

# **Rheologische Charakterisierung von Frischbeton: Entwicklung eines adaptiven Rheometers und Untersuchung wandgleitunterdrückender Messgeometrien**

zur Erlangung des akademischen Grades  
DOKTOR DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)  
der Fakultät für Maschinenbau  
der Universität Paderborn

genehmigte  
DISSERTATION

von  
M.Sc. Sebastian Josch (ehem. Pawelczyk)  
aus Gütersloh

Tag des Kolloquiums: 04. Oktober 2023

Referent: Prof. Dr.-Ing. Hans-Joachim Schmid

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Michael Haist



## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 2018 bis 2022 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik (PVT) an der Universität Paderborn.

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. Hans-Joachim Schmid, möchte ich besonderen Dank für die Möglichkeit dieser Arbeit und die Betreuung während der vergangenen Jahre aussprechen. Seine fortwährende Unterstützung, die produktiven Gespräche und Anregungen sowie der gegebene Freiraum haben erheblich dazu beigetragen, dass ich nie die Motivation verloren habe und meine Ideen in dieser Arbeit verwirklichen konnte. Nicht nur seine fachliche Kompetenz, sondern auch sein äußerst soziales und freundliches Auftreten haben einem durch die nicht immer einfachen Hürden einer Promotion geholfen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Michael Haist möchte ich besonders für die Zusammenarbeit im Rahmen des SPP 2005 „Opus Fluidum Futurum“ sowie für die Übernahme des Korreferats dieser Arbeit danken.

Ein ganz besonderer Dank gilt Dr.-Ing. Steffen Jesinghausen, durch dessen Ratschläge und Unterstützung ich nicht nur beruflich viele wichtige Fortschritte machen und Erkenntnisse ziehen konnte, sondern der mir auch durch seine entgegengebrachte Freundschaft viele schöne Momente beschert hat.

Allen Mitarbeitenden des PVT-Lehrstuhls möchte ich für die gegenseitige Unterstützung und für die schöne gemeinsame Zeit danken. Ein großer Dank gilt Ulrike Herrmann als Ansprechpartnerin für alltägliche und organisatorische Lösungen sowie den Technikern Norbert Krause, Norbert Temborius und Dennis Themm für ihre technischen Ratschläge und ihren Einsatz. Meinen studentischen Mitarbeitern danke ich für ihre Unterstützung, ihre Motivation und ihre Leistungen, die in diese Arbeit eingeflossen sind. Besonders möchte ich mich bei Torben Rütter für den außerordentlichen Einsatz während seiner Masterarbeit bedanken sowie für die gemeinsame und freundschaftliche Zeit im und außerhalb des Büros.

Meinen Eltern Barbara und Georg Pawelczyk danke ich für die jahrelange Unterstützung und möchte betonen, dass ich ohne euch nie so weit gekommen wäre! Der allergrößte Dank gilt jedoch meiner Frau Marie, auf deren fachlichen Rat ich mich immer verlassen konnte, die unendlich viel Geduld und Verständnis gezeigt hat und die in unzähligen Situationen hinter mir stand und immer noch steht.

Herford, Dezember 2023

Sebastian Josch ehem. Pawelczyk



## Zusammenfassung

Auch wenn Beton bereits seit einigen Jahrtausenden verwendet wird, sind seine absoluten rheologischen Eigenschaften bis heute nur wenig erforscht. Dies hängt insbesondere damit zusammen, dass kommerzielle Rheometer aufgrund ihrer Messspaltgröße nicht für Beton geeignet sind. Da die Kenntnis der Betonrheologie für die Bewältigung zukünftiger Herausforderungen jedoch notwendig ist, lag der Hauptfokus dieser Arbeit auf der Entwicklung eines adaptiven koaxialen Betonrheometers, kurz ACCR, zur Bestimmung rheologischer Absolutwerte. Mit dem entwickelten Rheometer konnte, nach erfolgreicher Validierung der Funktionsweise, Beton mit hoher Reproduzierbarkeit rheologisch charakterisiert werden. Dies wurde vor allem durch die baulichen Besonderheiten (rotierende Bodenplatte; adaptive, temperierte Messoberflächen) des ACCR ermöglicht. Aufgrund des vergleichsweise großen Messspalts konnte weiterhin eine neuartige, auf PIV-basierende Methode zur Fließgrenzbestimmung implementiert werden, welche vielversprechende Ergebnisse gezeigt hat. Ein weiterer Fokus der Arbeit lag auf der simulativen Bestimmung von Korrekturwerten für verschiedene, strukturierte Koaxialsysteme, welche für die meisten wandgleitenden Fluide erforderlich sind. Da der simulative Ansatz nur minimale Abweichungen zu aufwändig bestimmten Laborwerten zeigte, konnte abschließend das Fließfeld innerhalb der Strukturen näher charakterisiert werden.

## Summary

Even though concrete has been used for several millennia, its absolute rheological properties are still poorly researched. This is particularly due to the fact that commercial rheometers are not suitable for concrete because of their measuring gap size. However, since the knowledge of concrete rheology is necessary to cope with future challenges, the main focus of this work was the development of an adaptive coaxial concrete rheometer, or ACCR for short, to determine absolute rheological values. After successful validation of the rheometer functionality, concrete could be rheologically characterized with high reproducibility with the developed rheometer. This was possible mainly due to the special constructional features (rotating bottom plate; adaptive, temperature-controlled measuring surfaces) of the ACCR. Furthermore, due to the comparatively large measuring gap, a novel PIV-based method for yield stress measurements could be implemented, which showed promising results. Another focus of the work was the simulative determination of correction values for different structured coaxial systems, which are required for most wall-slipping fluids. Since the simulative approach showed only minute deviations from the elaborately determined laboratory values, the flow field within the structures could be characterized in more detail.



## Vorträge und Publikationen

### Vorträge

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Development of an adaptive rheometer for suspensions with particles up to 5 mm for the scientific characterization of fresh concrete. Gemeinsame Diskussionstagung der Deutschen Rheologischen Gesellschaft (DRG) und der ProcessNet Fachgruppe „Rheologie“: Berlin, 26.-27. Februar, 2019.

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Development of an adaptive rheometer for suspensions with particles up to 5 mm for the scientific characterization of fresh concrete. 2nd International RILEM Conference Rheology and Processing of Construction Materials (RheoCon2) and 9th International RILEM Symposium Self-Compacting Concrete (SCC9): Dresden, 8.-11. September, 2019

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Rheological Characterization of Fresh Concrete - Development of an Adaptive Rheometer and Influence of Sedimentation Prevention Measures. 18th International Congress on Rheology 2020 (ICR): Online Symposium, 14.-17. Dezember, 2020.

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Charakterisierung des Fließverhaltens von Frischbeton – Entwicklung eines adaptiven Rheometers (ACCR) und Einfluss von Maßnahmen zur Sedimentationsprävention. (Poster) Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Mehrphasenströmung und Computational Fluid Dynamics: Online Symposium, 9.-10. März, 2021.

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Rheological Characterization of Fresh Concrete - Development of an Adaptive Rheometer and Influence of Sedimentation Prevention Measures. Annual European Rheology Conference (AERC) 2021: Online Symposium, 13.-15. April, 2021.

PAWELCZYK, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Rheological Characterization of Fresh Concrete Using a Self-Developed Adaptive Coaxial Rheometer. Joint Online Symposium on Rheology: Online Symposium, 3.-4. Mai, 2022.

## Publikationen

PAWELCZYK, S.; KNIEPKAMP, M.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Absolute Rheological Measurements of Model Suspensions: Influence and Correction of Wall Slip Prevention Measures. In: *Materials*, Volume 13, Issue 2, 2020, DOI: 10.3390/ma13020467

HAIST, M.; LINK, J.; NICIA, D.; LEINITZ, S.; BAUMERT, C.; BRONK, T. VON; COTARDO, D.; ESLAMI, M.; FATAEI, S.; GEHLEN, C.; HAUSCHILDT, I.; IVANOVA, I.; JESINGHAUSEN, S.; KLEIN, C.; KRAUSS, H.-W.; LOHAUS, L.; LOWKE, D.; MAZANEC, O.; PAWELCZYK, S.; POTT, U.; RADEBE, N. W.; RIEDMILLER, J. J.; SCHMID, H.-J.; SCHMIDT, W.; SECRIERU, E.; STEPHAN, D.; THIEDEITZ, M.; WILHELM, M.; MECHTCHERINE, V.: Interlaboratory study on rheological properties of cement pastes and reference substances – Comparability of measurements performed with different rheometers and measurement geometries. In: *Materials and Structures*, Volume 53, Article Number 92, 2020, DOI: 10.1617/s11527-020-01477-w

JOSCH, S.; JESINGHAUSEN, S.; DECHERT, C.; SCHMID, H.-J.: Experimental and Simulative Determination and Correction of the Effective Gap Extension in Structured Coaxial Measuring Systems. In: *Rheologica Acta*, 2023, DOI: 10.1007/s00397-023-01383-2

JOSCH, S.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Development of an Adaptive Coaxial Concrete Rheometer (ACCR) and Rheological Characterization of Fresh Concrete. In: *Applied Rheology*, Volume 33, Issue 1, 2023, DOI: 10.1515/arh-2022-0140



---

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b> .....	<b>3</b>
2.1	Rheologische Grundgrößen .....	3
2.2	Fließverhalten von Stoffen .....	5
2.2.1	Belastungsabhängiges Fließverhalten .....	6
2.2.2	Fließgrenze .....	7
2.2.3	Transientes Fließverhalten.....	11
2.2.4	Wandgleiten .....	12
2.3	Rheologie im Koaxialsystem .....	15
2.4	Korrekturen .....	19
2.4.1	Korrektur bei unbekanntem Fließgesetz .....	19
2.4.2	Wandgleitkorrekturen .....	22
2.5	Betonrheologie.....	24
2.5.1	Suspensionsrheologische Besonderheiten .....	26
2.5.2	Transientes Verhalten zementbasierter Suspensionen.....	29
2.5.3	Fließmodelle zur Beschreibung des Fließverhaltens .....	31
<b>3</b>	<b>Stand der Technik</b> .....	<b>35</b>
3.1	Betonrheometer .....	35
3.2	Strukturierte Oberflächen zur Wandgleitverhinderung .....	38
3.2.1	Strukturierte Platte-Platte-Systeme .....	38
3.2.2	Strukturierte Koaxialsysteme .....	41
3.2.3	Zusammenfassende Erkenntnisse .....	42
<b>4</b>	<b>Motivation, Zielsetzung und Struktur der Arbeit</b> .....	<b>45</b>
<b>5</b>	<b>Entwicklung und Inbetriebnahme des ACCR</b> .....	<b>47</b>
5.1	Aufbau des Rheometers .....	47
5.1.1	Grundlegende Dimensionen .....	48
5.1.2	Rotierende Bodenplatte .....	49
5.1.3	Füll- und Entleerungskonzept .....	51
5.1.4	Adaptive Messprofile mit integrierter Temperierung.....	54
5.1.5	Gesamtaufbau und Kenndaten .....	56

---

5.2 Fehlerbetrachtung.....	57
5.2.1 Fehlerquellen .....	58
5.2.2 Fehlerfortpflanzung .....	59
5.3 Inbetriebnahme des Rheometers.....	60
5.3.1 Kalibrierung der Drehzahlsteuerung .....	61
5.3.2 Temperiersysteme des ACCR .....	63
5.3.3 Vergleichsmessungen mit einem kommerziellen Rheometer..	68
<b>6 Rheologie von Frischbeton .....</b>	<b>77</b>
6.1 Zusammensetzung des Frischbetons .....	80
6.2 Versuchsdurchführung.....	82
6.2.1 Misch- und Einfüllvorgang.....	82
6.2.2 Scherratenprofile.....	83
6.3 Vorversuche.....	86
6.3.1 Standardmessverfahren – Aluminiumprofile .....	86
6.3.2 Standardmessverfahren – Aluminium- vs. Edelstahlprofile.....	92
6.3.3 Hysteresemessungen .....	94
6.4 Grenzen des ACCR .....	96
6.5 Rheologische Charakterisierung von SCC.....	99
6.5.1 Charakterisierung von SCC1 .....	101
6.5.2 Charakterisierung von SCC2 .....	105
6.6 Optische Methode zur Fließgrenzbestimmung.....	119
6.6.1 Funktionsweise .....	120
6.6.2 Auswertung mittels PIV-Algorithmen.....	121
6.6.3 Ergebnisse der optischen Fließgrenzbestimmung von Beton	123
<b>7 Simulation des effektiven Spalts in Koaxialgeometrien.....</b>	<b>127</b>
7.1 Methoden und Materialien.....	128
7.1.1 Bestimmung der Korrekturwerte .....	128
7.1.2 Koaxialgeometrien .....	128
7.1.3 Labormessungen .....	130
7.1.4 CFD-Simulation.....	131
7.2 Ergebnisse und Diskussion.....	132
7.2.1 Laborergebnisse .....	132
7.2.2 Simulationsergebnisse .....	136
7.2.3 Übertragung der Radienkorrekturen auf eine Suspension ....	145

---

<b>8 Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>149</b>
<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>153</b>
<b>Anhang.....</b>	<b>165</b>



## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1:	Geschwindigkeitsprofil $u_x(y)$ einer gescherten Flüssigkeit im Zwei-Platten-Modell .....	3
Abbildung 2.2:	Fließkurven unterschiedlichen Fließverhaltens; (1) newtonisch, (2) strukturviskos, (3) dilatant, (4) Bingham-Fluid [Mez12] .....	7
Abbildung 2.3:	Schematische Darstellung der Messwerte zur Fließgrenzermittlung in einem logarithmischen $\gamma$ - $\tau$ -Diagramm .....	10
Abbildung 2.4:	Schematische Darstellung zur Ermittlung der Fließgrenze $\tau_y$ in einem logarithmischen $\gamma$ - $\tau$ -Diagramm; (a) Ein-Tangenten-Methode; (b) Zwei-Tangenten-Methode.....	11
Abbildung 2.5:	Schematische Darstellung des (partiell) thixotropen und (partiell) rheopexen Fließverhaltens .....	12
Abbildung 2.6:	(a) Wahres Wandgleiten und (b) scheinbares Wandgleiten in der Profilansicht zwischen zwei Platten.....	13
Abbildung 2.7:	(a) Scheinbares Wandgleiten von Suspensionen unter Ausbildung einer partikelverarmten Schicht $\sigma$ ; (b) Verhindern von Wandgleiten durch Einsatz von profilierten Wänden.....	14
Abbildung 2.8:	Schematische Darstellung eines Koaxialsystems mit Außenradius $R_a$ , Innenradius $R_i$ und Länge $L$ .....	16
Abbildung 2.9:	Schematische Darstellung der Scherung eines Fluidelements im Messspalt eines Couette-Systems.....	16
Abbildung 2.10:	Mengenanteil der einzelnen Reaktionsprodukte nach Kontakt des Zements mit Wasser (nach [Ver02]) .....	25
Abbildung 2.11:	Relative Viskosität $\eta_r$ über dem Volumenanteil $\phi$ der Partikeln für verschiedene Partikelformen (nach [Bar00]) .....	27
Abbildung 2.12:	Strukturbruchmodell zementbasierter Systeme (nach [Ban91b]) .....	30
Abbildung 2.13:	Schematische Veranschaulichung der dynamischen Fließgrenze $\tau_{y,d}$ und der statischen Fließgrenze $\tau_{y,s}$ einer zementbasierten Suspension.....	31
Abbildung 5.1:	Schematische Darstellung des ACCR (Maße in $mm$ ); AE = Antriebseinheit, SE = Steuereinheit .....	48

---

Abbildung 5.2:	Schnittdarstellung der zweistufigen Dichtung am Boden des Rheometers zur Abdichtung der rotierenden Antriebswelle .....	51
Abbildung 5.3:	Schnittdarstellung des Rheometers zur Veranschaulichung der Entleerung durch Verfahren der Bodeneinheit; links geschlossen, rechts geöffnet .....	52
Abbildung 5.4:	Schnittdarstellung der Einfüllhilfe für Frischbeton .....	53
Abbildung 5.5:	CAD-Konstruktion der Kühlprofile .....	54
Abbildung 5.6:	Rückseite der (äußeren) Messprofile mit integrierter Kühlschlange .....	55
Abbildung 5.7:	Gesamtaufbau des ACCR; links als Foto, Einfüllhilfe und Spritzschutz demontiert; rechts als CAD-Konstruktion .....	57
Abbildung 5.8:	Abweichungen der Istwerte von den Sollwerten für Bodenplatte und Innenzylinder; (a) unkorrigierte Werte, (b) korrigierte Werte .....	62
Abbildung 5.9:	Schnittdarstellung der verschiedenen Temperiersysteme; (a) externe Temperierung; (b) interne Temperierung .....	64
Abbildung 5.10:	Temperaturverläufe für das externe und das interne Temperiersystem; (a) Wasser im Rheometerspalt; (b) Zulauf (ZL) und Rücklauf (RL) des Kühlwassers .....	64
Abbildung 5.11:	Auftragung von $\ln(T - T_{KW})$ über der Zeit $t$ für die externe und die interne Temperierung .....	66
Abbildung 5.12:	Auftragung von $\ln(T - T_{KW})$ über der Zeit $t$ ab $t = 180$ s für (a) die externe und (b) die interne Temperierung inklusive linearer Regression .....	67
Abbildung 5.13:	Fließkurven einer wässrigen Zuckerlösung mit $\omega_m = 0,74$ , gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501 .....	70
Abbildung 5.14:	Fließkurven eines Cremebads, gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501 in zwei Messesequenzen bei (a) $T = 19,75 \pm 0,05$ °C und (b) $T = 20,30 \pm 0,10$ °C .....	71
Abbildung 5.15:	Fließkurven einer Suspension bestehend aus Cremebad und Polyamidpartikeln mit $\phi = 0,3$ , gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501 .....	73
Abbildung 5.16:	Fließkurven von Mayonnaise, gemessen mit dem ACCR und dem MCR; Mittelwerte der jeweiligen Einzelmessungen gekennzeichnet durch 1. EM, 2. EM und 3. EM .....	74

Abbildung 6.1:	Sieblinien für ein Größtkorn von (a) 8 mm nach DIN 1045-2 und (b) 4 mm .....	80
Abbildung 6.2:	Repräsentative Werte von SCC, gemessen im Standardmessverfahren mit modifizierten Aluminiumprofilen (SCC1-ALM-195-S1-ET-T) .....	87
Abbildung 6.3:	Repräsentative Mittelwerte der ersten drei Einzelmessungen von SCC aus den ersten beiden Messesequenzen; gefittet mit dem Bingham-Modell, dem Herschel-Bulkley-Modell und dem modifizierten Bingham-Modell (SCC1-ALM-195-S1-ET-T).....	90
Abbildung 6.4:	Repräsentative Werte der Vergleichsmessungen zwischen Aluminium- (AL) und Edelmessprofilen (ES) bei gleicher Nuttiefe (SCC1-AL-275-S1-ET-T; SCC1-ES-275-S1-ET-T) .....	92
Abbildung 6.5:	Repräsentative Werte der Hysteresemessungen von SCC (SCC1-ES-275-H-ET-T) .....	94
Abbildung 6.6:	Schematische Darstellung der winkelgeschwindigkeits- und fließgrenzabhängigen Spaltverkleinerung durch Stagnation von $R_{a,0}$ auf $R_a(\omega, \tau_y)$ bei Vorliegen von $\tau_y > \tau_a$ aus der Schnittansicht mit Schubspannungsverlauf (links) und der Draufsicht (rechts).....	97
Abbildung 6.7:	Repräsentative Werte der Betonmischung aus den Vorversuchen (SCC1), gemessen mit dem verbesserten ACCR, jedoch mit alter Vorscherung (SCC1-ES-275-S1-IT-F) .....	102
Abbildung 6.8:	Detailansicht der niedrigen Scherraten für die mit dem verbesserten ACCR gemessene Betonmischung aus den Vorversuchen (SCC1) (SCC1-ES-275-S1-IT-F) .....	103
Abbildung 6.9:	Repräsentative Werte der angepassten Betonmischung für die ersten Einzelmessungen der 15 Messesequenzen (SCC2-ES-275-S2-IT-F) .....	106
Abbildung 6.10:	Repräsentative Werte der angepassten Betonmischung für die zweiten Einzelmessungen der 15 Messesequenzen (SCC2-ES-275-S2-IT-F) .....	107
Abbildung 6.11:	Ausgewählte, repräsentative Werte der angepassten Betonmischung der (a) ersten Einzelmessungen und (b) der zweiten Einzelmessungen (SCC2-ES-275-S2-IT-F)...	108

Abbildung 6.12:	Verlauf der Variationskoeffizienten $v$ der ausgewählten Messwerte über der Scherrate für die ersten Einzelmessungen ( $v_1$ ) und die zweiten Einzelmessungen ( $v_2$ ).....	108
Abbildung 6.13:	Repräsentative Mittelwerte der ausgewählten Messesequenzen der ersten und zweiten Einzelmessungen (SCC2-ES-275-S2-IT-F) .....	110
Abbildung 6.14:	Repräsentative Messwerte einer Zusatzmessung mit Erhöhung der Scherrate auf $\dot{\gamma}_{i,s} = 47 \text{ s}^{-1}$ ( $\dot{\gamma}_{rep} = 39,82 \text{ s}^{-1}$ ) (SCC2-ES-275-S2-IT-F) .....	110
Abbildung 6.15:	Gemittelter Drehmomentverlauf über der Zeit für die ersten fünf Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 - 34,74 \text{ s}^{-1}$ ) für die ersten beiden Einzelmessungen; die vertikalen Linien bei $t_1 = 21 \text{ s}$ und $t_2 = 25 \text{ s}$ kennzeichnen den Bereich der Messwertauswertung für die erste Scherrate .....	111
Abbildung 6.16:	Repräsentative Mittelwerte der ausgewählten Messesequenzen der ersten und zweiten Einzelmessungen unter Einschränkung des Scherratenbereichs aufgrund auftretender Störeinflüsse; gefittet mit dem Bingham-Modell (B), dem Herschel-Bulkley-Modell (HB) und dem modifizierten Bingham-Modell (MB) (SCC2-ES-275-S2-IT-F).....	113
Abbildung 6.17:	Schematische Darstellung des Zylinder-Sedimentationsversuchs (nach [Low03]) .....	117
Abbildung 6.18:	CAD Konstruktion der Probelanze; links = unten, rechts = oben.....	118
Abbildung 6.19:	Partikelgrößenverteilungen der Probenbecher (A1 – A4) für eine repräsentative Messung (Siebmaschenweite $700 \mu\text{m}$ ).....	119
Abbildung 6.20:	Schematische Darstellung des Auftretens des gescherten (ausgefüllte Fläche) und ungescherten (schraffierte Fläche) Bereichs im Rheometerspalt aufgrund des Schubspannungsverlaufs und Unterschreiten der Fließgrenze .....	120
Abbildung 6.21:	Beispielhafte Ergebnisse der Anwendung des PIV-Algorithmus auf den Messspalt, orangene Vektoren sind interpolierte Werte; (a) Doppelbild; (b) mittleres Bild aus allen 480 Doppelbildern .....	121



Abbildung 6.22:	Schematische Darstellung der Auswertung über die poly-lines (gelb); (a) Erstellung der Messwerte im Messspalt; (b) Erstellung des Grenzwerts für die Auswertung.....	122
Abbildung 6.23:	Ermittlung der Distanz $H_y$ vom Außenzylinder bis zum Auftreten der Fließgrenze über die Grenzgeschwindigkeit $u_{grenz}$ am Beispiel der Messung 13 für eine Scherrate von $\dot{\gamma}_{i,s} = 2 \text{ s}^{-1}$ .....	123
Abbildung 7.1:	(a) CAD-Konstruktion eines beispielhaften, strukturierten Messsystems; (b) schematische Darstellung der Nut- und Spaltmaße des System r0652...	130
Abbildung 7.2:	Einzelmessungen und Mittelwert für das Silikonöl AK 5000, gemessen mit dem CC27-Messsystem bei $T = 20,0 \text{ }^\circ\text{C}$ ( $\Delta T < 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ ); (a) Schubspannung über Scherrate; (b) Viskosität über Scherrate .....	133
Abbildung 7.3:	Normierte Viskositäten $\eta_n$ über der Scherrate $\dot{\gamma}$ für das Silikonöl AK 5000 für (a) schmale Nuten ( $B = 1,1 \text{ mm}$ ) und (b) breite Nuten ( $B = 2,1 \text{ mm}$ ).....	134
Abbildung 7.4:	Radienkorrektur $\Delta R$ über der Nuttiefe $D$ für (a) schmale ( $B = 1,1 \text{ mm}$ ) und (b) breite Nuten ( $B = 2,1 \text{ mm}$ ).....	134
Abbildung 7.5:	Korrigierte (korr) und unkorrigierte (unkorr) Werte der normierten Viskosität $\eta_n$ über der Scherrate $\dot{\gamma}$ für das Silikonöl AK 1000, berechnet über die für das Silikonöl AK 5000 bestimmten Radienkorrekturen für (a) schmale und (b) breite Nuten .....	136
Abbildung 7.6:	Schematische Darstellung der Bereiche für die Berechnung des Sekundärströmungsfeldes im Messspalt.....	139
Abbildung 7.7:	Fließfeld (hohe Scherraten, $\dot{\gamma} = 82,7 \text{ s}^{-1}$ ) im Messspalt mit den entsprechenden Geschwindigkeitsvektoren für zwei gegenüberliegende Nuten des Systems r0651; (a) Gesamtes Strömungsfeld; (b) Sekundärströmungsfeld ....	140
Abbildung 7.8:	(a) Schematische Darstellung zur Berechnung der Eindringtiefe in der Mitte einer Außennut des Systems r0651 mit dem Außenradius (gepunktete Linie), der Linie für den Geschwindigkeitsplot (volle Linie) von $R_a$ in die Nut und der berechneten Eindringtiefe (gestrichelte Linie, schematisch); (b) Sekundär-Umfangsgeschwindigkeit $u_c$ über dem Radius ( $R_a = 0$ bis Nutende) mit der markierten Eindringtiefe bei $u_c = 0$ für das System r0651 .....	141

Abbildung 7.9:	Eindringtiefe $\theta$ über der normierten Nutbreite $B_n$ für die inneren und äußeren Nuten der Systeme (a) r0651 und (b) r0652 für den Fall hoher Scherraten bei zwei direkt gegenüberliegenden Nuten.....	141
Abbildung 7.10:	Überlappungsmöglichkeiten der Nuten von Innen- und Außenzylinder im betrachteten Viertelkreis, beispielhaft für das System r0651.....	143
Abbildung 7.11:	Scheinbare und wahre Viskositätswerte über der Scherrate für eine Suspension aus 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln in AK 5000 .....	146
Abbildung 7.12:	Korrigierte und unkorrigierte normierte Viskositäten $\eta_n$ über der Scherrate $\dot{\gamma}$ für eine Suspension (AK 5000 mit 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln), korrigiert mit den für das AK 5000 bestimmten Radienkorrekturen für (a) schmale Nuten und (b) breite Nuten.....	147
Abbildung A 1.1:	Drehmoment $M_d$ über Scherrate am Innenzylinder $\dot{\gamma}_i$ für SCC und CVC; gemessen über den internen Leistungsverbrauch des Elektromotors.....	166
Abbildung A 2.1:	Dichteverteilung $q_3(x)$ und Summenverteilung $Q_3(x)$ der PA6-Partikeln der für die Vergleichsmessungen hergestellten, strukturviskosen Suspension.....	167
Abbildung A 2.2:	Mikroskopaufnahmen der PA6-Partikeln der für die Vergleichsmessungen hergestellten, strukturviskosen Suspension mit unterschiedlichen Fokussen auf (a) große Partikeln und (b) kleine Partikeln.....	167

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1:	Übersicht der in den Round-Robin-Tests verwendeten Betonrheometer .....	36
Tabelle 5.1:	Fehlerquellen inklusive Nennbereiche und Toleranzen .....	59
Tabelle 5.2:	Fließgrenzen $\tau_y$ von Mayonnaise für die Mittelwerte der jeweiligen Einzelmessungen (1. EM, 2. EM, 3. EM), gemessen mit dem ACCR und dem MCR, entnommen aus dem gefitteten Herschel-Bulkley-Modell.....	75
Tabelle 6.1:	Kürzel der Messparameter.....	79
Tabelle 6.2:	Mischvorgang .....	83
Tabelle 6.3:	Standardmessverfahren für die verschiedenen Untersuchungen .....	85
Tabelle 6.4:	Modellparameter des Bingham-, Herschel-Bulkley- und modifizierten Bingham-Modells für die Fits an die Mittelwerte der ersten drei Einzelmessungen, Zeit $t_0$ entspricht der Startzeit einer Einzelmessung bezogen auf die Wasserzugabe beim Mischvorgang (SCC1-ALM-195-S1-ET-T) .....	91
Tabelle 6.5:	Temperaturwerte der Einzelmessungen für alle hier durchgeführten vier Messsequenzen inklusive der Startzeiten $t_0$ der Einzelmessungen (SCC1-ES-275-S1-IT-F).....	101
Tabelle 6.6:	Modellparameter des Bingham-, Herschel-Bulkley- und modifizierten Bingham-Modells für die Fits an die Mittelwerte ersten zwei Einzelmessungen inklusive der Startzeiten $t_0$ der Einzelmessungen (Zeit zwischen erstem Wasser-Zement-Kontakt und Start der Einzelmessung) (SCC2-ES-275-S2-IT-F).....	114
Tabelle 6.7:	Fließgrenzen $\tau_y$ der Messungen 13-16; ermittelt über die optische Fließgrenzmethode für jede untersuchte Scherrate $\dot{\gamma}_{i,s}$ inklusive des Mittelwerts $\tau_{y,m}$ ; ermittelt über die gängigen Fließmodelle inklusive der Angabe der Abweichungen zum optisch bestimmten Mittelwert ....	125
Tabelle 7.1:	Abmessungen der verwendeten Koaxialsysteme, vgl. Abbildung 7.1 .....	129
Tabelle 7.2:	Messprogramm der Labormessungen .....	131
Tabelle 7.3:	Fitparameter der linearen Regression für AK 1000, AK 5000 und die Suspension .....	133

---

Tabelle 7.4:	Über den Scherratenbereich gemittelte Abweichungen der korrigierten Viskosität von der Referenzviskosität für das Silikonöl AK 1000, berechnet mit den für das AK 5000 ermittelten Radiankorrekturen.....	136
Tabelle 7.5:	Referenzviskosität $\eta_{ref}$ (CC27) und simulierte Viskosität $\eta_{sim}$ des Silikonöls AK 5000 für drei Scherraten mit den dazugehörigen Abweichungen.....	137
Tabelle 7.6:	Laborviskosität $\eta_{lab}$ und simulierte Viskosität $\eta_{sim}$ des Silikonöls AK 5000 bei drei repräsentativen Scherraten mit den dazugehörigen Abweichungen.....	138
Tabelle 7.7:	Gemittelte Eindringtiefen $\theta_m$ aller Messsysteme für Innen- und Außennuten .....	142
Tabelle 7.8:	Maximale Eindringtiefen $\theta_{max}$ in der Nutmitte für verschiedene Fälle sowie das Verhältnis aus maximaler Eindringtiefe $\theta_{max}$ zur Nuttiefe $D$ ;	144
Tabelle 7.9:	Über alle Scherraten gemittelte Abweichungen der korrigierten Viskosität von den Referenzwerten für eine Suspension bestehend aus 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln und AK 5000; korrigiert mit den für AK 5000 ermittelten Radiankorrekturen.....	147
Tabelle A 3.1:	Zusammensetzung des SCC1 für ein Volumen von 17 l, $w/c = 0,35$ .....	168
Tabelle A 3.2:	Angedickte Zusammensetzung des SCC2 für ein Volumen von 17 l, $w/c = 0,35$ .....	168
Tabelle A 3.3:	Zusammensetzung des CVC für ein Volumen von 17 l, $w/c = 0,5$ .....	169

## Symbole und Indizes

### Lateinische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
$A$	$m^2$	Fläche
$A_H$	$J$	Hamaker-Konstante
$A_m$	$m^2$	Mittlere Wärmeübertragungsfläche
$b$	–	y-Achsenabschnitt
$B$	$m$	Nutbreite
$B_n$	–	Normierte Nutbreite
$c$	$Pa \cdot s^2$	Koeffizient mod. Bingham-Modell
$c_p$	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$	Wärmekapazität
$c_m$	$kg \cdot m^{-3}$	Massenkonzentration
$d_E$	$m$	Projektionsflächenäquivalenter Durchmesser
$d_i$	$m$	Innendurchmesser
$d_m$	$m$	Mittlerer Partikeldurchmesser
$d_{mod,3}$	$m$	Modalwert Partikelgrößenverteilung
$d_{max}$	$m$	Maximale Partikelgröße
$d_{50,3}$	$m$	Medianwert Partikelgrößenverteilung
$D$	$m$	Nut- bzw. Strukturtiefe
$D_a$	$m$	Nut- bzw. Strukturtiefe außen
$D_i$	$m$	Nut- bzw. Strukturtiefe innen
$f$	–	Vorfaktor Fließgrenzmodell
$F_T$	$N$	Tangentialkraft
$h_{ges}$	$m$	Gesamthöhe
$h_Z$	$m$	Zylinderhöhe
$H$	$m$	Plattenabstand bzw. Messspalt
$H_g$	–	Funktion Partikelgeometrie/-abstand
$H_y$	$m$	Distanz vom Außenzylinder zu $R_y$
$i$	–	Übersetzung; Laufindex Summenzeichen

---

$k$	$Pa \cdot s^n$	Konsistenz Herschel-Bulkley-Modell
$k_p$	$m^2$	Permeabilität
$k_W$	$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$	Wärmedurchgangskoeffizient
$L$	$m$	Länge Innenzylinder Rheometer
$m$	$kg$	Masse
$\Delta m$	–	Sedimentationsgrad
$M$	–	Steigung
$M_d$	$Nm$	Drehmoment
$M_{d,max}$	$Nm$	Maximales Drehmoment
$M_{d,n}$	$Nm$	Bemessungsdrehmoment
$n$	–	Fließexponent; Endwert Summenzeichen
$N$	$s^{-1}$	Drehzahl
$N_n$	$s^{-1}$	Bemessungsdrehzahl
$p$	$Pa$	Druck
$q_0$	$m^{-1}$	Anzahlverteilung
$\dot{Q}$	$W$	Wärmestrom
$r$	$m$	Unbestimmter Radius
$R_c$	$m$	Krümmungsradius an Partikelkontakten
$R_a$	$m$	Außenradius
$R_{a,0}$	$m$	Ursprünglicher Außenradius
$R_i$	$m$	Innenradius
$R_m$	$m$	Mittlerer Radius
$R_{rep}$	$m$	Repräsentativer Radius
$R_y$	$m$	Fließgrenzradius
$R^2$	–	Fehlerquadratsumme
$\Delta R$	$m$	Radienkorrektur
$s$	$m$	Partikelabstand
$t$	$s$	Zeit
$\Delta t$	$s$	Zeitintervall
$T$	$K$	Temperatur
$T_{KW}$	$K$	Temperatur Kühlwasser

$T_m$	$K$	Mittlere Temperatur
$T_{max}$	$K$	Maximale Temperatur
$T_{min}$	$K$	Minimale Temperatur
$T_{RL}$	$K$	Temperatur Rücklauf
$T_{ZL}$	$K$	Temperatur Zulauf
$T_0$	$K$	Starttemperatur
$\Delta T$	$K$	Temperaturdifferenz
$u$	$m \cdot s^{-1}$	Geschwindigkeit
$u_{abs}$		Absolute Messunsicherheit
$u_c$	$m \cdot s^{-1}$	Umfangsgeschwindigkeit
$u_{grenz}$	$m \cdot s^{-1}$	Grenzgeschwindigkeit zur Ermittlung von $\tau_y$
$u_G$	$m \cdot s^{-1}$	Gleitgeschwindigkeit
$u_{G,a}$	$m \cdot s^{-1}$	Gleitgeschwindigkeit Außenzylinder
$u_{G,i}$	$m \cdot s^{-1}$	Gleitgeschwindigkeit Innenzylinder
$u_i$	–	Messunsicherheit der Fehlergröße $i$
$u_{rel}$	–	Relative Messunsicherheit
$u_{m,rel}$	–	Mittlere relative Messunsicherheit
$u_x$	$m \cdot s^{-1}$	Geschwindigkeit in x-Richtung
$U$	$V$	Spannung
$v$	–	Variationskoeffizient
$v_m$	–	Mittlerer Variationskoeffizient
$v_{max}$	–	Maximaler Variationskoeffizient
$V$	$m^3$	Volumen
$V_{ges}$	$m^3$	Gesamtvolumen
$V_i$	$m^3$	Einzelvolumen
$w/c$	$kg \cdot kg^{-1}$	Wasserzementwert
$x$	–	Laufkoordinate
$x_i$	–	Fehlergröße
$y$	–	Laufkoordinate

## Griechische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
$\alpha$	$^{\circ}$	Winkel
$\beta$	—	Geometrieparameter
$\gamma$	—	Scherung
$\dot{\gamma}$	$s^{-1}$	Scherrate
$\dot{\gamma}_i$	$s^{-1}$	Scherrate am Innenzylinder
$\dot{\gamma}_{i,s}$	$s^{-1}$	Scheinbare Scherrate am Innenzylinder
$\dot{\gamma}_m$	$s^{-1}$	Mittlere Scherrate
$\dot{\gamma}_{mak}$	$s^{-1}$	Makroskopische Scherrate
$\dot{\gamma}_{mik}$	$s^{-1}$	Mikroskopische Scherrate
$\dot{\gamma}_{rep}$	$s^{-1}$	Repräsentative Scherrate
$\dot{\gamma}_s$	$s^{-1}$	Scheinbare Scherrate
$\delta, \delta'$	$m$	Effektive Spaltvergrößerung
$\varepsilon$	—	Transformationskoeffizient
$\eta$	$Pa \cdot s$	(Dynamische) Viskosität
$\eta_{korr}$	$Pa \cdot s$	Korrigierte Viskosität
$\eta_{lab}$	$Pa \cdot s$	Im Labor gemessene Viskosität
$\eta_n$	—	Normierte Viskosität
$\eta_N$	$Pa \cdot s$	Newtonische Viskosität
$\eta_{pl}$	$Pa \cdot s$	Plastische Viskosität
$\eta_r$	—	Relative Viskosität
$\eta_{ref}$	$Pa \cdot s$	Referenzviskosität
$\eta_s$	$Pa \cdot s$	Scheinbare Viskosität
$\eta_{sim}$	$Pa \cdot s$	Simulierte Viskosität
$\eta_w$	$Pa \cdot s$	Wahre Viskosität
$\eta_0$	$Pa \cdot s$	Viskosität Matrixfluid
$[\eta]$	—	Intrinsische Viskosität
$\theta$	$m$	Eindringtiefe
$\theta_m$	$m$	Mittlere Eindringtiefe



---

$\theta_{max}$	$m$	Maximale Eindringtiefe
$\kappa$	—	Radienverhältnis
$\lambda$	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
$\nu$	$m^2 \cdot s^{-1}$	Kinematische Viskosität
$\rho$	$kg \cdot m^{-3}$	Dichte
$\sigma$	$m$	Gleitschichtdicke
$\sigma_h$	$m$	Schichtdicke eines adsorbierten Polymers
$\tau$	$Pa$	Schubspannung
$\tau_a$	$Pa$	Schubspannung am Außenzylinder
$\tau_i$	$Pa$	Schubspannung am Innenzylinder
$\tau_{i,s}$	$Pa$	Scheinbare Schubspannung am Innenzylinder
$\tau_m$	$Pa$	Mittlere Schubspannung
$\tau_{rep}$	$Pa$	Repräsentative Schubspannung
$\tau_y$	$Pa$	Fließgrenze
$\tau_{y,d}$	$Pa$	Dynamische Fließgrenze
$\tau_{y,s}$	$Pa$	Statische Fließgrenze
$\phi$	—	Volumenanteil
$\phi_{max}$	—	Maximale Packungsdichte
$\phi_P$	—	Perkolationsschwelle
$\omega$	$rad \cdot s^{-1}$	Winkelgeschwindigkeit
$\omega_a$	$rad \cdot s^{-1}$	Winkelgeschwindigkeit außen
$\omega_F$	$rad \cdot s^{-1}$	Fließanteil Winkelgeschwindigkeit
$\omega_G$	$rad \cdot s^{-1}$	Gleitanteil Winkelgeschwindigkeit
$\omega_i$	$rad \cdot s^{-1}$	Winkelgeschwindigkeit innen
$\omega_m$	—	Massenanteil



## Abkürzungen

ACCR	Adaptive Coaxial Concrete Rheometer
AE	Antriebseinheit
AGI	Außenwand gegenüber Innenwand
AL	Aluminium
ALM	Aluminium mit Messingflachstangen
B	Bingham (Modell)
CAD	Computer Aided Design
CFD	Computational Fluid Dynamics
CVC	Conventional Vibrated Concrete
EM	Einzelmessung
ES	Edelstahl
ET	Externe Temperierung
F	Verwendung einer Förderschnecke
GG	Gegenüber
H	Hysteresemessung
HB	Herschel-Bulkley (Modell)
IGA	Innenwand gegenüber Außenwand
IT	Interne Temperierung
KW	Kühlwasser
MB	Modifiziertes Bingham (Modell)
MRF	Multiple Reference Frame
NSR	Negative Scherratenrampe
PIV	Particle Image Velocimetry
PSR	Positive Scherratenrampe
RL	Rücklauf
S1	Standardmessverfahren Vorversuche
S2	Standardmessverfahren Rheologische Charakterisierung
SCC	Self-Compacting Concrete
SCC1	Self-Compacting Concrete ohne Verdicker

SCC2	Self-Compacting Concrete mit Verdicker
SE	Steuereinheit
STL	Stereolithografie / Standard Triangle Language
T	Verwendung von Trichtern
TTL	Transistor-Transistor-Logik
ZL	Zulauf
195	Messspalt von 19,5 <i>mm</i> (nur bei Nutzung von ALM)
275	Messspalt von 27,5 <i>mm</i>

# 1 Einleitung

Beton ist mit einem Zementbedarf von rund 4,65 Mrd. Tonnen weltweit der meistgenutzte Baustoff und hat sich in seiner Zusammensetzung seit den frühen Anfängen vor einigen Jahrtausenden mit den stetig wachsenden Herausforderungen immer weiterentwickelt [Meh14; Jah18]. Die anfänglichen „Betone“ verfügten über nichthydraulische Bindemittel, sodass sie nur an der Luft aushärten konnten und nicht wasserbeständig waren. Bedeutende Fortschritte erzielten die Römer mit der Entdeckung puzzolanbasierter Bindemittel, welche hydraulisch abbindend und dadurch wasserbeständig waren. Während römischer Beton, auch als „opus caementicium“ bezeichnet, neben dem hydraulischen Bindemittel weiterhin aus vulkanischer Asche und verschiedenen Aggregaten bestand [Pal19], werden heutzutage zusätzlich zu Zement und Aggregaten eine Vielfalt an Zusatzstoffen und Zusatzmitteln eingesetzt [Küc17]. Diese Vielfalt an Zusätzen ermöglicht es, die Betoneigenschaften nahezu perfekt für bereits etablierte technische Anwendungen maßzuschneidern. Dennoch führen immer neu aufkommende Anforderungen zu der Notwendigkeit, Beton möglichst nachhaltig zu produzieren, zu gestalten und hinsichtlich seiner Eigenschaften, sei es chemisch, physikalisch oder mechanisch, zu verbessern. Dies betrifft insbesondere die Entwicklung hochfester Betone, das Aufkommen neuer Verarbeitungsmöglichkeiten, wie z. B. den Beton 3D-Druck, die Simulation zur Voraussage des Fließverhaltens in z. B. Schalungen und um Bewehrungen sowie die Reduktion des CO<sub>2</sub>-Fußabdrucks. Um diese Herausforderungen zu bewältigen, ist ein tiefgehendes Verständnis der rheologischen Eigenschaften von Beton erforderlich [Rou07; Fer17; Fey17; Rou18; Vas19].

