

§4.3 流变学实验测量——旋转流变仪

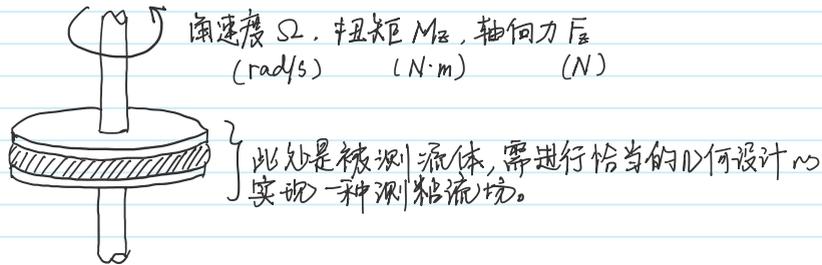
2024年4月9日 星期二 03:49

怎么测量物料函数 $\gamma(\dot{\gamma})$, $\tau_{22}(\dot{\gamma})$, $\tau_{33}(\dot{\gamma})$? 基本策略:

- I. 实现一种测粘流场, 控制不同大小的 $\dot{\gamma}$, 达到稳态流动。
- II. 放置力、力矩传感器, 换算出 τ_{22} , N_z 和 N_x .
- III. 分析不理想性, 误差、偏差、假象……等, 进行校正。

旋转流变仪 (rotational rheometry)

△ 概念:



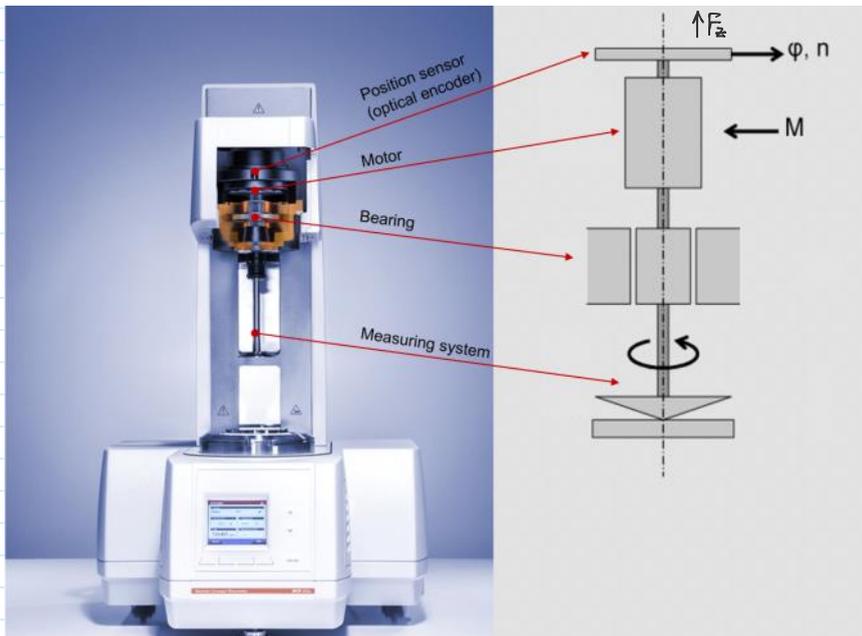
△ 实现原理(分两类).

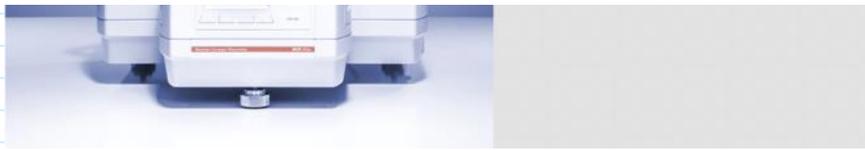
I. 应力控制型 (Stress-control)

别名: control-stress, CS (vs. control-rate, CR)
 stress-control (vs strain-control)
 combined motor transducer, CMT (vs. separated motor transducer, SMT)

基本原理: 施加固定的扭矩历史 $M(t)$, 通过转子传递至试样, 造成试样形变或流动, 反映在转子的转动角位移 $\theta(t)$ 由仪器测量得到。

- 施加扭矩的元件: 扭矩马达 (torque motor) 施加 $M(t)$
- 测量角位移的元件: 光学编码器 (optical encoder) 测量 $\theta(t)$
- 测量轴向力的元件: 力传感器 (load cell) 测量 $F_z(t)$





应力控制流变仪的惯量问题:

