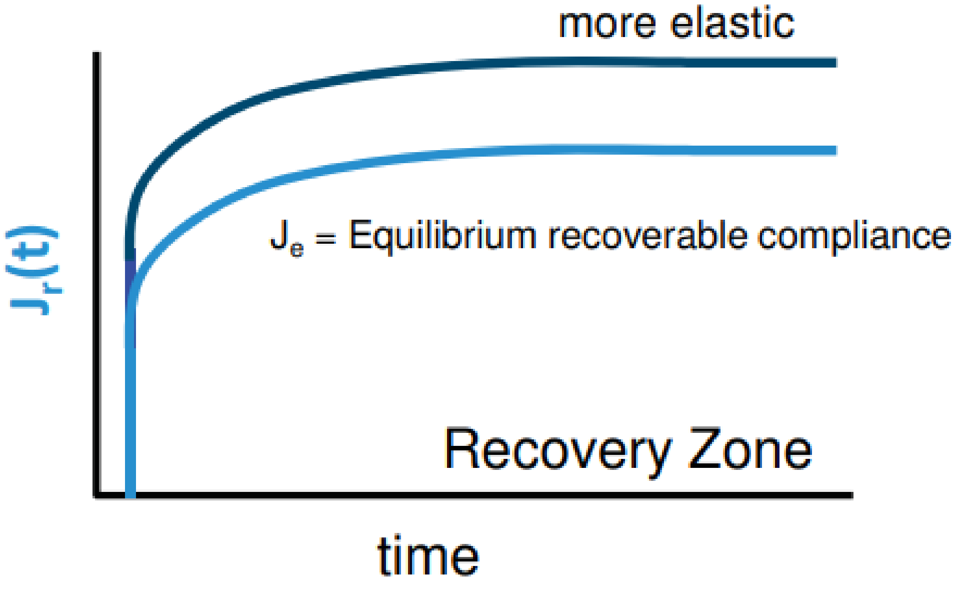


Experimento de *Creep recovery – material viscoelástico*



Experimento de *Creep recovery – material viscoelástico*





Creep Compliance

$$J(t) = \frac{\gamma(t)}{\sigma}$$

The material property obtained from
Creep experiments:
Compliance = 1/Modulus (in a sense)