Auch wenn Beton bereits seit vielen Jahren erforscht wird, erweist sich die rheologische Charakterisierung von Frischbeton immer noch als große Herausforderung. Dies hängt einerseits damit zusammen, dass kommerzielle Rheometer nicht für die Anwendung grobkörniger Suspensionen ausgelegt sind und zumeist einen Messspalt im Bereich von nur 1 mm besitzen. Somit wäre allenfalls das Matrixfluid, d. h. der Zementleim, des Betons vermessbar, nicht aber die gesamte Suspension, welche durch die Aggregate ein gänzlich anderes rheologisches Verhalten aufweist als der reine Zementleim. Andererseits ist Beton an sich ein hochkomplexes Material, welches zahlreiche Schwierigkeiten bei der rheologischen Vermessung mit sich bringt. Neben den suspensionsrheologischen Phänomenen, insbesondere dem Wandgleiten, ist dabei die fortwährende, exotherme Reaktion des Betons relevant, welche zu stark zeitabhängigen Eigenschaften führt. Die Anforderungen an die Rheometrie bestehen daher vor allem in der Kompensierung

des Wandgleitens, der effizienten Temperierung, der Verhinderung von Sedimentation und Blockieren sowie der sinnvollen Handhabung des aushärtenden Frischbetons.

Aufgrund der Notwendigkeit für die Zugänglichkeit der rheologischen Beton-eigenschaften sind in der Vergangenheit bereits zahlreiche Messsysteme entwickelt worden. Diese als „Betonrheometer“ bezeichneten Systeme liefern zwar wertvolle Ansätze und ermöglichen die Bestimmung relativer Parameter zum Vergleich unterschiedlicher Betone, eine absolute Messung rheologischer Kenngrößen, die zur Bewältigung neu auftkommender Herausforderungen und zur Stoffwertbestimmung für Simulationen nötig ist, ist damit jedoch äußerst schwierig bzw. gar nicht möglich [Rou12b]. Dies liegt vor allem an den unklar definierten Scherfeldern innerhalb dieser Rheometer, aus denen keine rheologischen Absolutwerte abgeleitet werden können.

Die vorliegende Arbeit fokussiert sich daher auf die Entwicklung und Anwendung eines neuartigen, adaptiven Rheometers zur Bestimmung rheologischer Absolutwerte von Frischbeton, welches die genannten, an die Rheometrie gestellten Anforderungen erfüllen soll. Das Rheometer, im Folgenden als „ACCR“ (Adaptive Coaxial Concrete Rheometer) bezeichnet, besitzt neben austauschbaren, gekühlten Messgeometrien weitere geometrische Besonderheiten, wie z. B. eine rotierende Bodenplatte, welche Störeinflüsse und den Messaufwand reduzieren sollen. Aufgrund der Dimension des entwickelten Rheometers bietet sich zudem die Möglichkeit einer innovativen, optischen Fließgrenzmessung, die direkt in einen normalen Messzyklus integriert werden kann und im Rahmen der hier durchgeführten Betonmessungen analysiert wird. Wie bereits erwähnt, ist auch die Vermeidung von Wandgleiten in der Rheometrie von großer Bedeutung. Vielfach werden dafür strukturierte Messgeometrien eingesetzt, deren Einfluss auf das Fließfeld nur ansatzweise bekannt ist. Daher wird in dieser Arbeit für ausgewählte Geometrien und newtonische, homogene Fluide der genannte Einfluss näher bestimmt, was durch die Kombination von Labormessungen und CFD-Simulationen erfolgt.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Rheologische Grundgrößen

Die Wissenschaft der Rheologie lässt sich wörtlich anhand des Altgriechischen „rhein“, zu Deutsch „fließen“, und „logos“, zu Deutsch „Lehre“, als „Fließlehre“ definieren. Diese Bezeichnung ist jedoch nicht sehr greifbar. Eine präzisere Formulierung für die Rheologie findet sich daher in der Beschreibung als „Wissenschaft von der Deformation und dem Fließen der Stoffe“ [Pah91]. Das Deformations- und Fließverhalten von Materialien ist allgemein betrachtet nicht nur von äußeren Kräften abhängig, sondern auch von chemischen und physikalischen Prozessen. Folglich ist die Rheologie sowohl ein Teilgebiet der Physik als auch der Chemie und ist somit als interdisziplinär zu betrachten [Pah91; Mac94; Mez12].

Grundsätzlich lässt sich die Rheologie anhand der Belastungsart in die Scher- und Dehnrheologie unterteilen. Zwar ist die Dehnrheologie in Anwendungsbereichen von hoher Relevanz, bei denen Dehnströmungen auftreten, z. B. in der Kunststoff- und Lebensmittelverarbeitung, spielt aber in der Rheometrie, welche die Messung rheologischer Eigenschaften beschreibt, im Gegensatz zur Scherrheologie eine eher untergeordnete Rolle. Aus diesem Grund und bedingt durch die Tatsache, dass Dehnströmungen in dieser Arbeit vernachlässigbar sind, wird die Dehnrheologie in diesem Rahmen nicht weiter thematisiert.

In der Scherrheologie kennzeichnen die dynamische Viskosität  $\eta$ , die Schubspannung  $\tau$  und die Scherrate  $\dot{\gamma}$  die wichtigsten Grundgrößen. Eine anschauliche Definition dieser Größen ist über das sogenannte Zwei-Platten-Modell möglich, welches in Abbildung 2.1 dargestellt ist [Pah91; Bar00; Mez12].

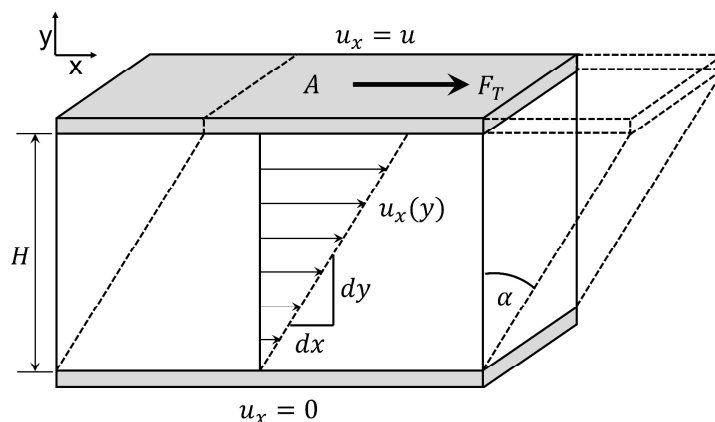


Abbildung 2.1: Geschwindigkeitsprofil  $u_x(y)$  einer gescherten Flüssigkeit im Zwei-Platten-Modell

Das Zwei-Platten-Modell beschreibt den Fall, dass eine Flüssigkeit zwischen zwei Platten mit dem Abstand  $H$  geschert wird, wobei die obere Platte frei beweglich und die untere Platte fest eingespannt ist. Beide Platten sind unendlich ausgedehnt, um Randeffekte auszuschließen, und es herrscht Wandhaftung nach Prandtl. Um das Fluid zu scheren, wird die obere Platte, welche die Fläche  $A$  besitzt, parallel zur Fluid-Platte-Kontaktfläche mit der Kraft  $F_T$  beaufschlagt. Infolgedessen verschiebt sich die obere Platte und übt einerseits eine über die Höhe konstante Schubspannung  $\tau$  auf das Fluid aus, andererseits entsteht ein Geschwindigkeitsprofil  $u_x(y)$  innerhalb des Fluids. Über die so entstehende, laminare Schichtenströmung lassen sich wie folgt sowohl die Schubspannung  $\tau$  als auch die Scherrate  $\dot{\gamma}$  definieren.

Die Schubspannung resultiert aus dem Quotienten der Tangentialkraft  $F_T$  und der Kontaktfläche  $A$  nach Gleichung (2.1).

$$\tau = \frac{F_T}{A} \quad (2.1)$$

Um die Scherrate zu definieren, wird zunächst die Scherung  $\gamma$  betrachtet, welche sich aus dem Quotienten der differentiellen Verschiebung  $dx$  und der Höhe  $dy$  bei Belastung ergibt, vgl. Gleichung (2.2).

$$\gamma = \frac{dx}{dy} = \tan(\alpha) \quad (2.2)$$

Aus dieser Definition folgt zwangsläufig, dass bei fortschreitend konstanter Belastung die Scherung linear mit der Zeit zunimmt. Zugänglicher ist zur Beschreibung des Fließverhaltens von Materialien daher die Scherrate. Diese kann über die zeitliche Ableitung der Scherung unter Berücksichtigung von Gleichung (2.2) und der Formulierung der Geschwindigkeit als  $u_x = dx/dt$  über Gleichung (2.3) beschrieben werden.

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d^2x}{dt \cdot dy} = \frac{du_x}{dy} \quad (2.3)$$

Für das Zwei-Platten-Modell, welches ein lineares Geschwindigkeitsprofil mit den Randbedingungen  $u_x(0) = 0$  und  $u_x(h) = u$  aufweist, folgt somit:

$$\dot{\gamma} = \frac{u}{H} \quad (2.4)$$

Der Zusammenhang der beiden Größen  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  wird über die dynamische Viskosität  $\eta$  als Proportionalitätsfaktor definiert, vgl. Gleichung (2.5).



$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (2.5)$$

Anschaulich lässt sich die Viskosität als ein Maß für die Fließfähigkeit eines Stoffes beschreiben. Dementsprechend ist ein Fluid mit einer höheren Viskosität, wie z. B. Honig, weniger fließfähig als ein Fluid mit einer geringeren Viskosität, wie beispielsweise Wasser. Daher lässt sich für die Viskosität auch vermehrt die Definition finden, dass diese als innerer Reibungswiderstand gegen Fließen aufgefasst werden kann [Bar00].

Wenn der Begriff „Viskosität“ fällt, wird damit üblicherweise auf die dynamische Viskosität  $\eta$  Bezug genommen. Diese ergibt sich aus der Multiplikation der kinematischen Viskosität  $\nu$  eines Stoffes und dessen Dichte  $\rho$ , vgl. Gleichung (2.6) [Pah91]. Im weiteren Verlauf der Arbeit wird vereinfacht nur die Bezeichnung Viskosität für die dynamische Viskosität  $\eta$  gewählt.

$$\eta = \nu \cdot \rho \quad (2.6)$$

Für idealviskose Fluide, welche auch als newtonisch bezeichnet werden, ist die Viskosität bei konstanter Temperatur eine Materialkonstante. Da in der Realität viele Materialien kein idealviskoses Fließverhalten aufweisen, lässt sich die Viskosität meist nur unter Angabe weiterer Parameter, insbesondere der Scherrate, eindeutig festlegen. Da das Fließverhalten von hoher Bedeutung für die Charakterisierung von Fluiden ist, wird dieses im weiteren Verlauf näher diskutiert [Pah91; Mez12].

## 2.2 Fließverhalten von Stoffen

Die Viskosität eines Fluids ist nur in den seltensten Fällen eine Konstante und hauptsächlich von den Parametern Scherrate  $\dot{\gamma}$ , Schubspannung  $\tau$ , Temperatur  $T$ , Druck  $p$  und der Zeit  $t$  abhängig. Bezüglich der Temperaturabhängigkeit lässt sich für einfache Flüssigkeiten, d. h. Flüssigkeiten aus identischen Atomen oder Molekülen, der Zusammenhang beobachten, dass die Viskosität mit steigender Temperatur aufgrund der zunehmenden Brownschen Molekularbewegung sinkt. Die Abnahmerate der Viskosität ist dabei umso stärker ausgeprägt, je höher die ursprüngliche Viskosität der Flüssigkeit ist. In einigen Fällen lässt sich diese Beziehung mathematisch durch einen Arrhenius-Ansatz beschreiben, eine allgemeingültige Formulierung der Temperaturabhängigkeit ist aufgrund des unterschiedlichen Stoffverhaltens jedoch nicht möglich [Pah91; Bar00; Cou14a]. Die Druckabhängigkeit der Viskosität verhält sich dahingehend, dass mit steigendem Druck eine Viskositätssteigerung einhergeht. Allerdings ist dieser Effekt insbesondere bei Flüssigkeiten bedeutend geringer ausgeprägt als bei einer Temperaturerhöhung.

Ein Druckanstieg von Umgebungsdruck auf  $p = 300 \text{ bar}$  bewirkt lediglich eine Viskositätserhöhung, die vergleichbar mit einer Steigerung der Temperatur um ca.  $\Delta T = 1 \text{ K}$  ist [Bar00; Mez12]. Allgemein lässt sich daher schließen, dass der Druckeinfluss nur in den seltensten Fällen von Bedeutung ist und gerade bei geringen Druckunterschieden, wie auch im Rahmen dieser Arbeit, vernachlässigbar ist. Wesentlich bedeutsamer ist die Viskositätsabhängigkeit von anderen Parametern, welche nachfolgend thematisiert werden.

### 2.2.1 Belastungsabhängiges Fließverhalten

Der Großteil aller Fluide weicht vom idealviskosen Fließverhalten, d. h. newtonsches Fließverhalten, ab. Sie werden umfassend als nicht-newtonisch bezeichnet und zeigen im Gegensatz zum newtonischen Fluid unter anderem eine Abhängigkeit der Viskosität von der Belastungsart und der Belastungsstärke. Dieses belastungsabhängige Fließverhalten lässt sich wie folgt klassieren und durch Fließkurven veranschaulichen, vgl. Abbildung 2.2.

Bei den sogenannten strukturviskosen bzw. scherverdünnenden Fluiden, vgl. Abbildung 2.2 (2), sinkt die Viskosität mit zunehmender Scherrate. Die Ursachen für dieses Fließverhalten können Ordnungseffekte von Partikeln (Suspensionen) oder Polymeren (Polymerschmelzen/-lösungen) sein, die den Fließwiderstand reduzieren. Auch Entschlaufungseffekte von Polymeren und eine scherinduzierte Dispergierung von Agglomeraten können für dieses Phänomen relevant sein.

Den gegenteiligen Effekt weisen dilatante bzw. scherverdickende Fluide auf, vgl. Abbildung 2.2 (3). Dieses Verhalten beruht häufig auf mechanischen Verhakungen, wie sie bei Partikeln hochkonzentrierter Suspensionen oder auch bei verzweigten Polymerketten auftreten können, die ein Fließen behindern und somit zu einem Viskositätsanstieg führen. Auch unterkonsolidierte Suspensionen können zu derartigem Verhalten neigen, da erst bei steigender Belastung, d. h. höheren Scherraten, ein weiteres Auspressen des Wassers stattfindet. Folglich wird die Packungsdichte und somit auch die Viskosität der Suspension erhöht, was zu einem entsprechend dilatantem Fließverhalten führt.

Ein besonderes Fließverhalten zeigen Materialien mit Fließgrenze, wie z. B. Bingham-Fluide, vgl. Abbildung 2.2 (4). Bei dieser Art von Fluiden kommt es erst ab einer bestimmten Schubspannung  $\tau_y$ , welche als Fließgrenze bezeichnet wird, zum Fließen des Stoffes, wobei Bingham-Fluide nach Überschreiten dieser Grenze ein plastisch-newtonisches Fließverhalten aufweisen. Ein strukturviskoses oder dilatantes Verhalten nach der Fließgrenze ist ebenso möglich, wird dann jedoch nicht als Bingham-Verhalten bezeichnet. Eine detaillierte Betrachtung der Fließgrenze ist im nachfolgenden Kapitel zu finden [Pah91; Mac94; Bar00; Mez12; Cou14a].

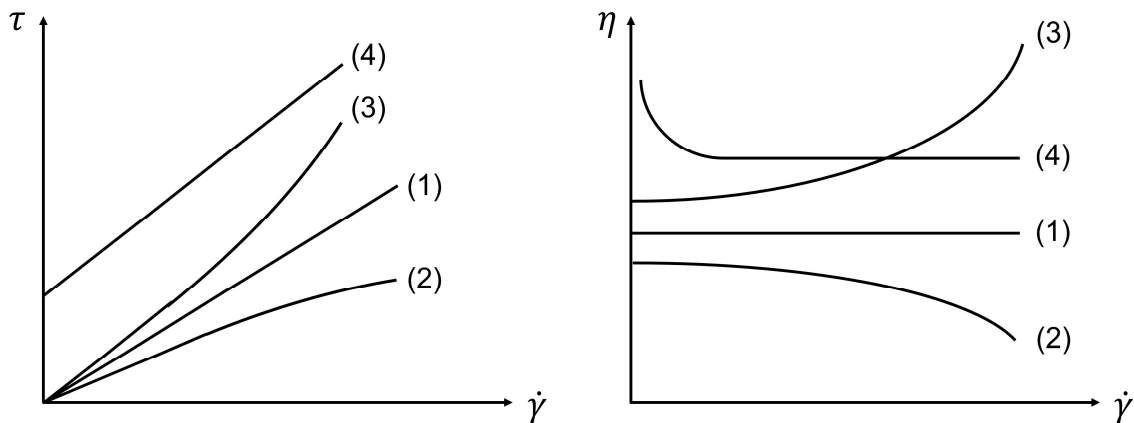


Abbildung 2.2: Fließkurven unterschiedlichen Fließverhaltens; (1) newtonisch, (2) strukturviskos, (3) dilatant, (4) Bingham-Fluid [Mez12]

### 2.2.2 Fließgrenze

Wie zuvor erwähnt, beginnen Fluide mit einer Fließgrenze  $\tau_y$  erst ab dieser zu fließen. Genauer betrachtet lässt sich dieses Fließverhalten idealisiert dahingehend beschreiben, dass bei Schubspannungen unterhalb der Fließgrenze lediglich eine vollkommen elastische (reversible) Verformung stattfindet. Wird die Grenzspannung überschritten, geht dieses rein elastische Festkörperverhalten in unterschiedlich ausgeprägtes Fließ- bzw. Flüssigkeitsverhalten über. Dies kann, wie bei Bingham-Fluiden, plastisch-newtonisch sein, oder z. B. strukturviskos bzw. dilatant [Mac94; Lar99; Bar00].

Die Existenz einer nach dieser gängigen Definition festgelegten Fließgrenze  $\tau_y$  ist bereits seit langer Zeit umstritten [Bar85; Bar99]. Einer der Gründe für diese Debatte ist vor allem die über die Jahre präziser gestaltete Messtechnik. Durch diese konnte zwar für viele Materialien mit vermeintlicher Fließgrenze ein starker Anstieg in der Viskosität bei geringer werdenden Schubspannungen festgestellt werden, was zunächst auf das Vorhandensein einer Fließgrenze hindeutet. Allerdings erreichte die Viskosität bei einer weiteren Reduzierung der Schubspannung einen stationären Endwert und stieg nicht, wie es eine Fließgrenze voraussetzen würde, weiter an [Bar00]. Nichtsdestotrotz bedarf die Frage nach der Existenz einer Fließgrenze einer genaueren Definition. Würde die Fließgrenze als jene Schubspannung definiert werden, unterhalb derer kein sichtbares bzw. beobachtbares Fließen stattfindet, muss eine Fließgrenze existieren, da das Material unterhalb dieser Schubspannung folglich nicht mehr wahrnehmbar fließt [Bar07]. Demnach ist die Fließgrenze auch ein Phänomen, welches in Relation zur Zeit und somit auch zum Beobachtungszeitraum zu betrachten ist, aber insbesondere von der operationellen Definition abhängt. Auch wenn die Fließgrenze vielmehr als sehr hohe Viskosität bei sehr geringen Scherraten definiert sein müsste [Bar85], käme

es bei messtechnisch bedeutsamen Zeitspannen zu keinem oder kaum wahrnehmbaren Fließen. Daher werden in dieser Arbeit Fluide, die solch ein Verhalten aufweisen, als Materialien mit Fließgrenze betrachtet.

Die Hauptgründe für das Auftreten einer Fließgrenze sind intermolekulare und interpartikuläre Wechselwirkungen, die zum Aufbau eines KräfteNetzwerkes führen können, siehe dazu auch Kapitel 2.5.1 [Ban91a; Pah91]. Insbesondere zementbasierte Suspensionen neigen aufgrund stark anziehender, interpartikulärer Kräfte zur Ausbildung derartiger Strukturen [Fla04; Rou12a; Yah16]. Nicht zu vernachlässigen sind auch Verkantungs- und Reibungseffekte infolge der sehr unregelmäßigen Partikelgeometrie [Wal03]. Eine Voraussetzung für das Entstehen einer Fließgrenze ist dabei, dass die Konzentration der Partikeln die Perkolationschwelle  $\phi_p$  übersteigt, was im Falle zementbasierter Suspensionen zumeist erreicht wird [Yah16]. Diese Schwelle ist definiert als die Konzentration, bei der ein bestimmter Anteil an Partikeln miteinander in Kontakt steht und nicht mehr nur vom Matrixfluid umgeben ist [Elb20]. Flatt et al. [Fla06] entwickelten ein Modell zur Abschätzung der Fließgrenze von Suspensionen, welches eine Vielzahl an Parametern, darunter interpartikuläre Wechselwirkungen, Volumenanteil des Feststoffs sowie Partikelgrößen und deren Verteilung, in Betracht zieht und auch auf polydisperse Suspensionen angewandt werden kann, vgl. Gleichung (2.7).

$$\tau_y \cong f \cdot \frac{A_H \cdot R_c}{d_m^2 \cdot s^2} \cdot \frac{\phi^2 \cdot (\phi - \phi_p)}{\phi_{max} \cdot (\phi_{max} - \phi)} \quad (2.7)$$

In dieser Gleichung werden drei Haupteinflüsse unterschieden, die sich auf die Fließgrenze auswirken. Der erste Einfluss beschreibt die Partikeleigenschaften und wird ausgedrückt durch den Vorfaktor  $f$  (enthält Informationen zur Partikelgeometrie und zur Partikelgrößenverteilung), den mittleren Partikeldurchmesser  $d_m$ , den Krümmungsradius  $R_c$  an den Kontaktpunkten der Partikeln und der Hamaker-Konstante  $A_H$ . Als zweiter Einfluss wird der Partikelabstand  $s$  genannt, der maßgeblich durch Zusätze wie Fließmittel verändert werden kann. Den letzten Beitrag zur Fließgrenze leisten der Volumenanteil der Partikeln  $\phi$  zusammen mit der maximalen Packungsdichte  $\phi_{max}$  und der Perkolationschwelle  $\phi_p$  [Fla06; Yah16]. Die maximale Packungsdichte beschreibt den Volumenanteil, den die Partikeln bei der dichtest möglichen Anordnung einnehmen. Der Wert hängt maßgeblich von der Partikelform sowie der Partikelgrößenverteilung ab. Für ideale, gleich große Kugeln beträgt dieser Wert ca. 74 %. Auch wenn dieses Fließgrenzmodell bereits viele Parameter einbezieht und eine gute Übereinstimmung zu vorliegenden Daten von Keramiksuspensionen zeigt, ist eine Übertragung auf allgemeine Suspensionen nur schwer möglich [Fla06]. Dies mag unter anderem daran liegen, dass Partikeln sich in ihren Eigenschaften, sei es Form, Rauigkeit etc. zu stark voneinander unterscheiden und gerade bei zementbasierten Suspensionen weitere Faktoren wie chemische Reaktionen Einfluss auf die Fließgrenze nehmen können.

Die im Vorangegangenen aufgeführte, relativ simple Definition einer Fließgrenze als „beginnendes Fließen“ wird vielfach jedoch noch präziser formuliert. Dies liegt insbesondere an den Erkenntnissen verschiedener Untersuchungen, aus denen hervorgeht, dass die Fließgrenze nicht nur von der Vorgeschichte eines Materials abhängt, sondern auch von der Messmethodik [Jam87; Zhu01; Ngu06]. Daher wird die Fließgrenze, je nach Belastungshistorie und Methodik, oftmals auch als „statische Fließgrenze“  $\tau_{y,s}$  oder „dynamische Fließgrenze“  $\tau_{y,d}$  bezeichnet. Die statische Fließgrenze beschreibt dabei die minimale Schubspannung, die zum Beginnen des Fließens erforderlich ist. Das Material hat vor dem Erreichen der Fließgrenze entsprechend nur Belastungen mit  $\tau < \tau_y$  erfahren. Die dynamische Fließgrenze hingegen ist durch die kleinste aufbringbare Schubspannung charakterisiert, bevor das Material aufhört zu fließen. Schubspannungen von  $\tau > \tau_y$  sind in der Materialhistorie vor dem Erreichen der Fließgrenze also vorhanden [Din16]. Von Bedeutung ist dieser Zusammenhang insbesondere dann, wenn eine Suspension wie Beton eine ausgeprägte Ruhephase durchlaufen hat, was in Kapitel 2.5.2 näher thematisiert wird.

Damit einhergehend werden in der Literatur zwei unterschiedliche Kategorien von Fließgrenzmaterialien charakterisiert [Bon09; Mol09; Møl09; Fal10; Ova13]. Erstere beschreibt Fluide mit Fließgrenze dann als „einfache“ Fließgrenzmaterialien, wenn die Viskosität lediglich von der Scherrate abhängt und die Fließgrenze somit klar definiert, also eine Materialkonstante ist. Zweitere sieht Fluide mit Fließgrenze dann als „thixotrope“ (s. Kapitel 2.2.3) Fließgrenzmaterialien, wenn die Viskosität nicht nur von der Scherrate, sondern auch von der Belastungshistorie abhängig ist und somit keine konstante Fließgrenze aufweist [Din16]. Da letztere Definition darin begründet liegt, dass es bei derartigen Fluiden zu einem belastungsabhängigen Auf- und Abbau von Strukturen kommt, was, wie oben dargelegt, der Hauptgrund für das Auftreten einer Fließgrenze ist, ist anzunehmen, dass der Großteil der Fließgrenzmaterialien der thixotropen Kategorie zugeordnet werden kann. Der Unterschied zwischen diesen beiden Arten von Fließgrenzmaterialien hinsichtlich Belastungshistorie und Messmethodik wird insbesondere bei Betrachtung von dynamischer und statischer Fließgrenze deutlich. So konnte in Untersuchungen gezeigt werden, dass für einfache Fließgrenzmaterialien die dynamische und statische Fließgrenze übereinstimmen, wohingegen dies bei thixotropen Fließgrenzmaterialien nicht gegeben war [Bal14; Cou14b].

Zur Bestimmung der Fließgrenze existieren unterschiedliche Methoden. Die einfachste Möglichkeit besteht in der Anpassung einer Funktion an die Messwerte im  $\tau$ - $\dot{\gamma}$ -Diagramm. Hierbei kann einerseits durch eine Extrapolation der Funktion auf  $\dot{\gamma} = 0$  die Fließgrenze abgelesen werden, andererseits kann durch Fitten eines geeigneten Fließmodells, vgl. Kapitel 2.5.3, die Fließgrenze direkt als Modellparameter bestimmt werden. Auch wenn diese Methode sehr einfach durchzuführen ist und im Normalfall keinen zusätzlichen Messaufwand erfordert, ist sie häufig mit einer gewissen Ungenauigkeit behaftet. Dies liegt insbesondere dran, dass die

Fließgrenze nur angenähert, jedoch nicht explizit gemessen wird. Daher haben sich weitere Methoden etabliert, wie z. B. die Fließgrenzbestimmung über die logarithmische Auftragung der Scherung  $\gamma$  gegen die Schubspannung  $\tau$ . Üblicherweise werden diese Versuche unter Schubspannungsvorgabe bei steigenden Schubspannungen („positive Rampe“) durchgeführt, entsprechend ist das Ergebnis die statische Fließgrenze, und die Scherung wird gemessen. Trägt man die Werte anschließend gegeneinander auf, ergibt sich der in Abbildung 2.3 dargestellte Zusammenhang. Alternativ sind auch sinkende Schubspannungen möglich („negative Rampe“), bei dem die Messwerte zwar einen anderen Verlauf aufweisen, die Auswertung der dann vorliegenden dynamischen Fließgrenze jedoch prinzipiell analog erfolgt [Mez12; Din16].

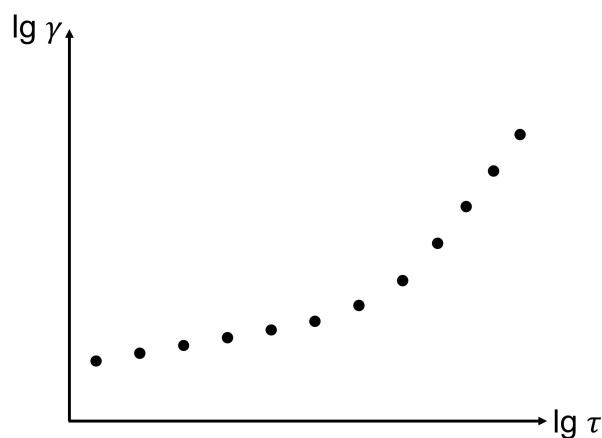


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Messwerte zur Fließgrenzermittlung in einem logarithmischen  $\gamma$ - $\tau$ -Diagramm

In dem nun vorliegenden Diagramm werden zwei Bereiche ersichtlich. Im linken Bereich findet eine elastische Deformation des Materials mit  $\tau < \tau_y$  statt, bei der die Scherung bzw. die Deformation linear mit geringer Steigung zunimmt. Mit steigender Schubspannung ist ab einem gewissen Punkt ein starker Anstieg in der Scherung zu verzeichnen, was darauf schließen lässt, dass die Fließgrenze überschritten wurde und nun  $\tau > \tau_y$  vorliegt. Der Punkt, an dem eine starke Änderung des Deformationsverhalten stattgefunden hat, wird bei dieser Methode als Fließgrenze ausgewertet und kann durch Anlegen von einer oder zwei Tangenten bestimmt werden, vgl. Abbildung 2.4. Wird nur eine Tangente verwendet, muss die Fließgrenze anhand einer eigens ausgewählten Abweichung (üblicherweise im Bereich von 5 – 10 %) der Messwerte von der Tangente ausgewertet werden, vgl. Abbildung 2.4 (a). Beim Anlegen von zwei Tangenten wird die Fließgrenze durch den Schnittpunkt der Tangenten definiert, vgl. Abbildung 2.4 (b) [Mez12].

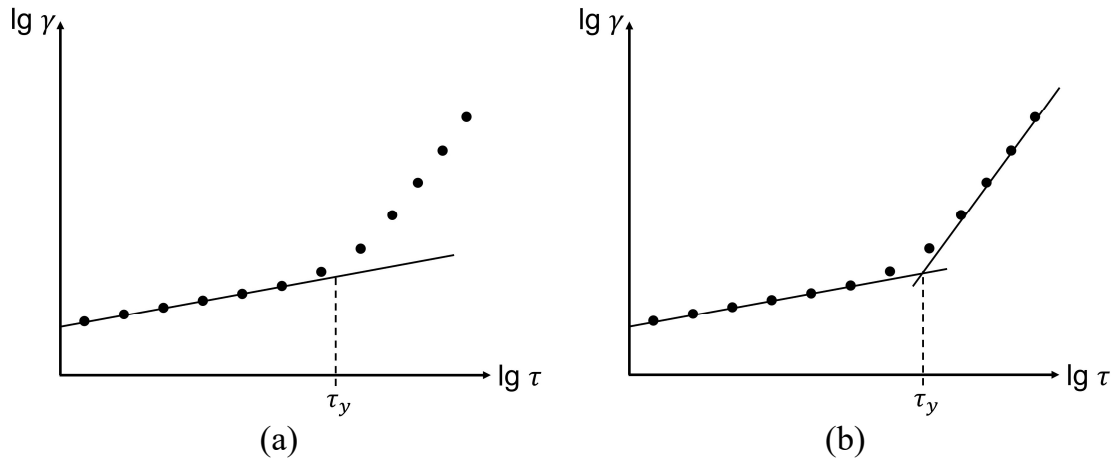


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung zur Ermittlung der Fließgrenze  $\tau_y$  in einem logarithmischen  $\gamma$ - $\tau$ -Diagramm; (a) Ein-Tangenten-Methode; (b) Zwei-Tangenten-Methode

Der Vorteil der Verwendung zweier Tangenten besteht darin, dass der Schnittpunkt zumeist klar definiert und unabhängig vom Anwender der Methode ist. Von Nachteil ist jedoch, dass der Schnittpunkt bereits über der tatsächlichen Fließgrenze liegen kann, weshalb die Zwei-Tangenten-Methode oftmals ungenauer ist als die Ein-Tangenten-Methode. Zur Bestimmung der Fließgrenze existieren darüber hinaus weitere Ansätze aus der Oszillationsrheometrie, bei denen z. B. der Schnittpunkt des Speichermoduls (elastischer Anteil des Materialverhaltens) und des Verlustmoduls (plastischer Anteil des Materialverhaltens) als Fließgrenze ausgewertet wird. Da die Oszillationsrheometrie in dieser Arbeit jedoch nicht von Bedeutung ist, wird auf diese Methoden nicht weiter eingegangen. Nähere Informationen finden sich dazu in [Mez12; Din16].

### 2.2.3 Transientes Fließverhalten

Eng verbunden mit dem Phänomen der Fließgrenze ist das transiente bzw. zeitabhängige Fließverhalten. Im Allgemeinen werden hierbei zwei Arten der Zeitabhängigkeit unterschieden, welche als Thixotropie und Rheopexie definiert werden, vgl. Abbildung 2.5.

Thixotropie bezeichnet das Phänomen einer abnehmenden Viskosität während der Belastungsphase (konstante Belastung) und anschließendem Viskositätsanstieg auf Anfangsniveau nach Eintreten der Ruhephase (keine Belastung). Ein derartiges Fließverhalten resultiert vornehmlich aus dem Abbau (Belastungsphase) und Wiederaufbau (Ruhephase) von Strukturen innerhalb des Materials, wie es beispielsweise bei Ketchup vorliegt. Verhält sich ein Material exakt gegenteilig zur Thixotropie, wird von Rheopexie gesprochen. Die genannten Vorgänge von

Auf- und Abbau sind bei thixotropen bzw. rheopexen Materialien vollständig reversibel. Ist dies nicht der Fall, wird von partieller Thixotropie/Rheopexie gesprochen [Pah91; Mez12; Cou14a].

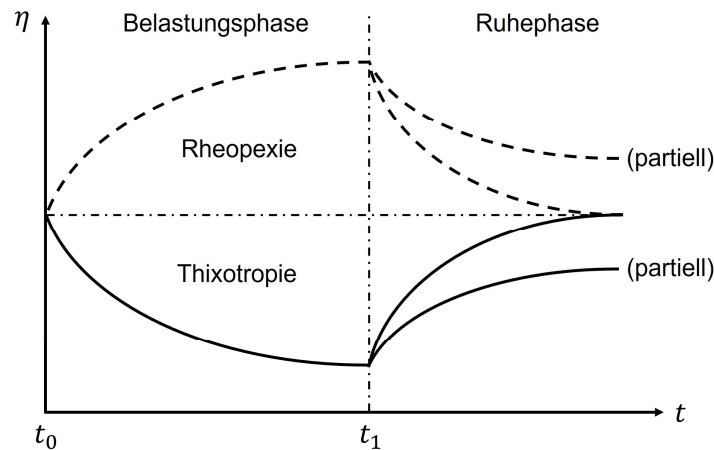


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des (partiell) thixotropen und (partiell) rheopexen Fließverhaltens

## 2.2.4 Wandgleiten

Eine der Grundvoraussetzungen für die Ermittlung von rheologischen Werten ist Wandhaftung. Allerdings ist diese Bedingung bei einigen Materialien, insbesondere bei Suspensionen, nicht immer erfüllt und es kommt zu sogenanntem Wandgleiten [Pah91].

Wird von Wandgleiten gesprochen, ist zwischen wahren und scheinbarem Wandgleiten zu unterscheiden. Wahres Wandgleiten beschreibt den Fall, dass es zwischen der Wand und dem Fluid einen Geschwindigkeitssprung gibt, die Relativgeschwindigkeit zwischen Wand und Fluid direkt an der Wand also ungleich Null, sondern um die Gleitgeschwindigkeit  $u_G$  erhöht ist. Die dadurch vorliegende makroskopische Scherrate  $\dot{\gamma}_{mak}$ , welche sich aus der Bewegung und der Geometrie berechnet, ist höher als die mikroskopische Scherrate  $\dot{\gamma}_{mik}$  im Fluid, vgl. Abbildung 2.6 (a), was zu einer Unterschätzung des Viskositätswerts führt. Dieses vollständige Fehlen der Wandhaftung wird in der Praxis jedoch nur selten beobachtet [Haa17]. Dies hängt unter anderem damit zusammen, dass auf atomarer Betrachtungsebene alle Oberflächen eine gewisse Rauigkeit aufweisen und die Haftbedingung dadurch in einer Vielzahl der Fälle dennoch gegeben ist [Ric73; Zhu02; Gra03]. Vielmehr tritt bei dem Großteil aller wandgleitenden Materialien scheinbares Wandgleiten auf, welches sich durch einen sehr hohen Geschwindigkeitsgradienten in unmittelbarer Nähe zur Wand auszeichnet, vgl. Abbildung 2.6 (b). Makroskopisch wird zwar der Eindruck von wahren Wandgleiten erweckt, mikroskopisch ist aber dennoch eine Wandhaftung des Fluids gegeben [Clo17].



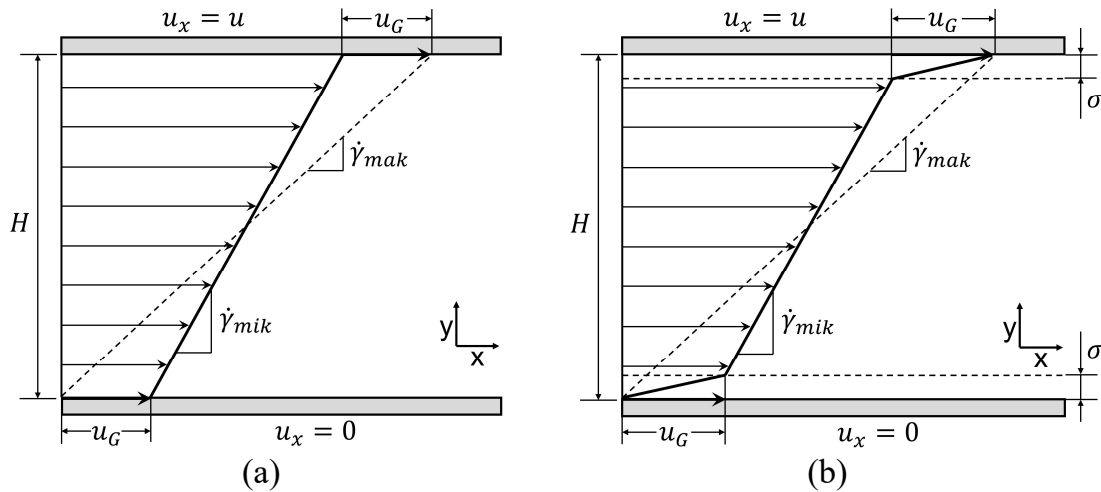


Abbildung 2.6: (a) Wahres Wandgleiten und (b) scheinbares Wandgleiten in der Profilsicht zwischen zwei Platten

Die Ursache für diesen Effekt liegt in der Ausbildung einer dünnen Gleitschicht  $\sigma$  an der Wand, welche eine geringere Viskosität aufweist als das Bulkmaterial. Insbesondere bei Suspensionen ist die Entstehung einer solchen Gleitschicht zu beobachten, da es hier an der Wand zur einer Partikelverarmung und damit zu einer starken Erniedrigung der Viskosität kommt, vgl. Abbildung 2.7 (a) [Ban91a; Mac94; Bar95].

Die partikelverarmte Schicht lässt sich durch verschiedene Mechanismen begründen. Zum einen ist der Volumenanteil der Partikeln in unmittelbarer Wandnähe allein durch deren Geometrien geringer als im Bulkmaterial, da die Partikeln nicht in die Wand eindringen können. Die typische Größenordnung der Gleitschicht liegt bei monodispersen Suspensionen sphärischer Partikeln im Bereich des Partikelradius [Yil89; Kal05; Bal08; Bal12]. Zum anderen kommt es durch Gradienten in der Scherrate zur Partikelmigration weg von der Wand, was insbesondere bei Couette-Geometrien und Kanalströmungen zu beobachten ist [Lei87; Jan95; Fra03; Sem07; Bes10]. Weitere Mechanismen sind abstoßende Partikel-Wand-Kräfte, abstoßende Partikel-Partikel-Kräfte und durch die Strömung hervorgerufene Partikelschichtungen an Oberflächen [Coh06; Kor15; Clo17].

Das Auftreten von Wandgleiten verhindert die korrekte Erfassung der rheologischen Eigenschaften. Daher ist der Einfluss entweder über mathematische Ansätze bei der Messauswertung zu korrigieren, vgl. Kapitel 2.4.2, oder das Wandgleiten muss bereits während der Messung unterbunden werden [Mac94; Bar00]. Zur Verhinderung von Wandgleiten während der Messung haben sich spezielle Geometrien etabliert, die das Ziel haben, die Ausbildung einer partikelverarmten Schicht im relevanten Fließbereich zu unterbinden. Dies lässt sich dadurch erreichen, dass die Oberflächen der Messgeometrien entweder aufgeraut werden oder

eine Profilierung aufweisen, vgl. Abbildung 2.7 (b) [Ban91a]. Die Partikeln können in die strukturierten Oberflächen eindringen, wodurch die partikelverarmte Schicht in die Strukturen verlegt wird. Dabei sollte die Tiefe der Profilierung  $D$  in der Größenordnung der Partikeln liegen, sodass mindestens eine Partikel in die Vertiefungen eindringen kann. Für das Aufräumen der Messoberflächen eignen sich bereits simple Methoden, wie zum Beispiel die Applikation von Sandpapier auf die Oberflächen (vorwiegend bei Platte-Platte-Systemen), aber auch eigens angefertigte, strukturierte Messsysteme oder sogenannte Flügel-Geometrien (bei Koaxialsystemen), auch Vane-Geometrien genannt, fanden bereits früh und bis in die heutige Zeit vielfach Anwendung [Fin61; Dzu83; Ngu87; Bar00; Owe20].

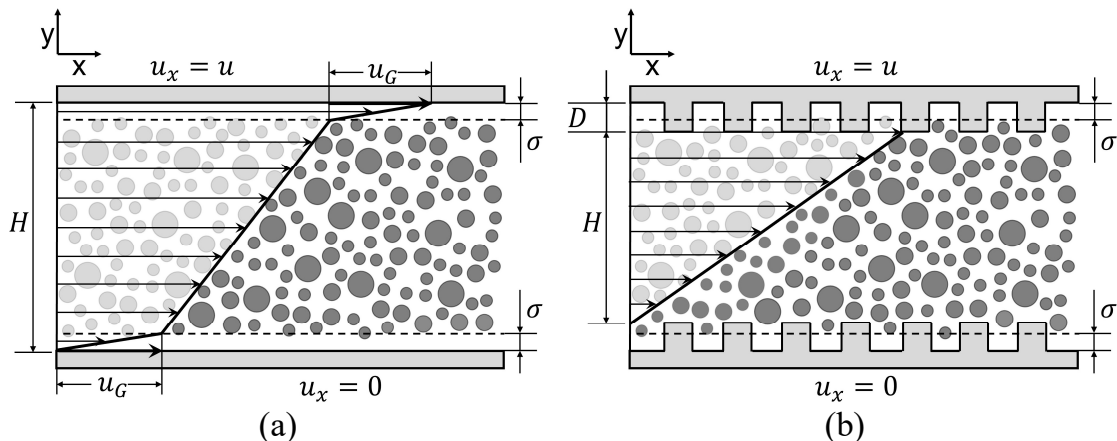


Abbildung 2.7: (a) Scheinbares Wandgleiten von Suspensionen unter Ausbildung einer partikelverarmten Schicht  $\sigma$ ; (b) Verhindern von Wandgleiten durch Einsatz von profilierten Wänden

Auch wenn das Wandgleiten durch derartige Systeme effizient verhindert werden kann, ist bis heute noch nicht gänzlich erforscht, inwiefern das Fließfeld innerhalb dieser Strukturen verändert wird und wie groß dieser Einfluss auf die Bestimmung der rheologischen Eigenschaften tatsächlich ist [Bau95; Nic05; Fer07; Ahu09]. Der Grund für diesen Sachverhalt ist die Vermutung, dass der Messspalt  $H$  nicht, wie in Abbildung 2.7 (b) dargestellt, ausgehend von den Strukturspitzen angenommen werden kann. Vielmehr wird die Hypothese unterstützt, dass das Fließfeld nicht an den Spitzen der Profilierung  $D$  begrenzt ist und es auch innerhalb der Strukturen zu einem gewissen Fließen kommt. Für granulare Suspensionen, wie sie z. B. im Bereich der Baustoffrheologie typisch sind, spielt natürlich auch die Partikelgröße für die Fließvorgänge innerhalb der Strukturen eine wichtige Rolle. Eine genauere Betrachtung dieser Thematik ist in den Kapiteln 3.2 und 7 zu finden.