具体地, 扭矩马达向转子施加力矩 M , 它一部分用于克服转动惯量 (即使其加速转动) M_I 另一部分用于克服转子剪切试样的应力响应 M_s

$$M = M_I + M_s$$

其中 $M_I = I\ddot{\theta}$, 其中 I 是转子的转动惯量, $\theta(t)$ 是转子的角位移,

$M_s = K_a\dot{\gamma}(t) = K_a\dot{\gamma}(t) + K_r\theta(t)$, 其中 K_a 和 K_r 是与转子形状相关的系数, 分别用于把扭矩和角位移换算成应力和应变: $\sigma = K_a\dot{\gamma}$, $\gamma = K_r\theta$. $\dot{\gamma}(t) = \dot{\gamma}(\dot{\gamma}(t))$ 是试样本构关系的泛函。

故转子的运动方程:
$$\ddot{\theta}(t) = \frac{M(t)}{I} - \frac{K_a^{-1}}{I} M_s(t)$$

实际我们通过光学编码器测得 $\theta(t)$. I 可通过独立实验测得. 由这个分析可见, 我们既不能直接控制应变历史 $\theta(t)$, 也不能直接控制应力历史 $M_s(t)$. 因此, 给定施加的总扭矩历史 $M(t)$ 有多少用于 $M_s(t) = M(t) - I\ddot{\theta}(t)$ 是一个随时间变化的变量, 需要先估计它, 就要先解上面关于 $\theta(t)$ 的方程. 但要解上面方程又需要先知道本构关系泛函 $\dot{\gamma}$. —— 这本来就是流变测试目标, 是待测的. 总而言之, 严格而言是无解的. 但是在某些给定形式的扭矩历史, 例如正弦振荡 $M(t) = M_0 \sin(\omega t)$, 惯量效应能够被扣除.

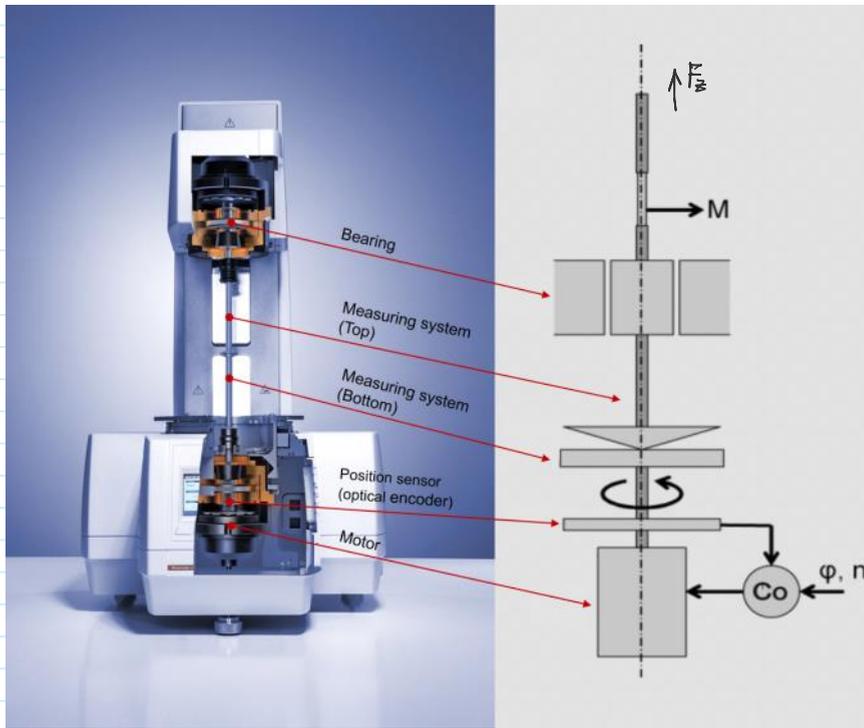
II. 应变控制型 (strain-control)

别名: (切应力控制型)