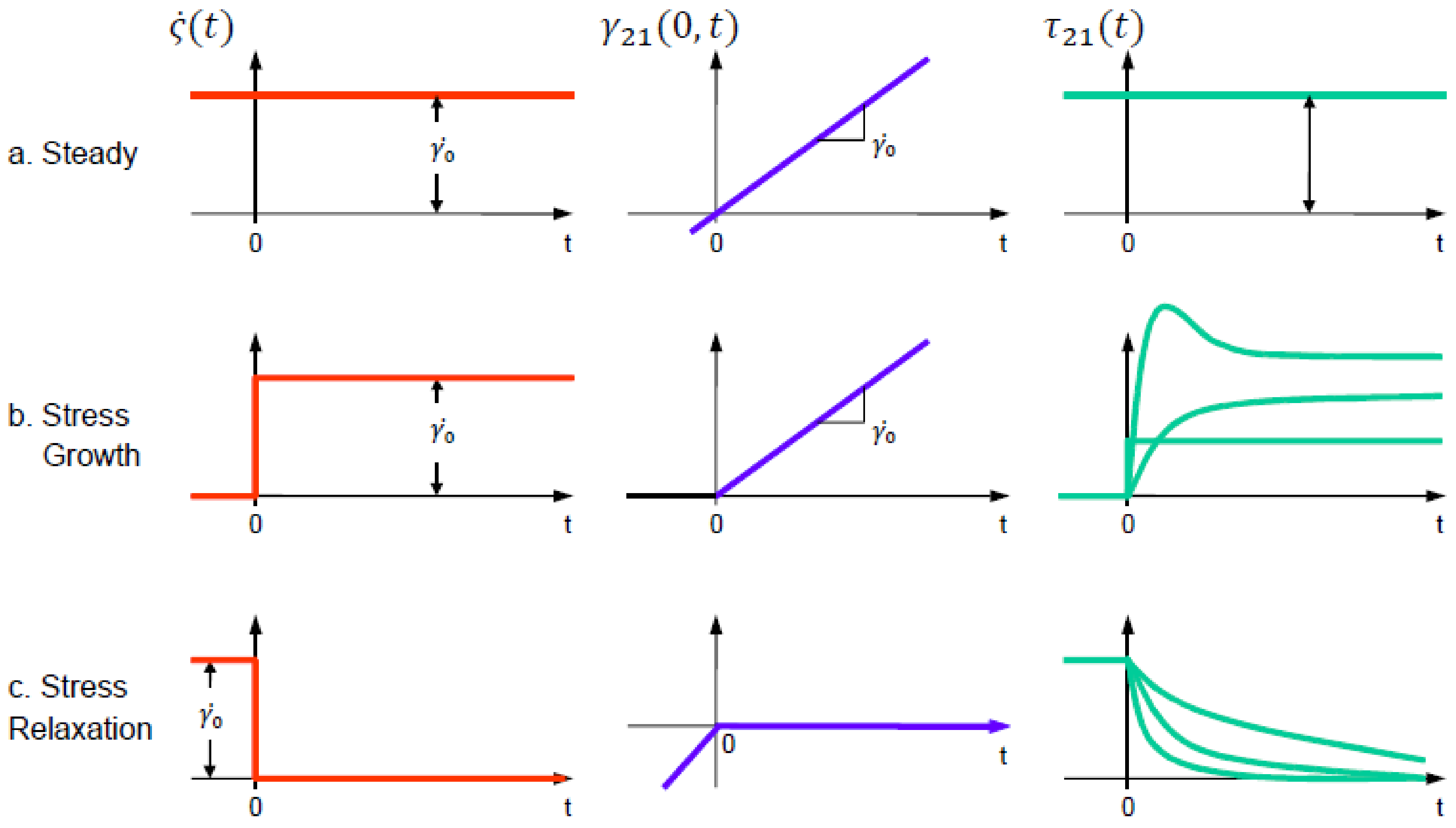
Recoverable Compliance

$$J_r(t) = \frac{[\gamma_u - \gamma(t)]}{\sigma}$$

Where γ_u = Strain at unloading
$\gamma(t)$ = time dependent recoverable strain

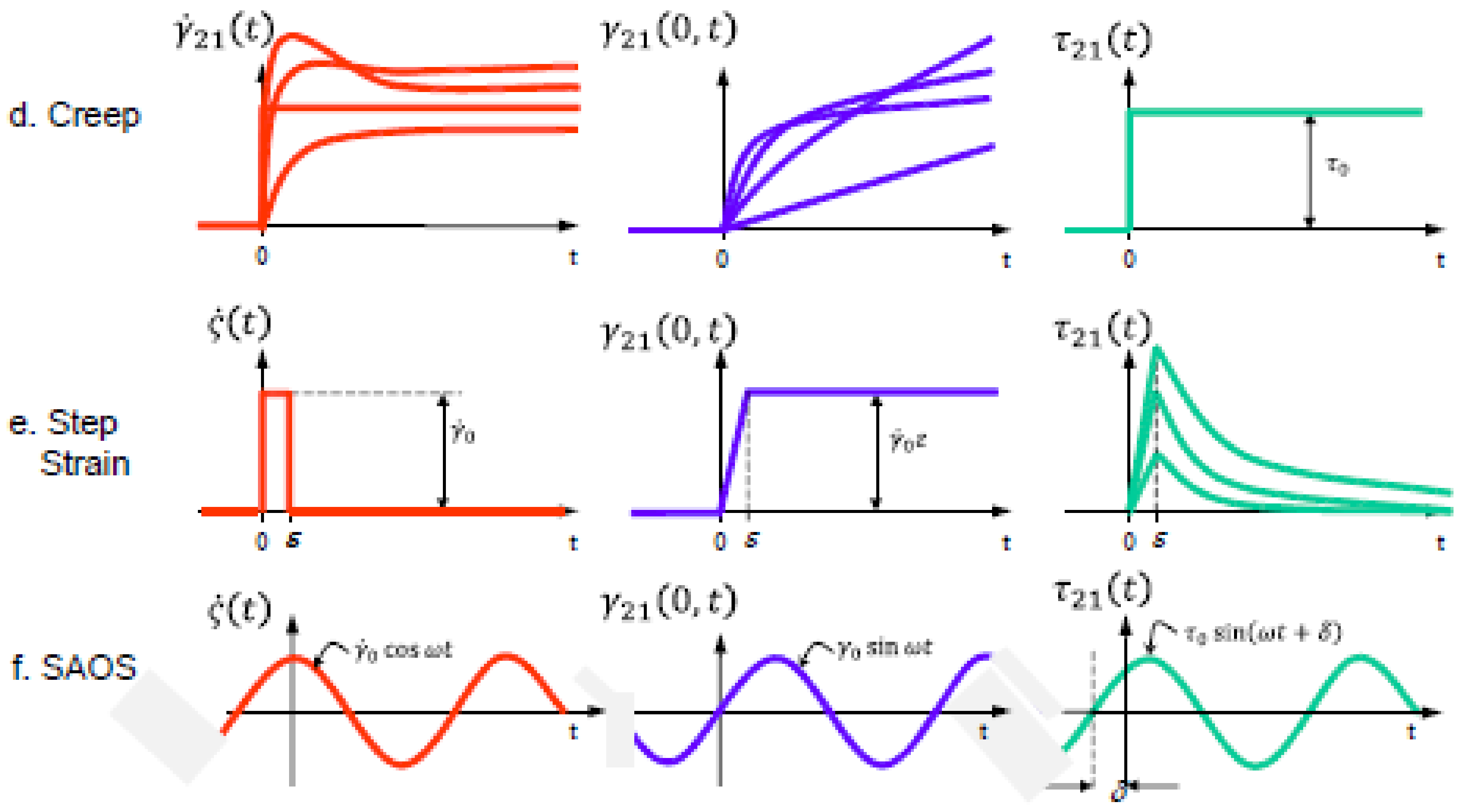
Mark, J., et. al., Physical Properties of Polymers, American Chemical Society, 1984, p. 102.

Resumo: testes com aplicação de deformação ou taxa de deformação



Faith A. Morrison,

Resumo: strain based



Faith A. Morrison,