## 2.3 Rheologie im Koaxialsystem

Die Erfassung von rheologischen Eigenschaften mit Hilfe verschiedener Messsysteme (Rheometer) ist Kernpunkt der Rheometrie. Nur durch die Messung rheologischer Größen ist die Erstellung zuvor genannter Fließkurven und die Charakterisierung des resultierenden Materialverhaltens möglich.

Die Erfassung rheologischer Messgrößen basiert grundsätzlich auf der Deformation von Materialien innerhalb definierter Geometrien. Dabei lassen sich in der Scherrheologie vier verschiedene Deformationsarten unterscheiden [Pah91; Mac94]:

- Ebene Scherung
- Koaxiale Scherung
- Teleskopscherung
- Torsionsscherung

Praktische Anwendung in Rheometern finden nur die koaxiale Scherung (Koaxialrheometer), die Teleskopscherung (Kapillarrheometer) und die Torsionsscherung (Platte-Platte-Rheometer). Die ebene Scherung hingegen ist, wenn überhaupt, nur selten vorzufinden, z. B. in Forschungsanlagen, eignet sich aber umso mehr für die theoretische Beschreibung der rheologischen Größen, vgl. Zwei-Platten-Modell Kapitel 2.1. Da das Koaxialsystem den grundlegenden Rheometertyp dieser Arbeit darstellt, wird im weiteren Verlauf näher darauf eingegangen.

Koaxialrheometer lassen sich im Grunde genommen als eine praktische Umsetzung des Zwei-Platten-Modells betrachten, bei dem anstelle zweier ebener Platten zwei konzentrisch angeordnete Zylinder mit den Radien  $R_i$  und  $R_a$  sowie der Länge  $L$  vorliegen, vgl. Abbildung 2.8. Für den Fall eines unendlichen hohen Verhältnisses von Zylinderradius zu Spaltgröße würde sich ein derartiges Koaxialsystem genau durch das Zwei-Platten-Modell beschreiben lassen, bei dem sowohl Schubspannung als auch Scherrate über dem Messspalt konstant bleiben. Dies wird bei realen Systemen nie erreicht, aber dennoch durch die Wahl eines möglichst am Wert 1 liegenden Verhältnisses von  $R_i$  zu  $R_a$  versucht anzunähern.

Um anhand dieses Messsystems die rheologischen Größen berechnen zu können, wird zunächst die Scherung eines Fluidelements im Ringspalt eines Couette-Systems betrachtet, vgl. Abbildung 2.9. Das Couette-System ist eines von zwei verschiedenen Arten von Koaxialrheometern. Neben dem Couette-System existiert noch das Searle-System, wobei sich die Systeme in der Antriebsart unterscheiden. Während beim Couette-System der Außenzylinder angetrieben wird und der Innenzylinder still steht, ist es beim Searle-System genau umgekehrt.

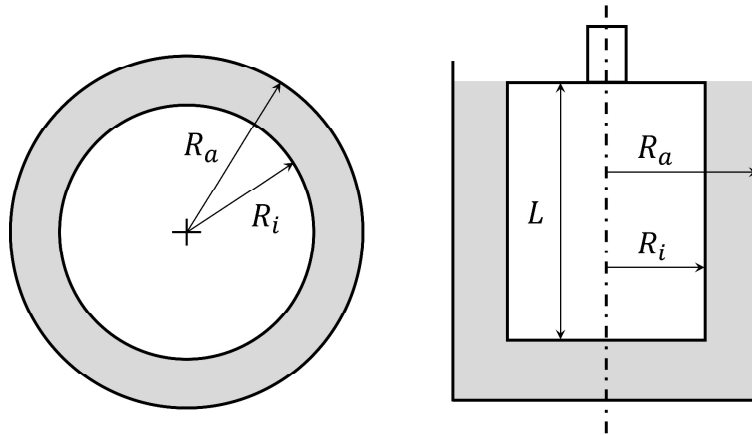


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung eines Koaxialsystems mit Außenradius  $R_a$ , Innenradius  $R_i$  und Länge  $L$

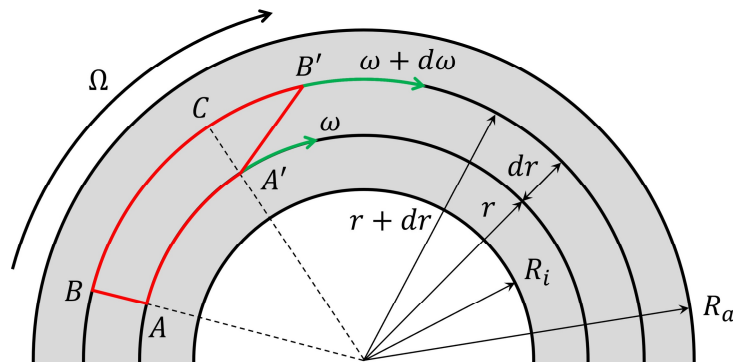


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der Scherung eines Fluidelements im Messspalt eines Couette-Systems

Das Fluidelement, dessen Ränder zum Zeitpunkt  $t_0$  auf den Punkten  $A$  und  $B$  liegen, besitzt die Länge  $dr$  und wird durch das mit der Winkelgeschwindigkeit  $\omega_a$  angetriebene Couette-System koaxial geschert. Für  $t > t_0$  haben sich die Punkte  $A$  und  $B$  entsprechend der Kreisbahn bewegt, sodass sich die Punkte  $A'$  und  $B'$  sowie ein neuer Punkt  $C$  ergeben. Gemäß ihrer Definition lässt sich die Scherung wie folgt ausdrücken [Pah91]:

$$\gamma = \frac{\overline{B'C}}{\overline{A'C}} = \frac{\overline{BB'} - \overline{BC}}{\overline{AB}} = \frac{\overline{BB'} - \overline{BC}}{dr} \quad (2.8)$$

Die Strecken  $\overline{BB'}$  und  $\overline{BC}$  lassen sich mit Hilfe der Winkelgeschwindigkeit  $\omega$ , dem Radius  $r$  und der Zeit  $t$  berechnen, vgl. Gleichung (2.9) und (2.10). Zu bemerken ist dabei, dass zwar generell die Winkelgeschwindigkeit für einen sich drehenden Körper unabhängig vom Radius ist, aufgrund des im Messspalt vorliegenden Strömungsfeldes mit  $\omega_i = 0$  am Innenzylinder und  $\omega_a$  am Außenzylinder die

Winkelgeschwindigkeit der einzelnen Fluidschichten jedoch mit steigendem Radius zunimmt.

$$\overline{BB'} = (\omega + d\omega) \cdot (r + dr)dt \quad (2.9)$$

$$\overline{BC} = \omega \cdot (r + dr)dt \quad (2.10)$$

Für die Scherung folgt somit unter Vernachlässigung des kleinen Terms  $d\omega \cdot dr \approx 0$  folgender Ausdruck:

$$\gamma = \frac{(\omega + d\omega) \cdot (r + dr) - \omega \cdot (r + dr)}{dr} dt = \frac{d\omega \cdot (r + dr)}{dr} dt \approx r \frac{d\omega}{dr} dt \quad (2.11)$$

Als zeitliche Ableitung der Scherung ergibt sich somit für die Scherrate:

$$\dot{\gamma}(r) = r \frac{d\omega}{dr} \quad (2.12)$$

Die Schubspannung lässt sich mit Hilfe des dritten newtonischen Axioms herleiten, welches im Fall des Koaxialsystems zu der Schlussfolgerung führt, dass in jeder Flüssigkeitsschicht das gleiche Drehmoment vorliegen muss, es also über dem Messspalt konstant ist.

$$M_d = F_T \cdot r = \tau \cdot A \cdot r = \tau \cdot 2\pi \cdot L \cdot r^2 = \text{const.} \quad (2.13)$$

$$\tau(r) = \frac{M_d}{2\pi \cdot L \cdot r^2} \quad (2.14)$$

Eine Relation zwischen der Scherrate und der Schubspannung kann dadurch hergestellt werden, indem zunächst die Schubspannung nach dem Radius differenziert wird:

$$\frac{d\tau}{dr} = - \frac{M_d}{\pi \cdot L \cdot r^3} \quad (2.15)$$

Diese Gleichung lässt sich weiter durch Einsetzen von Gleichung (2.14) vereinfachen:

$$\frac{d\tau}{dr} = -2 \frac{\tau(r)}{r} \quad (2.16)$$

Durch Umstellen der Gleichung nach  $dr$  und Einsetzen in Gleichung (2.12) ergibt sich folgender Ausdruck:

$$\dot{\gamma}(\tau) = -2\tau \frac{d\omega}{d\tau} \quad (2.17)$$

Eine Trennung der Variablen führt zu Gleichung (2.18), wobei die Schubspannungen am Innen- und Außenzylinder mit  $\tau_i$  bzw.  $\tau_a$  bezeichnet werden:

$$\int_{\omega_i}^{\omega_a} d\omega = -\frac{1}{2} \int_{\tau_i}^{\tau_a} \frac{\dot{\gamma}(\tau)}{\tau} d\tau \quad (2.18)$$

An diesem Punkt wird deutlich, dass Gleichung (2.18) nur dann lösbar ist, wenn der funktionelle Zusammenhang  $\dot{\gamma}(\tau)$ , welcher dem Fließgesetz entspricht, bekannt ist. Da dies jedoch nur in den seltensten Fällen zutrifft, wird für die weitere Lösung der Gleichung vorerst das newtonische Fließgesetz, vgl. Gleichung (2.5), mit der newtonischen Viskosität  $\eta_N$  verwendet. Die Annahme eines newtonischen Fließverhaltens führt somit zu folgenden Gleichungen:

$$\int_{\omega_i}^{\omega_a} d\omega = -\frac{1}{2 \cdot \eta_N} \int_{\tau_i}^{\tau_a} d\tau \quad (2.19)$$

$$\omega_a - \omega_i = -\frac{1}{2 \cdot \eta_N} (\tau_a - \tau_i) \quad (2.20)$$

Mit Gleichung (2.14) und dem Schubspannungsverhältnis bzw. Geometrieparameter aus Gleichung (2.21) ergibt sich für die newtonische Viskosität im Couette-System ( $\omega_i = 0$ ) der in Gleichung (2.22) dargestellte Ausdruck.

$$\beta = \frac{\tau_a}{\tau_i} = \left( \frac{R_i}{R_a} \right)^2 \quad (2.21)$$

$$\eta_N = \frac{M_d \cdot \left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_a^2} \right)}{4\pi \cdot L \cdot (\omega_a - \omega_i)} = \frac{M_d \cdot (1 - \beta)}{4\pi \cdot L \cdot R_i^2 \cdot \omega_a} \quad (2.22)$$

Da für ein Searle-System ( $\omega_a = 0$ ) bei der Scherrate in Gleichung (2.12) ein anderes Vorzeichen vorliegt, lässt sich die newtonische Viskosität für dieses System direkt über den Austausch von  $\omega_i$  mit  $\omega_a$  ausdrücken, vgl. Gleichung (2.23).

$$\eta_N = \frac{M_d \cdot \left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_a^2} \right)}{4\pi \cdot L \cdot (\omega_i - \omega_a)} = \frac{M_d \cdot (1 - \beta)}{4\pi \cdot L \cdot R_i^2 \cdot \omega_i} \quad (2.23)$$

Auch für die Scherrate kann nun bei Verwendung des newtonischen Fließgesetzes ein Ausdruck hergeleitet werden, sowohl für das Couette-System, Gleichung (2.24), als auch für das Searle-System, Gleichung (2.25).

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{2 \cdot R_i^2 \cdot \omega_a}{r^2 \cdot (1 - \beta)} \quad (2.24)$$

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{2 \cdot R_i^2 \cdot \omega_i}{r^2 \cdot (1 - \beta)} \quad (2.25)$$

In einem Großteil der Fälle ist die Annahme eines newtonischen Fließverhaltens jedoch nicht gerechtfertigt und die Ermittlung rheologischer Kenngrößen anhand der obigen Gleichungen somit fehlerhaft. Daher müssen die so ermittelten Werte einer anschließenden Korrektur unterzogen werden, was im nachfolgenden Kapitel erörtert wird [Gie77; Pah91; Mac94; Mez12].

## 2.4 Korrekturen

### 2.4.1 Korrektur bei unbekanntem Fließgesetz

Liegt bei der Vermessung ein Material mit vorerst unbekanntem Fließgesetz vor, wird zur Herleitung der Gleichungen (2.19) bis (2.25) newtonisches Fließverhalten angenommen. Die so ermittelten scheinbaren Werte, gekennzeichnet durch den Index  $s$ , sind reine Rechengrößen und müssen im weiteren Verlauf korrigiert werden.

In einigen Fällen lässt sich das Fließgesetz trotz Annahme eines newtonischen Fließverhaltens anhand der Fließkurven ableiten, sodass für ausgewählte Fließgesetze die scheinbaren Größen direkt korrigiert werden können. Für Ostwald-de-Waele-Fluide (Potenzgesetzflüssigkeiten) beispielsweise, deren funktioneller Zusammenhang durch  $\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n$  (Konsistenz  $k$ , Fließexponent  $n$ ) gegeben ist, ist eine Korrektur der scheinbaren Kenngrößen nach Auftragung der Messwerte und

Fitten der genannten Funktion inklusive Ableitung der Parameter über die nachstehenden Gleichungen möglich [Pah91].

$$\dot{\gamma}_i = \dot{\gamma}_{i,s} \cdot \frac{1-\beta}{(1-\beta^{1/n}) \cdot n} \quad (2.26)$$

$$\eta = \eta_s \cdot \frac{(1-\beta^{1/n}) \cdot n}{1-\beta} \quad (2.27)$$

Ist das Fließgesetz gänzlich unbekannt, lässt sich eine geschlossene Gleichung für die Scherrate nur für den Grenzfall eines unendlich ausgedehnten Koaxialsystems, d. h.  $\beta = 0$ , ermitteln. Da derartige Koaxialsysteme nicht umsetzbar sind, formulierte Pawlowski für  $\beta \neq 0$  eine iterative Lösung der Scherrate in Form einer Neumannschen Reihe, vgl. Gleichung (2.28) [Paw53; Gie77].

$$\dot{\gamma}(\tau_i) = (1 - \beta) \cdot \tau_i \cdot \sum_{j=0}^{\infty} \left[ \beta^j \cdot \frac{d\dot{\gamma}_{i,s}(\beta^j \cdot \tau_i)}{d\tau_i} \right] \quad (2.28)$$

Allerdings ist die Konvergenzgeschwindigkeit dieser Reihe abhängig von  $\beta$ , was dazu führt, dass sie zumeist nur für kleine  $\beta$ -Werte schnell konvergiert. Für viele reale Messsysteme, bei denen  $1 - \beta \ll 1$  vorliegt, wurden daher andere Näherungsverfahren entwickelt, von denen sich insbesondere die nach Krieger und Elrod etabliert hat [Gie77].

Laut Krieger und Elrod kann Gleichung (2.17) nach folgender Potenzreihe entwickelt und die Scherrate somit korrigiert werden [Kri53; Pah91]:

$$\dot{\gamma}_i(\tau) = \frac{\omega_i}{\ln \kappa} \left( 1 + M \cdot \ln \kappa + \frac{1}{3} (M \cdot \ln \kappa)^2 + \frac{1}{3} \cdot \ln \kappa^2 \frac{dM}{d \ln \tau_i} \right) \quad (2.29)$$

Hierbei kennzeichnet der Parameter  $M$  die durch punktweise Differentiation erhaltene Steigung der Kurve im  $\ln \omega_i$ - $\ln \tau_i$ -Diagramm und  $\kappa$  beschreibt das Radienverhältnis mit  $\kappa = R_a/R_i = \sqrt{1/\beta}$ . Die Genauigkeit dieser Korrektur ist jedoch vom Faktor  $M \cdot \ln \kappa$  abhängig. Für  $M \cdot \ln \kappa < 0,1$  ist lediglich die Berücksichtigung der ersten beiden Glieder der Reihe notwendig, da in diesem Fall der entstehende Fehler unter 1 % liegt. Ist  $M \cdot \ln \kappa > 0,1$ , müssen auch die übrigen Glieder der Reihe in die Korrektur einbezogen werden. Da die Herleitung zur Entwicklung der Reihe auf der Annahme beruht, dass  $\dot{\gamma}(\tau = 0) = 0$  gelten muss, ist diese Korrektur nicht für Materialien mit Fließgrenze geeignet [Kri53; Pah91].



Eine wesentlich simplere, jedoch leicht ungenauere Korrekturmethode wurde von Giesekus und Langer anhand des von Schümmer formulierten Ansatzes repräsentativer Werte veröffentlicht [Gie77]. Schümmer konnte nachweisen, dass in Messsystemen, in denen nur eine Kenngröße der Viskositätsfunktion,  $\tau$  oder  $\dot{\gamma}$ , abhängig von den Fließeigenschaften ist (für Koaxialsysteme ist dies  $\dot{\gamma}$ ), diese Kenngröße für beliebige Fluide an einem repräsentativen Ort gleich der newtonischen Kenngröße sein muss [Sch70; Pah91]. Infolgedessen lassen sich die repräsentativen Werte wie folgt ausdrücken:

$$\varepsilon = \frac{\tau_{rep}}{\tau_i} = \frac{\dot{\gamma}_{rep}}{\dot{\gamma}_i} = \frac{R_{rep}}{R_i} \quad (2.30)$$

Der Transformationskoeffizient ist dabei über  $\varepsilon$  gegeben und ist für Ostwald/de Waele-Fluide wie folgt definiert:

$$\varepsilon = \left[ \frac{n \cdot \left(1 - \beta^{\frac{1}{n}}\right)}{1 - \beta} \right]^{n/(1-n)} \quad (2.31)$$

Für enge Spaltweiten, d. h.  $1 - \beta \ll 1$ , kann diese Gleichung in eine Reihe entwickelt werden, vgl. Gleichung (2.32).

$$\varepsilon = \frac{1+\beta}{2} + \frac{1-2\cdot n}{24\cdot n} \cdot (1 - \beta^2) + \dots \quad (2.32)$$

Bei ausschließlicher Betrachtung des ersten Glieds der Reihe wird deutlich, dass der Transformationskoeffizient nicht vom Fließindex abhängt und somit bei Vernachlässigung der übrigen Glieder für beliebige Fluide verwendet werden kann. Entsprechend folgen für die Schubspannung sowie die Scherrate folgende Gleichungen:

$$\tau_{rep} = \varepsilon \cdot \tau_i = \frac{1+\beta}{2} \cdot \tau_i = \frac{\tau_i + \tau_a}{2} \cdot \tau_i \quad (2.33)$$

$$\dot{\gamma}_{rep} = \varepsilon \cdot \dot{\gamma}_i = \frac{1+\beta}{2} \cdot \dot{\gamma}_i = \omega_i \cdot \frac{1+\beta}{1-\beta} \quad (2.34)$$

Diese Korrekturmethode ist allerdings mit einem höheren Fehler behaftet als die Methode nach Krieger und Elrod. Dies liegt insbesondere daran, dass der repräsentative Radius  $R_{rep}$  nur für Fluide mit einem Fließindex von  $0,33 < n < 1$

um  $\pm 4\%$  variiert. Auch wenn diese Methode in der DIN 53019 vorgeschlagen wird und viele kommerzielle Rheometer ihre Messwerte anhand des Ansatzes repräsentativer Werte auswerten, ist dieser vorwiegend für Fluide mit entsprechendem Fließindex von höherer Genauigkeit. Daher ist die Korrektur nach Krieger und Elrod zwar allgemeingültiger und generell vorzuziehen, kann aber, wie bereits erwähnt, nicht bei Fluiden mit Fließgrenze angewandt werden [Gie77; Pah91].

## 2.4.2 Wandgleitkorrekturen

Bei der Anwendung von standardmäßig glatten Messsystemen für wandgleitende Materialien ist zur Ermittlung unverfälschter rheologischer Eigenschaften eine rechnerische Korrektur des Wandgleitens während der Messauswertung notwendig. Die erste dieser Korrekturen wurde 1931 von Mooney präsentiert und setzt die Annahmen voraus, dass keine Turbulenz oder anderen Effekte außer Wandgleiten vorliegen und dass das Wandgleiten nur von der Schubspannung abhängig ist [Moo31]. Allerdings sind für die Korrektur im Koaxialsystem drei Messsysteme mit entsprechendem Messaufwand nötig, sodass 1988 Yoshimura und Prud'homme sowie 1989 Kiljański Wandgleitkorrekturen mit nur zwei Messsystemen vorstellten, die auf der Korrektur von Mooney basieren [Yos88; Kil89].

Yoshimura und Prud'homme verfolgen, wie Mooney, den Ansatz, dass sich die Winkelgeschwindigkeit  $\omega$  innerhalb des Koaxialsystems aus einem Gleitanteil  $\omega_G$  und einem Fließanteil  $\omega_F$  zusammensetzt. Unter der Voraussetzung, dass für beide Koaxialsysteme  $R_{a,1} = \kappa \cdot R_{i,1}$  und  $R_{a,2} = \kappa \cdot R_{i,2}$  mit  $\kappa = \text{const.}$  gilt, lässt sich die Winkelgeschwindigkeit für jedes der beiden Searle-Systeme  $j$  wie folgt ausdrücken:

$$\omega_j = \omega_{G,j} + \omega_{F,j} = \frac{1}{R_{i,j}} \left[ \frac{u_G(\tau_a)}{\kappa} + u_G(\tau_i) \right] + \int_{\tau_a}^{\tau_i} \frac{\dot{\gamma}(\tau)}{2\tau} d\tau \quad (2.35)$$

Um nun den reinen Fließanteil der Winkelgeschwindigkeit für die Berechnung der Viskosität zu bestimmen, lassen sich folgende Vereinfachungen treffen. Wie bereits erwähnt, liegt die Annahme zugrunde, dass das Wandgleiten nur von der Schubspannung abhängig ist. Daher ist der in Gleichung (2.35) in eckige Klammern gefasste Term für beide Systeme bei gleicher Schubspannung identisch. Zudem ist auch der Fließanteil in beiden Koaxialsystemen gleich, sodass sich nach Aufstellung der Gleichung (2.35) für jedes System mit anschließender Kombination und Umformung Gleichung (2.36) ergibt.

$$\omega_F = \frac{R_{i,2} \cdot \omega_2 - R_{i,1} \cdot \omega_1}{R_{i,2} - R_{i,1}} \quad (2.36)$$

Nach Ermittlung des Fließanteils der Winkelgeschwindigkeit schlagen Yoshimura und Prud'homme eine Bestimmung der Viskosität über repräsentative Werte vor, vgl. Gleichung (2.37) [Yos88]. Die repräsentativen Werte sind dabei identisch mit der in Kapitel 2.4.1 vorgestellten Korrektur nach Giesekus und Langer.

$$\eta_{korr} = \frac{\tau_{rep}}{\dot{\gamma}_{rep}} = \frac{\tau_{rep}}{\omega_F} \cdot \left( \frac{\kappa^2 - 1}{\kappa^2 + 1} \right) \quad (2.37)$$

Nach Kiljański reduziert sich in einem Searle-System die Winkelgeschwindigkeit am Innenzylinder um eine innere Gleitgeschwindigkeit, vgl. Gleichung (2.38), während die Winkelgeschwindigkeit außen auf einen Wert ungleich Null ansteigt, vgl. Gleichung (2.39) [Kil89].

$$\omega_i = \omega - \frac{u_{G,i}}{R_i} \quad (2.38)$$

$$\omega_a = \frac{u_{G,a}}{R_a} \quad (2.39)$$

Mit der Annahme, dass sich Außen- und Innenradius nur geringfügig unterscheiden und somit auch die Schubspannungen an den jeweiligen Stellen ähnlich sind, lassen sich die Gleitgeschwindigkeiten außen und innen durch eine mittlere Gleitgeschwindigkeit  $u_G$  ersetzen. Entsprechend kann die Scherrate durch die Kombination der Gleichungen (2.5), (2.12) und (2.14) mit Gleichungen (2.38) und (2.39) wie folgt dargestellt werden.

$$\dot{\gamma} = \frac{2 \cdot \Omega}{\left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_a^2} \right) \cdot r^2} - \frac{2 \cdot u_G \cdot R_i \cdot R_a}{(R_a - R_i) \cdot r^2} \quad (2.40)$$

Allerdings gilt diese Gleichung mit beliebigen Radien  $r$  nur dann, wenn es sich um ein newtonisches Fluid handelt. Für nicht-newtonische Fluide verfolgt Kiljański den von Schümmer und Worthoff [Sch78] formulierten Ansatz mittlerer Werte am Radius  $R_m$ , vgl. Gleichung (2.41), welcher der Grundidee des Vorliegens repräsentativer Werte an einer bestimmten Stelle im Messspalt, vgl. Kapitel 2.4.1, ähnelt. So ergibt sich für das Verhältnis aus mittlerer Schubspannung  $\tau_m$  und der Schubspannung  $\tau_i$  am Innenzylinder sowie für die analogen Scherraten folgende Gleichung [Kil89]:

$$\frac{\tau_m}{\tau_i} = \frac{\dot{\gamma}_m}{\dot{\gamma}_i} = \left(\frac{R_i}{R_m}\right)^2 = \frac{1 - \left(\frac{R_i}{R_a}\right)^2}{2 \cdot \ln\left(\frac{R_a}{R_i}\right)} \quad (2.41)$$

Wird der rechte Term der Gleichung nach  $R_m$  umgeformt und in Gleichung (2.40) eingesetzt, lässt sich die mittlere Scherrate  $\dot{\gamma}_m$  wie folgt definieren:

$$\dot{\gamma}_m = \frac{\omega}{\ln\left(\frac{R_a}{R_i}\right)} - \frac{u_G \cdot (R_i + R_a)}{R_i \cdot R_a \cdot \ln\left(\frac{R_a}{R_i}\right)} = \dot{\gamma}'_m - \frac{u_G}{b} \quad (2.42)$$

Bei Vermessung desselben Fluids in zwei Systemen gilt für  $\tau_{m,1} = \tau_{m,2}$ , dass  $u_{G,1} = u_{G,2}$  und  $\dot{\gamma}_{m,1} = \dot{\gamma}_{m,2}$ . Somit lässt sich allein durch die Messung der Winkelgeschwindigkeit bei gleicher Schubspannung direkt die Wandgleitgeschwindigkeit  $u_G$  aus Kombination der Gleichung (2.42) für die beiden Messsysteme berechnen, vgl. Gleichung (2.43).

$$u_G = \frac{\dot{\gamma}'_{m,1} - \dot{\gamma}'_{m,2}}{\frac{1}{b_1} - \frac{1}{b_2}} \quad (2.43)$$

Da sich nun die Scherrate  $\dot{\gamma}_m$  ermitteln lässt, kann die korrigierte Viskosität über Gleichung (2.44) berechnet werden.

$$\eta_{korr} = \frac{\tau_m}{\dot{\gamma}_m} \quad (2.44)$$

## 2.5 Betonrheologie

Beton ist eine polydisperse Suspension, die ein stark ausgeprägtes belastungs- und zeitabhängiges Fließverhalten aufweist. Die Gründe dafür liegen zum einen in der sehr breiten Partikelgrößenverteilung, die vom Nanometerbereich bis in den mittleren Zentimeterbereich reicht, zum anderen aber auch in der einsetzenden exothermen, chemischen Reaktion der Zementphase (Hydratation). Insbesondere die Hydratation erschwert die rheologische Charakterisierung, da diese nicht nur zu einem Anstieg der Temperatur, sondern gleichzeitig zur Ausbildung eines interpartikulären Netzwerks und folglich zur Aushärtung des Betons führt [Ver02]. Allerdings weist die Hydratation nicht zu jedem Zeitpunkt eine gleich starke Reaktion auf, vgl. Abbildung 2.10.

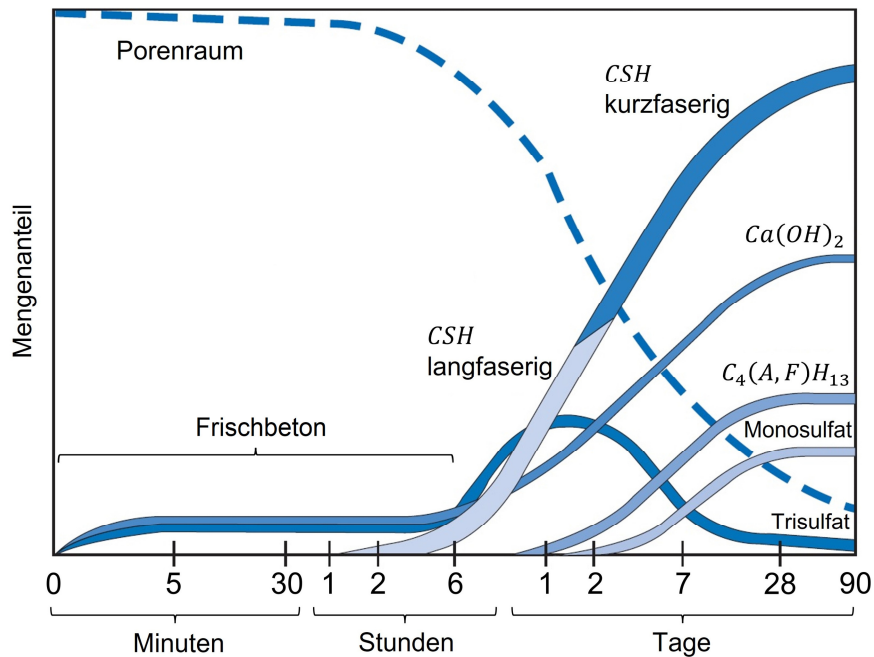


Abbildung 2.10: Mengenanteil der einzelnen Reaktionsprodukte nach Kontakt des Zements mit Wasser (nach [Ver02])

Im Zeitraum zwischen  $t_1 = 5 \text{ min}$  und  $t_2 \sim 4 - 6 \text{ h}$  lässt sich erkennen, dass es nach einer anfänglichen Reaktion zunächst zum Erliegen der Hydratation kommt. Folglich sind weder eine starke Temperaturentwicklung noch eine Verfestigung des Betons dominierend. Der Fokus der in dieser Arbeit durchgeführten rheologischen Charakterisierung liegt daher auf dem in diesem Zeitraum vorliegenden „Frischbeton“, was jedoch nicht bedeutet, dass älteren bzw. stärker hydratisierten Betonen weniger Relevanz hinsichtlich einer rheologischen Charakterisierung zukommt.

Die Faktoren, die Einfluss auf die rheologischen Eigenschaften des Frischbetons besitzen, beschränken sich demnach vor allem auf suspensionsrheologische Besonderheiten und Phänomene, die auf die Strukturbildung der Zementpartikeln durch die anfängliche Hydratation zurückzuführen sind. Da sowohl die Suspensionsrheologie als auch die Reaktion der Zementphase weitreichende Themengebiete sind, deren umfassende Darstellung den Rahmen dieser Arbeit überschreiten würden, werden in den nachfolgenden Unterkapiteln nur die wichtigsten Erkenntnisse und Modelle erläutert. Ergänzende Literatur findet sich dazu unter anderem in [Ban91a; Ban91b; Bar00; Ver02; Rou12b; Yah16].

### 2.5.1 Suspensionsrheologische Besonderheiten

Suspensionen können sehr vielfältig ausgeprägte rheologische Eigenschaften aufweisen, die sich je nach Partikeleigenschaften, wie z. B. Partikelform und Partikelgrößenverteilung, sowie Matrixfluid unterschiedlich ausbilden. Zu den häufigsten rheologischen Merkmalen gehören das bereits erläuterte nicht-newtonische Fließverhalten (Kapitel 2.2.1), die Ausbildung einer Fließgrenze (Kapitel 2.2.2), das transiente Fließverhalten (Kapitel 2.2.3) und das Auftreten von Wandgleiten (Kapitel 2.2.4). Die wichtigsten Faktoren für die Ausbildung solcher Eigenschaften sind der Volumenanteil  $\phi$  der Partikeln, die Partikelform, die Partikelgrößenverteilung und die Anwesenheit von interpartikulären Wechselwirkungen [Bar00], auf welche im nachfolgenden näher eingegangen wird.

Der volumenbezogene Partikelgehalt  $\phi$  einer Suspension ist einer der Hauptfaktoren für die Ausbildung suspensionsrheologischer Besonderheiten. Dabei wird zwischen geringkonzentrierten und mittel- bis hochkonzentrierten Suspensionen unterschieden. Für geringkonzentrierte Suspensionen besteht ein nahezu linearer Zusammenhang zwischen dem Volumenanteil  $\phi$  der Partikeln und der Viskosität der Suspension  $\eta$  [Ein06; Ein11; Bar00]. Dabei wird jedoch davon ausgegangen, dass die Partikeln in so geringer Konzentration vorliegen, typischerweise nur wenige Volumenprozent, dass Wechselwirkungen vernachlässigbar sind [Bar00]. Nähert sich der Volumenanteil der maximalen Packungsdichte  $\phi_{max}$  an, d. h. dem Volumenanteil, bei dem die Partikeln maximal dicht angeordnet sind, kann die Viskosität gut über die empirische Krieger-Dougherty-Gleichung hergeleitet werden [Kri59], vgl. Gleichung (2.45). Zwar liegen für ideal geformte, gleich große Partikeln, wie z. B. Kugeln, theoretische Werte für  $\phi_{max}$  vor, allerdings können diese Werte nur selten auf reale Partikeln bzw. Partikelschüttungen angewandt werden. Dies hängt insbesondere damit zusammen, dass  $\phi_{max}$  stark von der Partikelform und der Partikelgrößenverteilung abhängig ist.

$$\eta = \eta_0 \cdot \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{max}}\right)^{-[\eta] \cdot \phi_{max}} \quad (2.45)$$

Die Viskosität des Matrixfluids wird dabei über  $\eta_0$  ausgedrückt und  $[\eta]$  beschreibt die intrinsische Viskosität. Da die intrinsische Viskosität eine Funktion der Partikelform ist, bildet Gleichung (2.45) diesen Formeinfluss direkt mit ab. Für sphärische Partikeln wird der Wert mit  $[\eta] = 2,5$  angegeben, bei deutlich unregelmäßig geformten Zementpartikeln liegt  $[\eta]$  im Bereich zwischen 4 – 7 [Str95].

Der Einfluss der Partikelform auf die Viskosität von Suspensionen lässt sich unter anderem durch die Umlenkung der Stromlinien bei Scherung begründen. Bei z. B. sphärischen Partikeln müssen die Stromlinien nicht so stark umgelenkt werden wie bei anderweitig geformten Partikeln. Da die Umlenkung der Stromlinien in Relation zur viskosen Energiedissipation, d. h. Viskosität, steht, führen nicht-

sphärische Partikeln zu einem höheren Viskositätswert. Dies lässt sich anhand der relativen Viskosität  $\eta_r = \eta/\eta_0$  veranschaulichen, die für verschiedene Partikelformen über  $\phi$  aufgetragen ist, vgl. Abbildung 2.11 [Bar00].

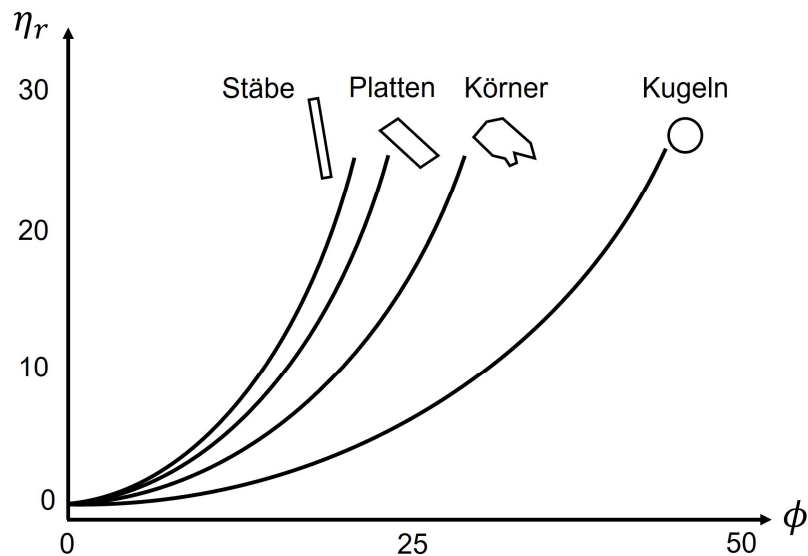


Abbildung 2.11: Relative Viskosität  $\eta_r$  über dem Volumenanteil  $\phi$  der Partikeln für verschiedene Partikelformen (nach [Bar00])

Wie Abbildung 2.11 zeigt, führen stabförmige Partikeln zum schnellsten Anstieg der relativen Viskosität mit steigendem Volumenanteil, gefolgt von plättchenförmigen Partikeln über kornartige Partikeln bis hin zu sphärischen Partikeln [Bar00]. Dieser Anstieg hängt jedoch auch mit der Ausrichtungsmöglichkeit der Partikeln im Scherfeld zusammen, gerade bei höherkonzentrierten Suspensionen. Hier behindern sich z. B. längliche Partikeln gegenseitig stärker in der Ausrichtung als rundliche Partikeln, was zu dem genannten Effekt eines schnelleren Viskositätsanstiegs als bei sphärischen Partikeln führt.

Neben der Partikelform besitzt auch die Partikelgrößenverteilung der Suspension einen hohen Einfluss auf die Viskosität. Hier lässt sich feststellen, dass mit zunehmender Breite der Verteilung die Viskosität der Suspension bei gleicher Konzentration abnimmt. Dies ist vor allem auf die erhöhte Beweglichkeit der Partikeln bei hohen Konzentrationen zurückzuführen, da bei breiten Partikelgrößenverteilungen, d. h. höheren maximalen Packungsdichten, kleinere Partikeln in die Leerräume zwischen den größeren Partikeln eindringen können, was bei monodispersen Suspensionen nicht möglich ist [Bar00].

Die rheologischen Eigenschaften von Suspensionen sind darüber hinaus maßgeblich von interpartikulären Wechselwirkungen abhängig, welche sich grundsätzlich in drei Arten aufteilen lassen. Dazu gehören anziehende van-der-Waals-Kräfte, anziehende oder abstoßende elektrostatische Kräfte und abstoßende sterische Wechselwirkungskräfte [Bar00; Tad10]. Alle abstoßenden Kräfte bewirken

dabei durch eine Erhöhung des Abstandes der Partikeln voneinander eine starke Reduzierung der van-der-Waals-Kräfte, was zu einer Erhöhung der „effektiven“ Partikelgröße und letztendlich auch zu einer höheren effektiven Volumenkonzentration bzw. zu einer Reduzierung der maximalen Packungsdichte führt. Anziehende Kräfte können zu ähnlichen Effekten führen, indem z. B. durch Bildung von Agglomeraten eine möglichst dichte Schüttung der Partikeln verhindert wird.

Van-der-Waals-Kräfte sind zwar die vergleichsweise am schwächsten wirkenden der drei Kräfte, treten aber zwischen allen Partikeln auf und sind unvermeidbar. Die Ursache für das Auftreten dieser Kräfte ist das Vorliegen von (temporären) Dipolen innerhalb der Atome bzw. Moleküle der Partikeln. Dabei können drei unterschiedliche Arten von Dipolkräften identifiziert werden, nämlich Dipol-Dipol-Kräfte (Keesom-Kraft), Dipol-induzierter-Dipol-Kräfte (Debye-Kraft) und induzierter-Dipol-induzierter-Dipol-Kräfte (London-Kraft). Die London-Kraft ist von diesen drei Kräften die relevanteste, da die hier vorliegenden temporären Dipole aus Fluktuationen in der Elektronendichteverteilung resultieren und daher sowohl bei polaren als auch bei unpolaren Partikeln vorzufinden sind [Tad10]. Entscheidend für die Anziehungskraft sind dabei die Hamaker-Konstante  $A_H$ , welche vom Material der Partikeln und dem Matrixfluid abhängt, und eine Funktion  $H_g$ , welche die Partikelgeometrie und den Partikelabstand beschreibt [Mac94].

Deutlich stärker ausgeprägt sind elektrostatische Kräfte, die sowohl abstoßende als auch anziehende Wechselwirkungen hervorrufen können. Diese Art von Kräften entsteht durch Ladungen auf der Oberfläche von Partikeln, die beispielsweise durch Ionisierung oder durch Adsorption von ionischen Tensiden entstehen. Liegen im entsprechenden Matrixfluid Ionen mit gegenteiliger Ladung vor, ordnen sich diese um die geladene Partikel und erzeugen eine sogenannte Stern-Doppelschicht. Diese Doppelschicht besteht aus einer eng anliegenden Schicht aus Gegenionen und einer diffusen Schicht, die üblicherweise weit in das Matrixfluid hineinreicht und aus beiden Ionenarten besteht [Mac94; Bar00]. Bei unterschiedlich geladenen Partikeln kommt es durch anziehende Kräfte zu einer Anlagerung von Einzelpartikeln zu größeren Agglomeraten. Liegen gleichartig geladene Partikeln vor, resultiert die Erhöhung der wirksamen Partikelgröße daraus, dass sich bei Annäherung von zwei Partikeln die diffusen Doppelschichten sehr früh anfangen zu überlappen. Folglich kommt es bereits bei vergleichsweise großen Abständen zu einer Abstoßung der Partikeln, was eine bis zu tausendfache Erniedrigung der maximalen Packungsdichte  $\phi_{max}$  und somit eine starke Erhöhung der Viskosität zur Folge haben kann [Tad10].

Ähnliche Phänomene lassen sich bei sterischen Wechselwirkungen beobachten. Diese Art von Wechselwirkungen treten insbesondere dann auf, wenn Polymere vom Typ  $AB$ ,  $ABA$  oder  $BA_n$  auf der Partikeloberfläche adsorbiert sind.  $A$  ist dabei der Teil des Polymers, der im Matrixfluid löslich ist und  $B$  ist der Teil mit einer hohen Affinität zur Partikel. Nähern sich zwei derartige Partikeln an, können



die Polymerketten überlappen oder komprimiert werden. Beide Fälle führen zu einer Abstoßung der Partikeln, da sich einerseits der osmotische Druck bei einer Überlappung der Polymerketten erhöht oder andererseits eine rein mechanische, durch elastische Verformung der Polymerketten hervorgerufene Abstoßung bei Komprimierung der Ketten stattfindet [Mac94; Tad10]. Auch bei dieser Art von Wechselwirkung kommt es zu einer höheren effektiven Partikelgröße bzw. Volumenkonzentration, welche in der Regel abhängig von der adsorbierten Schichtdicke  $\sigma_h$  des Polymers ist [Tad10].

Auch wenn Beton, je nach Mischzusammensetzung, nahezu alle der zuvor aufgeführten Phänomene aufweist [Ban91a], ist bei der Beschreibung des rheologischen Verhaltens grundsätzlich noch der Einfluss der anfänglichen Hydratation zu beachten. Wie bereits erwähnt, liegt der Fokus dieser Arbeit nur auf dem sogenannten Frischbeton, der innerhalb der ersten vier bis sechs Stunden vorliegt und bis dahin lediglich ein geringes Ausmaß an chemischer Reaktion aufgewiesen hat. Dennoch zeigt sich auch in dieser frühen Phase ein gewisser Einfluss der anfänglichen Hydratation auf das transiente rheologische Verhalten, welches im Folgenden näher betrachtet wird.