基本原理: 施加固定的偏转角历史 $\theta(t)$, 通过马达从一端传给试样, 在试样的另一端测量试样的剪切扭矩 $M(t)$ 和轴向力 $F_z(t)$

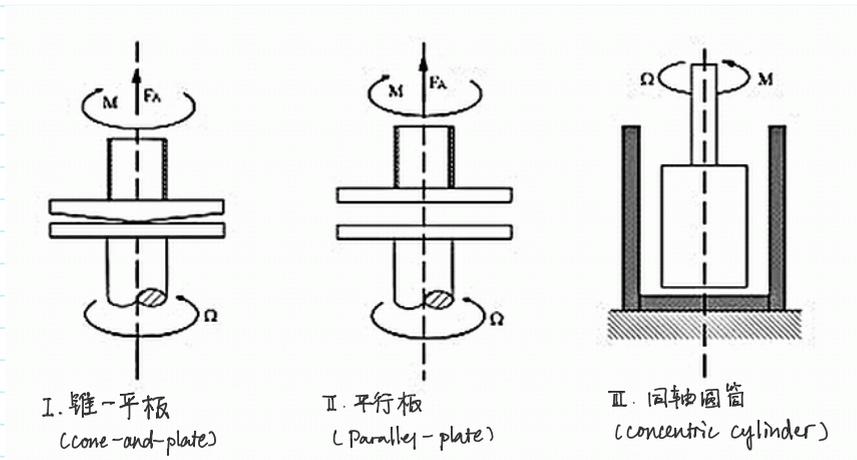
- | | | |
|---|------------------------------|----------------------|
| { | 施加偏转角的元件: 驱动电机 (drive motor) | 命令 $\theta_{cmd}(t)$ |
| | 测量实际偏转角的元件: 光学编码器 | 实际 $\theta(t)$ |
| | 测量扭矩的元件: 扭矩传感器 | } 现代仪器采用反馈原理测量. |
| | 测量轴向力的元件: 力传感器. | |

应变控制型流变仪马达施加的角位移全部传递到试样, 故没有应力控制型流变仪面临的问题。



[Rheological measurements | Anton Paar Wiki \(anton-paar.com\)](http://Anton Paar Wiki (anton-paar.com))

△ 测粘流场的实现方法:

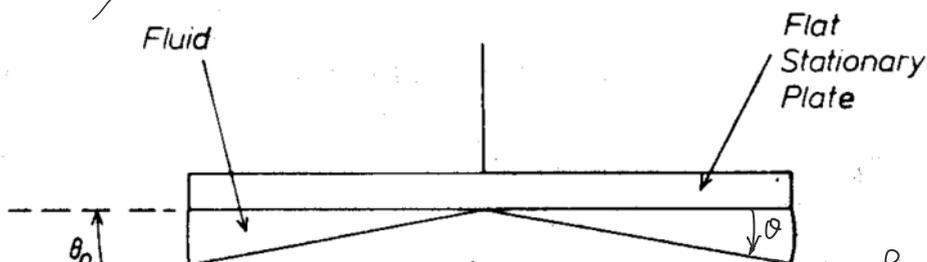


I. 锥-平板 (cone-and-plate) 结构

△ 通过相对旋转能否实现测粘流场?

理论:

流速场 $\vec{v} = (v_r, v_\theta, v_\phi)$

$$\begin{cases} v_r = 0 \\ v_\theta = 0 \\ v_\phi = r \sin \theta \Omega(\theta) \end{cases}, \Omega(\frac{\pi}{2}) = 0, \Omega(\frac{\pi}{2} + \theta_0) = \Omega_1$$


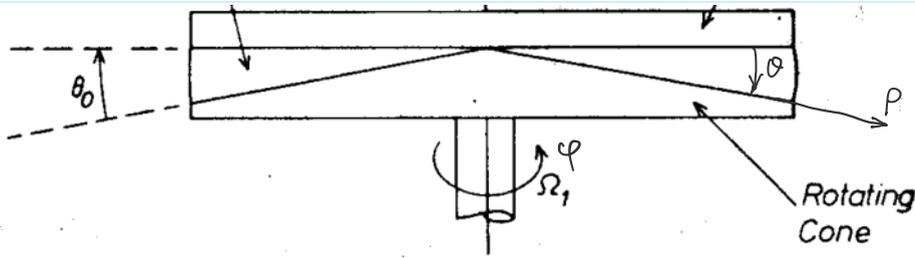


Fig. 4.1 Basic cone-and-plate geometry.

推导表明,若流体能形成上述流速场就是测粘流,其剪切应力是:

$$\dot{\gamma} = \sin \theta \frac{d\Omega}{d\theta}$$

剪切应力是: $\tau_{12} = \tau_{0\theta}$, $N_2 = \tau_{\phi\psi} - \tau_{\theta\theta}$, $N_2 = \tau_{\theta\theta} - \tau_{\phi\phi}$
 $= \dot{\gamma} \eta(\dot{\gamma}) = \dot{\gamma}^2 \eta_2(\dot{\gamma}) = \dot{\gamma}^2 \eta_3(\dot{\gamma})$
 (几乎一切不可压缩复杂流体均成立).

但是,在锥-平板相对旋转时,试样能否形成上述流场?假设锥、平板半径无限大.经过流体流体力学计算发现:

只有在 1) 忽略流体惯量 ($Re \rightarrow 0$)

2) 锥角 θ_0 很小 ($\theta_0 \rightarrow 0$), 此时 $\dot{\gamma} \approx \frac{\Omega_1}{\theta_0}$

时,才可近似认为理论要求的测粘流形成。

实际上锥-平板结构半径有限,试样侧面为与大气接触的自由界面.此时我们常假定:

1) 锥、平板半径均为 a , 并与液面一同形成半径为 a 的球面,球心就是锥顶.