### 2.5.2 Transientes Verhalten zementbasierter Suspensionen

Eine Erklärung für das transiente Verhalten zementbasierter Suspensionen in den ersten Stunden nach Wasserzugabe liefert das sogenannte Strukturbruchmodell. Bei diesem Modell wird davon ausgegangen, dass mehrere Zementpartikeln im trockenen Zustand aufgrund anziehender Wechselwirkungskräfte miteinander in Kontakt stehen, vgl. Abbildung 2.12 (a). Die mit der Wasserzugabe einsetzende Hydratation führt zur Ausbildung einer gelartigen Membran um die Zementagglomerate, bestehend aus zwei oder mehr Zementpartikeln, welche die Haftverbindung zwischen den Partikeln zusätzlich zu den anziehenden Kräften erhöht, vgl. Abbildung 2.12 (b). Dies gilt insbesondere für Suspensionen im Übergang vom frischen zum erstarrenden Beton. Erfährt die Suspension nun eine Scherkraft, brechen diese Verbindungen auf, vgl. Abbildung 2.12 (c). Dies führt einerseits zu einer Reduzierung des Fließwiderstandes, andererseits bilden sich an den aufgebrochenen Stellen der Zementpartikeln neue Membranen aus, vgl. Abbildung 2.12 (d). Die Ausbildung der neuen Membranen führt zu dem irreversiblen Effekt, dass der Ursprungszustand, bei dem zwei oder mehrere Zementpartikeln aneinanderhaften, nicht wieder hergestellt werden kann. Die Partikeln bzw. die Membranen können sich somit lediglich bis auf einen Abstand annähern, der dem energetischen Minimum entspricht, vgl. Abbildung 2.12 (e), und dadurch ein netzartiges Gebilde erzeugen [Tat83; Ban91a]. Aufgrund der Verringerung des Fließwiderstandes während der Belastungsphase gepaart mit der reversiblen Ausbildung eines interpartikulären Netzwerks in der Ruhephase lässt sich das Fließverhalten zementbasierter

Suspensionen, unter Ausschluss des ersten Strukturbruchs, vgl. Abbildung 2.12 (c), als thixotrop bezeichnen [Rou12a].

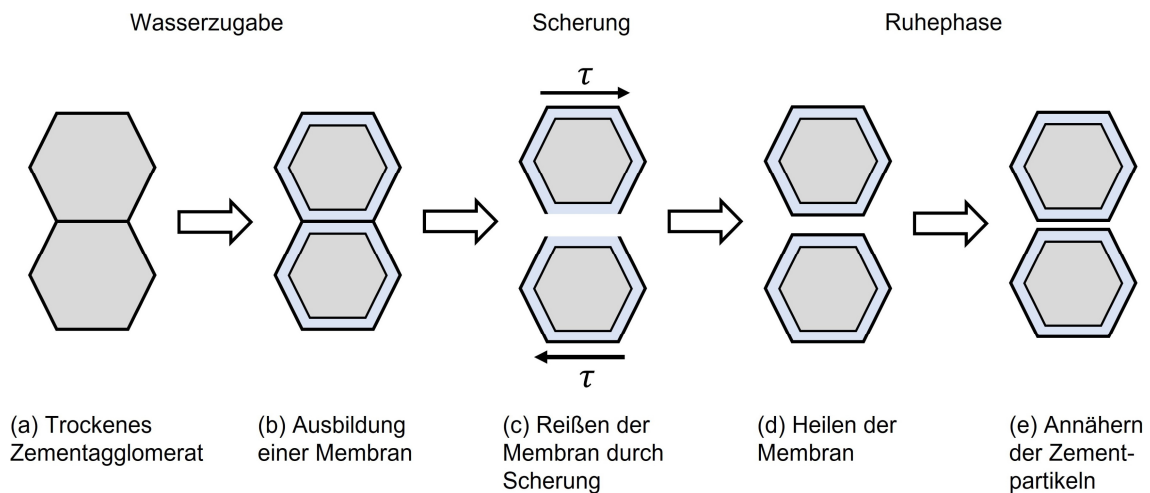


Abbildung 2.12: Strukturbruchmodell zementbasierter Systeme (nach [Ban91b])

Das transiente Verhalten spiegelt sich insbesondere in der Fließgrenze wider. So kann die ursprüngliche Fließgrenze, die vor dem irreversiblen Strukturbruch (Abbildung 2.12 (c)) bestimmt wird, das zehnfache der Fließgrenze nach Strukturbruch betragen [Ban91a]. Aus diesem Grund ist es gerade bei der Vermessung rheologischer Eigenschaften notwendig, ausreichend hohe Scherkräfte, z. B. durch den Mischvorgang, aufzubringen, um den erstmaligen, irreversiblen Strukturbruch herbeizuführen und die Ausbildung individueller Membranen um die Zementpartikeln zu initiieren und so möglichst gleiche Messbedingungen zu gewährleisten [Wüs05].

Neben dem irreversiblen Strukturbruch lässt sich auch der reversible Strukturbruch bzw. -wiederaufbau, hervorgerufen durch die reversible Bildung interpartikulärer Netzwerke, in der Fließgrenze wiederfinden. Wird eine zementbasierte Suspension nach Scherung einer Ruhephase ausgesetzt und anschließend nochmals geschert, lässt sich ein deutlicher Anstieg in der Fließgrenze beobachten, vgl. Abbildung 2.13. Dieser Effekt tritt bereits nach einer Ruhephase von nur wenigen Minuten oder schneller auf [Hu96]. Aus diesem Grund wird bei der Definition der Fließgrenze, wie bereits in Kapitel 2.2.2 dargelegt, zwischen der dynamischen Fließgrenze  $\tau_{y,d}$  und der statischen Fließgrenze  $\tau_{y,s}$  unterschieden [Bal14; Bei14]. Dabei ist zu bemerken, dass die Fließgrenze bei zementbasierten Suspensionen gerade wegen des sich reversibel bildenden, interpartikulären Netzwerks nicht nur von der Zeit, sondern auch maßgeblich von der Belastungshistorie des Materials abhängig ist [Ban91a]. Daher ist es insbesondere in Hinblick auf die Vermessung rheologischer Eigenschaften von hoher Bedeutung, eine gleichbleibende Belastungshistorie des zu vermessenden Materials zu gewährleisten, vgl. Kapitel 6.2.

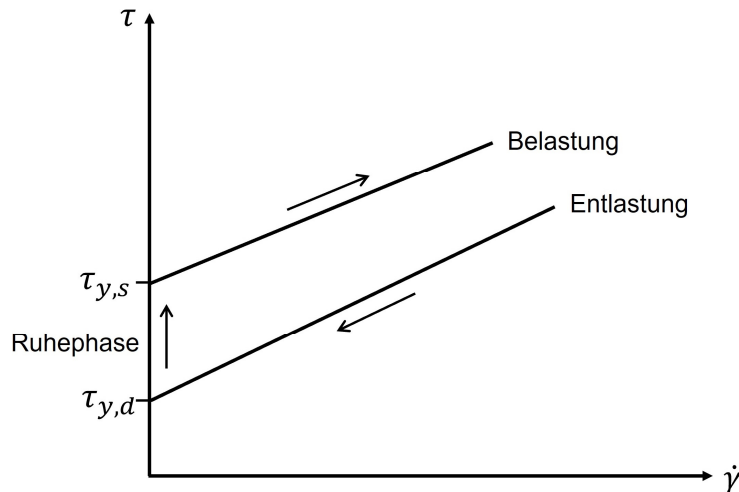


Abbildung 2.13: Schematische Veranschaulichung der dynamischen Fließgrenze  $\tau_{y,d}$  und der statischen Fließgrenze  $\tau_{y,s}$  einer zementbasierten Suspension

Auch wenn das rheologische Fließverhalten von Betonen besonders durch die zuvor genannten suspensionsrheologischen Besonderheiten und transienten Phänomene sehr komplex ist, haben sich verschiedene Fließmodelle etabliert, die das Fließverhalten derartiger Suspensionen beschreiben sollen. Auf die wichtigsten dieser Modelle wird im nachfolgenden Unterkapitel näher eingegangen.

### 2.5.3 Fließmodelle zur Beschreibung des Fließverhaltens

Das am meisten etablierte Modell zur Beschreibung des Fließverhaltens zementbasierter Suspensionen ist das Bingham-Modell [Ban81; Fer01a; Fer04; Fla04; Yah16]. Wie bereits in Kapitel 2.2.1 angesprochen, zeichnen sich Bingham-Fluide durch eine Fließgrenze mit anschließendem plastisch-newtonischen Fließverhalten aus und können mathematisch durch Gleichung (2.46) beschrieben werden [Fla04].

$$\tau = \tau_y + \eta_{pl} \cdot \dot{\gamma} \quad (2.46)$$

Die Steigung der Geraden im  $\tau/\dot{\gamma}$ -Diagramm wird hierbei als plastische Viskosität  $\eta_{pl}$  bezeichnet, um sie von der gängigen Viskosität  $\eta$  aufgrund des durch die Fließgrenze veränderten y-Achsenabschnitts unterscheiden zu können.

Allerdings wurde in mehreren Untersuchungen ein nichtlineares Fließverhalten von insbesondere selbstverdichtenden Betonen beobachtet [Hei08; Fey08; Fey09; Yah11; Fey13] und die Anwendung des Bingham-Modells führte zu physikalisch nicht möglichen negativen Fließgrenzwerten [Lar98; Fey08; Hei08]. Daher wurde vermehrt das sogenannte Herschel-Bulkley-Modell zur Beschreibung der rheologischen Eigenschaften genutzt, vgl. Gleichung (2.47).

$$\tau = \tau_y + k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (2.47)$$

Dieses Modell ersetzt den ursprünglich linearen, plastisch-newtonischen Zusammenhang zwischen  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  durch jenen von Ostwald und de Waele vorgestellten Ansatz für Potenzgesetzflüssigkeiten, vgl. Kapitel 2.4.1, sodass auch nicht-lineares Verhalten abgebildet werden kann. Dabei gilt, dass  $n < 1$  scherverdünnendes und  $n > 1$  scherverdickendes Fließverhalten kennzeichnet.

Auch wenn das Herschel-Bulkley-Modell zunächst für die Beschreibung nicht-linearen Verhaltens geeignet zu sein scheint, sind einige weitere Untersuchungen zu dem Ergebnis gekommen, dass die über dieses Modell ermittelten Fließgrenzwerte stark abhängig vom Fließexponenten sind. So hat der Vergleich des Modells mit anderen Modellen für scherverdünnende Materialien eine stets zu niedrige Fließgrenze ergeben [Yah01], für scherverdickende Materialien eine zu hohe [Fey07a; Fey07b]. Diese Problematik kann dadurch entstehen, dass der Fit der Modelle an alle erhaltenen Messdaten erfolgt. Werte im hohen Scherratenbereich, die mitunter gewisse Abweichungen besitzen können, haben somit auch Einfluss auf die Fließgrenze als Fitparameter, wodurch die physikalische Bedeutung dieses Werts teilweise verloren geht.

Um diesem Problem entgegenzuwirken, wurde das Bingham-Modell um den quadratischen Term  $c \cdot \dot{\gamma}^2$  ergänzt, woraus das sogenannte modifizierte Bingham-Modell hergeleitet wurde, vgl. (2.48) [Yah01]. Der Parameter  $c$  entspricht dabei einem empirischen Koeffizienten für den quadratischen Term, wobei eine genauere Definition dieses Kennwerts in der Literatur ausbleibt.

$$\tau = \tau_y + \eta_{pl} \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2 \quad (2.48)$$

Bei der Anwendung des modifizierten Bingham-Modells hat sich herausgestellt, dass die darüber ermittelte Fließgrenze stets zwischen der über Herschel-Bulkley und Bingham bestimmten Fließgrenze liegt und somit eine genauere Abschätzung ermöglichen kann [Yah01]. Zudem ist die Ermittlung der Fließgrenze laut Feys et al. über dieses Modell unabhängig vom Grad der Scherverdickung, was weiterhin für die Genauigkeit dieses Modells sprechen kann [Fey13].

Die vorgestellten Modelle setzen jedoch voraus, dass die im Material vorliegende Schubspannung und Scherrate eindeutig gemessen bzw. vorgegeben werden kann. Aufgrund der Partikelgröße werden in der Betonforschung jedoch vielfach Messgeräte verwendet, für die eine Berechnung der Scherrate bzw. der Schubspannung aufgrund der Geometrie nicht möglich ist, vgl. Kapitel 3.1. Um dennoch einen Rückschluss auf die rheologischen Eigenschaften zu erhalten, stellt die Reiner-Riwlin-Gleichung eine alternative Möglichkeit dar, vgl. Gleichung (2.49).

$$M_d = b + M \cdot N \quad (2.49)$$

Hierbei wird  $N$  durch die Drehzahl gegeben,  $b$  stellt den  $y$ -Achsenabschnitt des  $M_d/N$ -Diagramms dar und  $M$  ist die Steigung der resultierenden Geraden. Da die Reiner-Riwlin-Gleichung auf der Annahme eines Bingham-Fluids basiert, lassen sich die rheologischen Kennwerte  $\tau_y$  und  $\eta_{pl}$  direkt über folgende Gleichungen ermitteln [Rei49; Fey13].

$$\tau_y = \frac{b}{4 \cdot \pi \cdot L} \cdot \left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_a^2} \right) \cdot \frac{1}{\ln(R_a/R_i)} \quad (2.50)$$

$$\eta_{pl} = \frac{M}{8 \cdot \pi^2 \cdot L} \cdot \left( \frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_a^2} \right) \quad (2.51)$$

Dabei ist zu bemerken, dass für genormte Koaxialsysteme die Gleichungen (2.50) und (2.51) aus den klassischen Gleichungen der Koaxialrheometrie resultieren, vgl. Kapitel 2.3. Bei der Anwendung solcher Geometrien ergeben sich durch die Reiner-Riwlin-Gleichung daher keine Vorteile. Für beliebige, vielfach in der Betonforschung angewendete Geometrien bietet die Reiner-Riwlin-Gleichung jedoch den Vorteil, Rückschlüsse auf rheologische Parameter zu erhalten, auch wenn aus der klassischen Theorie zu Koaxialgeometrien aufgrund der schwer definierbaren Scherfelder beliebiger Geometrien eigentlich keine Rückschlüsse auf rheologischen Kenngrößen möglich wären. Inwiefern die so ermittelten Kenngrößen valide sind, bleibt allerdings offen.

Aus den zuvor genannten Gründen, nämlich dem Vorhandensein eines nicht-linearen Fließverhaltens, wurde die Reiner-Riwlin-Gleichung sowohl für das Herschel-Bulkley-Modell [Hei08], als auch für das modifizierte Bingham-Modell [Fey13] erweitert, deren Formulierungen in der gekennzeichneten Literatur zu finden sind.



### 3 Stand der Technik

Dieses Kapitel befasst sich mit den grundlegenden Fortschritten der vergangenen Jahre, die im Bereich der Rheometrie von Beton sowie im Bereich der Untersuchung strukturierter Messgeometrien zu verzeichnen sind. Aufgrund der hohen Relevanz zu dieser Arbeit liegt der Fokus vorerst auf Betonrheometern, die vielfältige Ansätze zur Betoncharakterisierung bieten. Da bei Beton der Einsatz strukturierter Messoberflächen zur Unterbindung von Wandgleiten gängige Praxis ist, werden anschließend die derzeitigen Erkenntnisse des Einflusses solcher Messoberflächen auf die Rheologie näher beleuchtet.

#### 3.1 Betonrheometer

Der stetig zunehmende Bedarf an Beton und die damit verbundenen steigenden Anforderungen haben in den letzten Jahrzehnten zur Entwicklung einer Vielzahl von Charakterisierungsmöglichkeiten für Beton geführt. Diese sogenannten „Betonrheometer“ sind zum Großteil am Koaxialsystem orientiert, wie z. B. das ConTec BML, das CEMAGREF-IMG, das Two-Point-Rheometer und das IBB [Uzo74; Tat79; Web85; Wal90b; Wal90a; Cou93; Bea94; Hu95; Bar96; Fer01a; Koe04; Jau10; Est12; Rou12b; Sou14; Cou95], vgl. Tabelle 3.1. Es finden sich aber auch einige, die anhand des Prinzips eines Platte-Platte-Systems arbeiten, wie z. B. das BTRheom [Lar93; Lar96; Sze97; Str01], vgl. Tabelle 3.1, oder den Beton über einen Ausbreitversuch charakterisieren [Thr10]. Vielfach sind die Rheometer Forschungsprojekte aus Dissertationen und somit nicht auf dem freien Markt verfügbar. Kommerzielle Betonrheometer werden jedoch von der Fa. *Schleibinger* mit den Modellen Viskomat XL, Viskomat NT und eBT-V angeboten. Ein sehr praxisorientiertes System wird ebenfalls von *Schleibinger* mit dem SLIPER angeboten, welches die Pumpfähigkeit von Betonen charakterisieren soll.

Diese Messgeräte werden zumeist als „Betonrheometer“ bezeichnet, was bis auf wenige Ausnahmen darauf zurückzuführen ist, dass die charakteristischen Mess- bzw. Vorgabegrößen, analog zu gängigen Rheometern, die Drehzahl und das Drehmoment sind. Zur Auswertung wird in nahezu allen Fällen die Reiner-Riwlin-Gleichung, vgl. Gleichungen (2.49) bis (2.51), unter der Annahme eines Bingham'schen Fließverhaltens angewandt. Auch wenn die Bezeichnung „Rheometer“ impliziert, dass absolute rheologische Kenngrößen ermittelt werden können, ist dies bei nahezu allen in der Vergangenheit entwickelten Betonrheometern nur schwer bis gar nicht möglich [Rou12b]. Dies liegt insbesondere daran, dass die verwendeten Messgeometrien kein analytisch beschreibbares Scherfeld erzeugen,

da zumeist flügelartige Geometrien, Paddel, Kugeln und andere Geometrien verwendet werden. Da ein klar definiertes Scherfeld jedoch eine Grundbedingung zur Ermittlung rheologischer Größen darstellt, können Absolutwerte mit derartigen Betonrheometern nicht ermittelt werden. Dies führt zwangsläufig auch dazu, dass Daten, die mit unterschiedlichen Betonrheometern erfasst werden, nicht miteinander vergleichbar sind.

Um dieser Problematik zumindest für ausgewählte Betonrheometer entgegenzuwirken, wurden im Jahr 2000 am LCPC in Frankreich und im Jahr 2003 bei der Fa. *Master Builders Solutions* in den USA Round-Robin-Tests durchgeführt [Fer01a; Fer04]. Das Ziel bestand darin, durch die Messung von identischen Betonmischungen Korrelationen zwischen den Rheometern zu entwickeln, um zukünftig auch verschiedene Betonmischungen, die in unterschiedlichen Betonrheometern vermessen werden, miteinander vergleichen zu können. Die dabei verwendeten Rheometer waren das BTRheom [Lar93; Lar96], das IBB [Bea94], das Two-Point-Rheometer [Tat79], das ConTec BML [Wal90a; Wal90b] und das CEMAGREF-IMG [Hu95], deren Kenndaten und weitere Informationen in Tabelle 3.1 zu finden sind.

Tabelle 3.1: Übersicht der in den Round-Robin-Tests verwendeten Betonrheometer

	Messkörperanordnung	Messvolumen $V / l$	Messkörper
<b>BTRheom</b>	parallele Platten	7	geflügelte Platten
<b>CEMAGREF-IMG</b>	koaxial	500	strukturierte Zylinder
<b>ConTec BML</b>	koaxial	1 – 25	koaxial angeordnete Längsbleche
<b>IBB</b>	exzentrisch	7 – 21	H-förmiger Rotor
<b>Two-Point-Rheometer</b>	koaxial	15	Zylinder mit vier spiralförmig angeordneten Blechen

Die Auswertung des Round-Robin-Tests hat ergeben, dass die Rheometer unterschiedliche Werte für die Bingham-Parameter Fließgrenze und plastische Viskosität liefern, sogar jene Rheometer, die nach eigenen Angaben Absolutwerte messen können [Rou12b]. Auffällig war jedoch, dass die Parameter bei allen Rheometern in der gleichen Größenordnung lagen, was sich insbesondere in den Korrelationskoeffizienten  $R$ , d. h. der Stärke der linearen Beziehung zwischen zwei Parametern, in diesem der Fließgrenzen verschiedener Rheometer, widerspiegelt hat. Die Korrelationskoeffizienten für diesen Parameter lagen im Bereich 0,81



bis 0,99 (2000) und 0,84 bis 0,96 (2003). Bei der plastischen Viskosität lagen diese lediglich zwischen 0,45 bis 0,98 (2000) und 0,3 bis 0,9 (2003). Zumindest für die Fließgrenze ließ sich daher der Schluss ziehen, dass dieser Wert in gewissem Rahmen unabhängig von dem verwendeten Betonrheometer bestimmt werden kann. Bekräftigt wurde diese Schlussfolgerung zudem dadurch, dass auch der Vergleich von Ausbreitmaß mit Fließgrenze für alle Rheometer eine gute Korrelation mit -0,96 bis -0,86 (2000) und -0,95 bis -0,86 (2003) aufwies.

Dennoch wurde in beiden Round-Robin-Tests keine generelle Lösung für die Vergleichbarkeit zwischen den Betonrheometern gefunden, weshalb verschiedene Vorschläge für zukünftige Tests unterbreitet wurden. Diese beinhalten unter anderem:

- Etablierung standardisierter Messverfahren für Beton [Fer01a]
- Verwendung geeigneter Referenzmaterialien, z. B. grobkörnige Suspension basierend auf Öl [Fer04]
- Tieferes Verständnis suspensionsrheologischer Besonderheiten, wie Wandgleiten, Segregation und Thixotropie [Fer04]

Eins der damit verfolgten Ziele war die Entwicklung besserer Rheometer, wodurch einerseits Absolutwerte von Beton bestimmt werden und andererseits diese Absolutwerte in Simulationen verwendet werden können [Fer04].

Werden die Ergebnisse der Round-Robin-Tests unter Einbeziehung der in Tabelle 3.1 aufgeführten Kenndaten näher betrachtet, lässt sich feststellen, dass, rheometrisch betrachtet, diese Ergebnisse nicht verwunderlich sind. Der Hauptgrund für diese Beurteilung liegt darin, dass die verwendeten Rheometer die Ausbildung eines definierten Scherfeldes aufgrund ihrer Geometrie nicht garantieren können. Insbesondere das Two-Point-Rheometer, welches vier, spiralförmig um einen dünnen Zylinder angeordnete Bleche besitzt, und das IBB-Rheometer, welches einen exzentrisch bewegten Messkörper in der Form eines „H“ aufweist, erzeugen ein nicht auswertbares Scherfeld. Ähnlich verhält es sich beim Platte-Platte-Rheometer BTRheom, da hier der Beton an den Seiten, wo üblicherweise eine Grenzfläche zur Luft besteht, durch Bleche am Auslaufen gehindert wird und somit eine nicht vernachlässigbare Beeinflussung des Scherfeldes stattfindet. Bei den koaxial ausgelegten Betonrheometern ConTec BML und CEMAGREF-IMG weist lediglich das CEMAGREF-IMG eine Messgeometrie auf, die ähnlich zu einem standardisierten Koaxialsystem ist. Allerdings führen die Radien dieses Betonrheometers zu einem Radienverhältnis von  $\kappa = 1,57 > 1,2$ , vgl. Gleichung (5.2), welches hinsichtlich der radialen Schubspannungs- und Scherratenverteilung im Spalt aufgrund zu hoher Differenzen zwischen Innen- und Außenzylinder ungünstig ist, vgl. Kapitel 5.1.1. Zwar kann ein Radienverhältnis von  $\kappa \leq 1,2$  beim ConTec BML durch Verwendung eines passenden Aufsatzes erreicht werden, bei der Durchführung des Round-Robin-Tests wurde jedoch ein Aufsatz mit  $\kappa = 1,45$  gewählt,

wodurch dieselbe Problematik wie beim CEMAGREF-IMG besteht. Weiterhin ist unklar, ob die Messgeometrie des ConTec BML ein definiertes Scherfeld garantieren kann, da der Messkörper innen ausgehöhlt und während der Messung mit Beton gefüllt ist. Somit waren die Round-Robin-Tests zwar wertvolle Ansätze, die Problematik der Vergleichbarkeit zwischen den Rheometern zu lösen. Allerdings wären die Ergebnisse noch erfolgreicher gewesen, wenn, wie bereits in [Fer04] dargelegt, (rheometrisch) ausgereifere Rheometer verwendet worden wären.

Die bis heute entwickelten Betonrheometer lassen sich zusammenfassend dahingehend beurteilen, dass sie viele gute Ansätze bieten, Beton rheologisch zu charakterisieren, diese jedoch lediglich einen relativen Vergleich unterschiedlicher Betonmischungen erlauben und ein Datenvergleich zwischen den Rheometern nicht möglich ist. Dies wurde für ausgewählte Betonrheometer in aufwändigen Round-Robin-Tests durch Korrelationsfunktionen zwar versucht zu lösen, allerdings konnte bis heute keine allgemeingültige Lösung gefunden werden. Ein Fortschritt könnte jedoch durch die Möglichkeit zur Bestimmung absoluter rheologischer Werte von Beton erzielt werden, was ein Bestandteil der vorliegenden Arbeit ist.

## **3.2 Strukturierte Oberflächen zur Wandgleitverhinderung**

Der Einsatz strukturierter Messoberflächen zur Unterbindung von Wandgleiten ist in der Rheologie gängige Praxis. Dabei wird, wie bereits in Kapitel 2.2.4 erwähnt, üblicherweise angenommen, dass der Messspalt unabhängig von der Geometrie der Oberflächenstruktur durch den geringsten Abstand zwischen bewegter und nicht bewegter Messoberfläche definiert ist. Allerdings weisen viele Untersuchungen darauf hin, dass, entgegen der gängigen Annahme eines in den Strukturen ruhenden Fluids, innerhalb der Strukturen tatsächlich ein Fließen stattfindet, was nicht nur Auswirkungen auf das Fließfeld hat, sondern auch aufgrund der Spalterweiterung die Bestimmung der rheologischen Eigenschaften erschwert. Auch wenn Platte-Platte-Systeme im Rahmen dieser Arbeit nicht den Fokus darstellen, bezüglich der Spalterweiterung in der Vergangenheit jedoch intensiver erforscht wurden, werden im nachfolgenden zunächst diese Systeme und anschließend Koaxialsysteme betrachtet.

### **3.2.1 Strukturierte Platte-Platte-Systeme**

Die Grundlagen für die zuvor aufgeführte Annahme eines innerhalb der Strukturen fließenden Mediums sind die von Beavers und Joseph [Bea67] sowie Neale und Nader [Nea74] durchgeführten Untersuchungen. Sie konnten nachweisen, dass das Fließfeld eines newtonischen Fluids beim Fließen über eine poröse Oberfläche teilweise in diese eindringt. Dies beruht auf dem Ergebnis, dass das Fluid

erst nach einer definierten Strecke  $\delta'$  innerhalb der porösen Oberfläche keine Geschwindigkeit mehr aufwies. Die Strecke  $\delta'$  ist dabei, so die Autoren, proportional abhängig von der Permeabilität  $k_p$  mit  $\delta' \sim k_p^{1/2}$  sowie unabhängig von der Fluidviskosität und unempfindlich gegenüber variierenden Fluideigenschaften.

Darauf aufbauend betrachteten Nickerson et al. [Nic05] säulenförmige Strukturen eines eigens entwickelten Platte-Platte-Systems als poröse Oberfläche und verglichen vorerst die Messwerte dieses Systems mit den Absolutwerten, die mit einem glatten Platte-Platte-System erzielt wurden. Es hat sich gezeigt, dass die Messwerte der strukturierten Platten zwar in der Nähe der Absolutwerte, jedoch systematisch niedriger lagen. Daher wurden die theoretischen Werte für die Strecke  $\delta'$ , im weiteren Verlauf als Spalterweiterung bezeichnet, ermittelt und mit experimentellen Werten verglichen. Aus Voruntersuchungen zur Permeabilität der Säulenstruktur gelangten sie zu einem theoretischen Wert von  $\delta' = 150 \mu\text{m}$ . Experimentell ist  $\delta'$  vorerst für drei Silikonöle anhand von Gleichung (3.1) über rheologische Messungen mit Hilfe des modifizierten Platte-Platte-Systems berechnet worden, wobei die Annahme gilt, dass  $\delta'$  bei Verwendung zweier strukturierter Platten zu gleichen Teilen auf beiden Platten mit  $2 \cdot \delta' = \delta$  auftritt. Der Wert  $H$  beschreibt dabei den Plattenabstand.

$$\eta_s = \eta \cdot \frac{H}{H + \delta} \quad (3.1)$$

Der so ermittelte Wert für  $\delta'$  lag bei  $157 \mu\text{m}$ , welcher gut mit dem theoretischen Wert von  $\delta' = 150 \mu\text{m}$  übereinstimmt. Bei anschließender Verwendung des experimentellen Werts für ein nicht-newtonisches Fluid ergab sich lediglich eine Abweichung von 1 % zu den mit glatten Platten bestimmten Absolutwerten, wodurch die Schlussfolgerung gezogen wurde, dass die Spalterweiterung  $\delta$  materialunabhängig und vorwiegend durch die Strukturgeometrie definiert ist. Der Vergleich von glatten und strukturierten Platten sowie die Annahme eines vergrößerten Messspalts, hervorgerufen durch die Spalterweiterung  $\delta$ , mit anschließender Korrektur deutet in diesem Fall also tatsächlich auf ein Fließen innerhalb der strukturierten Oberfläche hin.

Weitere Untersuchungen sind von Carotenuto et al. [Car13; Car15] durchgeführt worden. Diese konzentrierten sich vorerst auf ein Platte-Platte-System, welches mit Sandpapier modifizierte Platten in unterschiedlichen Konstellationen, d. h. beide Platten mit Sandpapier (rau-rau) oder jeweils nur eine (rau-glatt), besaß [Car13]. Auffällig war, dass alle untersuchten newtonischen Fluide, darunter fünf einphasige und eine Suspension ( $\phi = 0,35$ ), scheinbares Wandgleiten zeigten, welches bei Verwendung glatter Platten nicht auftrat. Dieses scheinbare Wandgleiten wurde als Fließen innerhalb der strukturierten Oberfläche interpretiert, so dass, wie auch bei Nickerson et al. [Nic05], die Spalterweiterung  $\delta'$  über Gleichung (3.1) ermittelt und eine theoretische Abschätzung dafür getroffen wurde.

Dabei hat sich für alle untersuchten Fluide herausgestellt, dass die Spalterweiterung  $\delta'$  sowohl abhängig von der Plattenkonstellation als auch vom verwendeten Sandpapier ist. Bei den einphasigen Fluiden zeigte sich allerdings nur annähernd eine Unabhängigkeit der Spalterweiterung vom verwendeten Fluid und dies auch nur für die Konstellation rau-glatt. Die theoretisch ermittelten Werte für die Spalterweiterung lagen für die zwei untersuchten Sandpapiere zwar in der gleichen Größenordnung, wie die experimentell bestimmten Werte, wichen allerdings um 20 – 27 % von diesen ab. Diese Forschungsreihe wurde in einer nachfolgenden Untersuchung fortgesetzt [Car15], wobei neben Sandpapier eine Platte mit pyramidenförmiger Kreuzschraffur als Messsystem diente. Für das Sandpapier ergaben sich zwischen den theoretischen und experimentellen Spalterweiterungen größere Differenzen als zuvor. Bei der kreuzschraffierten Platte hingegen, welche nur als eine der beiden Platten des Messsystems zusammen mit einer glatten Platte verwendet wurde, wichen diese Werte lediglich um 1,8 % ab. Auch in diesem Fall deuten die Ergebnisse darauf hin, dass ein Fließen innerhalb der strukturierten Oberflächen stattfindet. Diese Studien wurden von Paduano et al. [Pad18; Pad19] erweitert, indem neben einem newtonischen Fluid auch ein sogenanntes Boger-Fluid (elastisches Fluid mit einer scherratenunabhängigen Viskosität) untersucht wurde. Hier zeigte sich, dass  $\delta'$  für ein Boger-Fluid mit zunehmender Schubspannung abnimmt und unter der eines newtonischen Fluides liegt [Pad18]. Ein nachfolgender Vergleich [Pad19] der experimentell und theoretisch bestimmten Werte für  $\delta'$  unter Einbeziehung einer pyramidenförmigen und säulenförmigen Oberfläche führte zu dem Ergebnis, dass für diese Strukturen bei newtonischen Fluiden eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Labor und Theorie vorliegt, beim Boger-Fluid jedoch nur die pyramidenförmige Struktur eine gute Übereinstimmung zwischen diesen Werten aufweist.

Die vielfach aufgeführte Annahme einer vor allem strukturabhängigen Spalterweiterung konnte auch in einer anderen Untersuchung bestätigt werden, bei welcher der Fokus auf der Variation von Geometrieparametern lag [Paw20]. Zu diesem Zweck sind fünf newtonische Fluide (zwei Silikonöle und drei unterschiedlich konzentrierte Suspensionen) und drei strukturviskose, unterschiedlich konzentrierte Xanthan-Lösungen mit verschiedenen Messgeometrien (pyramidenförmig, säulenförmig und Längsbalken) analysiert worden. Für die newtonischen Fluide hat sich gezeigt, dass  $\delta'$  insbesondere mit zunehmender Strukturtiefe und abnehmender Strukturdicke zunimmt. Ein derartiger Zusammenhang konnte für die strukturviskosen Fluide nicht eindeutig erkannt werden. Allerdings zeigte sich in dieser Untersuchung ein Unterschied zu der von Nickerson et al. postulierten Materialunabhängigkeit von  $\delta'$ . Während  $\delta'$  für die newtonischen Fluide mit zunehmender Scherrate gestiegen ist, konnte für die strukturviskosen Fluide eine Abnahme von  $\delta'$  mit steigender Scherrate beobachtet werden. Zudem lagen die Absolutwerte von  $\delta'$  für alle newtonischen Fluide in einem ähnlichen Bereich mit maximalen Abweichungen von ca. 10 %. Die Werte der strukturviskosen Fluide

haben sich jedoch zu stark von denen der newtonischen Fluide unterschieden, als dass sinnvolle Zusammenhänge hergestellt werden konnten. Daher wurde die Vermutung aufgestellt, dass die Spalterweiterungen bzw. die daraus abgeleiteten Korrekturen nicht auf Fluide mit unterschiedlichem Fließverhalten übertragen werden können, auf solche mit gleichem Fließverhalten allerdings schon. Für Fluide mit einem nicht-newtonischen Fließverhalten, so die Vermutung, wäre diese Übertragbarkeit jedoch weiterhin abhängig von der Ausprägung des Fließverhaltens und müsste intensiver untersucht werden.

### 3.2.2 Strukturierte Koaxialsysteme

Derart ausführliche Forschungsreihen zur effektiven Spalterweiterung liegen für Koaxialsysteme in der Literatur zwar noch nicht vor, vereinzelt lassen sich jedoch Untersuchungen finden, die ähnliche Erkenntnisse liefern. Eine dieser Untersuchungen sind die von Fincke et al. [Fin61] durchgeführten Versuchsreihen zur Bestimmung der Fließgrenze grobkörniger Suspensionen, bei denen genutete Koaxialsysteme zur Unterbindung von Wandgleiten verwendet wurden. Um zu ermitteln, ob das sich in den Nuten befindliche Material an der Scherströmung im Messspalt beteiligt ist, wurden im Vorfeld newtonische Fluide mit den Systemen vermessen. Ein Vergleich mit glatten Referenzmesssystemen führte zu einer Radienänderung bzw. notwendigen Radienkorrektur  $\Delta R$  von einigen Zehntelmillimetern. Durch Einbeziehung dieses Korrekturwertes in die Berechnung rheologischer Größen eines newtonischen Öls konnten mit glatten und profilierten Messoberflächen nahezu identische Messwerte erzielt werden. Aufgrund der nur geringen Radienänderung kamen die Autoren zu dem Schluss, dass das Fluid in den Nuten nur unwesentlich an der Strömung im Scherspalt teilnimmt. Gleichzeitig führen sie die Hypothese auf, dass dies jedoch vom Fließverhalten und vom untersuchten Schubspannungsbereich abhängig ist.

Ähnliche Untersuchungen wurden von Bauer et al. [Bau95] durchgeführt, welche konzentrierte Diblock-Copolymer-Lösungen mit genuteten Koaxialsystemen vermessen haben. Da sich die Autoren der Notwendigkeit einer Radienkorrektur bei Verwendung strukturierter Messsysteme bewusst waren, führten sie Voruntersuchungen zur Bestimmung der Korrekturwerte mit newtonischen Fluiden durch. Es stellte sich heraus, dass die Radienkorrekturen  $\Delta R$  proportional zum Radius, aber unabhängig von der Scherrate und der Viskosität sind. Mit Hilfe der so bestimmten Korrekturwerte war es den Autoren möglich, auch für die nicht-newtonischen Diblock-Copolymer-Lösungen die gleichen Ergebnisse für glatte und strukturierte Messsysteme zu erhalten. Allerdings betonen sie, dass der Einfluss strukturierter Messsysteme in vielen Fällen zwar durch die Einbeziehung einer Radienkorrektur aufgehoben wird, die Korrekturwerte jedoch nicht berücksichtigen, dass das Fließfeld durch die strukturierten Systeme verändert bzw. gestört wird. Dies, so Bauer et al., sei insbesondere dann von Relevanz, wenn das Fließverhalten

von einer scherinduzierten Bildung von Strukturen abhängig ist. Ein Beispiel dafür sind die von den Autoren verwendeten Copolymer-Systeme, welche eine auf Strukturbildung basierte Dilatanz zeigen. Da diese Strukturbildung jedoch maßgeblich von Störungen im Fließfeld abhängig ist und strukturierte Messoberflächen derartige Störungen begünstigen, kann die Verwendung solcher Messoberflächen zu falsch interpretiertem Fließverhalten führen.

Einen anderen Ansatz verfolgten Ahuja et al. [Ahu09] über die Simulation niedrigkonzentrierter Suspensionen ( $\phi = 0,3$  und  $\phi = 0,4$ ) in glatten und strukturierten Messsystemen. Bei Verwendung des minimalen Abstands im Messspalt, d. h. Abstand zwischen den Strukturspitzen innen und außen, zeigten sich erhebliche Abweichungen zwischen den Ergebnissen glatter und strukturierter Wände. Wurde jedoch der Messspalt insofern erweitert, dass dieser nun aus dem minimalen Abstand und der zweifachen Strukturtiefe besteht, traten keine Abweichungen mehr zwischen glatter und strukturierter Geometrie auf.

### 3.2.3 Zusammenfassende Erkenntnisse

Rückblickend lässt sich aus den vorangegangenen Studien zu Platte-Platte-Systemen und Koaxialsystemen die Schlussfolgerung ziehen, dass alle Ergebnisse auf ein nicht unerhebliches Fließen des zu vermessenden Mediums innerhalb der Strukturen hindeuten. Eine Korrektur ist somit in nahezu allen Fällen zur Bestimmung rheologischer Absolutwerte erforderlich, unabhängig davon, welches der betrachteten Messsysteme verwendet wird. Allerdings ließen sich bis jetzt nur für newtonische Fluide in einem Platte-Platte-System zuverlässige Abschätzungen der Spalterweiterung  $\delta'$  aus dem von Beaver et al. und Neale et al. vorgestellten Ansatz ermitteln, wobei hier vornehmlich klar definierte Strukturen (pyramidenförmig bzw. säulenförmig) erfolgversprechend sind. Für koaxiale Messgeometrien ist ein derartiger Zusammenhang noch nicht erschlossen worden, sodass je nach Geometrie ein individueller Korrekturfaktor in teilweise sehr aufwändigen Voruntersuchungen ermittelt werden muss. Unklar bleibt auch weiterhin, ob für nicht-newtonische Fluide zuverlässige Voraussagen bezüglich  $\delta'$  (Platte-Platte-System) bzw.  $\Delta R$  (Koaxialsystem) getroffen werden können. Dies ist insbesondere dann fraglich, wenn es sich um Materialien mit Fließgrenze handelt, da diese, je nach Schubspannung, innerhalb der Strukturen als Feststoff betrachtet werden können und eine Spalterweiterung durch die Strukturierung somit stark vermindert, wenn nicht sogar ausgeschlossen werden könnte. Zudem erbringen die Untersuchungen, sowohl theoretisch als auch experimentell, mit  $\delta'$  bzw.  $\Delta R$  lediglich einen Modellparameter, der keine Aussagen, weder qualitativ noch quantitativ, über das tatsächliche Fließfeld innerhalb der Oberflächenstrukturen zulässt. Daher besteht ein weiteres Ziel der vorliegenden Arbeit darin, im Falle newtonischer Fluide über den Vergleich experimentell bestimmter Werte mit Ergebnissen aus der Simulation einerseits Aufschluss darüber zu geben, welche Eigenschaften das Fließfeld bei Einsatz

strukturierter Messoberflächen im Gegensatz zu glatten Messoberflächen aufweist. Andererseits wird dadurch angestrebt, die Korrekturfaktoren aus den Simulationswerten ermitteln zu können, was eine erhebliche Zeit- und Kostenreduzierung mit sich führen würde. Die entsprechenden Ergebnisse dieser Untersuchungen sind Kapitel 7 näher thematisiert.





## 4 Motivation, Zielsetzung und Struktur der Arbeit

Die Kenntnis der rheologischen Eigenschaften von Frischbeton ist für viele Anwendungen von hoher Bedeutung und nimmt mit den derzeit wachsenden Anforderungen stetig an Notwendigkeit zu. Wie bereits dargelegt, erfordern insbesondere neu aufkommende, technische Herausforderungen, wie z. B. der Beton 3D-Druck oder die Simulation des Fließverhaltens, bei der in der Regel nur Absolutwerte als Inputparameter dienen, die genaue Kenntnis der rheologischen Eigenschaften. Die Zugänglichkeit zur Rheologie von Beton ist somit einer der Grundsteine, um zukünftig Fortschritte in der Betonforschung und der Betonentwicklung zu erzielen. Zwar gibt es bereits eine große Vielfalt an Charakterisierungsmöglichkeiten für Beton, wie z. B. den Ausbreitversuch und den L-Box-Test, welche für relative Vergleiche ausreichend sind. Auch wurden bereits viele Ansätze für Messgeräte entwickelt, welche den Beton auf rheologischer Ebene charakterisieren sollen. Allerdings existiert, wie im vorigen Kapitel beschrieben, bis heute noch kein Rheometer, welches die Rheologie von Beton zuverlässig bestimmen kann.

Der Hauptgrund für diesen Mangel besteht darin, dass die Gesteinskörnungen im Beton zu groß für kommerzielle Rheometer sind. Auch wenn die bereits entwickelten Betonrheometer dieses Problem durch verschiedene Ansätze versucht haben zu lösen, wurden die für die Ermittlung zuverlässiger rheologischer Kennwerte relevanten Herausforderungen, wie z. B. Wandgleiten, Partikel-Spalt-Verhältnis und Erzeugung eines definierten Scherfeldes, dennoch nur vereinzelt berücksichtigt und nicht einheitlich gelöst. Daher besteht eines der wesentlichen Ziele dieser Arbeit in der Entwicklung eines Rheometers, welches die genannten rheometrischen Herausforderungen adressiert und die rheologische Charakterisierung von Frischbeton ermöglichen soll.

Die Konzipierung und Entwicklung des Rheometers werden zu Beginn des Kapitels 5 thematisiert. Neben den grundlegenden Dimensionen wird dabei auch auf die konstruktiven Besonderheiten, wie die rotierende Bodenplatte, das Füll- und Entleerungskonzept und die adaptiven, temperierten Messprofile eingegangen. Nachdem eine Fehlerbetrachtung erfolgt ist, wird die Inbetriebnahme des Rheometers beschrieben, welche die grundlegende Funktionsweise des ACCR zeigen soll. Dabei werden zunächst die Validierung der Drehzahl und die Charakterisierung verschiedener Temperiersysteme vorgestellt. Abgeschlossen wird das Kapitel mit Vergleichsmessungen verschiedener Fluide (newtonisch, strukturviskos, strukturviskose Suspension und Fluid mit Fließgrenze) zwischen dem in dieser Arbeit entwickelten und einem kommerziellen Rheometer.

Kapitel 6 beschäftigt sich mit der Rheologie von Frischbeton. Dazu wird zunächst der verwendete Frischbeton sowie die Versuchsdurchführung beschrieben. Anschließend werden die Ergebnisse der Vorversuche präsentiert, aus denen insbesondere Rückschlüsse über die allgemeine Messmethodik, wie Temperierung, Messprofilmaterial und Scherratenführung, gezogen werden. Die gewonnenen Erkenntnisse werden in der rheologischen Charakterisierung von SCC angewandt, wobei hier der Fokus auf der Reproduzierbarkeit der Messungen und der Auswertung der rheologischen Eigenschaften, auch im Hinblick auf verschiedene Fließmodelle, liegt. Da sich das ACCR dadurch auszeichnet, einen deutlich größeren Messspalt als herkömmliche Rheometer zu besitzen, wird in diesem Kapitel auch eine neuartige, optische Methode auf Basis der Particle Image Velocimetry (PIV) zur Bestimmung der Fließgrenze diskutiert, welche mit nur geringem Aufwand in einen Teil der durchgeführten Messungen implementiert wurde.

Nahezu alle höherkonzentrierten Suspensionen neigen zum Wandgleiten, so dass, wie auch in dieser Arbeit, zur Vermessung strukturierte Messgeometrien eingesetzt werden. Der Anwendung liegt die Annahme zugrunde, dass derartige Geometrien keinen weiteren Einfluss auf das Fließfeld besitzen als eine Unterbindung des Wandgleitens. Wie bereits dargelegt, weisen zahlreiche Untersuchungen jedoch darauf hin, dass dies nicht der Fall ist. Zwar werden in der Literatur für definierte Systeme Korrekturfaktoren berechnet, eine tiefere Analyse des Fließfeldes bleibt allerdings aus. Daher beschäftigt sich Kapitel 7 mit der näheren Untersuchung des Einflusses strukturierter Geometrien auf das Fließfeld in Koaxialsystemen bei der Vermessung newtonischer Fluide. Dafür werden zunächst mit Hilfe von Labormessungen Korrekturwerte für spezifische Geometrien bestimmt und auf andere newtonische Fluide übertragen. In einem weiteren Schritt wird das Fließfeld innerhalb dieser Geometrien über CFD simuliert und die aus der Simulation erzielten Ergebnisse werden mit den Laborergebnissen verglichen. Zusätzlich erfolgt eine tiefere Charakterisierung des Fließfeldes, wobei insbesondere die maximale Eindringtiefe des Fluids in die Strukturen betrachtet wird.

Die Ergebnisse dieser Arbeit sollen ein neues Feld in der Betonrheologie eröffnen und die Möglichkeit schaffen, ein tieferes Verständnis der rheologischen Eigenschaften von Betonen zu erlangen und gleichzeitig Chancen und Grenzen der rheologischen Betoncharakterisierung näherbringen. Dadurch sollen insbesondere zukünftige, betontechnische Anwendungen profitieren, deren Entwicklungsschritte mit der Kenntnis der Betonrheologie zusammenhängen. Im Hinblick auf strukturierte Koaxialgeometrien besteht ein weiteres Ziel der Arbeit darin, zu erörtern, wie sich das Fließfeld bei Einsatz derartiger Geometrien verändert und ob die bisher aufwändigen Labormessungen zur Bestimmung von Korrekturwerten durch deutlich einfachere, simulative Ansätze ersetzt werden können.

## 5 Entwicklung und Inbetriebnahme des ACCR

Die Entwicklung des Rheometers wird in diesem Kapitel anhand der grundlegenden Anforderungen an den zu vermessenden Frischbeton sowie der Ideen und den Konzepten zur Bewältigung der Messaufgabe erläutert. Nachdem eine Fehlerbetrachtung zur Einordnung der Messgenauigkeit erfolgt ist, wird das Kapitel mit den ersten Inbetriebnahmen des Rheometers abgeschlossen.

### 5.1 Aufbau des Rheometers

Bevor mit der Entwicklung und Dimensionierung eines für Frischbeton geeigneten Rheometers begonnen werden kann, ist zunächst die Fragestellung zu beantworten, welcher Rheometertyp für die Vermessung einer solch grobkörnigen Suspension geeignet ist. Grundsätzlich bietet die Rheometrie eine Vielzahl an Rheometern, die Auswahl an geeigneten Absolut-Messsystemen zur möglichst exakten Bestimmung der Fließeigenschaften ist jedoch begrenzt. Die gebräuchlichsten Vertreter sind hierbei Platte-Platte-Rheometer, Koaxialrheometer und Kapillarrheometer. Allerdings besteht bei Beton die Problematik, dass es sich um eine hochkonzentrierte, grobkörnige und, je nach Zusammensetzung, zur Sedimentation neigenden Suspension handelt. Diese Eigenschaften führen dazu, dass sowohl Platte-Platte-Rheometer als auch Kapillarrheometer ungeeignet sind. Die Gründe dafür liegen vor allem darin, dass bei einem Platte-Platte-System bereits eine geringfügige Sedimentation ein Gleiten der oberen Platte am Beton hervorrufen und rheologisch nicht relevante Messwerte entstehen würden. Auch die reine Dimension des Messspalts, bedingt durch die Partikelgröße (vgl. Gleichung (5.1) Kapitel 5.1.1), würde mit hoher Wahrscheinlichkeit zu einem Ausfließen des Betons während oder bereits vor der Messung führen. Die Vermessung in einem Kapillarrheometer würde ebenfalls große Schwierigkeiten bereiten, da es keine sinnvolle bzw. praktikable Möglichkeit gäbe, Wandgleiten zu verhindern oder die Fließgrenze und zeitabhängiges Verhalten zu messen. Auch die hohe Konzentration sowie die Gefahr von Partikelverkantungen im Kolbensystem und in den Düsen würden die Realisierung eines solchen Rheometers nahezu unmöglich machen. Somit stellt das Koaxialrheometer die beste Möglichkeit zur Vermessung von Frischbeton dar. Abbildung 5.1 zeigt den schematischen Aufbau dieses Koaxialsystems, wobei auf die dargestellten Dimensionen und Komponenten in den nachfolgenden Unterkapiteln näher eingegangen wird.

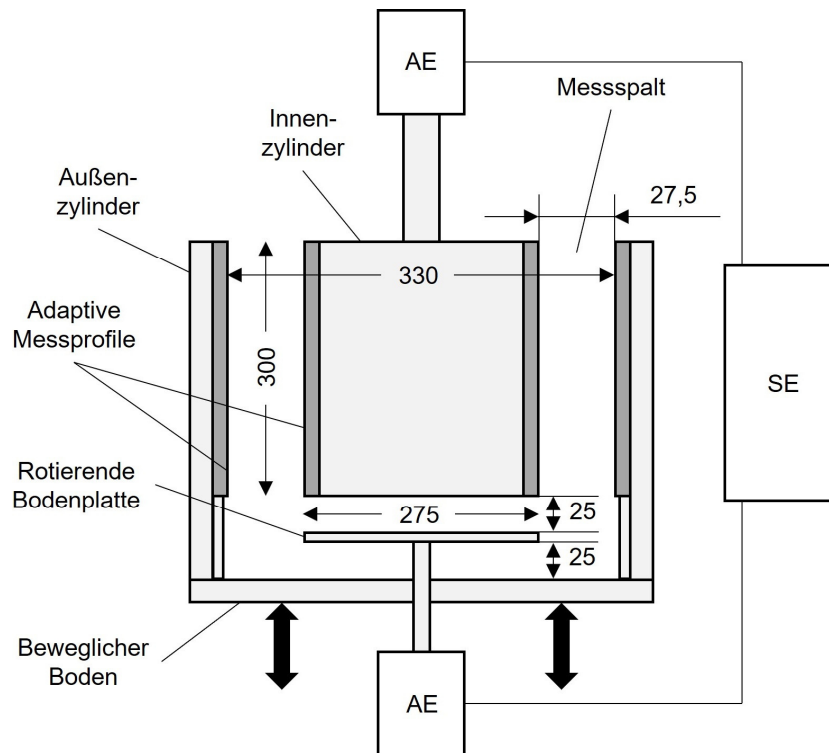


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des ACCR (Maße in mm); AE = Antriebseinheit, SE = Steuereinheit

### 5.1.1 Grundlegende Dimensionen

Bei der Dimensionierung eines Koaxialsystems für Suspensionen ist vor allem die maximale Partikelgröße des zu untersuchenden Fluids zu beachten. Eine Beziehung zu den geometrischen Dimensionen des Rheometers lässt sich mit Hilfe des Verhältnisses von Partikelgröße zu Messspalt herstellen. Die maximal messbare Partikelgröße  $d_{max}$  orientiert sich dabei erfahrungsgemäß an der Größe des Messspalts  $H$  des Rheometers, vgl. Gleichung (5.1):

$$d_{max} \leq H/5 \quad (5.1)$$

Wird dieser Zusammenhang berücksichtigt, lassen sich Messfehler aufgrund von Reibung und des Einflusses der Partikeln auf das Fließfeld vernachlässigen [Fer01b; Mez12].

Bei der ursprünglichen Konzeption des hier entwickelten Rheometers bestand das Ziel darin, eine maximal messbare Partikelgröße von  $d_{max} = 10 \text{ mm}$  zu realisieren, was mit Gleichung (5.1) einen Messspalt von  $H = 50 \text{ mm} = R_a - R_i$  ergibt. Dabei ist jedoch eine weitere wichtige Geometriegröße, das Radienverhältnis  $\kappa$ , zu beachten, die nach der ISO 3219 wie folgt gewählt werden soll [Deu94]:

$$\kappa = R_a/R_i \leq 1,2 \quad (5.2)$$

Die Einhaltung dieses Radienverhältnisses ist notwendig, da ansonsten die Werte für Scherrate  $\dot{\gamma}$  bzw. Schubspannung  $\tau$  zwischen Außen- und Innenzylinder eine zu hohe Differenz aufweisen, als dass rheologische Parameter hinreichend genau über die in Kapitel 2.3 aufgeführten Gleichungen errechnet werden können [Deu94; Mez12]. Mit Gleichung (5.1) und (5.2) lassen sich für die angestrebte Partikelgröße von  $d_{max} = 10 \text{ mm}$  die Radien des Koaxialsystems somit auf  $R_a = 300 \text{ mm}$  und  $R_i = 250 \text{ mm}$  festlegen.

Fertigungstechnisch sind diese Radien jedoch nicht realisierbar gewesen, was zu dem Kompromiss führte, die maximal messbare Partikelgröße auf  $d_{max} = 5,5 \text{ mm}$  zu reduzieren, um die Fertigung des Rheometers zu ermöglichen. Entsprechend liegen die Radien des entwickelten ACCR bei  $R_a = 165 \text{ mm}$  und  $R_i = 137,5 \text{ mm}$ , was in einer Spaltbreite von  $H = 27,5 \text{ mm}$  und  $\kappa = 1,2$  resultiert, vgl. Abbildung 5.1.

Bezüglich der Rheometerdimensionen gibt die ISO 3219 weiterhin vor, dass für das Verhältnis der Innenzylinderlänge  $L$  zum Innenradius  $R_i$  folgender Zusammenhang gelten soll [Deu94]:

$$L/R_i \geq 3 \quad (5.3)$$

Da in der ISO 3219 jedoch keine rheologische Begründung für exakt dieses Verhältnis gegeben ist und fertigungstechnisch eine entsprechende Länge von  $L = 412,5 \text{ mm}$  nicht möglich war, beträgt die Zylinderlänge des ACCR  $L = 300 \text{ mm}$ , was einem Verhältnis von  $L/R_i = 2,18$  entspricht. Unter Berücksichtigung aller im Rheometer enthaltenen Komponenten, welche in den nachfolgenden Unterkapiteln betrachtet werden, ergibt sich somit ein Messvolumen von  $V = 13,87 \text{ l}$ .

### 5.1.2 Rotierende Bodenplatte

In allen Koaxialsystemen treten an der Ober- und Unterseite des Innenzylinders Stirnflächeneinflüsse auf, die ohne Korrektur oder anderweitige Maßnahmen zu signifikanten, systematischen Fehlern führen können. Der obere Stirnflächeneinfluss lässt sich, wie im Fall des ACCR, z. B. dadurch beheben, dass der Messspalt lediglich bis zur oberen Kante des Innenzylinders mit dem zu vermessenden Medium befüllt wird. Da die obere Stirnfläche und weitere, darüberliegende Komponenten des Rheometers somit nur mit Luft in Kontakt stehen, ist der Einfluss vernachlässigbar gering.

Anders hingegen verhält es sich an der Unterseite des Innenzylinders. Hier würde sich beim ACCR zwischen der Stirnfläche des Innenzylinders und dem Boden des Außenzylinders ein zusätzliches Platte-Platte-System<sup>1</sup> mit einem theoretischen Messspalt  $L'$  bilden, welches einen erheblichen Einfluss auf die Messergebnisse besitzen kann. Aus diesem Grund gibt die ISO 3219 auch für den Abstand  $L'$  einen Wert vor, vgl. Gleichung (5.4), mit dem Ziel, den Einfluss der unteren Stirnfläche vernachlässigbar klein zu halten.

$$L'/R_i \geq 1 \quad (5.4)$$

Im Fall des ACCR wurde auf eine Konstruktion mit dieser Vorgabe verzichtet, da dies zum einen nicht mit der Fertigung vereinbar gewesen wäre und zum anderen ein deutlich höheres, nicht praktikables Probevolumen verursacht hätte. Stattdessen wurde die Bildung eines zusätzlichen Messsystems dadurch umgangen, dass unterhalb des Innenzylinders eine rotierende Bodenplatte in das Koaxialsystem integriert wurde, vgl. Abbildung 5.1, Abbildung 5.2 und Abbildung 5.3. Die Funktionsweise basiert darauf, dass die Bodenplatte die gleiche Drehzahl wie der Innenzylinder besitzt. Dies führt dazu, dass das Probenmaterial, welches sich zwischen der rotierenden Bodenplatte und dem Innenzylinder befindet, nicht geschert wird und dadurch keine Drehmomenterhöhung durch das Material am Innenzylinder entsteht. Um eine möglichst exakte Übereinstimmung der Drehzahl des Innenzylinders und der Bodenplatte zu gewährleisten, werden beide Komponenten durch jeweils identische Motoren und Getriebe angetrieben.

Da die Antriebswelle der Bodenplatte durch den eigentlichen Boden des Koaxialsystems geführt werden muss, bestand die Herausforderung in der Konstruktion darin, ein rotierendes Bauteil gegen ein polydisperses, aushärtendes Medium wie Frischbeton abzudichten. Zu diesem Zweck wurde eine zweistufige Dichtung entwickelt, vgl. Abbildung 5.2.

---

<sup>1</sup> Vielfach werden in kommerziellen Rheometern aufgrund einer einfacheren Korrektur Innenzylinder mit weiteren geometrischen Besonderheiten eingesetzt, wie z. B. ein Kegel an der Unterseite, sodass nicht zwingend ein Platte-Platte-System entsteht.

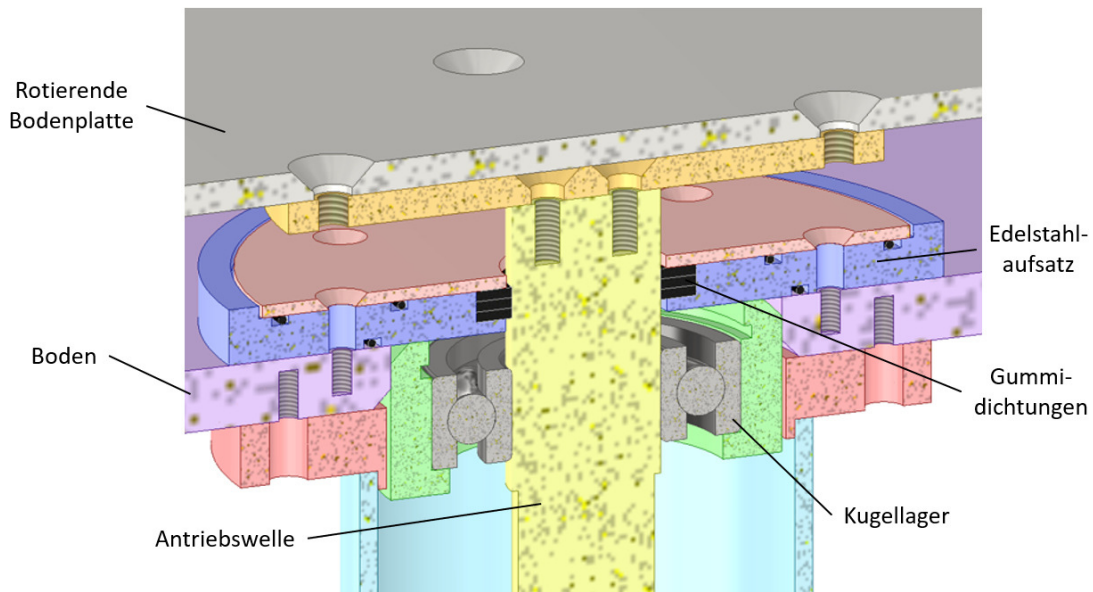


Abbildung 5.2: *Schnittdarstellung der zweistufigen Dichtung am Boden des Rheometers zur Abdichtung der rotierenden Antriebswelle*

Die erste Dichtungsstufe besteht aus einem Edelstahlaufsatz, welcher die Antriebswelle der Bodenplatte umschließt und oberhalb des im Boden sitzenden Kugellagers am Boden arretiert ist. Dieser Edelstahlaufsatz schützt über ein System aus O-Ringen und drei austauschbaren Gummidichtungen das darunterliegende Kugellager vor dem Frischbeton. Da die Gummidichtungen jedoch als Übermaßpassung ausgeführt sind, um eine bestmögliche Dichtwirkung zu erzielen, müssen diese aufgrund des Verschleißes mit nur geringem Aufwand in einem regelmäßigen Abstand von drei bis vier Messsequenzen ersetzt werden. Um den Eintritt von eventuell eindringenden, geringen Suspensions- bzw. Flüssigkeitsmengen in das untere Kugellager zu verhindern, wurde ein beidseitig abgedichtetes Lager der Fa. SKF (Typ 6205-2RSH) ausgewählt.

### 5.1.3 Füll- und Entleerungskonzept

Üblicherweise wird bei kommerziellen Koaxialrheometern der Außenzylinder mit dem Probematerial befüllt und anschließend der Innen- in den Außenzylinder gefahren. Gegen diese Vorgehensweise sprechen beim ACCR jedoch viele Gründe. Die wohl ausschlaggebendsten Punkte sind die Rheometerdimensionen mit dem einhergehenden Gewicht und die nur schwer gegebene Möglichkeit zur Reinigung des Rheometers. Zudem würde bei Verwendung von Frischbeton beim Einfahren des Innenzylinders ein zu hoher Widerstand auftreten, als dass dieser Prozess mit der erforderlichen Genauigkeit und ohne erhöhten Kraftaufwand praktikabel wäre.

Aus diesen Gründen sieht das Konstruktionskonzept des ACCR vor, dass sowohl der messtechnisch relevante Bereich des Außenzylinders als auch der Innenzylinder, bis auf die Rotation, statisch verbaut sind. Dies bringt, im Gegensatz zu einem in der Höhe verstellbaren Innenzylinder, zudem den Vorteil mit sich, dass der Messbereich dauerhaft in Position bleibt und somit weniger anfällig für Fehler ist, die z. B. durch eine falsche Ausrichtung hervorgerufen werden könnten. Lediglich die Bodeneinheit des Rheometers, d. h. Boden, rotierende Bodenplatte sowie Antriebseinheit und dazugehörige Arretierung, können vertikal verfahren werden, vgl. Abbildung 5.3.

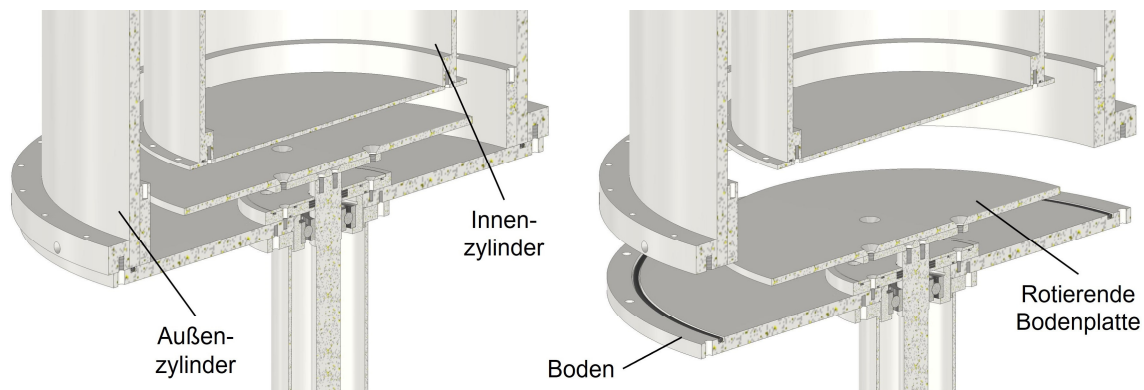


Abbildung 5.3: Schnittdarstellung des Rheometers zur Veranschaulichung der Entleerung durch Verfahren der Bodeneinheit; links geschlossen, rechts geöffnet

Die Idee dahinter ist, dass vor dem Einfüllen des Mediums in den Messspalt die Bodeneinheit hochgefahren und mit dem Außenzylinder verschraubt wird. Um ein passgenaues Verfahren der Bodeneinheit zu ermöglichen, ist diese an einer Säulenführung befestigt und kann mit einem elektrischen Wagenheber in Position gebracht werden. Die Abdichtung des Spalts zwischen Außenzylinder und Boden erfolgt über einen O-Ring, welcher über die Verschraubung des Bodens am Außenzylinder zusätzlich verpresst wird und dadurch seine Dichtwirkung erhöht.

Relativ fließfähige und homogene Medien, wie z. B. Zuckerlösungen oder auch Duschgele, können mit Hilfe geeigneter Trichter direkt in den Messspalt gefüllt werden. Dieses Verfahren hat sich in den Vorversuchen von Frischbeton, vgl. Kapitel 6.3, jedoch als ungeeignet herausgestellt, sodass für die nachfolgende rheologische Charakterisierung des SCC, vgl. Kapitel 6.5, eine geeignete Einfüllhilfe konstruiert wurde, vgl. Abbildung 5.4.



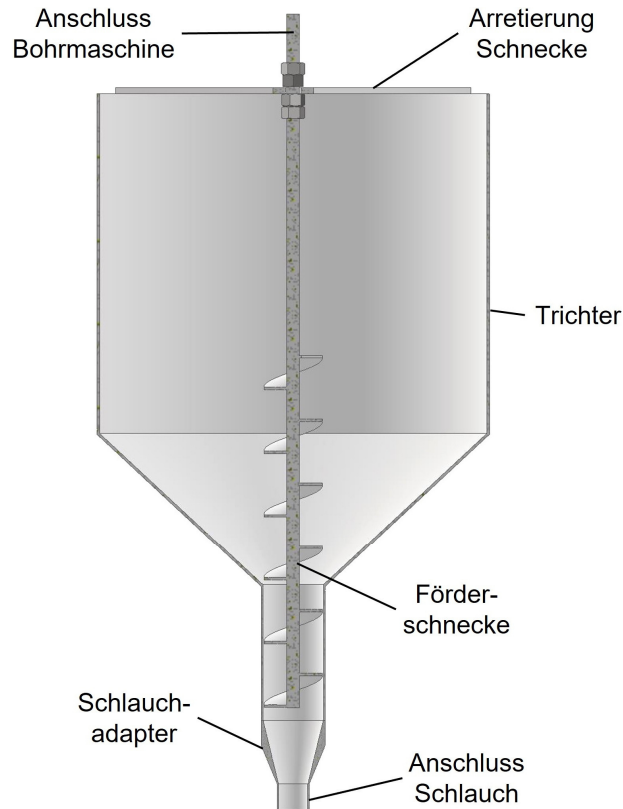


Abbildung 5.4: Schnittdarstellung der Einfüllhilfe für Frischbeton

Die Einfüllhilfe besteht im Wesentlichen aus einem Trichter, in dem zur Zwangsförderung des Frischbetons eine Schnecke integriert ist. Die Schnecke besitzt, wie auch der Ablauf des Trichters, einen Durchmesser von  $50\text{ mm}$  bei einer Steigung von  $1$  und wird über eine Bohrmaschine angetrieben. Eine geeignete Arretierung hält die Schnecke und somit auch die Bohrmaschine in Position und ermöglicht dadurch eine Fernsteuerung der Schneckenrotation. Um den Frischbeton in den Spalt zu befördern, ist am Ablauf des Trichters ein Adapter angeschlossen, der den Durchmesser von  $50\text{ mm}$  auf  $25\text{ mm}$  verjüngt und an den ein für den Messspalt geeigneter Schlauch angeschlossen werden kann. Wird nun der zu vermessende Frischbeton in den Trichter gefüllt, ist bei gleichzeitiger Rotation des ACCR-Innenzylinders und Aktivierung der Förderschnecke eine gleichmäßige Befüllung des Messspalts möglich. Die Rotation dient gleichzeitig als Entlüftung und vermindert dadurch Lufteinschlüsse im Rheometer.

Nachdem der Messvorgang abgeschlossen ist, kann die Bodeneinheit wieder gelöst und heruntergefahren werden, das Probenmaterial aus dem Rheometer in eine dafür vorgesehene Auffangwanne, vgl. Abbildung 5.7, ausfließen und das Rheometer entsprechend gereinigt werden.

### 5.1.4 Adaptive Messprofile mit integrierter Temperierung

Bei nahezu allen einphasigen Fluiden liegt die für eine rheologische Untersuchung notwendige Wandhaftung an standardmäßig glatten Messoberflächen vor. Auch viele mehrphasige Systeme weisen diese Eigenschaft auf. Allerdings kann es z. B. bei Suspensionen zum Auftreten von Wandgleiten kommen, sodass, wie bereits in Kapitel 2.2.4 erläutert, die Wandhaftung nicht mehr gewährleistet ist und der Einsatz von aufgerauten oder profilierten Messoberflächen notwendig ist [Moo31; Yos88; Kil89; Jes16; Paw20]. Die Dimension kommerzieller Rheometer erlaubt für diese Fälle das einfache Austauschen der gesamten Messgeometrie. Da diese Möglichkeit beim ACCR nicht gegeben ist, wurde ein adaptiver Ansatz mit mehreren, austauschbaren Messprofilen verfolgt.

Die Messoberfläche des Koaxialsystems besteht daher innen und außen aus je sechs einzelnen Messprofilen, welche aneinandergereiht je einen Kreisring ergeben. Die Standardmessprofile für wandgleitende Materialien sind aus Edelstahl mit einer Länge von  $300\text{ mm}$  gefertigt und weisen quadratische Längsnuten über die gesamte Länge mit einer Breite und Tiefe von  $5,5\text{ mm}$  auf, welches der maximal messbaren Partikelgröße entspricht, vgl. Abbildung 5.5. Für nicht reaktive, wandhaftende Fluide sind zudem glatte Profile aus Aluminium vorhanden, welche bei Vergleichsmessungen eingesetzt wurden, vgl. Kapitel 5.3.3. Um die Profile im Koaxialsystem zu arretieren, besitzt jedes Profil an beiden Stirnflächen Bolzen. Unten können diese in geeigneten Bohrungen am Innen- bzw. Außenzylinder eingelassen werden, oben erfolgt die Arretierung über aufsetzbare Schienen.

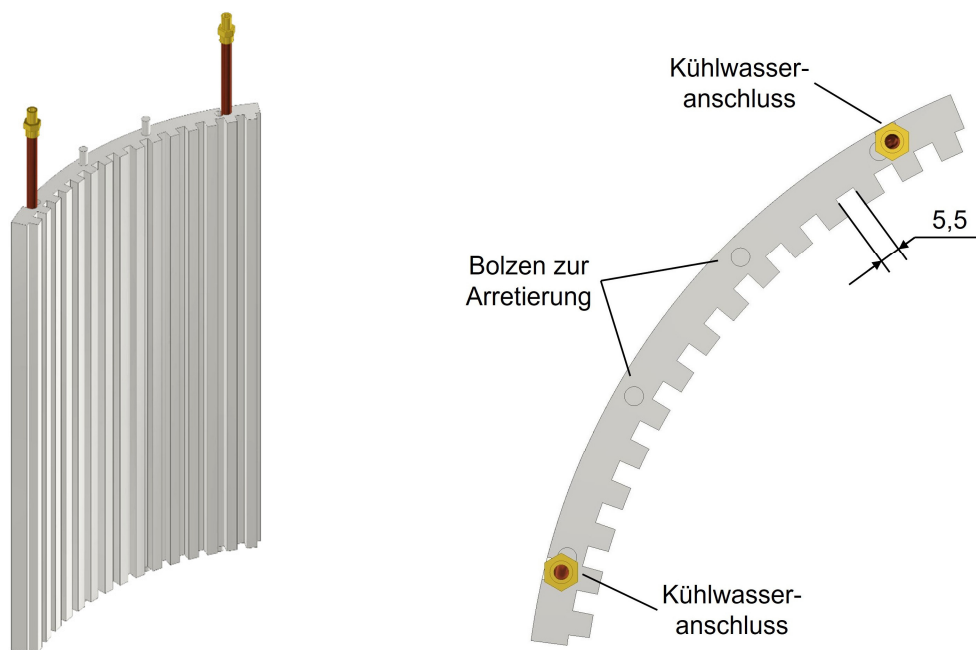


Abbildung 5.5: CAD-Konstruktion der Kühlprofile

Die Anpassung an unterschiedliche Substanzen ist nur ein Vorteil dieses Konzepts. Durch die Fertigung dickwandigerer Profile kann, jedoch bei gleichzeitiger Verringerung des Messspalts, beispielsweise das Radienverhältnis  $\kappa$  reduziert werden, was aufgrund eines geradlinigeren Verlaufs von Schubspannung und Scher-rate zu einer geringeren Anfälligkeit für Messfehler führt [Mez12]. Auch eine effizientere Reinigungsmöglichkeit durch die Entnahme der Profile nach dem Messvorgang ist ein wichtiger Punkt, gerade bei aushärtenden Materialien wie Beton.

Neben der Funktion, eine an das Material angepasste Messoberfläche zu bieten, dienen die genuteten Profile zur Temperierung des Mediums im Rheometerspalt. Zu diesem Zweck ist in jedem Profil auf der dem Messspalt abgewandten Seite eine Kupferschlange integriert worden, durch die temperiertes Wasser aus einem geregelttem Wasserbadthermostaten geführt wird, vgl. Abbildung 5.6.

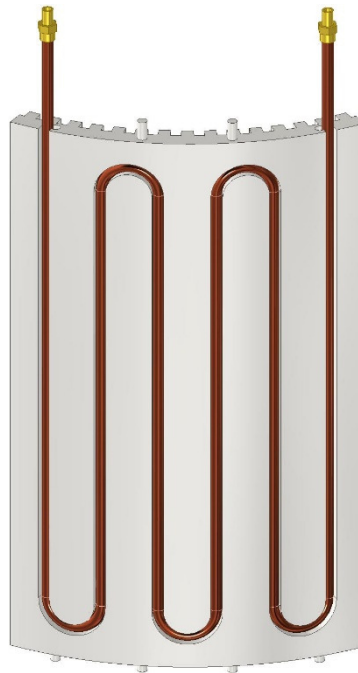


Abbildung 5.6: Rückseite der (äußeren) Messprofile mit integrierter Kühlschlange

Die Zuführung des Wassers erfolgt dabei in einer Parallelschaltung aller Messprofile, sodass, im Gegensatz zu einer Serienschaltung, eine homogene Temperaturverteilung über den Umfang des Rheometers gewährleistet ist. Die Effektivität dieser Temperierung im Vergleich zu einer alternativen, ursprünglich verwendeten Methode (Umwicklung des Außenzylinders mit einem abgeflachten Schlauch) wird in Kapitel 5.3.2 näher thematisiert, wobei der Grund für eine Änderung des Temperierkonzepts in zu starken Temperaturschwankungen aufeinanderfolgender Betonmessungen lag, vgl. Kapitel 6.3.2. Die in diesem Kapitel beschriebenen Edelstahlprofile besitzen daher noch keine in die Profile integrierte Kühlschlange, sodass nur über die Außenwand des Rheometers gekühlt wurde.

Dabei ist zu erwähnen, dass eine Temperierung in Rheometern generell aufgrund der entstehenden Wärme durch die eingebrachte Scherenergie notwendig ist. In kommerziellen Rheometern kann eine Kühlung sehr einfach realisiert werden, da zumeist sehr kleine Volumina vermessen werden. Im ACCR, welches ein deutlich höheres Probenvolumen besitzt, entsteht die Wärme jedoch nicht nur durch die Scherung, sondern zusätzlich durch die exotherme Reaktion des Betons. Daher ist die Temperierung von Beton in Rheometern generell eine große Herausforderung, welche, werden die erzielten Temperaturen in Kapitel 6 betrachtet, mit dem hier vorgestellten Aufbau gut bewältigt wurde.

### 5.1.5 Gesamtaufbau und Kenndaten

Ein Überblick über die Lage aller Komponenten des Rheometers inklusive des zur Arretierung verwendeten *MayTec*-Gestells ist in Abbildung 5.7 gegeben. Zusätzlich zu den bereits erwähnten Komponenten sind in der Abbildung noch der Drehmomentsensor, die um das Koaxialsystem liegende Isolierung und weitere, kleinere bauliche Maßnahmen zu erkennen. Der gesamte Aufbau befindet sich zwecks Reinigung auf einem hochgestellten Gitterrost mit Ablauf, welcher zur besseren Übersicht jedoch nicht in der Abbildung dargestellt ist.

Angetrieben werden Innenzylinder und Bodenplatte über jeweils einen AC Asynchronmotor der Fa. *Lenze* (Typ MXXMA), der eine Bemessungsdrehzahl von  $N_n = 3480 \text{ min}^{-1}$  (gesteuert über einen Inkrementalgeber) sowie ein Bemessungsdrehmoment von  $M_{d,n} = 10,9 \text{ Nm}$  aufweist. Um auch niedrige Drehzahlen mit einer hohen Laufruhe gewährleisten zu können, ist zwischen dem Motor und der entsprechenden Antriebswelle ein Getriebe der Fa. *Bonfiglioli* (Typ 32 2 P 52.4 HS V5) mit einer Übersetzung von  $i = 52,4$  verbaut. Durch diese Kombination sind Scherraten im Bereich von  $\dot{\gamma}_i = 1 - 45 \text{ s}^{-1}$  möglich. Das zur Ermittlung rheologischer Größen erforderliche Drehmoment wird zwischen dem Getriebe und der Antriebswelle des Innenzylinders über einen Sensor der Fa. *burster* (Typ 8661) gemessen. Der Sensor weist einen Messbereich von  $M_d = 0 - 50 \text{ Nm}$  bei einer relativen Linearitätsabweichung von 0,05 % bezogen auf den Messbereichsendwert auf. Dieser Messbereich stellt einen guten Kompromiss zwischen Sicherheitsaufschlag des in Vorversuchen von zwei Betonmischungen bestimmten, mittleren maximalen Drehmoments von ca.  $20 \text{ Nm}$ , vgl. Abbildung A 1.1, und hoher Messgenauigkeit dar. Eine Codierscheibe mit 2000 Inkrementen zur Drehzahl- und Drehwinkelmessung ist ebenfalls im Sensor integriert. Alternativ kann für Fluide mit deutlich geringerer Viskosität ein kleiner Drehmomentsensor der Fa. *Lorenz* verbaut werden. Dieser besitzt einen Messbereich von  $M_d = 0 - 5 \text{ Nm}$  bei einer relativen Linearitätsabweichung von 0,25 % bezogen auf den Messbereichsendwert. Standardmäßig ist jedoch der große Sensor in Gebrauch, der kleine Sensor wurde lediglich für die ersten Inbetriebnahmen des Rheometers verwendet, vgl. Kapitel 5.3.3.

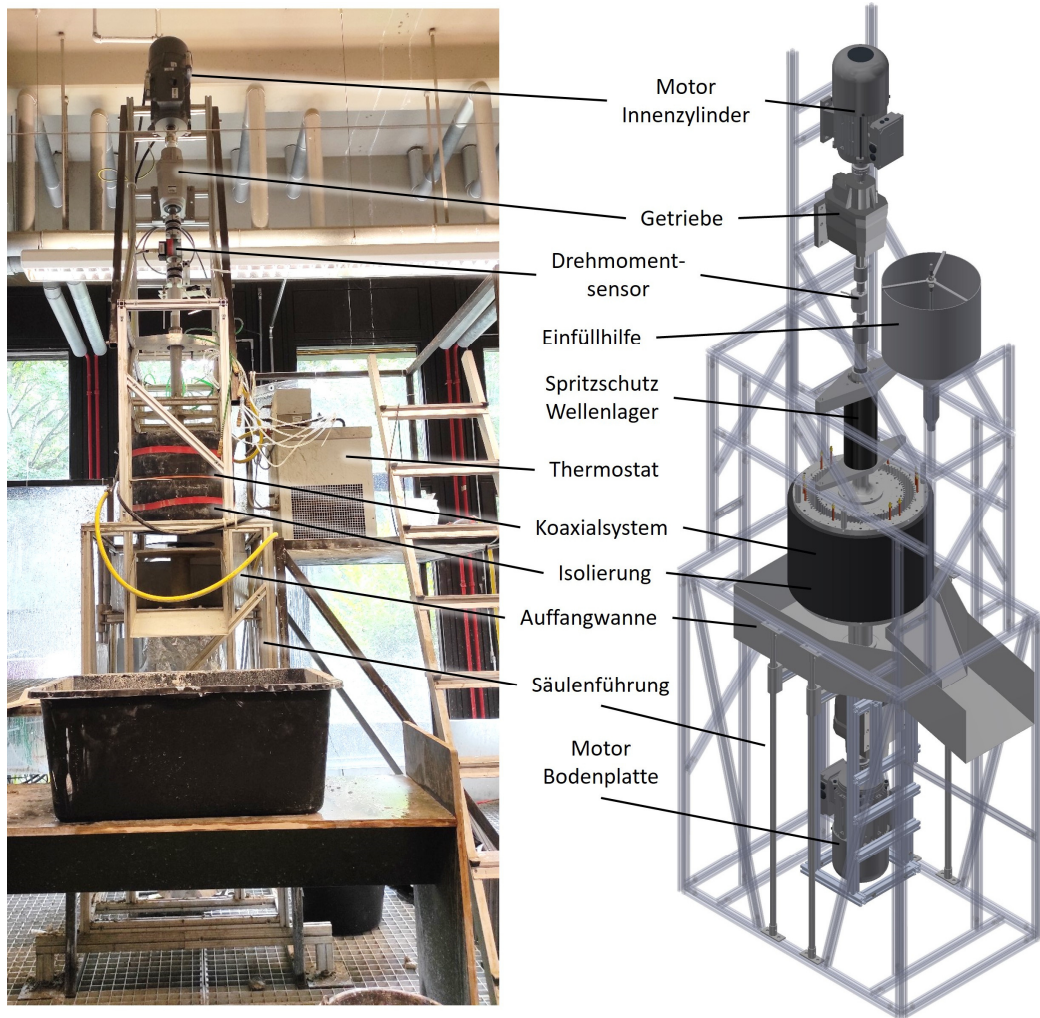


Abbildung 5.7: Gesamtaufbau des ACCR; links als Foto, Einfüllhilfe und Spritzschutz demontiert; rechts als CAD-Konstruktion

Die Steuerung des Rheometers erfolgt über ein eigens entwickeltes Programm, welches mit Hilfe der Software *LabVIEW* der Fa. *National Instruments* erstellt wurde. Als Schnittstelle zwischen Antriebseinheit und Computer werden zwei USB-Module der Fa. *Advantech* verwendet, die neben der Steuerung des Rheometers weiterhin zur Kopplung des *burster*-Drehmomentsensors mit *LabVIEW* dienen.

## 5.2 Fehlerbetrachtung

Zur Beurteilung der Aussagekraft der in dieser Arbeit aufgeführten Ergebnisse ist die Abschätzung der Messgenauigkeit des ACCR notwendig. Daher werden in diesem Unterkapitel zunächst alle möglichen Fehlerquellen identifiziert und beurteilt. Anschließend werden die relevanten Fehlergrößen für die rheologischen Parameter Scherrate und Schubspannung in einer Gaußschen Fehlerfortpflanzung näher charakterisiert.

### 5.2.1 Fehlerquellen

Grundsätzlich lassen sich die hier vorliegenden Fehlerquellen in zwei Kategorien einteilen, nämlich in nicht quantifizierbare und in quantifizierbare Fehler.

Zu den nicht quantifizierbaren Fehlergrößen gehören die Belastungshistorie, die Homogenität der Proben, Luftblasen im Rheometerspalt und Sedimentationseffekte. Der Einfluss der ersten drei Fehlerquellen kann durch das Aufbringen einer geeigneten, teils materialabhängigen Vorscherung stark reduziert werden. Durch die Vorscherung ist es einerseits möglich, Inhomogenitäten, welche z. B. durch den Einfüllvorgang entstanden sind, zu beseitigen. Andererseits wird durch eine intensive Vorscherung eine nahezu gleichartige Belastungshistorie erzeugt und auch die durch das Einfüllen eingebrachten Luftblasen werden während der Vorscherung größtenteils aus dem Rheometerspalt ausgetragen. Zwar lässt sich das Ausmaß des verbliebenen Fehlers auch nach intensiver Vorscherung nur schwer abschätzen, wird jedoch im weiteren Verlauf der Arbeit als vernachlässigbar gering eingestuft. Anders verhält es sich bei den Sedimentationseffekten, die insbesondere bei Suspensionen wie Frischbeton relevant sind. Derartige Effekte sind im Allgemeinen nicht zu verhindern. Allerdings kann das Ausmaß bzw. das Auftreten von Sedimentationseffekten näher charakterisiert werden, was für den Frischbeton in Kapitel 6.5.2 geschehen ist und in dieser Fehlerbetrachtung daher nicht weiter beachtet wird.

Zu den quantifizierbaren Größen gehören die Fertigungstoleranzen, die Mess- bzw. Steuergenauigkeit der entsprechenden Systeme, d. h. Drehmomentsensor, Drehzahlsensor und Thermometer, der Einfluss der Temperatur auf die Viskosität und die Fliehkraft im Rheometerspalt. Zwar müsste die Konzentricität der Zylinder ebenfalls berücksichtigt werden, allerdings wurde diese überprüft und als vernachlässigbar gering eingestuft. Der Einfluss der Fliehkraft wird an dieser Stelle aufgeführt, da in einigen Messsequenzen aufgrund des großen Messspalts ein unterschiedlicher Füllstand zwischen Innen- und Außenzylinder bei hohen Scherraten zu beobachten war. Die Toleranzen für alle Größen sowie weitere Informationen sind in Tabelle 5.1 zu finden. Für die Geometriedaten entsprechen die Toleranzen den Fertigungstoleranzen bzw. im Falle des Innenzylinders (Höhe) dem zuvor beschriebenen Fliehkrafteffekt. Für das Drehmoment und die Drehzahl wurden die Toleranzen aus den entsprechenden technischen Daten in Zusammenhang mit Voruntersuchungen ermittelt. Die Toleranz der Temperatur ist in zweifacher Ausführung dargestellt, einmal für die Messungenauigkeit des Thermometers ( $0,1\text{ K}$ ) und einmal wird die Toleranz der Proben temperatur angegeben ( $\Delta T = 0,5 \cdot (T_{max} - T_{min}) = 0,2\text{ K}$ ). Allgemein gehören zu den Fehlerquellen zwar auch noch die Stirnflächeneffekte, allerdings können diese durch die Bauweise des ACCR vernachlässigt werden, vgl. Kapitel 5.1.2.