2) 忽略表面张力 (毛细数 $Ca \rightarrow 0$)

则 $\left\{ \begin{array}{l} \text{扭矩 } M = \frac{2\pi a^3}{3} \dot{\gamma} \eta(\dot{\gamma}) \\ \text{作用在一板上的总压强 } F_z / \pi a^2 = N_2 / 2 \end{array} \right. \left\{ \begin{array}{l} \text{这是实验测量量 } (M, F_z) \text{ 与物料函} \\ \text{数的关系式} \end{array} \right.$

在推导过程(略)中还有中间结论:

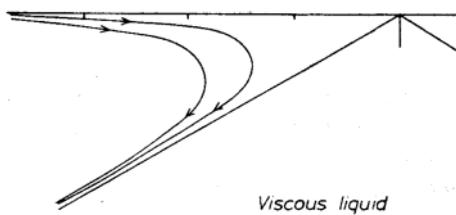
$$\frac{d\bar{p}(p)}{d(\ln p)} = -(N_2 + 2N_3)$$

其中 $\bar{p}(p) = p(p) - p_0$, $p(p)$ 是作用在一板上压强的径向 (p) 分布, p_0 是大气压. 即 $\bar{p}(p)$ 是作用在一板上额外压强的径向分布. 如果可待 $\bar{p}(p)$ 的形式实验测出, 可由上式计算 N_2 . 实际上是使用锥-分板 (cone-partitioned plate) 转子实现的. (Rheol. Acta 57:303(2018))

实际问题:

1) 有限大的 Re : 二次流 (secondary flow) 效应, 研究持续至今.

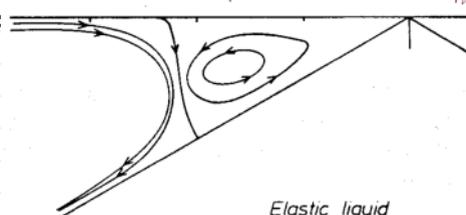
例: 牛顿流体



Viscous liquid

Fig. 4.5 Secondary flows for a Newtonian liquid.

粘弹性流体:



Elastic liquid

Fig. 4.6 Secondary flows for an elastic liquid.

$V_p \neq 0$, $V_\theta \neq 0$. 造成额外的扭矩和轴向力, 依赖转速 Ω_1 , 掺入假象.

照片: J. Fluid Mech. 42:379(1970)

2) 有限大的锥角 θ_0 . 造成 $\dot{\gamma} \neq \frac{\Omega_1}{\theta_0}$

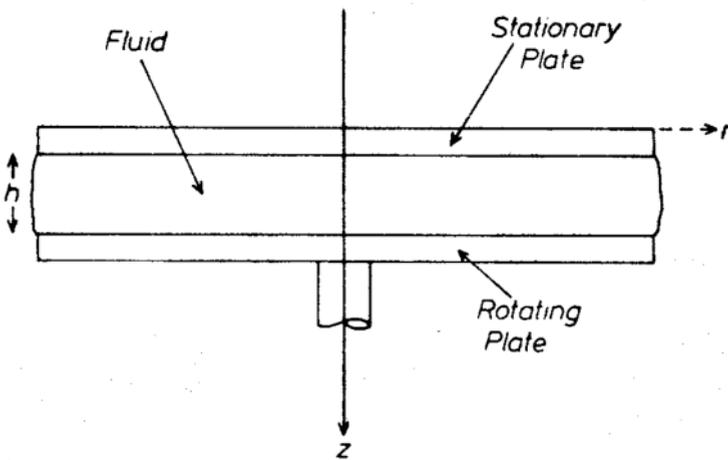
TABLE 4.1

Gap angle (degrees)	Variation of shear rate across gap (%)	Error in using formula $q = \Omega_1 / \theta_0$ (%)
1	0.03	0.02
2	0.21	0.08
3	0.28	0.18
4	0.49	0.32
5	0.77	0.50
7	1.5	0.98
10	3.1	2.0

3) 边缘不理想性

4) 顶部截断处理

II. 平行板 (parallel-plate) 结构.



△: 通过相对旋转能否实现测粘流场?