Tabelle 5.1: Fehlerquellen inklusive Nennbereiche und Toleranzen

Messgröße	Symbol	Nennmaß / -bereich	Toleranz
Innenradius	$R_i$	137,5 mm	0,5 mm
Außenradius	$R_a$	165 mm	0,5 mm
Höhe Innenzylinder	$L$	300 mm	5 mm
Drehzahl	$N$	3480 $\text{min}^{-1}$ (Motor) 3000 $\text{min}^{-1}$ (Sensor)	0,2 $\text{min}^{-1}$ (Motor) 0,03 $\text{min}^{-1}$ (Sensor)
Drehmoment	$M_d$	5 Nm (Lorenz) 50 Nm (burster)	0,0125 Nm (Lorenz) 0,025 Nm (burster)
Temperatur	$T$	15 – 25 °C	0,1 K (Thermometer) 0,2 K (Probertemperatur)

## 5.2.2 Fehlerfortpflanzung

Die absolute Messunsicherheit  $u_{abs}$  kann nach der Gaußschen Fehlerfortpflanzung über folgende Gleichung (5.5) berechnet werden und ist daher mehr als eine statistische Größe zu betrachten, d. h. als Standardabweichung bzw. Streuung.

$$u_{abs} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[ \left( \frac{\partial f(x_i)}{\partial x_i} \cdot u_i \right)^2 \right]} \quad (5.5)$$

Dabei beschreibt  $f(x_i)$  die zu untersuchende Größe,  $x_i$  entspricht der Fehlergröße,  $n$  beschreibt die Anzahl an Fehlergrößen und  $u_i$  ist die zur Fehlergröße zugehörige Messunsicherheit (Toleranz). Da sich absolute Messunsicherheiten allerdings nur schlecht miteinander vergleichen lassen, wird im weiteren Verlauf die relative Messunsicherheit  $u_{rel}$  betrachtet, welche der auf die zu untersuchende Größe bezogenen absoluten Messunsicherheit entspricht. Weiterhin wird die folgende Fehlerbetrachtung lediglich mit den scheinbaren Größen am Innenzylinder durchgeführt, da nur diese Werte direkt zugänglich sind. Die dafür berechneten Messunsicherheiten können aber auch auf die wahren Parameter übertragen werden, da, wie erwähnt, die relative und nicht die absolute Messunsicherheit berechnet wird.

Zunächst wird die scheinbare Scherrate am Innenzylinder  $\dot{\gamma}_{i,s}$  betrachtet. Wie an Gleichung (2.25) zu erkennen, ist die Scherrate sowohl von den Radien  $R_i$  und  $R_a$  sowie von der Winkelgeschwindigkeit  $\omega$  bzw. der Drehzahl  $N$  abhängig. Entsprechend muss Gleichung (5.5) für diese Fehlergrößen angewandt werden. Für

die Drehzahlsteuerung über den Inkrementalgeber des Motors ergeben sich maximale Messunsicherheiten von  $u_{m,rel} = 13,82\%$  bei  $\dot{\gamma}_{i,s} = 1\text{ s}^{-1}$  und von  $u_{m,rel} = 2,17\%$  bei  $\dot{\gamma}_{i,s} = 50\text{ s}^{-1}$ , was zu einer über den gesamten Scherratenbereich gemittelten relativen Messunsicherheit von  $u_{m,rel} = 2,73\%$  führt. Dies muss bei der Bewertung der Daten hinsichtlich der Fließgrenze berücksichtigt werden. Bei Berechnung der Scherrate über die im Drehmomentsensor verbaute Inkrementalscheibe reduzieren sich diese Fehler auf  $u_{m,rel} = 2,98\%$  bei  $\dot{\gamma}_{i,s} = 1\text{ s}^{-1}$  und auf  $u_{m,rel} = 2,15\%$  bei  $\dot{\gamma}_{i,s} = 50\text{ s}^{-1}$  mit einer über den gesamten Scherratenbereich gemittelten relativen Messunsicherheit von  $u_{m,rel} = 2,18\%$  und sollte somit vorgezogen werden.

Im Gegensatz zur Scherrate müssen bei der Schubspannung  $\tau_{i,s}$  nicht nur geometrische Daten ( $R_i$  und  $L$ ) berücksichtigt werden, sondern auch der Temperatureinfluss. Da kein direkter Zusammenhang zwischen Temperatur und Schubspannung in der Literatur gegeben ist, muss dies über die Viskosität geschehen. Nach Pahl kann eine Temperaturänderung von  $0,1\text{ K}$  eine Viskositätsänderung von  $1\%$  herbeiführen [Pah91], welches aufgrund von Gleichung (2.5) direkt auf die Schubspannung übertragbar ist. Dieser Wert wurde jedoch nur als Extremwert angenommen, der bei einigen Materialien auftreten kann, aber nicht zwingend für Beton gelten muss. Zur Annäherung an mögliche Fehlerbereiche wurde dieser Wert dennoch bei der Fehlerberechnung berücksichtigt. Für eine maximale Temperaturabweichung von  $0,3\text{ K}$  ergibt sich somit beim kleinen Drehmomentsensor (Lorenz,  $M_{d,max} = 5\text{ Nm}$ ) eine maximale Messunsicherheit von  $u_{m,rel} = 3,512\%$  bei  $M_d = 0,1\text{ Nm}$  und von  $u_{m,rel} = 3,508\%$  bei  $M_d = 5\text{ Nm}$ , was in einer über den Drehmomentbereich gemittelten relativen Messunsicherheit von  $u_{m,rel} = 3,508\%$  resultiert. Beim großen Drehmomentsensor (burster,  $M_{d,max} = 50\text{ Nm}$ ) liegen diese Werte bei  $u_{m,rel} = 3,612\%$  für  $M_d = 0,1\text{ Nm}$  und bei  $u_{m,rel} = 3,508\%$  für  $M_d = 50\text{ Nm}$ , was ebenfalls zu einer über den Drehmomentbereich gemittelten relativen Messunsicherheit von  $u_{m,rel} = 3,508\%$  führt.

Grundsätzlich müssen die hier berechneten Unsicherheiten bei allen in dieser Arbeit aufgeführten Messergebnissen berücksichtigt werden. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wird jedoch lediglich an dieser Stelle darauf verwiesen und auf eine entsprechende Darstellung in den Kapiteln bzw. Diagrammen verzichtet.

### 5.3 Inbetriebnahme des Rheometers

Die Inbetriebnahme des ACCR stellt die Grundlage für die Vermessung komplexer Fluide wie Frischbeton dar. Durch sie soll gezeigt werden, dass die Funktionalität des Rheometers gewährleistet ist und die ermittelten rheologischen Werte valide sind. Daher werden in den nachfolgenden Unterkapiteln unterschiedliche



Aspekte betrachtet. An erster Stelle steht hierbei die Überprüfung der Drehzahlsteuerung, da diese direkt mit der Scherrate  $\dot{\gamma}$  korreliert und Abweichungen in der Drehzahl zu einer Fehlinterpretation der rheologischen Eigenschaften führen können. Anschließend wird das Temperaturverhalten der Anlage charakterisiert. Den Abschluss findet dieses Unterkapitel in Vergleichsmessungen mit unterschiedlichen Testsubstanzen zwischen dem ACCR und einem kommerziellen Rheometer.

### 5.3.1 Kalibrierung der Drehzahlsteuerung

Grundsätzlich lässt sich die Drehzahl der hier verwendeten Elektromotoren über das Aufbringen einer definierten Spannung einstellen. Näherungsweise gilt dabei der Zusammenhang, dass die Drehzahl linear bis zur maximalen Spannung von  $U = 10\text{ V}$  zunimmt, wobei die Steigung der Geraden über den Quotienten aus Bemessungsdrehzahl ( $N_n = 3480\text{ min}^{-1}$ ) und maximaler Spannung gegeben ist, im vorliegenden Fall entsprechend  $348\text{ min}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$ .

Allerdings sind diese Werte oftmals mit einer geringfügigen Ungenauigkeit behaftet, sodass nicht garantiert werden kann, dass zwei baugleiche Motoren bei derselben Spannung dieselbe Drehzahl anfahren bzw. exakt die gleiche Steigung besitzen. Die Kenntnis dieser Parameter ist jedoch insbesondere für die rheologische Auswertung von hoher Bedeutung. Zum einen hängt, wie bereits erwähnt, die Scherrate direkt mit der Drehzahl zusammen, sodass zur korrekten Auswertung auch die tatsächliche Drehzahl bekannt sein muss. Zum anderen basiert das Konzept der rotierenden Bodenplatte darauf, dass Innenzylinder und Bodenplatte zur Vermeidung eines zusätzlichen Platte-Platte-Systems exakt gleich laufen müssen.

Daher wurden die Drehzahlen beider Motoren für unterschiedliche Scherraten überprüft. Zu diesem Zweck sind auf den Abtriebswellen der Getriebe Markierungen angebracht worden, die in Kombination mit einem optischen Sensor eine Auswertung der Drehzahlen ermöglichen. Für einen Scherratenbereich von  $\dot{\gamma}_i = 2 - 20\text{ s}^{-1}$  resultieren die in Abbildung 5.8 (a) dargestellten Abweichungen, wobei die Messwerte über einen Zeitraum von  $t = 300\text{ s}$  aufgezeichnet und ausgewertet wurden. Die Abweichungen der gemessenen Werte (Istwerte) beziehen sich dabei auf die Drehzahlen, die über Gleichung (2.25) aus den Winkelgeschwindigkeiten entnommen werden können (Sollwerte). Geringere Scherraten sind zur Gewährleistung der Laufruhe nicht angefahren worden. Eine Auswertung der höheren Scherraten war aufgrund der Reaktionszeit des Lichtsensors nicht möglich, jedoch reicht die Kalibrierung der Drehzahl in diesem Bereich aus, um auch die höheren Scherraten bzw. Drehzahlen exakt anfahren zu können, wie am Ende dieses Unterkapitels ersichtlich wird.

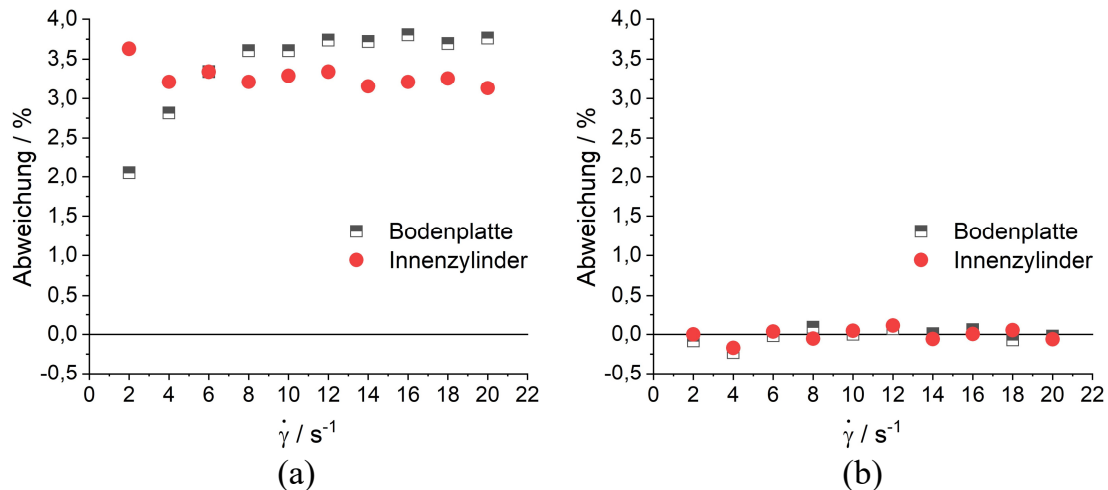


Abbildung 5.8: Abweichungen der Istwerte von den Sollwerten für Bodenplatte und Innenzylinder; (a) unkorrigierte Werte, (b) korrigierte Werte

Es ist deutlich zu erkennen, dass beide Motoren die Sollwerte nicht einhalten und die Istwerte geringfügig zu hoch sind, wobei im Mittel Abweichungen von 3,41 % (Bodenplatte) und 3,28 % (Innenzylinder) vorliegen. Daher wurde eine Korrekturfunktion in der Motorsteuerung in Form einer Geradengleichung bestimmt, die den zu hohen Spannungswert auf den Sollwert setzt. Stimmen Soll- und Istwert, wie es der Idealfall vorgibt, überein, ergibt sich bei der Auftragung beider Werte gegeneinander eine Gerade mit der Steigung  $M = 1$  und einem y-Achsenabschnitt von  $b = 0$ . Für den Innenzylinder ergeben sich jedoch Werte von  $M_{IZ} = 0,97$  und  $b_{IZ} = -0,014$  und für die Bodenplatte von  $M_{BP} = 0,962$  und  $b_{BP} = 0,052$ , was den Parametern der Korrekturfunktion mit  $Istwert_{neu} = Istwert_{alt} \cdot M_i + b_i$  entspricht.

Nachdem diese Werte in das *LabVIEW*-Programm implementiert wurden, sind die Messwerte erneut bei den entsprechenden Scherraten für 300 s aufgezeichnet und ausgewertet worden, sodass sich die in Abbildung 5.8 (b) dargestellten Abweichungen ergeben haben.

Die Messwerte zeigen, dass die Korrektur der Drehzahlsteuerung den gewünschten Effekt erzielt hat. Soll- und Istwerte liegen nun für beide Motoren nahezu exakt übereinander, was sich durch die mittleren Abweichungen von 0,124 % (Bodenplatte) und 0,077 % (Innenzylinder) zeigt. Weiterhin ergibt eine Auftragung von Soll- und Istwerten gegeneinander Steigungen von  $M_{BP} = M_{IZ} = 1$  sowie y-Achsenabschnitte von  $b_{BP} = -0,016$  und  $b_{IZ} = -0,008$ . Eine kontinuierliche Dokumentation der Drehzahlen ist im späteren Verlauf über den Drehmomentsensor der Fa. *burster* erfolgt, bei der die TTL-Signale des Sensors ausgewertet und in Scherraten umgerechnet wurden. Ein Vergleich der Soll- und Istwerte für eine beispielhafte Messung resultierte lediglich in einer mittleren Abweichung von 0,052 % für  $\dot{\gamma}_i = 1 - 45 \text{ s}^{-1}$ , wodurch sich eine weitere Korrektur der Drehzahlsteuerung erübrigt.

### 5.3.2 Temperiersysteme des ACCR

Eine der wichtigsten Einflussgrößen auf die Viskosität und somit auf das Fließverhalten von Materialien ist die Temperatur [Mac94]. Neben einer gezielten Temperatureinstellung ist, gerade in Hinblick auf exotherm-reaktive Systeme wie Frischbeton, insbesondere die Wärmeabfuhr während der Messung notwendig, um den Fehlereinfluss durch schwankende Temperaturen zu minimieren. Dafür sind im Rahmen dieser Arbeit zwei unterschiedliche Temperiersysteme verwendet worden, welche im Folgenden verglichen und als „externe Temperierung“ und „interne Temperierung“ bezeichnet werden.

Die externe Temperierung basiert auf der Umwicklung des gesamten Außenzylinders mit einem für diese Zwecke erhältlichen, einseitig abgeflachten EPDM-Schlauch, wobei das gesamte System anschließend mit einer Isoliermatte umschlossen wurde, vgl. Abbildung 5.9 (a). Diese Temperierung ist bei einfachen Fluiden für eine konstante Temperatur ausreichend gewesen, vgl. Kapitel 5.3.3, bei der Vermessung von Beton waren in den Vorversuchen jedoch nicht unwesentliche Temperaturschwankungen zu beobachten, vgl. Kapitel 6.3.2. Infolgedessen wurden die bereits in Kapitel 5.1.4 vorgestellten Wandprofile mit der integrierten Temperierung entwickelt, vgl. Abbildung 5.9 (b).

Beide Systeme sind im Betrieb an einen Thermostaten angeschlossen, an dem sich die gewünschte Temperatur des Temperiermediums, in diesem Fall Wasser, einstellen lässt. Wie am dargestellten Aufbau erkennbar, besteht die externe Temperierung im Grunde genommen nur aus einem Temperierelement, nämlich dem Schlauch selbst, in dem das Wasser von oben nach unten geführt wurde. Bei der internen Temperierung hingegen stellt jedes der sechs Profile ein eigenes Element dar, welches parallel zu den verbliebenen geschaltet ist.

Um beide Systeme quantitativ vergleichen zu können, ist das Abkühlverhalten von Wasser, welches in den Rheometerspalt gegeben wurde, untersucht worden. Dazu wurde das Rheometer für  $t = 30 \text{ min}$  bei einer Thermostatemperatur von  $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$  vortemperiert. In der Zwischenzeit ist Wasser auf eine Zieltemperatur von  $T = 40 \text{ }^\circ\text{C}$  vorgewärmt und anschließend in den Rheometerspalt gefüllt worden, welches den Start der Untersuchung markierte. Zur Erfassung der Temperatur wurden im Zulauf (ZL) und im Rücklauf (RL) des Kühlwassers sowie im Rheometerspalt Thermoelemente platziert, wobei die Position des Thermoelements im Rheometer in der Spaltmitte lag ( $r = 0,5 \cdot (R_a + R_i) = 151,25 \text{ mm}$ ;  $l = 0,5 \cdot L = 150 \text{ mm}$  von oberer Kante). Über einen Zeitraum von  $35 \text{ min}$  sind mit diesem Aufbau alle  $2 \text{ s}$  Messwerte erfasst worden, vgl. Abbildung 5.10, wobei der Gesamtvolumenstrom des Kühlwassers in beiden Fällen identisch gewesen ist. Zur besseren Übersichtlichkeit sind nur die Messwerte für ein Zeitintervall von  $\Delta t = 20 \text{ s}$  dargestellt. Zu erwähnen ist dabei, dass die Zieltemperatur des einge-

füllten Wassers in beiden Fällen zwar  $T = 40\text{ °C}$  gewesen ist, aufgrund von Einfüllschwierigkeiten lagen die Starttemperaturen  $T_0$  in den jeweiligen Fällen jedoch bei  $T_{0,extern} = 33,7\text{ °C}$  und  $T_{0,intern} = 37\text{ °C}$ .

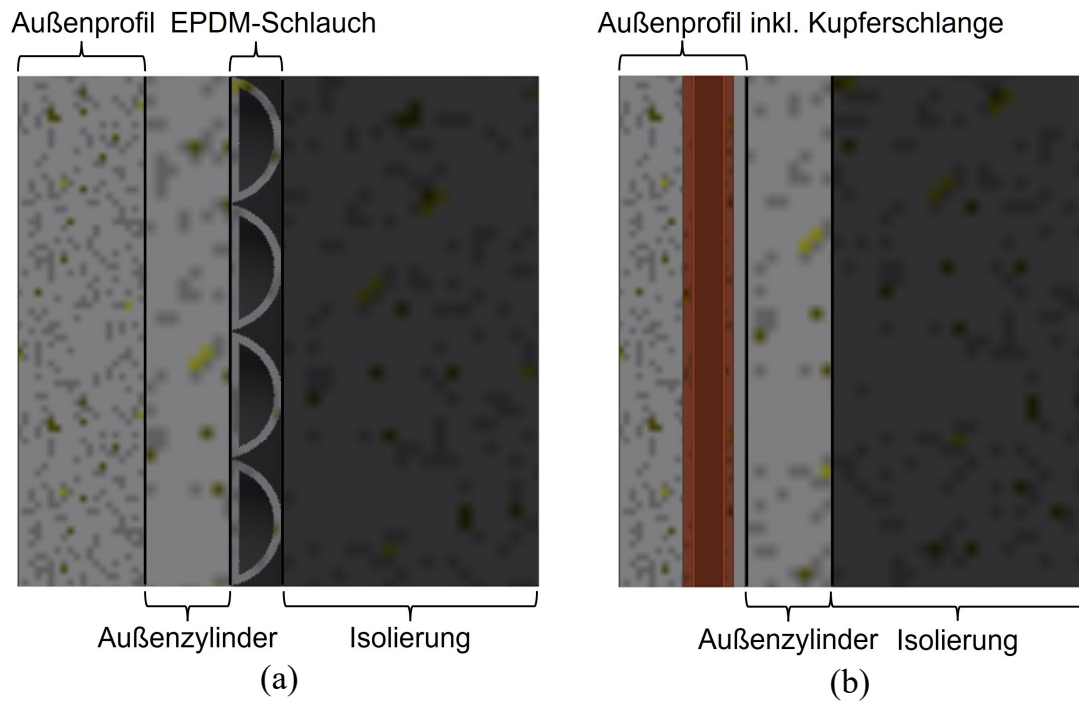


Abbildung 5.9: Schnittdarstellung der verschiedenen Temperiersysteme; (a) externe Temperierung; (b) interne Temperierung

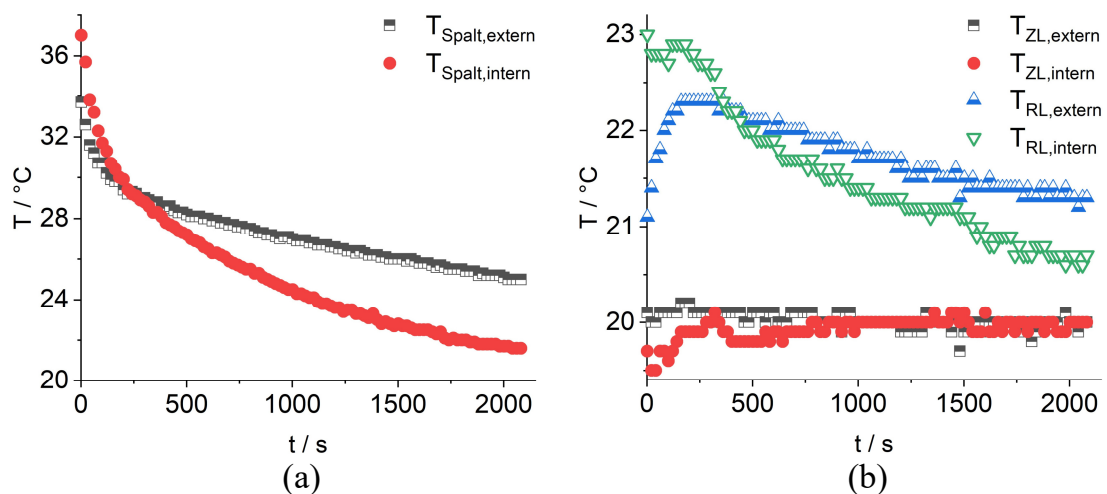


Abbildung 5.10: Temperaturverläufe für das externe und das interne Temperiersystem; (a) Wasser im Rheometerspalt; (b) Zulauf (ZL) und Rücklauf (RL) des Kühlwassers

An den Temperaturverläufen im Rheometerspalt, vgl. Abbildung 5.10 (a), lässt sich erkennen, dass die Wassertemperatur bei der internen Temperierung (IT) deutlich stärker abnimmt als bei der externen Temperierung (ET). Weiterhin wird ersichtlich, dass sich die Wassertemperatur im Fall IT wesentlich schneller der Zulauftemperatur von  $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$  annähert, als es bei ET der Fall ist, und das, obwohl die Starttemperatur bei IT leicht höher lag. Zumindest anhand dieser Abbildung lässt sich vorerst der Schluss ziehen, dass die interne Temperierung eine deutlich höhere Kühlleistung erbringt. Dass die Wärme bei IT besser und auch schneller abgeführt wird, zeigt sich ebenfalls in den Verläufen des Rücklaufs, vgl. Abbildung 5.10 (b). Bei ET steigt die Rücklauftemperatur zu Beginn erst an und fällt nach Erreichen des Maximums von  $T = 22,3 \text{ }^\circ\text{C}$  ab. Einen derartigen Anstieg weist IT nicht auf und auch die Maximaltemperatur von  $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$  ist direkt zu Beginn vorhanden, was sich auf eine schnellere und effektivere Wärmeabfuhr zurückführen lässt. Bezüglich der Zulauftemperaturen des Kühlwassers lässt sich festhalten, dass keine relevanten Ausschläge zu beobachten sind, was ebenfalls durch die Mitteltemperaturen von  $T_{m,ZL,extern} = 20,01 \pm 0,08 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $T_{m,ZL,intern} = 19,92 \pm 0,11 \text{ }^\circ\text{C}$  ersichtlich wird.

Um die Abkühlung des Wassers näher zu quantifizieren und einen Kennwert zum Vergleich beider Systeme zu erhalten, in diesem Fall den Wärmedurchgangskoeffizienten  $k_W$ , lässt sich die Theorie der Abkühlung eines Körpers zu Hilfe nehmen [Ver13]. Die zeitliche Veränderung der Temperatur eines Körpers  $dT/dt$  lässt sich wie folgt ausdrücken:

$$\dot{Q} = m \cdot c_p \cdot \frac{dT}{dt} \quad (5.6)$$

Der im Fall einer Abkühlung abgegebene Wärmestrom wird dabei durch  $\dot{Q}$  beschrieben, die Masse des Körpers durch  $m$  und die Wärmekapazität des Körpers durch  $c_p$ .

Der Wärmestrom  $\dot{Q}$ , der an das kühlende Medium, in diesem Fall Kühlwasser (KW), übergeht, kann dabei durch folgende Gleichung beschrieben werden.

$$\dot{Q} = k_W \cdot A \cdot (T - T_{KW}) \quad (5.7)$$

Die Fläche  $A$  ist dabei die Fläche, über die der Wärmedurchgang erfolgt,  $k_W$  beschreibt den gesuchten Wärmedurchgangskoeffizienten,  $T_{KW}$  ist die Kühlwassertemperatur und  $T$  kennzeichnet die aktuelle Temperatur des abzukühlenden Körpers, in diesem Fall die des Wassers im Messspalt. Ein Gleichsetzen der Gleichungen (5.6) und (5.7) sowie Integrieren und Umstellen führt zu den Gleichungen (5.8) und (5.9).

$$\int_{T_0}^T \frac{1}{T - T_{KW}} dT = \frac{k_W \cdot A}{m \cdot c_p} \cdot \int_0^t dt \quad (5.8)$$

$$\ln(T - T_{KW}) = \frac{k_W \cdot A}{m \cdot c_p} \cdot t + \ln(T_0 - T_{KW}) \quad (5.9)$$

Wird nun der Term  $\ln(T - T_{KW})$  über der Zeit  $t$  aufgetragen, ergibt sich im idealen Fall eine Gerade mit dem y-Achsenabschnitt  $\ln(T_0 - T_{KW})$  und der Steigung  $k_W \cdot A / (m \cdot c_p)$ , welche die Berechnung des Wärmedurchgangskoeffizienten erlaubt.

Da der vorliegende Fall jedoch keine idealen Bedingungen aufweist, müssen zur Berechnung einige Annahmen getroffen werden. Zum einen wird vernachlässigt, dass die Wärmeabgabe auch über die Bodenplatte des Rheometers, den Außen- und Innenzylinder sowie über die Luft an der Oberseite erfolgt. Zum anderen wird angenommen, dass die Kühlwassertemperatur  $T_{KW}$  konstant ist und, aufgrund der Krümmung des coaxialen Rheometers, eine mittlere Fläche  $A_m$  vorliegt.

Werden nun die Messdaten gemäß Gleichung (5.9) aufgetragen, ergeben sich für die beiden Temperiersysteme die in Abbildung 5.11 dargestellten Verläufe.

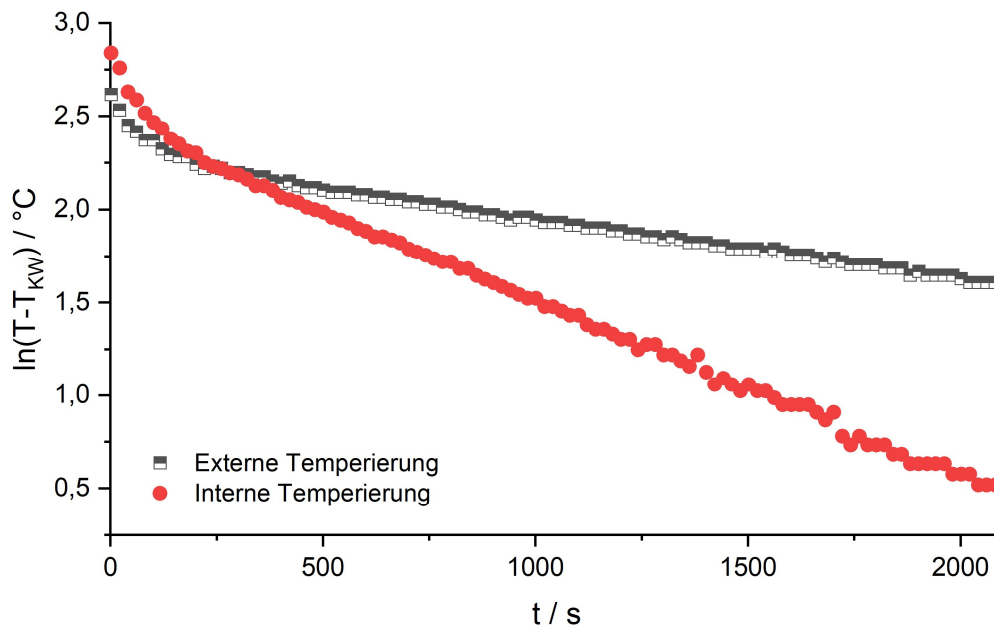


Abbildung 5.11: Auftragung von  $\ln(T - T_{KW})$  über der Zeit  $t$  für die externe und die interne Temperierung

Auf den ersten Blick wird erkennbar, dass die Verläufe beider Temperiersysteme keiner Geraden entsprechen. Dies scheint jedoch lediglich an den Messwerten zu Beginn zu liegen, da, zumindest augenscheinlich, der weitere Kurvenverlauf in beiden Fällen einer Geraden nahe kommt.

Betrachtet man das vorliegende System aus Rheometer und erwärmtem Wasser näher, lässt sich jedoch eine Vermutung aufstellen, weswegen die Verläufe zu Beginn von einer Geraden abweichen. Wie bereits erwähnt, wird das Rheometer vortemperiert und erst dann wird das erwärmte Wasser in den Spalt gefüllt. Aufgrund des anfänglichen Temperaturunterschiedes zwischen dem warmen Wasser und den Rheometerkomponenten kommt es in den ersten Minuten zu einer instationären Erwärmung des Rheometers bzw. Abkühlung des warmen Wassers, weswegen der Verlauf von einer Geraden abweicht. Sobald der Wärmeübergang vom warmen Wasser auf das Kühlwasser der Temperierung dominiert, in diesem Fall ab ca.  $t = 200$  s, lassen sich die Kurvenverläufe gut durch eine Gerade annähern, vgl. Abbildung 5.12.

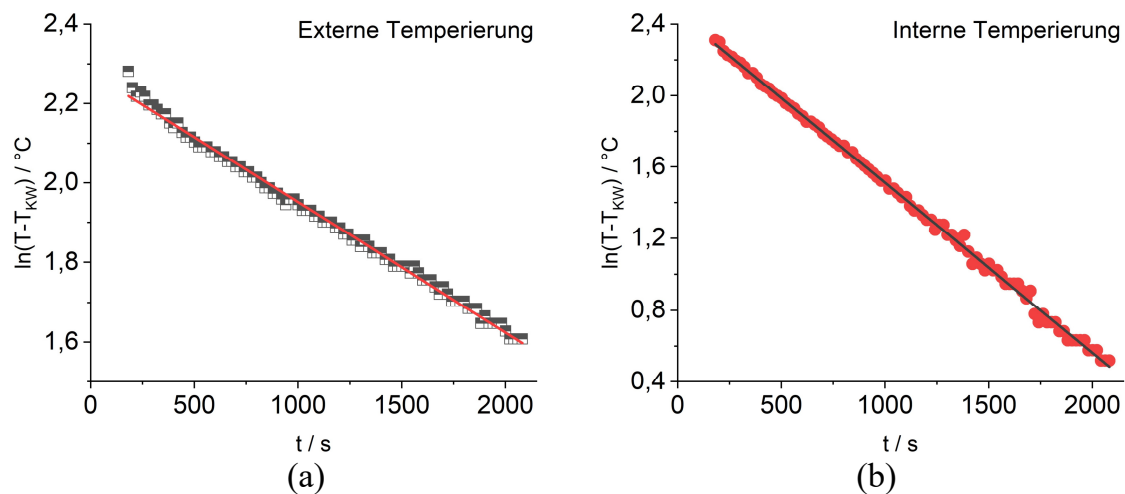


Abbildung 5.12: Auftragung von  $\ln(T - T_{KW})$  über der Zeit  $t$  ab  $t = 180$  s für (a) die externe und (b) die interne Temperierung inklusive linearer Regression

Da sich für die externe Temperierung nach linearer Regression ein  $R^2$  von 0,9962 ergibt und bei der internen Temperierung dieser Wert bei 0,9986 liegt, scheint die Anwendung von Gleichung (5.9) unter den gegebenen Annahmen durchaus valide.

Mit Hilfe der sich ergebenden Geradengleichungen lässt sich als Kennwert nun der Wärmedurchgangskoeffizient  $k_W$  aus der Steigung der entsprechenden Geraden berechnen. Zwar ist dafür unter anderem die temperaturabhängige Wärmekapazität des Wassers notwendig, allerdings variiert diese im betrachteten Temperaturbereich nur geringfügig und wurde mit  $c_p = 4,18 \text{ kJ}/(\text{kg} \cdot \text{K})$  als konstant angenommen. Mit der Masse  $m = 13,81 \text{ kg}$  des Wassers und den mittleren

Wärmedurchgangsflächen  $A_{m,extern} = 0,33 \text{ m}^2$  bzw.  $A_{m,intern} = 0,32 \text{ m}^2$  ergeben sich somit absolute Wärmedurchgangskoeffizienten von  $k_{W,extern} = 56,94 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$  und  $k_{W,intern} = 172,29 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ . Wie erkenntlich, beträgt der Koeffizient für die interne Temperierung näherungsweise das Dreifache des Koeffizienten für die externe Temperierung, was sich qualitativ mit den vorangegangenen Temperaturverläufen deckt. Zwar entsprechen die berechneten Koeffizienten aufgrund der getroffenen Annahmen nicht den tatsächlich vorliegenden Koeffizienten, dennoch können die hier aufgeführten Berechnungen durchaus dazu verwendet werden, um zumindest die Größenordnung der Koeffizienten abzuschätzen und die beiden Temperiersysteme miteinander quantitativ zu vergleichen.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die interne Temperierung deutlich effizienter ist, als die externe Temperierung und gerade bei reaktiven Materialien wie Frischbeton der externen Temperierung vorgezogen werden sollte. Zwar kann die externe Temperierung bei nicht reaktiven Materialien im Bereich um  $T = 20 \text{ °C}$  erfolgreich verwendet werden, wie in Kapitel 5.3.3 ersichtlich wird, allerdings wäre es auf Dauer sinnvoll, alle Messprofile mit dem internen Temperiersystem auszustatten. Falls möglich und erforderlich, könnte auch über eine Umkonstruktion des internen Temperiersystems nachgedacht werden, bei der keine Kühlschlangen in die Profile gelegt werden, sondern das Kühlmedium durch ausgehöhlte Profile geführt wird. Dies wäre zwar konstruktionstechnisch deutlich aufwändiger, würde aber den Wärmedurchgang nochmals effizienter gestalten.

### 5.3.3 Vergleichsmessungen mit einem kommerziellen Rheometer

Bevor mit der Untersuchung komplexer Fluide wie Frischbeton begonnen werden kann, ist zunächst sicherzustellen, dass die mit dem ACCR ermittelten rheologischen Werte valide sind. Um dies zu überprüfen, wurden Vergleichsmessungen zwischen dem ACCR und einem kommerziellen Rheometer, dem Physica MCR 501 der Fa. *Anton Paar*, durchgeführt. Als Messsystem wurde hierbei das zum MCR 501 zugehörige Koaxialsystem CC27 verwendet, dessen Kenndaten sich auf  $R_i = 13,333 \text{ mm}$ ,  $R_a = 14,462 \text{ mm}$  und  $L = 40,026 \text{ mm}$  belaufen. Die Auswahl geeigneter Testsubstanzen basierte insbesondere darauf, einfache, einstellbare Fluide zu verwenden und gleichzeitig unterschiedliche rheologische Eigenschaften abzudecken. Daher wurden eine hochkonzentrierte Zuckerlösung (newtonisches Fließverhalten), ein Cremebad (strukturviskose Eigenschaften), eine Suspension (strukturviskoses Verhalten und schwach ausgeprägte Fließgrenze) sowie Mayonnaise (strukturviskoses Verhalten und stark ausgeprägte Fließgrenze) ausgewählt.

Um eine möglichst gute Vergleichbarkeit zu gewährleisten, sind die Scherratenrampen bei beiden Rheometern identisch ausgewählt worden. Für die Zuckerlösung sowie für das Cremebad wurde eine positive Scherratenrampe von



$\dot{\gamma}_{i,s} = 1 - 45 \text{ s}^{-1}$  festgelegt. Eine Vorscherung von 30 s bei  $\dot{\gamma}_{i,s} = 5 \text{ s}^{-1}$  mit anschließender Pause von 10 s wurde zusätzlich vor jeder Messung des Cremebads implementiert, da das Material, im Gegensatz zur Zuckerlösung, eine deutlich höhere Viskosität besitzt sowie aus deutlich mehr Komponenten besteht. Die Vorscherung dient somit einer Homogenisierung des Fluids im Messspalt. Jeder Messpunkt wurde für 10 s gehalten und die letzten 5 s davon wurden für die Auswertung verwendet, da das Drehmoment in diesem Bereich relativ konstant ist.

Die Messprozedur bei der Suspension und der Mayonnaise, welche eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Fließgrenze besitzen, wurde hingegen leicht verändert, da hier eine negative Scherratenrampe mit  $\dot{\gamma}_{i,s} = 45 - 1 \text{ s}^{-1}$  ausgewählt wurde. Diese wird bei Materialien mit Fließgrenze üblicherweise vorgezogen, da dadurch eine höhere Reproduzierbarkeit erzielt werden kann [Wes17]. Der Grund liegt darin, dass durch die andere Belastungshistorie die für die Ausbildung einer Fließgrenze verantwortliche Strukturbildung unterbunden wird. Um diesen Einfluss noch weiter abzuschwächen, wurden bei der Suspension und der Mayonnaise zusätzlich eine allgemeine Vorscherung ( $\dot{\gamma}_{i,s} = 45 \text{ s}^{-1}$  für 30 s) nach jedem Einfüllen des Materials sowie eine direkte Vorscherung ( $\dot{\gamma}_{i,s} = 45 \text{ s}^{-1}$  für 30 s) vor jeder Einzelmessung durchgeführt. Die Halte- und Auswertedauer der Messpunkte ist identisch zu denen der anderen Materialien.

Bezüglich der Messauswertung beim ACCR ist zu erwähnen, dass das Reibmoment des ACCR direkt im Vorfeld zu den jeweiligen Messsequenzen vermessen und anschließend bei der späteren Berechnung berücksichtigt wurde.

Als Messwertabweichung wurde, neben der bereits in Kapitel 5.2 dargelegten Fehlerfortpflanzung, die Standardabweichung berechnet, welche jedoch bei beiden Rheometern zu gering ausgefallen ist, um sie grafisch sinnvoll darstellen zu können.

### **Newtonisches Fluid – Zuckerlösung**

Die erste Vergleichsmessung bestand in der Untersuchung einer wässrigen Zuckerlösung mit einem Zuckermassenanteil von  $\omega_m = 0,736$ . Um den Zucker in dieser hohen Konzentration lösen zu können und gleichzeitig eine Kristallisation zu verhindern, enthält die Lösung Zitronensäure mit einem Massenanteil von  $\omega_m = 0,0025$ . Die Messungen im ACCR und im MCR 501 wurden zeitgleich bei einer Temperatur von  $T = 20,65 \pm 0,15 \text{ }^\circ\text{C}$  durchgeführt, wobei drei Messsequenzen zu jeweils drei Einzelmessungen (ohne Entleeren und Befüllen des Rheometers) durchgeführt wurden. Weiterhin wurde im ACCR der Drehmomentsensor der Fa. *Lorenz* mit einem Messbereich bis 5 Nm verwendet sowie glatte Aluminiumprofile und die externe Temperierung (vgl. Kapitel 5.3.2). Da im MCR 501 bereits eine Auswertung nach repräsentativen Werten implementiert ist, wurden die Messwerte des ACCR mit Hilfe der Gleichungen (2.33) und (2.34) angepasst, woraus die in Abbildung 5.13 dargestellten Ergebnisse resultieren. Um die

Messwertabweichung zwischen den Rheometern zu bestimmen, wurden die Messwerte mit einer linearen Regression gefittet, wobei in beiden Fällen ein  $R^2 \approx 1$  gegeben war. Der tatsächliche Messwertbereich wurde dabei jedoch nicht extrapoliert und ist somit durch das ACCR auf eine repräsentative Scherrate von ca.  $\dot{\gamma}_{rep} = 38 \text{ s}^{-1}$  begrenzt.

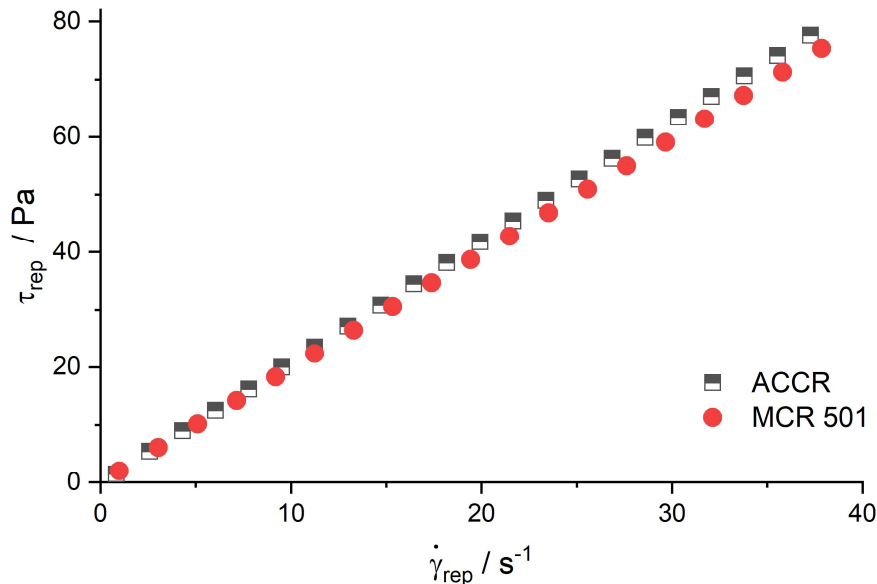


Abbildung 5.13: Fließkurven einer wässrigen Zuckerlösung mit  $\omega_m = 0,74$ , gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501

An Abbildung 5.13 lässt sich deutlich erkennen, dass die Ergebnisse beider Rheometer gut übereinstimmen und die Werte des ACCR, trotz erhöhter Messunsicherheit im niedrigen Scherratenbereich, leicht über denen des MCR 501 liegen. Sowohl die Messwerte des MCR 501 als auch die des ACCR weisen einen linearen Zusammenhang zwischen Schubspannung und Scherrate auf. Die in beiden Fällen vorliegende lineare Regression mit  $R^2 \approx 1$  bestätigt die bei der Fluidauswahl getroffene Annahme eines newtonischen Fluids. Der Mittelwert der dynamischen Viskosität für den betrachteten Scherratenbereich ( $\dot{\gamma}_{rep} \approx 0,85 - 38 \text{ s}^{-1}$ ) liegt für das MCR 501 bei  $\eta = 1,992 \pm 0,002 \text{ Pa} \cdot \text{s}$  und für das ACCR bei  $\eta = 2,088 \pm 0,084 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ , was einer geringen Abweichung von 4,8 % entspricht.

### Strukturviskoses Fluid – Cremebad

Im nächsten Schritt sind die Ergebnisse eines strukturviskosen Fluids verglichen worden. Als Testmaterial wurde ein Cremebad der Marke *Balea* verwendet, welches in zwei Messsequenzen zu je drei durchgeführten Einzelmessungen analysiert wurde. Die Temperatur der ersten Messsequenz belief sich auf  $T = 19,75 \pm 0,05 \text{ }^\circ\text{C}$ , die der zweiten auf  $T = 20,30 \pm 0,10 \text{ }^\circ\text{C}$ . Die Randbedingungen sind bezüglich der Messgeometrie, Temperierung und Drehmomentsensor

identisch zu denen der Zuckerlösung. Lediglich die Auswertemethode wurde verändert, da es sich bei dem Cremebad, wie erwähnt, um ein strukturviskoses Fluid handelt und dementsprechend eine Korrektur nach Krieger-Elrod, vgl. Kapitel 2.4.1, angewandt wurde. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.14 dargestellt. Die Messwerte sind zur Berechnung der Abweichung ebenfalls über eine geeignete Funktion gefittet worden, in diesem Fall über ein Polynom 5. Grades ( $R^2 \approx 1$ ).

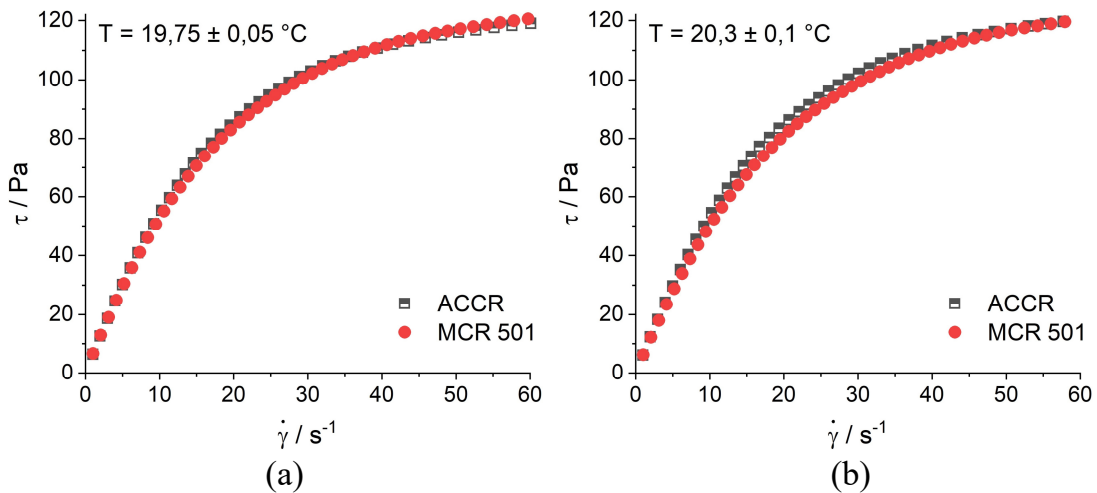


Abbildung 5.14: Fließkurven eines Cremebads, gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501 in zwei Messsequenzen bei (a)  $T = 19,75 \pm 0,05 \text{ } ^\circ\text{C}$  und (b)  $T = 20,30 \pm 0,10 \text{ } ^\circ\text{C}$

Wie auch bei der Zuckerlösung wird hier deutlich, dass die Ergebnisse beider Rheometer, trotz erhöhter Messunsicherheit im niedrigen Scherratenbereich beim ACCR, sehr nahe beieinander liegen. Die Werte des ACCR zeigen eine leichte Tendenz dazu, im mittleren Scherratenbereich ( $\dot{\gamma} \sim 10 - 40 \text{ s}^{-1}$ ) über denen des MCR 501 zu liegen, wobei sich dieses Verhalten im höheren Scherratenbereich ( $\dot{\gamma} > 40 \text{ s}^{-1}$ ) umzukehren scheint. In beiden Fällen lässt sich zudem ein ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten des Cremebads erkennen. Werden die Abweichungen der einzelnen Datenpunkte des ACCR vom MCR 501 gemittelt, ergibt sich für die zweite Messsequenz (b) eine mittlere Abweichung von 4,0 %, für die erste Messsequenz (a) eine mittlere Abweichung von lediglich 1,7 %.

### Strukturviskose Suspension – Cremebad mit Polyamidpartikeln

Frischbeton ist eine hochkonzentrierte Suspension, welche sich nur schwer mit den vorangegangenen Referenzmaterialien vergleichen lässt. Aufgrund des sehr engen Messspalts im MCR bieten sich jedoch generell keine zementösen bzw. grobkörnigen Suspensionen als Vergleichsmaterial zwischen den Rheometern an. Um zumindest den Eigenschaften einer Suspension näher zu kommen, wurde eine für beide Rheometer geeignete Suspension entwickelt. Diese besteht aus dem bereits

vermessenem Cremebad, welches mit Polyamidpartikeln bis zu einem Volumenanteil von  $\phi = 0,3$  vermengt wurde. Höhere Volumenanteile wurden nicht in Betracht gezogen, da die Handhabbarkeit der Suspension in Vorversuchen deutlich abgenommen hat und auch Phänomene wie Wandgleiten, welche bei höheren Konzentrationen begünstigt werden, zu einer deutlich schlechteren Vergleichbarkeit führen würden. Mit einem Wert von  $\rho_{PA} = 1010 \text{ kg/m}^3$  besitzen die Partikeln eine Dichte, welche nahe an der des Cremebads mit  $\rho_{CB} = 1040 \text{ kg/m}^3$  liegt, weswegen Flotationseffekte, zumindest im Zeitraum der Messung, vernachlässigt werden können. Die Partikeln sind monomodal verteilt mit einem Medianwert von  $d_{50,3} = 60,87 \pm 0,02 \text{ }\mu\text{m}$  und einem Modalwert von  $d_{mod,3} \approx 53 \text{ }\mu\text{m}$ . Die Partikelgrößenverteilungen ( $q_3$ - und  $Q_3$ -Verteilung) sowie Mikroskopaufnahmen der Partikeln sind in Abbildung A 2.1 und Abbildung A 2.2 zu finden. Da die maximale Partikelgröße bei ca.  $d_{max} \approx 140 \text{ }\mu\text{m}$  liegt und nur zu einem geringen Anteil vorhanden ist, kann der Einfluss des Partikel/Messspalt-Verhältnisses im MCR 501, welches bei  $H/d_{max} \approx 8$  liegt, als vernachlässigbar gering eingestuft werden.

Die Suspension wurde im MCR in drei Messsequenzen mit jeweils drei Einzelmessungen untersucht. Beim ACCR ist im Zuge der letzten Messung ein Fehler aufgetreten, sodass hier insgesamt acht anstelle von neun Messungen vorliegen. Da die Viskosität der Suspension höher liegt als bei den vorigen Referenzmaterialien und somit den Messbereich des kleinen Drehmomentsensors überschreiten würde, wurde der standardmäßig verbaute Sensor der Fa. *burster* verwendet. Als Messgeometrie wurden im ACCR glatte Aluminiumprofile sowie damit einhergehend die externe Temperierung verwendet. Die Temperatur lag im Mittel bei  $T = 23,14 \pm 0,26 \text{ }^\circ\text{C}$ . Für das MCR 501 wurde das Standardkoaxialsystem CC27 genutzt. Da es sich bei der Suspension ebenfalls um ein nicht-newtonisches Fluid handelt, wurde die Korrektur nach Krieger-Elrod, vgl. Kapitel 2.4.1, angewandt, sodass die in Abbildung 5.15 dargestellten Ergebnisse erzielt wurden. Zwar sollten Materialien mit Fließgrenze nicht über die Krieger-Elrod-Methode korrigiert werden, da jedoch die unkorrigierten Werte darauf hinwiesen, dass eine Fließgrenze, wenn überhaupt vorhanden, in der Nähe von Null liegt, wurde dieser Einfluss als vernachlässigbar angesehen. Wie zuvor, wurden zur Berechnung der Messabweichung zwischen den Rheometern die Messwerte mit Hilfe eines Polynoms gefittet (Polynom 6. Grades,  $R^2 \approx 1$ ).

Die Messwerte beider Rheometer stimmen auch hier sehr gut überein und es lässt sich das strukturviskose Verhalten der Suspension gut ermitteln. Eine Extrapolation der Polynome ergibt zudem Fließgrenzen von  $\tau_y = 1,4 \text{ Pa}$  (ACCR) sowie  $\tau_y = 1,6 \text{ Pa}$  (MCR), wobei diese Werte abhängig vom verwendeten Polynomgrad sind und somit die Fließgrenze nur annähern können. Wie zu erkennen ist die Fließgrenze, wenn überhaupt vorhanden, nur sehr gering, sodass die Vernachlässigung zur Korrektur über Krieger-Elrod durchaus gerechtfertigt war. Im Mittel beträgt die Abweichung des ACCR vom MCR lediglich 4,72 %.

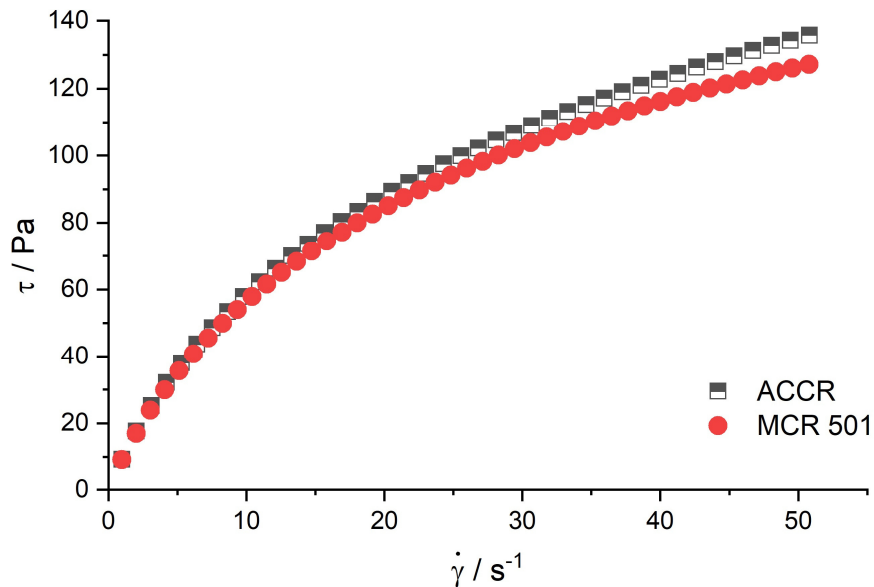


Abbildung 5.15: Fließkurven einer Suspension bestehend aus Cremebad und Polyamidpartikeln mit  $\phi = 0,3$ , gemessen mit dem ACCR und dem MCR 501

Die leichte Tendenz des ACCR, über den Werten des MCR zu liegen, zeigt sich hier ebenfalls. Allerdings muss in diesem Zusammenhang beachtet werden, dass die Suspension zum geringen Wandgleiten neigen könnte und die Aluminiumprofile des ACCR, im Gegensatz zum Koaxialsystem des MCR, sandgestrahlt sind und somit für mehr Wandhaftung sorgen könnten. In Voruntersuchungen wurde die Suspension zwar mit einem kommerziellen Platte-Platte-System und zwei selbst angefertigten Koaxialsystemen eingängig auf Wandgleiten untersucht, allerdings hat sich lediglich bei Verwendung der Koaxialsysteme eine Neigung zum Wandgleiten gezeigt. Dennoch könnte dies die leicht höhere Abweichung des ACCR vom MCR erklären.

### Fluid mit Fließgrenze - Mayonnaise

Eine weitere Eigenschaft, die Frischbeton auszeichnet, ist das Vorhandensein einer stark ausgeprägten Fließgrenze. Um auch dieses Verhalten in beiden Rheometern untersuchen zu können, wurde ein möglichst homogenes Material benötigt, welches eben diese Eigenschaft aufweist. Da Mayonnaise in großen Mengen zugänglich ist und das gesuchte Fließverhalten besitzt, wurde dieses Material in einer letzten Messung mit drei Messsequenzen zu je drei Einzelmessungen untersucht.

Die Messprozedur der Mayonnaise erfolgte analog zu dem Vorgang bei der Suspension, jedoch bei einer Temperatur von  $T = 22,83 \pm 0,14 \text{ } ^\circ\text{C}$ . Da mit zunehmender Einzelmessung bei beiden Rheometern eine Abnahme der Schubspannung beobachtet wurde, sind im Nachfolgenden die Mittelwerte aus den entsprechenden Einzelmessungen dargelegt. Die Mittelwerte der ersten Einzelmessungen aus den drei Messsequenzen sind mit „1. EM“ gekennzeichnet, für die zweite und

dritte Einzelmessungen erfolgt diese Kennzeichnung analog. Die Messwerte können aufgrund der hohen Fließgrenze jedoch nicht über die Krieger-Elrod-Methode korrigiert werden, sodass in diesem Fall nur der Vergleich über die repräsentativen Werte, vgl. Kapitel 2.4.1, möglich ist. An die so korrigierten Werte konnte das Herschel-Bulkley-Modell, vgl. Kapitel 2.5.3, gefittet werden ( $R^2 \approx 1$ ), welches ebenfalls zur Berechnung der Messabweichung verwendet wurde. Die Messwerte sind in Abbildung 5.16 dargestellt.

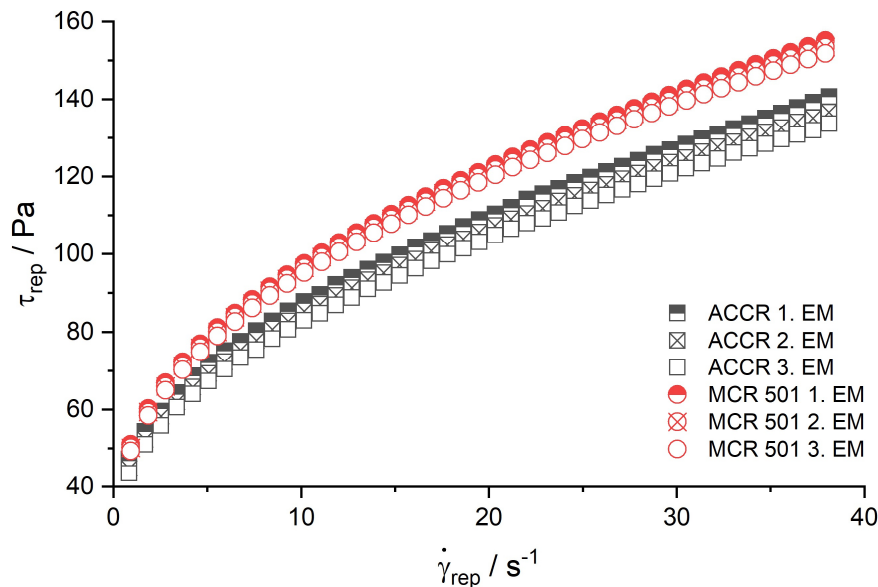


Abbildung 5.16: Fließkurven von Mayonnaise, gemessen mit dem ACCR und dem MCR; Mittelwerte der jeweiligen Einzelmessungen gekennzeichnet durch 1. EM, 2. EM und 3. EM

Die dargestellten Ergebnisse zeigen, dass die Werte des ACCR in diesem Fall unterhalb der Werte des MCR liegen. Es ergeben sich Abweichungen im Bereich zwischen -9,83 % (1. EM) und -12,69 % (2. EM). Zudem lässt sich, wie angedeutet, erkennen, dass mit zunehmender Einzelmessung die Werte für die Schubspannung immer weiter sinken. Die Gründe für derartige Abweichungen können vielfältig sein, allerdings sind Luftpneinschlüsse die wahrscheinlichste Ursache dafür. Im Gegensatz zum MCR, welches mit Hilfe von Pipetten luftfrei befüllt werden konnte, ließ sich das ACCR nur durch Einkippen mit Mayonnaise befüllen. Aufgrund der hohen Viskosität und der hohen Fließgrenze ließ sich die so eingeschlossene Luft nicht durch genügend Vorscherung aus dem Messspalt entfernen, sodass die Schubspannung im ACCR entsprechend geringer ist als die im MCR. Dass mit zunehmender Einzelmessung die Schubspannung im ACCR stärker abfällt als im MCR, könnte ebenfalls durch die Luftblasen begründet werden. Mit steigender Messdauer lässt sich vermuten, dass die Luftblasen im ACCR, welche unterhalb des eigentlichen Messbereichs liegen, aufsteigen, in den Messbereich gelangen

und so zu einer Reduzierung der Schubspannung führen. Da eine leichte Reduzierung mit zunehmender Einzelmessung auch beim MCR beobachtet werden kann, lässt sich die Vermutung aufstellen, dass das Fließverhalten der Mayonnaise zusätzlich abhängig von der Belastungshistorie ist und eventuell aufgebaute Strukturen durch die intensive Scherung immer weiter zerstört werden.

Vergleicht man die Fließgrenzen zwischen ACCR und MCR miteinander, welche aus dem Herschel-Bulkley-Modell entnommen werden können, zeigen sich nur sehr geringe Abweichungen, vgl. Tabelle 5.2.

*Tabelle 5.2: Fließgrenzen  $\tau_y$  von Mayonnaise für die Mittelwerte der jeweiligen Einzelmessungen (1. EM, 2. EM, 3. EM), gemessen mit dem ACCR und dem MCR, entnommen aus dem gefitteten Herschel-Bulkley-Modell*

	ACCR - $\tau_y$ / Pa	MCR - $\tau_y$ / Pa	Abweichung ACCR vom MCR / %
<b>1. EM</b>	32,31	30,33	6,56
<b>2. EM</b>	30,08	29,08	3,46
<b>3. EM</b>	29,17	28,27	3,21

### **Abschließende Bewertung der Eignung des ACCR**

Die vorangegangenen Vergleichsmessungen haben aufgezeigt, dass das entwickelte ACCR durchaus in der Lage ist, absolute rheologische Messwerte mit einer sehr guten Genauigkeit zu generieren. Auffällig bei den Messungen mit der Zuckerlösung, dem Cremebad und der Suspension ist gewesen, dass mit dem ACCR leicht höhere Werte gemessen wurden als mit dem MCR, meist mit einer Abweichung von ca. 4 – 5 %. Dies könnte zum einen auf eine erhöhte Lagerreibung bei höherer Belastung als im Leerlauf zurückzuführen sein, zum anderen aber auch auf eine Ungenauigkeit in der Ausrichtung der Messgeometrien oder des Innenzylinders, welche jedoch mehrfach überprüft wurde. Allerdings wird diese Abweichung durch die Vergleichsmessung mit der Mayonnaise relativiert, da das ACCR in diesem Fall eine negative Abweichung von bis zu -12 % aufgewiesen hat. Zwar könnte diese Abweichung durch Lufteinschlüsse erklärt werden, eine endgültige und vor allem quantitative Aussage lässt sich dazu jedoch nicht tätigen. Daher wurde auf eine abschließende Kalibrierung des ACCR verzichtet, da zum einen eine Neukalibrierung in die eine Richtung eine Verschlechterung der Messgenauigkeit in die andere Richtung bedeuten würde und zum anderen, aufgrund der Mayonnaise, bei den Vergleichsmessungen kein eindeutiger Trend in den Abweichungen erkannt werden konnte.

Bezüglich der Bestimmung von Fließeigenschaften hat sich gezeigt, dass mit dem ACCR eine sehr gute Charakterisierung möglich ist. Sowohl das newtonische Fließverhalten der Zuckerlösung als auch das strukturviskose Verhalten des Cremebrats und insbesondere das der Suspension konnten eindeutig abgebildet werden. Zwar hat sich bei der Mayonnaise eine stärkere Messabweichung ergeben, dennoch stimmten die Werte der Fließgrenze, die über das Herschel-Bulkley-Modell ermittelt wurden, bei beiden Rheometern sehr gut überein.

Es muss jedoch beachtet werden, dass es sich bei den vorangegangenen Fluiden um recht homogene und simple Fluide gehandelt hat, welche nicht mit Beton verglichen werden können. Allerdings ist ein Vergleich der beiden Rheometer für rheologisch komplexere Fluide, z. B. mit deutlich größeren Partikeln, aufgrund des schmalen Messspalts im MCR generell nicht möglich. Demnach ist eine weitere Kalibrierung bzw. ein weiterer Vergleich zwischen ACCR und MCR im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt worden, sodass das Fließverhalten des Frischbeton im Nachfolgenden mit dem ACCR charakterisiert wurde.



## 6 Rheologie von Frischbeton

Einer der wichtigsten Gründe, weshalb sich eine allgemeingültige rheologische Einordnung von Frischbeton deutlich schwieriger als bei anderen Materialien gestaltet, ist die Tatsache, dass unter dem Begriff „Beton“ nicht ein eindeutig definierter Stoff zu verstehen ist, sondern vielmehr eine ganze Materialklasse. Dies hängt damit zusammen, dass Beton im Wesentlichen aus vier Komponenten besteht – Zement, Zugabewasser, Gesteinskörnungen und verschiedenartige Zusätze, darunter Zusatzmittel, Betonzusatzstoffe und Fasern. Allerdings unterscheiden sich diese Komponenten je nach Anforderungen an den Beton in ihrer Art und ihren Anteilen an der Gesamtmischung, sodass im Allgemeinen nicht von „dem Beton“ gesprochen werden kann. Um dennoch unterschiedliche Betone bis zu einem gewissen Maß einordnen zu können, werden sie anhand verschiedener Kriterien klassifiziert, wie z. B. der Konsistenzklasse oder dem Größtkorn der Gesteinskörnungen. Da sowohl die Klassifizierungen als auch die Regelungen und Anforderungen an die Komponenten sehr umfangreich sind und im weiteren Verlauf der Arbeit eine eher untergeordnete Bedeutung besitzen, wird an dieser Stelle auf eine detailliertere Beschreibung verzichtet und stattdessen auf die einschlägigen Regel- und Literaturwerke verwiesen [Ver02; Deu08a; Deu21].

Bei der Fragestellung nach der rheologischen Charakterisierung von Frischbeton ist es aufgrund der Vielfalt an Zusammensetzungen sinnvoll, vorerst eine Mischung zu definieren und diese Mischung hinsichtlich ihrer Rheologie zu untersuchen. Das nachfolgende Unterkapitel beschäftigt sich daher zunächst mit der in dieser Arbeit verwendeten Betonmischung. Nachdem die Versuchsdurchführung erläutert wurde, wird in den weiteren Unterkapiteln die Betonmischung rheologisch charakterisiert. Die Vorversuche fokussieren sich dabei auf die generelle Eignung des ACCR für Beton und die Messmethodik, d. h. Messprofilmaterial, Temperierung sowie Scherratenführung und das darauf folgende Kapitel bewertet die rheologischen Eigenschaften des verwendeten Frischbetons unter Berücksichtigung der Reproduzierbarkeit und der rheologischen Modelle. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der Anwendung einer neuartigen, optischen Methode zur Fließgrenzbestimmung. Dabei ist zu erwähnen, dass die präsentierten Ergebnisse teilweise zusammen mit studentischen Arbeiten von [Rüt19; Elm22] erarbeitet wurden. Da, wie aus Kapitel 2.4.1 ersichtlich, eine allgemeingültige Korrektur des Fließverhaltens für Materialien mit Fließgrenze bis heute noch nicht existiert, werden alle aufgeführten Messergebnisse über die Darstellung repräsentativer Werte nach Schümmer angenähert, auch wenn diese mit einer gewissen Ungenauigkeit behaftet ist.

Weiterhin ist zu betonen, dass zwar strukturierte Messgeometrien verwendet werden und nach derzeitigem Stand mit solchen Profilen aufgrund der Störung des Fließfeldes keine absoluten rheologischen Werte ermittelt werden können, vgl. Kapitel 2.2.4, 3.2 und 7. Allerdings beruhen all diese Untersuchungen auf den Ergebnissen von Fluiden ohne Fließgrenze. Da Beton eine stark ausgeprägte Fließgrenze besitzt, welche ohne bzw. bei geringer Belastung durch den Strukturaufbau zusätzlich ansteigt, wird im Folgenden die Annahme getroffen, dass es innerhalb der Messprofilstrukturen zu keinem Fließen des Betons kommt und der Messspalt  $H$  somit über den geringsten Abstand zwischen Innen- und Außenprofil definiert ist, vgl. Abbildung 2.7 (b). Gestützt wird diese Annahme durch die Beobachtungen beim Reinigen der Messprofile, da nach allen Messungen bereits leicht erhärteter Beton in den Strukturen bzw. Nuten zu finden war.

Aus Gründen der Übersichtlichkeit wird an dieser Stelle zudem darauf hingewiesen, dass in den folgenden Unterkapiteln viele ähnliche Begriffe zur Beschreibung der Ergebnisse bzw. Messungen verwendet werden, deren Bedeutungen und Einordnung im Kontext dieser Arbeit nachfolgend genauer erläutert werden:

#### *Einzelmessung*

Eine Einzelmessung, welche teilweise, wie zuvor bereits geschehen, mit „EM“ abgekürzt wird, ist die eigentliche Messung, d. h. sie besteht hauptsächlich aus Vorscherung und einer Scherratenrampe (Stufenrampe). Eine Einzelmessung beschreibt daher genau den Zeitraum, in dem das Material vom Start der Vorscherung bis zum Ende der Scherratenrampe einer Belastung ausgesetzt ist. Es handelt sich hierbei also lediglich um das einmalige Durchführen eines definierten Messverfahrens, vgl. Tabelle 6.3, und ist somit von der Messesequenz abzugrenzen.

#### *Messesequenz*

Eine Messesequenz beschreibt das mehrmalige, direkt hintereinander stattfindende Durchführen von Einzelmessungen. Innerhalb einer Messesequenz, d. h. zwischen mehreren Einzelmessungen, findet dabei kein Entleeren und erneutes Befüllen des Rheometers statt, sodass es sich bei den Messwerten einer Messesequenz um denselben Beton handelt. Eine Messesequenz ermöglicht somit durch den Vergleich der durchgeführten Einzelmessungen Rückschlüsse auf das zeitabhängige Fließverhalten.

#### *Versuchsreihe*

Eine Versuchsreihe beschreibt das mehrmalige Durchführen von Messesequenzen. Da nach jeder abgeschlossenen Messesequenz das Rheometer entleert und mit neu angemischtem Beton befüllt werden muss, sind innerhalb einer Versuchsreihe somit mehrere, gleiche Betonmischungen unter den gleichen Rahmenbedingungen, z. B. gleiche Scherratenrampe oder gleiches Temperiersystem, untersucht worden. Jede in dieser Arbeit präsentierte Versuchsreihe hat einen bestimmten Fokus. In Kapitel 6.3.1 liegt dieser Fokus auf der generellen Eignung des ACCR für

eine Betonmischung und kennzeichnet im Grunde genommen eine erste Inbetriebnahme mit Beton. Die in Kapitel 6.3.2 durchgeführte Versuchsreihe untersucht den Einfluss von verschiedenen Messprofilmaterialien, in diesem Fall Aluminium und Edelstahl. Um den Einfluss der Scherratenrampen zu charakterisieren, beschäftigt sich die Versuchsreihe in Kapitel 6.3.3 mit der Durchführung von Hysteresemessungen. Die Versuchsreihen in Kapitel 6.5.1 und 6.5.2 fokussieren sich auf die Reproduzierbarkeit und die rheologische Charakterisierung des Frischbetons.

In den nachfolgenden Unterkapiteln werden weiterhin zahlreiche Diagramme und Tabellen zu finden sein, welche die Ergebnisse bei unterschiedlichen Messparametern präsentieren. Aus Gründen der Übersichtlichkeit und der besseren Zuordnung ist, wo notwendig, in der entsprechenden Abbildungsunterschrift bzw. Tabellenüberschrift eine Folge von Kürzeln, getrennt über „-“, enthalten, welche die wesentlichen Messparameter anhand folgender Tabelle definiert.

Tabelle 6.1: Kürzel der Messparameter

	Messparameter	Kürzel
<b>Betonmischung</b>	Beton ohne Verdicker	SCC1
	Beton mit Verdicker	SCC2
<b>Messprofilmaterial</b>	Aluminium	AL
	Aluminium mit Messingflachstangen	ALM
	Edelstahl	ES
<b>Spaltweite</b>	19,5 mm	195
	27,5 mm	275
<b>Messverfahren</b>	Standardmessverfahren Vorversuche	S1
	Standardmessverfahren Rheologische Charakterisierung SCC	S2
	Hysteresemessung	H
<b>Temperierung</b>	Externe Temperierung	ET
	Interne Temperierung	IT
<b>Einfüllhilfe</b>	Verwendung von Trichtern	T
	Verwendung der Förderschnecke	F

## 6.1 Zusammensetzung des Frischbetons

Wie in Kapitel 5.1.1 erläutert, ist mit dem ACCR die Vermessung von Suspensionen mit einer maximalen Partikelgröße von  $d_{max} = 5,5 \text{ mm}$  möglich. Die für Beton zugegebenen Gesteinskörnungen sind jedoch genormt und in Größenklassen eingeteilt [Deu08b], wobei für Beton gängigerweise Körnungen mit einem Größtkorn von 8, 16, 22 oder 32 mm verwendet werden [Ver02; Deu08a]. Da ein Größtkorn von 8 mm jedoch zu groß für das ACCR ist, muss auf eine kleinere Klasse, nämlich mit einem Größtkorn von 4 mm, ausgewichen werden. Zwar wird Beton mit einem Größtkorn von  $\leq 4 \text{ mm}$  als Mörtel bezeichnet, allerdings wird der Mörtel hinsichtlich seiner Zusammensetzung in dieser Arbeit analog zu Betonen ausgelegt. Darüber hinaus wird im Ausland Mörtel mit den Eigenschaften eines Hochleistungsbetons, z. B. selbstverdichtender Beton, ebenfalls als „Beton“ deklariert [Ver02], sodass im weiteren Verlauf weiterhin von Beton gesprochen wird.

Je nach Größtkorn werden die Anteile der zugegebenen Gesteinskörnungen einer Betonmischung anhand sogenannter Sieblinien definiert, welche im Grunde genommen einer Partikelgrößenverteilung entsprechen. Für ein Größtkorn von 8 mm gibt die DIN 1045-2 bereits Sieblinien vor, vgl. Abbildung 6.1 (a), für ein Größtkorn von 4 mm jedoch nicht. Daher wurden die durch die DIN 1045-2 vorgegeben Sieblinien für 8 mm Größtkorn auf ein Größtkorn von 4 mm umgerechnet, indem in der Sieblinie für 8 mm eine Größe von 4 mm als Größtkorn definiert und der Volumenanteil dafür entsprechend auf 100 % gesetzt wurde. Die Volumenanteile der kleineren Korngrößen lassen sich somit direkt über Dreisatz ermitteln. Abbildung 6.1 (b) stellt die so berechneten Verteilungen dar.

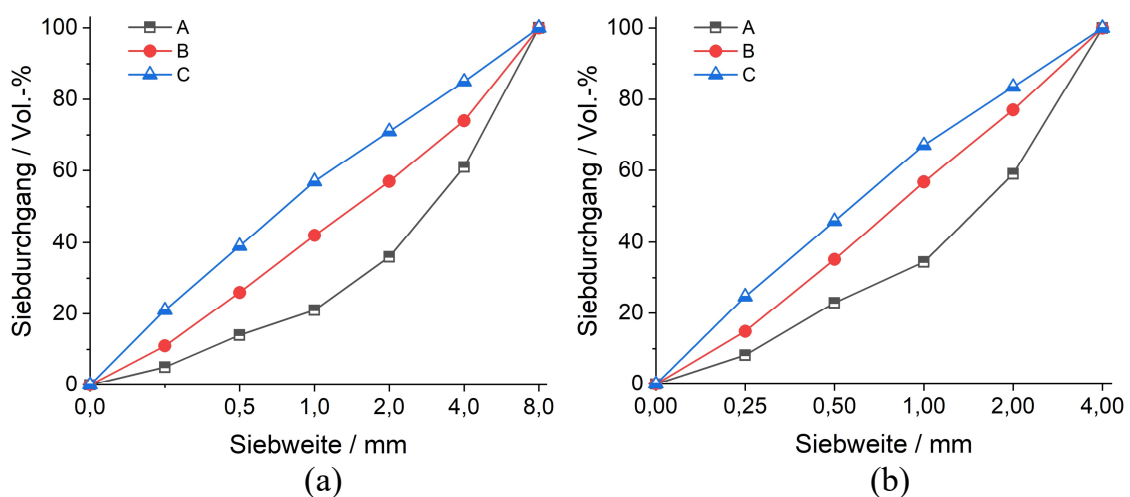


Abbildung 6.1: Sieblinien für ein Größtkorn von (a) 8 mm nach DIN 1045-2 und (b) 4 mm

Korngemische, die unterhalb der Sieblinie A liegen, sind nur schwer zu verarbeiten und neigen zum Entmischen, sodass im Allgemeinen der Bereich in der oberen Hälfte zwischen den Linien A und B als technisch relevant angesehen wird. Korngemische zwischen B und C sind hingegen etwas sandreicher, benötigen demnach mehr Wasser für die gleiche Konsistenz [Ver02]. Für den in dieser Arbeit untersuchten Beton wurde eine Kornzusammensetzung verwendet, welche sich direkt auf der Sieblinie B befindet. Dies sollte zum einen den Grobkornanteil leicht reduzieren, was der Rheometrie aufgrund des Partikel/Spalt-Verhältnisses zugutekommt, zum anderen aber sollte der Beton immer noch möglichst nahe an technisch relevanten Betonen liegen.

Wie bereits angedeutet, können Betonen eine Vielzahl an Zusätzen zugegeben werden, um verschiedene Eigenschaften an die jeweiligen Anforderungen anpassen zu können. Da das Ziel dieser Arbeit jedoch nicht darin besteht, die rheologischen Eigenschaften von Frischbeton in Abhängigkeit verschiedener Zusätze zu bestimmen, wird dem Beton, wie üblich, lediglich Fließmittel hinzugegeben. Auf Nachfrage bei der TU Dresden wurde mit den oben genannten Anforderungen, d. h. Größtkorn von 4 mm und lediglich Fließmittel als Zusatz, die Zusammensetzung für eine Mischung eines standardmäßigen selbstverdichtenden Betons (SCC) von den Bauingenieuren genannt. Das Ausbreitmaß<sup>2</sup> dieser SCC-Mischung liegt dabei erfahrungsgemäß bei 650 mm und der Wasserzementwert<sup>3</sup> bei  $w/c = 0,35$ . Die Mischung besitzt einen Partikel-Volumenanteil von  $\phi = 0,55$  und der Massenanteil des Fließmittels, welcher üblicherweise auf die Zementmasse und nicht auf die Gesamtmasse bezogen wird, beträgt  $\omega_m = 0,03$ . Für ein Gesamtvolumen von 17 l Frischbeton sind die entsprechenden Mengen- und Stoffangaben in Tabelle A 3.1 zu finden. Da während Vorversuchen eine starke Schaumbildung des SCC eingetreten ist, wurde ein Entschäumer der Fa. *Evonik* mit der Bezeichnung „Sitren Airvoid 325:2019:1“ mit einem Volumenanteil von  $\phi = 0,001$  eingesetzt. Der Zement des Typs „CEM I 42.5 R“ ist von der Fa. *HeidelbergCement*, die genormten Gesteinskörnungen wurden von der Fa. *M + E Tebbe-Neuenhaus GmbH & Co.KG Quarzsandwerk* in den bereits passenden Fraktionen bezogen, das Fließmittel mit der Kennzeichnung „VP 2018/14.1“ ist von der Fa. *BASF* und als Zugabewasser ist Leitungswasser verwendet worden.

---

<sup>2</sup> Gemittelter Durchmesser des zerflossenen Frischbetons nach Prüfung gemäß der DIN EN 12350-5

<sup>3</sup> Gewichtsverhältnis der flüssigen Bestandteile (Wasser + Fließmittel)  $w$  und Zement  $c$

## 6.2 Versuchsdurchführung

Einer der wichtigsten Aspekte hinsichtlich der Aussagekraft von rheologischen Messergebnissen ist deren Reproduzierbarkeit. Gerade bei Materialien wie Frischbeton, bei dem die rheologischen Eigenschaften aufgrund der Inhomogenität, Strukturbildung und Reaktivität zeitlich abhängig sind, sind sowohl die Belastungshistorie vor der eigentlichen Messung als auch die Belastung während der Messung sehr entscheidende Faktoren. Aus diesem Grund ist es wichtig, eine zeitlich klar definierte Versuchsdurchführung zu erstellen und einzuhalten. Im Folgenden werden daher der Misch- und Einfüllvorgang sowie die angewandten Messverfahren näher erläutert.

### 6.2.1 Misch- und Einfüllvorgang

Die einzelnen Komponenten des Betons wurden je nach Beton anhand der im Anhang ersichtlichen Tabellen Tabelle A 3.1 (SCC1) bzw. Tabelle A 3.2 (SCC2) abgewogen und, bis auf Wasser, Fließmittel und Entschäumer (der Entschäumer wurde in das Fließmittel gegeben), in den Mischbehälter gefüllt. Der Mischer ist von der Fa. *beba* (Modell B30) und besitzt ein Mischvolumen von 20 l. Die Drehzahl der Rührwerke kann in zwei Stufen zu  $120 \text{ min}^{-1}$  (Stufe 1) bzw.  $240 \text{ min}^{-1}$  (Stufe 2) variiert werden, wobei der Mischbehälter selbst zusätzlich noch mit Drehzahlen von  $5 \text{ min}^{-1}$  (Stufe 1) bzw.  $10 \text{ min}^{-1}$  (Stufe 2) beaufschlagt werden kann. Der Behälter besaß jedoch immer die gleiche Rührstufe wie die Rührwerke.

Die Versuchszeit hat mit dem Start des Trockenmischens, vgl. Tabelle 6.2, begonnen. Zum manuellen Mischen, welches aufgrund der Bildung von Ablagerungen notwendig war, wurde eine Bohrmaschine mit Rühraufsatz sowie eine kleine Schaufel verwendet. Da beim Mischprozess viel Luft in den Beton eingetragen wurde, ist dieser mit Hilfe einer Rüttelflasche zum Ende des Mischprozesses entlüftet worden. Die durch die Vibration begünstigte Sedimentation erforderte bei jedem Vorgang eine weitere, kurzzeitige manuelle Mischeinheit.

Wie bereits erwähnt, wurde der Beton im Rahmen der Vorversuche, vgl. Kapitel 6.3 über geeignete Trichter in das Rheometer gefüllt. Hierbei konnte aus konstruktiven Gründen keine Rotation des Innenzylinders, welcher für eine zusätzliche Verteilung des Betons gesorgt hätte, stattfinden. Im Zuge der später verwendeten Einfüllhilfe (rheologische Charakterisierung von SCC, vgl. Kapitel 6.5) ist das Rheometer bei jedem Einfüllvorgang mit einer Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 10 \text{ s}^{-1}$  betrieben worden, bis der Beton den Messspalt vollständig gefüllt hat. Die Zeit während des Mischvorgangs wurde dazu genutzt, das Leerlaufmoment des Rheometers zu bestimmen. Dies ist notwendig, da aufgrund von verschiedenen Umgebungsbedingungen und des Lagerverschleißes nicht garantiert werden kann, dass die Lagerreibung bei jeder Messung gleich ist. Das Rheometer ist dazu ohne Material,

jedoch bereits in Messposition und mit den eingesetzten Messgeometrien, die entsprechenden Scherraten fünf Mal abgefahren, sodass das Drehmoment aufgezeichnet und im Rahmen der Messwertauswertung gemittelt und berücksichtigt werden konnte.

Tabelle 6.2: Mischvorgang

Versuchszeit / mm:ss	Aktion	Rührstufe
00:00	Trockenmischen	1
03:00	Wasser- und Fließmittelzugabe	1
04:00	Mischen	2
08:00	Manuelles Mischen	–
11:00	Mischen	2
14:30	Entlüften	–
16:00	Manuelles Mischen	–
16:15	Ende des Mischprozesses	–

## 6.2.2 Scherratenprofile

### Standardmessverfahren

Um eventuell gebildete Spannungen zu reduzieren, Strukturen zu zerstören, den Beton zu homogenisieren und somit für gleiche Messbedingungen zu sorgen, hat jede Messsequenz mit einer langen Vorscherung begonnen. Diese haben sich je nach Untersuchung unterschieden, vgl. Tabelle 6.3.

Im Rahmen der Vorversuche (Kapitel 6.3) wurde nach dem Befüllen des Rheometers bei einer Zeit von 22 min, bezogen auf den Beginn des Trockenmischens, vgl. Tabelle 6.2, zunächst eine Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 20 \text{ s}^{-1}$  für 60 s aufgebracht. Anschließend erfolgte zu einem Zeitpunkt von 23,5 min eine weitere Vorscherung mit  $\dot{\gamma}_{i,s} = 40 \text{ s}^{-1}$  für 60 s. Da die Vorscherung gleichzeitig auch einen Entlüftungseffekt hatte, wurden nach dieser Vorscherung, sofern nötig, geringe Mengen Frischbeton händisch mit einer Schaufel nachgefüllt. Die eigentliche Messsequenz, bestehend aus mehreren Einzelmessungen, begann anschließend zu einem Zeitpunkt von 25 min.

Während der rheologischen Charakterisierung von SCC (Kapitel 6.5) wurde, wie bereits erwähnt, die Einfüllhilfe genutzt. Zwar wurde das Einfüllen des Betons dadurch reproduzierbarer gestaltet als zuvor, jedoch wurde dafür auch mehr Zeit benötigt. Somit hat die lange Vorscherung während dieser Untersuchung erst nach einer Zeit von 25 *min* nach dem Start des Trockenmischens begonnen, wurde jedoch deutlich länger gehalten. Dies hing damit zusammen, dass die ersten Messergebnisse keine gute Reproduzierbarkeit zeigten, vgl. Kapitel 6.5.1, was auf eine möglicherweise zu geringe Vorscherung zurückzuführen war. Um somit sicherzustellen, dass der Beton im Messspalt gänzlich homogenisiert ist und auch eventuell gebildete Strukturen vollständig zerstört werden, ist die lange Vorscherung vor einer gesamten Messsequenz auf 390 s bei  $35 \text{ s}^{-1}$  verlängert worden. Nach einer Pause von 20 s wurde anschließend die eigentliche Messsequenz gestartet.

Die Einzelmessungen der beiden Untersuchungen unterschieden sich im Wesentlichen in den kurzen Vorscherungen, die vor jeder Scherraten-Stufenrampe, im weiteren Verlauf nur als „Scherratenrampe“ bezeichnet, zusätzlich durchgeführt wurden. Im Rahmen der Vorversuche lag diese bei  $40 \text{ s}^{-1}$  für 30 s, bei der rheologischen Charakterisierung von SCC wurde diese auf  $45 \text{ s}^{-1}$  für 60 s erhöht. Das anschließende Scherratenprofil war in beiden Untersuchungen identisch und kann zusammen mit den Daten der Vorscherungen in Tabelle 6.3 eingesehen werden. Zur Temperaturmessung, welche vor und nach jeder Einzelmessung durchgeführt wurde, sind entsprechende Pausen eingefügt worden. Die Temperatur wurde dabei über ein Thermoelement vermessen, welches mittig, sowohl radial als auch auf die Höhe bezogen, in den Messspalt eingeführt wurde. Eine Einzelmessung bestand somit aus kurzer Vorscherung, Pause (nur bei der rheologischen Charakterisierung von SCC), Scherratenrampe und einer weiteren Pause.

Wie an Tabelle 6.3 zu erkennen, starten die Scherratenrampen bei hohen Scherraten und werden anschließend reduziert. Dies wurde, wie auch bereits in den Vergleichsmessungen geschehen, vgl. Kapitel 5.3.3, bewusst so ausgewählt, um den Einfluss der Fließgrenze zu reduzieren und den Aufbau von Strukturen innerhalb des Messspalts zu verhindern. Wird der Messprozess bei kleinen Scherraten begonnen, kann insbesondere bei einem reaktiven Material wie Beton auch nach intensiver Vorscherung ein gewisser Strukturbildungsprozess aufgrund zu geringer Scherung bereits während der Messung auftreten und die Messwerte stark verfälschen. Wird der Beton jedoch bereits zu Beginn einer hohen Scherung ausgesetzt, wird dieser Strukturaufbau stark vermindert bzw. gänzlich unterbunden. Dadurch können deutlich aussagekräftigere und reproduzierbarere Messergebnisse generiert werden [Wes17]. Wird im Folgenden demnach von einer Fließgrenze  $\tau_y$  gesprochen, bezieht sich dies stets auf die bereits in Kapitel 2.5.2 erwähnte dynamische Fließgrenze  $\tau_{y,d}$ .



Tabelle 6.3: Standardmessverfahren für die verschiedenen Untersuchungen

		Vorversuche Beginn bei $t = 22:00$		Rheologische Charakterisierung von SCC Beginn bei $t = 25:00$	
		$\dot{\gamma}_{i,s}$	$t$	$\dot{\gamma}_{i,s}$	$t$
Vorscherung	Lange Vorscherung	$20 \text{ s}^{-1}$	$60 \text{ s}$	$35 \text{ s}^{-1}$	$390 \text{ s}$
		–	$30 \text{ s}$		
$40 \text{ s}^{-1}$		$60 \text{ s}$			
	Pause	–	$30 \text{ s}$	–	$20 \text{ s}$
Einzelmessung, Dauer $t = 11:00$	Kurze Vorscherung	$40 \text{ s}^{-1}$	$30 \text{ s}$	$45 \text{ s}^{-1}$	$60 \text{ s}$
	Pause	–	–	–	$10 \text{ s}$
	Scherratenrampe	$45 - 44 \text{ s}^{-1}$	$25 \text{ s}$	$45 - 44 \text{ s}^{-1}$	$25 \text{ s}$
		$43 - 40 \text{ s}^{-1}$	$15 \text{ s}$	$43 - 40 \text{ s}^{-1}$	$15 \text{ s}$
		$39 - 10 \text{ s}^{-1}$	$10 \text{ s}$	$39 - 10 \text{ s}^{-1}$	$10 \text{ s}$
		$9 - 5 \text{ s}^{-1}$	$15 \text{ s}$	$9 - 5 \text{ s}^{-1}$	$15 \text{ s}$
		$4 - 1 \text{ s}^{-1}$	$20 \text{ s}$	$4 - 1 \text{ s}^{-1}$	$20 \text{ s}$
Pause	–	$65 \text{ s}$	–	$25 \text{ s}$	
Gesamtdauer		$840 \text{ s}$		$1070 \text{ s}$	

Weiterhin zeigt Tabelle 6.3, dass die jeweiligen Scherraten für unterschiedliche Zeiträume gehalten wurden. Dies liegt darin begründet, dass im Rahmen von Test zu den Vorversuchen das Verhalten des Drehmoments bei unterschiedlichen Scherraten untersucht wurde. Hierbei hat sich gezeigt, dass sich bei niedrigen und hohen Scherraten ein konstantes Drehmoment deutlich langsamer eingestellt hat als im mittleren Scherratenbereich. Daher wurde die Haltedauer der entsprechenden Scherraten angepasst.