理论: 流场 $v_r = 0, v_\theta = r\omega(z), v_z = 0$, 其中 $\omega(0) = 0, \omega(h) = \Omega_1$,

是测料流。剪切速率 $\dot{\gamma} = r \frac{d\omega}{dz}$, 剪切应力

$$\tau_{z\theta} = \tau_{\theta z} = r\dot{\gamma}, N_z = \tau_{\theta\theta} - \tau_{zz}, N_\theta = \tau_{zz} - \tau_{rr}$$

达切方程进一步要求: $\dot{\gamma} = \frac{r\Omega_1}{h}$ 且 $\omega = \Omega_1 z/h$ 且 $2\rho r\omega \frac{d\omega}{dz} = 0$, 这自相矛盾, 除非:

忽略流体惯量。 ($\rho\omega \rightarrow 0$)

才可近似认为上述理想测粘流可近似的形成。

此时, 实验测量量 M, F_z 与物料函数的关系仍不直接。假定板半径为 a , 液面与双平板共同形成半径为 a 的圆柱体, 则

$$\begin{cases} \dot{\gamma}(r_a) = \frac{3M}{2\pi a^3 r_a} \left[1 + \frac{1}{3} \frac{d \ln M}{d \ln r_a} \right], & \text{无法进行单点测量。} \\ N_z(r_a) - N_\theta(r_a) = \frac{2F_z}{\pi a^2} \left[1 + \frac{1}{2} \frac{d \ln F_z}{d \ln a} \right] \end{cases}$$

其中

$$\dot{\gamma}_a = \dot{\gamma}(r=a) = \frac{\Omega_1 a}{h}$$

问题: (流体惯量问题所有测量结构都有, 略)。

±) 边缘效应.

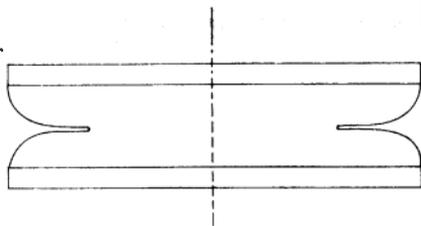


Fig. 4.14 Representation of shear fracture in a parallel-plate rheometer.

III. 同轴圆筒 (concentric cylinder) 结构.

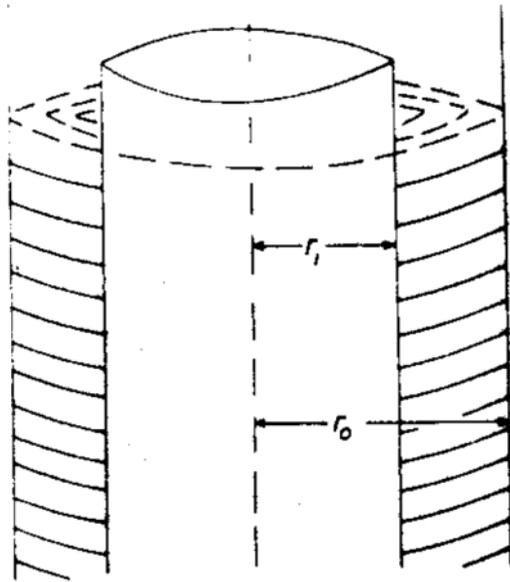


Fig. 4.3 Basic Couette-flow geometry.

理论: 流场 $V_r=0$, $V_\theta = r\omega(r)$, $V_z=0$ 是测粘流. $\omega(r_i) = \Omega_1$, $\omega(r_o) = \Omega_2$

$$\dot{\gamma} = r \frac{d\omega}{dr}$$

$$\tau_{r\theta} = \tau_{\theta r} = \dot{\gamma} \eta(\dot{\gamma}) \quad N_z = \tau_{\theta\theta} - \tau_{rr} = \dot{\gamma}^2 \Psi_1(\dot{\gamma}), \quad N_r = \tau_{rr} - \tau_{\theta\theta} = \dot{\gamma}^2 \Psi_2(\dot{\gamma})$$

忽略惯量 ($Re \rightarrow 0$), 间隙很小 ($r_o - r_i \rightarrow 0$) 时, $\dot{\gamma} \approx \frac{r_i \Delta\Omega}{(r_o - r_i)}$, $\Delta\Omega = \Omega_2 - \Omega_1$

$\tau_{r\theta} \approx \frac{M}{2\pi r_i^2} \approx \frac{M}{2\pi r_o^2}$, 法向应力差效应测量难以实施。

问题:

1) 有限大的间隙:

$$\begin{array}{ll} r_i/r_o = 0.98 & \text{误差 } 4\% \\ & 0.99 & 2\% \end{array}$$

若精确考虑间隙, 则无普适结果, 依赖具体流体本构关系! 数学推导繁琐。

2) 有限高度 (边缘效应)