### Hysteresemessungen

Um das Fließverhalten des Betons in Abhängigkeit positiver und negativer Scherratenrampen näher charakterisieren zu können, wurden während der Vorversuche Hysteresemessungen durchgeführt. Diese unterschieden sich vom zuvor beschriebenen Standardmessverfahren nur dahingehend, dass nach der negativen Scherratenrampe direkt eine positive Scherratenrampe angefahren wurde. Aufgrund der längeren Messzeit und der damit einhergehenden Verhärtung des Betons konnten jedoch nur zwei Einzelmessungen pro Messsequenz durchgeführt werden.

## 6.3 Vorversuche

Im Rahmen der Vorversuche wurde der SCC in drei Versuchsreihen untersucht, welche im Folgenden präsentiert und diskutiert werden. Die erste Versuchsreihe bestand aus der Vermessung des SCC mit Hilfe von ursprünglich glatten Aluminiumprofilen, welche jedoch mit Messingflachstangen von  $4\text{ mm}$  Dicke, d. h. Nuttiefe, und  $6\text{ mm}$  Breite versehen wurden, um das Wandgleiten zu unterbinden<sup>4</sup>. Die Gesamtanzahl an Flachstangen betrug am gesamten Innenzylinder 66 Stück (11 je Profil) und am gesamten Außenzylinder 78 Stück (13 je Profil). Die Nutbreite am Messspalt betrug aufgrund der Krümmung innen ca.  $7,5\text{ mm}$  und außen ca.  $7\text{ mm}$ . Eine derartige Anpassung der Aluminiumprofile erfolgte zu diesem Zeitpunkt aus Zeitmangel, da Aluminiumprofile mit der ursprünglich angeordneten Nuttiefe von  $5,5\text{ mm}$  noch nicht vorhanden waren. Die zwischen Aluminium und Beton eintretende Reaktion unter Bildung von Wasserstoff [Nar00] wurde im Rahmen dieser Versuchsreihe als vernachlässigbar gering eingestuft, da bei der Reinigung der Profile keine nennenswerten Abnutzungen des Aluminiums zu erkennen waren. Um jedoch eine Abschätzung zu treffen, inwiefern diese Reaktion das rheologische Verhalten beeinflusst, sind in der zweiten Versuchsreihe Vergleichsmessungen zwischen neuen, genuteten Aluminiumprofilen (Nuttiefe  $5,5\text{ mm}$ ) und den Standardmessprofilen aus Edelstahl (Nuttiefe  $5,5\text{ mm}$ ) durchgeführt worden. Die letzte Versuchsreihe bestand aus Hysteresemessungen, wobei hier lediglich die Edelstahlprofile zum Einsatz gekommen sind. Der Beton wurde im Rahmen dieser Vorversuche noch mit der externen Temperierung (Umwicklung des Außenzylinders mit einem abgeflachten Schlauch), vgl. Kapitel 5.3.2, vermessen, sodass die Edelstahlprofile noch keine integrierte Kühlschlange besaßen. Weiterhin wurde noch nicht die in Kapitel 5.1.3 präsentierte Einfüllhilfe genutzt, sondern geeignete Trichter.

### 6.3.1 Standardmessverfahren – Aluminiumprofile

In der ersten Versuchsreihe wurde der SCC mit den mit Messingflachstangen modifizierten Aluminiumprofilen über insgesamt drei Messsequenzen vermessen, wobei eine Messsequenz aus fünf Einzelmessungen bestand. Die Ergebnisse aller so erhaltenen 15 Messungen sind in Abbildung 6.2 dargestellt. Die mittleren Temperaturen betragen dabei für die erste Messsequenz  $T_m = 22,17 \pm 0,27\text{ }^\circ\text{C}$ , für die zweite Messsequenz  $T_m = 22,20 \pm 0,11\text{ }^\circ\text{C}$  und für die dritte Messsequenz  $T_m = 19,77 \pm 0,12\text{ }^\circ\text{C}$ , wobei die Temperaturen mit steigender Einzelmessung einen leichten Anstieg verzeichnet haben.

---

<sup>4</sup> Der dadurch entstehende Messspalt betrug somit nur noch  $H = 19,5\text{ mm}$

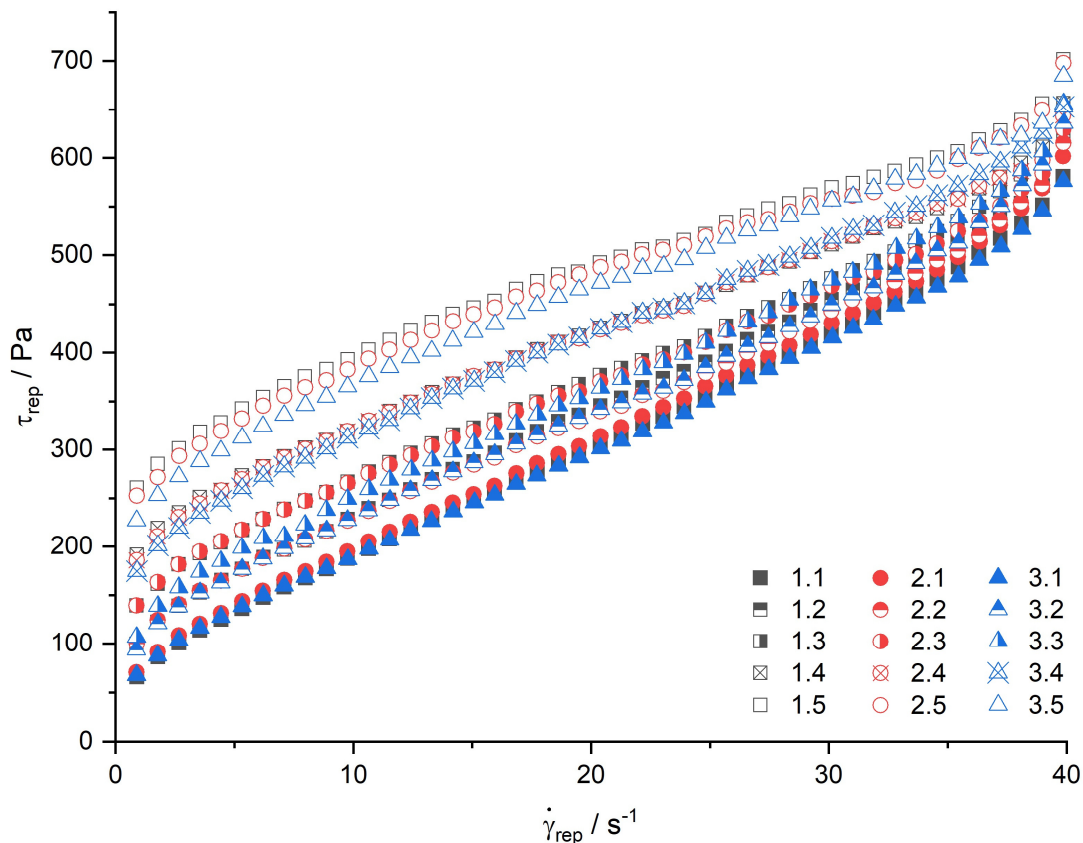


Abbildung 6.2: Repräsentative Werte von SCC, gemessen im Standardmessverfahren mit modifizierten Aluminiumprofilen (SCC1-ALM-195-S1-ET-T)

Wird zunächst die Reproduzierbarkeit dieser drei Messsequenzen betrachtet, so zeigt sich, dass die Messwerte, bis auf die Einzelmessungen 3 und 5 der dritten Messsequenz, gut übereinstimmen. Eine Abweichung der dritten Messsequenz könnte durch die geringere Temperatur begründet werden, was auf eine vergleichsweise weniger ausgeprägte Reaktion des Betons, d. h. geringerer Strukturaufbau, hindeutet und somit zu teilweise niedrigeren Schubspannungen als bei den Messsequenzen 1 und 2 führt.

Dennoch lassen sich aus dieser ersten Versuchsreihe einige Rückschlüsse durch den Vergleich der Einzelmessungen ziehen. Zunächst ist zu erkennen, dass die Schubspannung mit steigender Einzelmessung deutlich ansteigt. Dies lässt sich auf die Reaktion des Betons zurückführen, welche mit der Zeit, d. h. steigender Einzelmessung, einen immer stärkeren Strukturaufbau im Beton hervorruft. Dieses Verhalten ist im Rahmen der Reproduzierbarkeit zukünftiger Messungen besonders wichtig, da dadurch die Relevanz der Einhaltung eines strikten Zeitplans bei der Betonvermessung hervorgehoben wird.

Weiterhin lässt sich das Fließverhalten des Betons näher charakterisieren. Für geringe Scherraten von ca.  $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$  deuten die Kurvenverläufe auf ein strukturviskoses Verhalten hin, welches sich im mittleren Scherratenbereich von ca.  $\dot{\gamma}_{rep} = 5 - 35 \text{ s}^{-1}$  zu plastisch-newtonischem Fließverhalten ändert. Steigt die Scherrate über  $\dot{\gamma}_{rep} = 35 \text{ s}^{-1}$ , scheint ein dilatantes Verhalten vorzuliegen. Diese Verläufe könnten durch die Eigenschaften hochkonzentrierter Suspensionen erklärt werden. Im Bereich niedriger Scherraten, d. h. niedriger Relativgeschwindigkeiten zwischen den Partikeln, können die Partikeln schlecht aneinander abgleiten und fallen immer wieder in die sich bildenden Zwischenräume. Mit steigender Scherrate erfolgt das Vorbeigleiten der Partikeln zunehmend besser, sodass sich der reduzierte Widerstand erst in einem strukturviskosen Verhalten äußert, welches sich dann zu einem plastisch-newtonischen Verhalten ändert. Werden die Relativgeschwindigkeiten der Partikeln bei hohen Scherraten jedoch zu groß, nimmt die Stoßwahrscheinlichkeit der Partikeln und somit die Energiedissipation zu, was letztendlich das dilatante Fließverhalten erklären könnte.

Das vermeintlich dilatante Verhalten bei hohen Scherraten kann mitunter auch dadurch entstanden sein, dass der Beton eine zu geringe Strukturzerstörung, z. B. durch unzureichende Vorscherung, erfahren hat und zu Beginn der Einzelmessungen noch nicht alle Strukturen innerhalb des Betons, die sich womöglich auch in den Pausen zwischen den Einzelmessungen bzw. während der niedrigen Scherraten der zuvor durchgeführten Einzelmessungen gebildet haben, zerstört wurden. Somit könnte es durchaus sein, dass die Strukturen erst während der zu Beginn angefahrenen hohen Scherraten vollständig zerstört worden sind und somit die Messwerte in Richtung eines dilatanten Fließverhaltens verfälschen. Auch das strukturviskose Verhalten bei niedrigen Scherraten muss näher betrachtet werden. Während der Messungen ist aufgefallen, dass es bei niedrigeren Scherraten im Messspalt zu einer Art „Verkleinerung“ des Messspalts gekommen ist, da sich am Außenzylinder ein ungescherter Bereich bzw. eine Stagnationszone gebildet hat, welche mit sinkender Scherrate radial in Richtung des Innenzylinders zugenommen hat. Dieses im weiteren Verlauf als „Spaltverkleinerung durch Stagnation“ bzw. „Stagnationszonen“ bezeichnete Phänomen lässt sich darauf zurückführen, dass die Fließgrenze an einem bestimmten Radius im Messspalt unterschritten wird und das Material ab diesem Radius somit nicht mehr gesichert wird. Das Auftreten dieses Phänomens bedeutet einerseits, dass die Scherrate effektiv höher ist als angenommen. Andererseits wird jedoch der Einfluss grobkörniger Partikeln im verkleinerten Spalt ebenfalls größer, sodass auch die gemessene Schubspannung nicht nach der klassischen Koaxialrheometrie ausgewertet werden kann. Allerdings muss dabei beachtet werden, dass die Spaltverkleinerung durch Stagnation vornehmlich bei den späteren Einzelmessungen aufgrund der steigenden Fließgrenze bzw. des stetigen Strukturaufbaus aufgetreten ist, sodass zumindest bei den Messwerten der ersten Einzelmessungen keine Einschränkung des Messbereichs erfolgen muss. Da das Phänomen der Spaltverkleinerung durch Stagnation für alle

in dieser Arbeit durchgeführten Messungen von hoher Bedeutung ist, wird in einem separaten Kapitel, vgl. Kapitel 6.4, eine genaue Beschreibung des Phänomens sowie die dadurch resultierenden Grenzen des ACCR für rheologische Charakterisierungen gegeben.

Im Folgenden soll nun zur weiteren Charakterisierung die Anwendbarkeit der gängigen Fließmodelle (Bingham (B), Herschel-Bulkley (HB), modifiziertes Bingham-Modell (MB)) für Beton, vgl. Kapitel 2.5.3, analysiert werden. Da der hohe Scherratenbereich ( $\dot{\gamma}_{rep} > 35 \text{ s}^{-1}$ ) aufgrund mangelnder Erkenntnis bezüglich einer ausreichenden Vorscherung bzw. Strukturzerstörung zunächst als möglicherweise fehlerhaft angesehen wird, werden lediglich Messwerte bis  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 35 \text{ s}^{-1}$  betrachtet. Auch die Messwerte im niedrigen Scherratenbereich ( $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$ ) sind aufgrund der Spaltverkleinerung durch Stagnation nur bedingt verwertbar. Allerdings ist, wie bereits angedeutet, die Spaltverkleinerung durch Stagnation vornehmlich bei den höheren Einzelmessungen 4 und 5 aufgetreten und bei den ersten drei Einzelmessungen nicht oder, wenn überhaupt, nur sehr gering. Daher werden bei der folgenden Auswertung lediglich die ersten drei Einzelmessungen betrachtet. Zudem, da die dritte Messsequenz aufgrund der abweichenden Temperatur und der Einzelmessungen 3 und 5 nur bedingt mit den anderen Messsequenzen übereingestimmt hat, werden nur die Mittelwerte der ersten beiden Messsequenzen in die Auswertung einbezogen. Abbildung 6.3 stellt die Mittelwerte für alle drei Einzelmessungen inklusive der Modellfits dar, wobei die Fitparameter in Tabelle 6.4 aufgeführt sind. Die in der Tabelle angegebenen Zeiten für  $t_0$  (mm:ss) entsprechen dem Zeitpunkt vom ersten Wasser-Zement-Kontakt ( $t = 03:00$ ) bis zum Start der jeweiligen Einzelmessung, d. h. Start der entsprechenden kurzen Vorscherung im Rahmen einer Einzelmessung, vgl. Tabelle 6.3.

Die in Abbildung 6.3 dargestellten Modellfits zeigen, dass sie den Kurvenverlauf des SCC gut abbilden können, es bei niedrigen Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$ ) jedoch zu etwas größeren Abweichungen kommt. Augenscheinlich lässt sich zwischen allen Modellen kein signifikanter Unterschied erkennen, bis auf die Tatsache, dass das Herschel-Bulkley-Modell den strukturviskosen Kurvenverlauf für  $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$  etwas besser abbildet. Dies spiegelt sich auch in den Fehlerquadratsummen, vgl. Tabelle 6.4, wider, da dieser Wert für das Herschel-Bulkley-Modell bei allen Einzelmessungen stets über denen der anderen Modelle liegt, wenn auch nur sehr gering.

Werden zunächst die in Tabelle 6.4 aufgeführten Fließgrenzen betrachtet, fällt auf, dass diese für alle Modelle mit steigender Einzelmessung deutlich zunehmen und bei der dritten Einzelmessung ca. das Zweifache betragen, was auf den Strukturaufbau zurückzuführen ist. Die Fließgrenzen liegen dabei insbesondere für die erste Einzelmessung bei allen Modellen in der gleichen Größenordnung und zeigen nur geringe Abweichungen. Auch die Parameter zur Beschreibung der Visko-

sität ( $\eta_{pl}$  und  $k$ ) liegen bei der ersten Einzelmessung für alle Modelle in der gleichen Größenordnung, weichen jedoch im Verlauf der weiteren Einzelmessungen stärker voneinander ab.

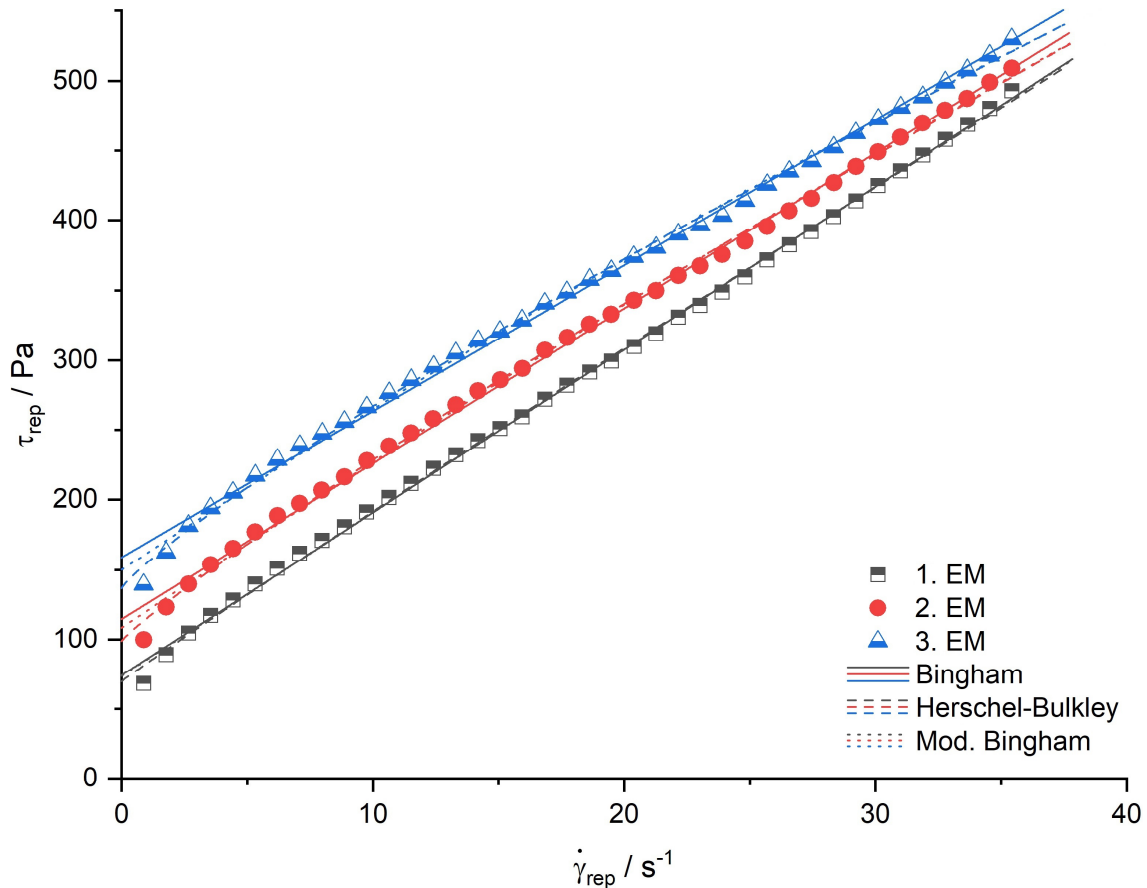


Abbildung 6.3: Repräsentative Mittelwerte der ersten drei Einzelmessungen von SCC aus den ersten beiden Messsequenzen; gefittet mit dem Bingham-Modell, dem Herschel-Bulkley-Modell und dem modifizierten Bingham-Modell (SCC1-ALM-195-S1-ET-T)

Auffällig ist dabei, dass sich für das Bingham- und das modifizierte Bingham-Modell die plastische Viskosität  $\eta_{pl}$  mit steigender Einzelmessung nur geringfügig ändert, die Konsistenz  $k$  des Herschel-Bulkley-Modells jedoch stärker ansteigt. Während beide Bingham-Modelle somit auf ein Fließverhalten hinweisen, bei dem lediglich die Fließgrenze mit der Zeit zunimmt, die plastische Viskosität jedoch nahezu konstant bleibt, ändert sich beim Herschel-Bulkley-Modell auch das grundsätzliche Fließverhalten. Dies zeigt sich nicht nur durch die Zunahme der Konsistenz, sondern auch durch den Fließindex  $n$ , welcher durch eine stetige Abnahme auf ein immer ausgeprägteres strukturviskoses Verhalten mit steigender Einzelmessung hindeutet.

Tabelle 6.4: Modellparameter des Bingham-, Herschel-Bulkley- und modifizierten Bingham-Modells für die Fits an die Mittelwerte der ersten drei Einzelmessungen, Zeit  $t_0$  entspricht der Startzeit einer Einzelmessung bezogen auf die Wasserzugabe beim Mischvorgang (SCCI-ALM-195-S1-ET-T)

	<b>1. EM</b> ( $t_0 = 22:00$ )	<b>2. EM</b> ( $t_0 = 33:00$ )	<b>3. EM</b> ( $t_0 = 44:00$ )
<b>Bingham</b>	$R^2 = 0,9990$	$R^2 = 0,9977$	$R^2 = 0,9961$
$\tau_y / Pa$	72,24	114,57	158,97
$\eta_{pl} / Pa \cdot s$	11,67	11,13	10,44
<b>Herschel-Bulkley</b>	$R^2 = 0,9991$	$R^2 = 0,9987$	$R^2 = 0,9986$
$\tau_y / Pa$	69,78	98,85	135,20
$k / Pa \cdot s^n$	13,05	16,36	18,96
$n / -$	0,97	0,90	0,84
<b>Mod. Bingham</b>	$R^2 = 0,9990$	$R^2 = 0,9982$	$R^2 = 0,9975$
$\tau_y / Pa$	73,69	108,40	149,24
$\eta_{pl} / Pa \cdot s$	11,75	12,12	12,05
$c / Pa \cdot s^2$	-0,002	-0,027	-0,045

Betrachtet man die vorangegangenen Ergebnisse, kann anhand der in Tabelle 6.4 aufgeführten Modellparameter sowie der Abbildung 6.3 nicht eindeutig identifiziert werden, welches der Modelle am besten zur Beschreibung des Fließverhaltens des SCC geeignet ist. Wird aufgrund der Spaltverkleinerung durch Stagnation lediglich die erste Einzelmessung betrachtet, scheint sich das Herschel-Bulkley-Modell sowohl von der Fehlerquadratsumme als auch vom optischen Kurvenverlauf am besten an die Messergebnisse zu approximieren. Da die Unterschiede jedoch minimal sind und diese Auswertung lediglich auf zwei Messsequenzen basiert, müssen die Modelle in einer anderen Versuchsreihe nochmals näher analysiert werden, was in Kapitel 6.5.2 thematisiert wird.

Auch wenn die Reaktion zwischen Aluminium und Beton als vernachlässigbar gering eingestuft wurde, bleibt dennoch unklar, inwiefern diese Reaktion die Aussagekraft der zuvor präsentierten Ergebnisse beeinträchtigen kann. Daher findet im nachfolgenden Unterkapitel der Vergleich zwischen Aluminium- und Edelstahlprofilen statt.

### 6.3.2 Standardmessverfahren – Aluminium- vs. Edelstahlprofile

Die nachfolgenden Ergebnisse sollen einen Aufschluss über den Unterschied zwischen Aluminium- (AL) und Edelstahlprofilen (ES) geben. Aluminium wurde vorerst aus Fertigungsgründen unter Vernachlässigung der Reaktion verwendet. Im Rahmen dieser Vergleichsmessungen wurden je Profilmaterial zwei Messsequenzen, bestehend aus jeweils drei Einzelmessungen, durchgeführt. Die Ergebnisse für alle Messungen sind in Abbildung 6.4 dargestellt. Für die Aluminiumprofile, welche wie die Edelstahlprofile nun eine Nuttiefe von 5,5 mm besaßen, lag die mittlere Temperatur bei  $T_m = 23,20 \pm 0,74 \text{ }^\circ\text{C}$  (1. Messsequenz) und  $T_m = 23,38 \pm 0,40 \text{ }^\circ\text{C}$  (2. Messsequenz), bei Edelstahl betrug diese Temperaturen  $T_m = 19,71 \pm 0,05 \text{ }^\circ\text{C}$  (1. Messsequenz) sowie  $T_m = 22,15 \pm 0,15 \text{ }^\circ\text{C}$  (2. Messsequenz). Auch hier zeigten die Temperaturen mit jeder Einzelmessung einen Anstieg.

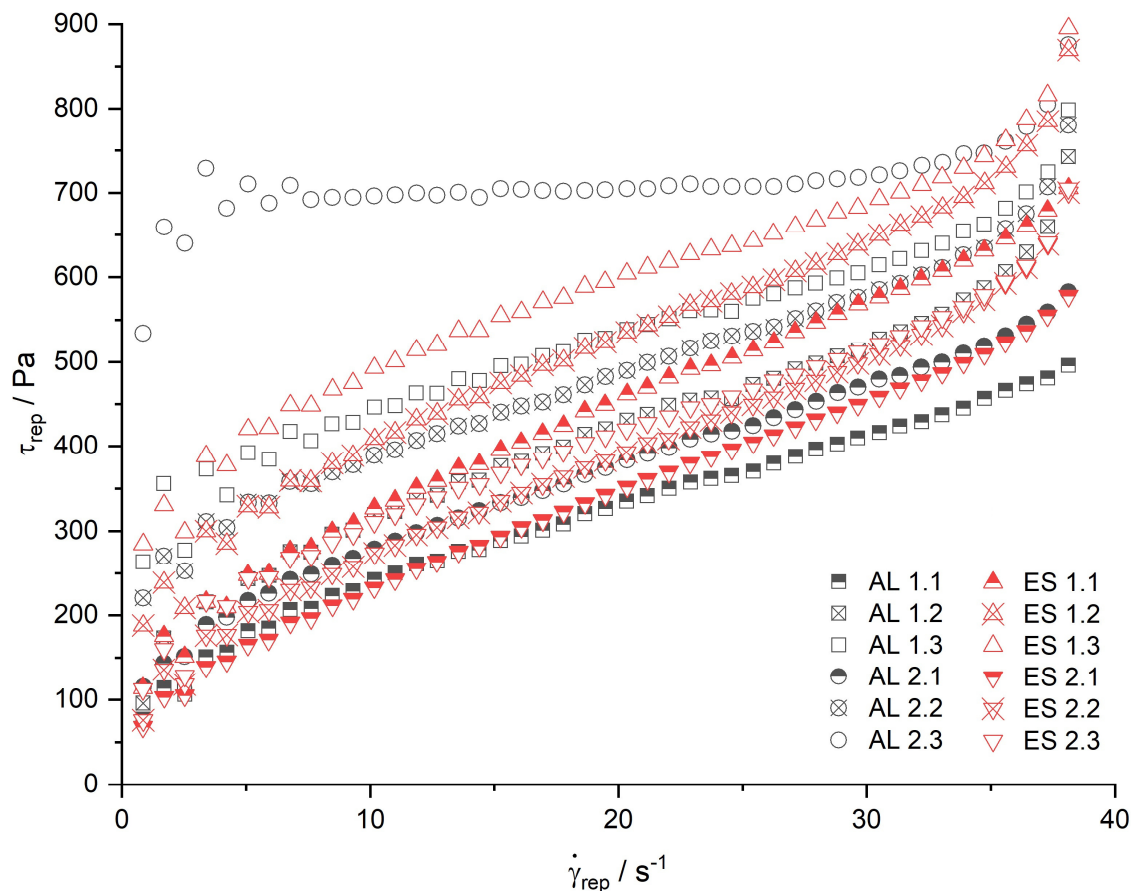


Abbildung 6.4: Repräsentative Werte der Vergleichsmessungen zwischen Aluminium- (AL) und Edelstahlmessprofilen (ES) bei gleicher Nuttiefe (SCC1-AL-275-S1-ET-T; SCC1-ES-275-S1-ET-T)

An den Ergebnissen ist zu erkennen, dass sich für keine vergleichbaren Einzelmessungen Übereinstimmungen zwischen den Profilmaterialien ergeben. Aber



auch die Messsequenzen mit identischen Materialien zeigen signifikante Unterschiede. Dies kann auf mehrere Ursachen zurückzuführen sein. Bereits an den mittleren Temperaturen bzw. an deren Standardabweichungen lässt sich insbesondere bei den Aluminiumprofilen sehen, dass diese höhere Schwankungen, d. h. einen stärkeren Temperaturanstieg während einer Messsequenz, zeigen als zuvor, vgl. Kapitel 6.3.1. Die Vermutung liegt darin, dass aufgrund des nun größeren Messspalts von  $27,5\text{ mm}$  die Kühlung nicht mehr in der Lage ist, die erhöhte Masse an Beton zu kühlen bzw. die dadurch entstehende größere Wärmeenergie ausreichend abzuführen. Zudem ist auch der Temperaturgradient aufgrund des größeren Abstandes zwischen Außen- und Innenzylinder höher, was ebenfalls zur einer ineffektiveren Temperierung beiträgt. Weshalb jedoch die mittleren Temperaturen der Edelstahlprofile zum einen niedriger als die der Aluminiumprofile sind, sich zum anderen aber auch noch stark voneinander unterscheiden, bleibt unklar und lässt sich nur auf abweichende Parameter in der Betonvorbereitung, z. B. niedrigere Temperatur des Anmachwassers, zurückführen.

Da die Temperatur nicht nur die Viskosität an sich beeinflusst, sondern generell chemische Reaktionen beschleunigt, können die abweichenden Messergebnisse durch die stärker schwankenden Temperaturen und die Temperaturunterschiede erklärt werden. Eine Begünstigung der Reaktionsgeschwindigkeit lässt sich auch daran erkennen, dass in der vorliegenden Versuchsreihe in der dritten Einzelmessung maximale Schubspannungen von ca.  $\tau_{rep} = 850 - 900\text{ Pa}$  erzielt wurden, vgl. Abbildung 6.4, während in der vorigen Versuchsreihe bei dieser Einzelmessung deutlich geringere Werte von  $\tau_{rep} = 600 - 650\text{ Pa}$  vorlagen, vgl. Abbildung 6.2. Eine Verbesserung der Temperierung ist daher in jedem Fall sinnvoll und wurde durch die Einarbeitung von Kühlschlangen in die Edelstahlprofile erzielt. Besagte Profile sind bereits in Kapitel 5.1.4 vorgestellt und mit der hier verwendeten, externen Temperierung in Kapitel 5.3.2 verglichen worden. Auch der Vergleich von Messwerten bei ähnlicher Temperatur (Aluminium 1. und 2. Messung sowie Edelstahl 2. Messung) liefert keine verwertbaren Rückschlüsse, sodass eine endgültige Aussage, wie stark die Reaktion von Aluminium mit Beton die rheologischen Werte beeinflusst, nicht getroffen werden kann.

Dennoch war auffällig, dass in dieser Versuchsreihe zwischen den Messsequenzen tatsächlich ein unterschiedliches Betonverhalten im Rheometer beobachtet werden konnte. Während zwischen den Pausen in den Einzelmessungen beim Aluminium Gasblasen an der Oberfläche des Messspalts zu beobachten waren, ist dies beim Edelstahl nicht oder nur stark vermindert aufgetreten. Dies ist sicherlich auf die Bildung von Wasserstoff zurückzuführen, welche bei der Reaktion von Aluminium mit Beton auftritt. Wie stark die Wasserstoffbildung Einfluss auf die Rheologie nimmt, bleibt jedoch unklar, sodass die in Kapitel 6.3.1 aufgeführten Ergebnisse nur bedingt valide sind. Daher wurde der Beton nachfolgend ausschließlich mit Edelstahlprofilen vermessen.

### 6.3.3 Hysteresemessungen

Im Rahmen dieser Arbeit wird das Fließverhalten des SCC grundsätzlich über das Fahren einer negativen Scherratenrampe (NSR) charakterisiert, wobei die Gründe dafür bereits in Kapitel 6.2.2 dargelegt wurden. Dennoch kann die Untersuchung über Hysteresemessungen einen tieferen Einblick in die Rheologie des SCC bieten. Daher wurde das Standardmessverfahren um eine positive Scherratenrampe (PSR) ergänzt, welche direkt im Anschluss an die negative Rampe durchgeführt wird.

Die nachfolgende Abbildung 6.5 stellt die Ergebnisse der Hysteresemessungen bei der Durchführung von zwei Messsequenzen zu jeweils zwei Einzelmessungen dar. Die mittlere Temperatur des Betons betrug für die erste Messsequenz  $T_m = 23,80 \pm 0,15 \text{ }^\circ\text{C}$  und für die zweite Messsequenz  $T_m = 22,20 \pm 0,3 \text{ }^\circ\text{C}$ . Wie zuvor, sind die Temperaturen bei jeder Einzelmessung leicht angestiegen, wobei die Temperierung ebenfalls über die externe Methode erfolgte.

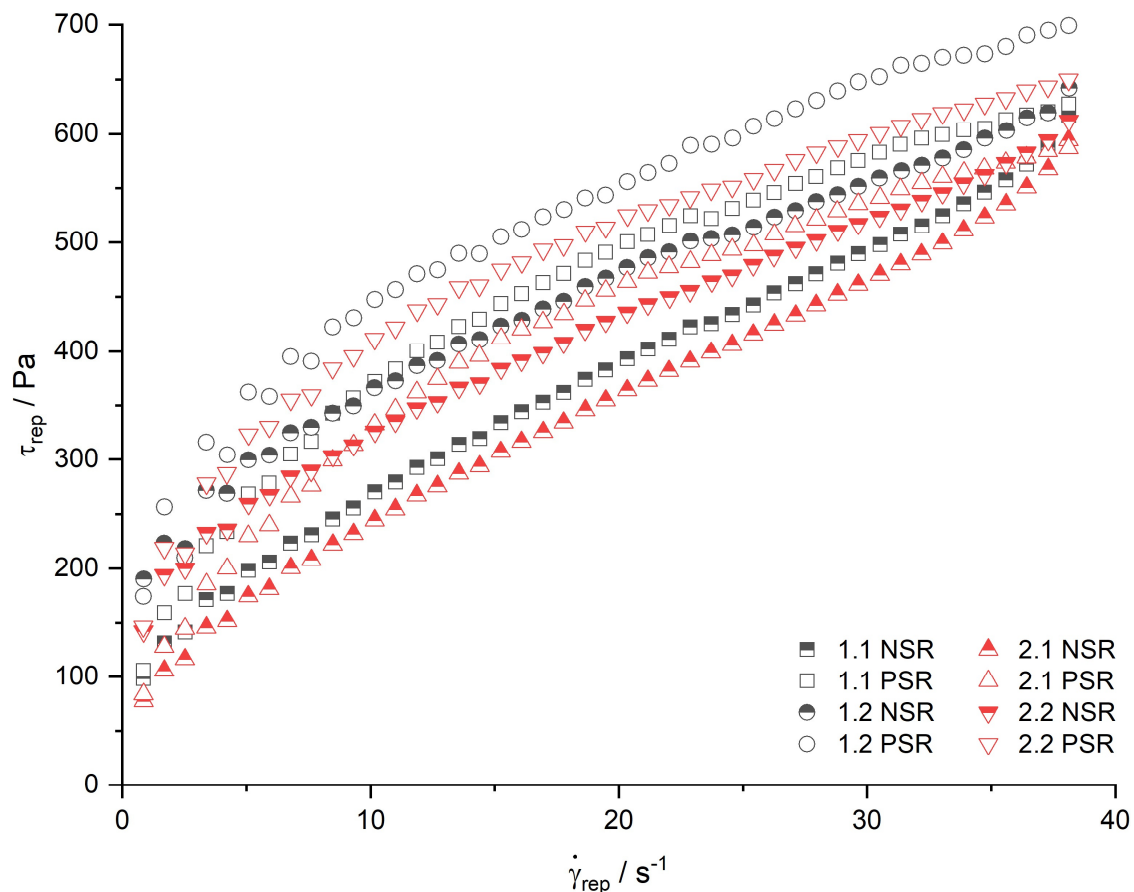


Abbildung 6.5: Repräsentative Werte der Hysteresemessungen von SCC (SCC1-ES-275-H-ET-T)

Wie bereits bei den im vorigen Kapitel durchgeführten Vergleichsmessungen zeigt sich auch hier, dass die Messwerte der einzelnen Messsequenzen nicht gut

übereinstimmen. Betrachtet man die mittleren Temperaturen bzw. deren Schwankungen, liegt ebenfalls die Vermutung nahe, dass die Abweichungen durch die unzureichende Kühlung hervorgerufen wurden. Dennoch lassen sich bezüglich des Fließverhaltens zumindest qualitative Aussagen treffen.

Zunächst ist festzustellen, dass der Kurvenverlauf der PSR eine deutlich andere Charakteristik aufweist als der Verlauf der NSR. Während die NSR zu Beginn, d. h. bei Scherraten im Bereich von  $\dot{\gamma}_{rep} = 35 - 40 \text{ s}^{-1}$ , auf ein dilatantes Verhalten hindeuten, lässt sich ein solches Verhalten für die PSR zu keinem Zeitpunkt erkennen. Dies würde die bereits in Kapitel 6.3.1 postulierte Hypothese einer unzureichenden Vorscherung bzw. Strukturzerstörung stützen. Zudem zeigen die PSR im Bereich niedriger Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} < 10 \text{ s}^{-1}$ ) aufgrund der stärkeren Krümmung des Verlaufs ein etwas stärker ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten als die NSR. Unklar ist hierbei jedoch, ob dieses Verhalten auch auf das Phänomen der Spaltverkleinerung durch Stagnation aufgrund eines Unterschreitens der Fließgrenze zurückzuführen ist, da die Werte der PSR für den niedrigen Scherratenbereich wesentlich größere Schwankungen in Form von Zick-Zack-/Stufenverläufen aufweisen als die der NSR. Eine weitere Auffälligkeit lässt sich beim Vergleich der Kurven erkennen, bei denen ein Wechsel von positiver Scherratenrampe (1. Einzelmessung) zu negativer Scherratenrampe (2. Einzelmessung) mit zwischengeschalteter Vorscherung stattfindet, d. h. bei 1.1 PSR auf 1.2 NSR und 2.1 PSR auf 2.2 NSR. Hier liegen die Werte der NSR Kurve, welche zeitlich nach der PSR Kurve aufgenommen wurden, zum Großteil unterhalb der Werte der PSR Kurve und schneiden diese in beiden Fällen bei einer Scherrate von ca.  $\dot{\gamma}_{rep} = 10 \text{ s}^{-1}$ . Dieses Verhalten lässt darauf schließen, dass bei den zeitlich früher liegenden PSR Messungen mehr Strukturen im Beton vorhanden waren als bei den zeitlich später liegenden NSR Messungen. Dies lässt zwei Schlussfolgerungen zu. Zum einen scheinen geringe Scherraten, in diesem Fall bis ca.  $\dot{\gamma}_{rep} = 10 \text{ s}^{-1}$ , zu niedrig zu sein, als dass die scherinduzierte Strukturzerstörung die neue Strukturbildung dominiert. Zum anderen lässt sich aber auch folgern, dass die Strukturzerstörung stark von der Scherrate, der Vorscherung sowie der Zeit abhängig ist, da die PSR nahezu bis zur maximalen Scherrate über der nachfolgenden NSR liegt.

Auch wenn die Ergebnisse der hier aufgeführten Messsequenzen quantitativ nicht direkt miteinander verglichen werden konnten, lassen sich zumindest qualitativ wichtige Erkenntnisse für die Versuchsführung ziehen. Der wichtigste Aspekt ist dabei, dass die Strukturbildung und -zerstörung maßgeblichen Einfluss auf die Messwerte besitzen. Da für eine möglichst geringe Fehleranfälligkeit stets gelten muss, dass die Strukturzerstörung die Strukturbildung dominiert, ist eine negative Scherratenrampe in jedem Fall vorzuziehen. Denn nur durch das Fahren einer negativen Rampe kann bereits zu Beginn der Messung eine ausreichend hohe Scherung aufgebracht werden, um eine erneute Strukturbildung zu unterbinden. Weiterhin konnte die Vermutung bekräftigt werden, dass das dilatante Verhalten zu Beginn der NSR auf eine unzureichende Strukturzerstörung, z. B. durch eine zu

kurze bzw. zu geringe Vorscherung, zurückzuführen ist, da dieses Verhalten bei den PSR nicht zu beobachten war. Dies wurde bei nachfolgenden Betonmessungen entsprechend berücksichtigt.

## 6.4 Grenzen des ACCR

Die Ergebnisse der vorangegangenen Versuchsreihen haben zwar zahlreiche Möglichkeiten für die rheologische Charakterisierung von Betonen aufgezeigt, allerdings sind auch gewisse Grenzen des ACCR deutlich geworden, welche nachfolgend näher betrachtet werden.

Der wohl wichtigste Aspekt ist dabei die bereits erwähnte Spaltverkleinerung durch Stagnation. Die Hauptursache für das Auftreten dieses Phänomens ist das Zusammenspiel des Geometrieparameters  $\beta$  mit der Fließgrenze  $\tau_y$  des zu vermessenden Materials. Wie aus  $\beta$  ersichtlich wird, vgl. Gleichung (2.21), stellt dieser neben den Radien auch die Schubspannungen am Innen- und Außenzylinder ins Verhältnis. Das Verhältnis ist dabei für das ACCR ( $R_i = 137,5 \text{ mm}$ ;  $R_a = 165 \text{ mm}$ ) geometriebedingt klar definiert durch:

$$\beta = \frac{\tau_a}{\tau_i} = \left(\frac{R_i}{R_a}\right)^2 \leftrightarrow \tau_i = \left(\frac{R_a}{R_i}\right)^2 \cdot \tau_a = 1,44 \cdot \tau_a \quad (6.1)$$

Um das Auftreten der Spaltverkleinerung durch Stagnation während einer Messung zu unterbinden, muss somit zu jedem Zeitpunkt gelten, dass die Schubspannung am Außenzylinder, und damit auch im gesamten Messspalt, größer als die Fließgrenze ist, d. h.  $\tau_a \geq \tau_y$ . Aus Gleichung (6.1) folgt daher, dass die Schubspannung am Innenzylinder mindestens das 1,44-fache der Fließgrenze betragen muss, d. h.  $\tau_i \geq 1,44 \cdot \tau_y$ . Ist diese Bedingung nicht erfüllt, treten ab einer kritischen Scherrate bzw. Winkelgeschwindigkeit am Außenzylinder ungescherte Bereiche auf, die zu einer mit sinkender Scherrate immer stärker ausgeprägten Spaltverkleinerung führen, vgl. Abbildung 6.6.

Die Geometrie des ACCR führt damit unweigerlich zu einer mehr oder weniger starken Einschränkung des Messbereichs von Materialien. Wie stark diese Einschränkung ist, hängt neben der Fließgrenze jedoch auch von der plastischen Viskosität eines Materials ab. Zwar beschreibt die Fließgrenze den zu überschreitenden Grenzwert zur Vermeidung der Spaltverkleinerung durch Stagnation und über  $\beta$  zwangsläufig auch einen definierten Wert für  $\tau_i$ . Allerdings ist  $\tau_i$  neben Konstanten und Geometriefaktoren lediglich über das Drehmoment definiert, welches, werden ausschließlich Materialparameter betrachtet, wiederum nur von der plastischen Viskosität abhängig ist. Es lassen sich, neben Geometrie- und Messbedingungen, somit zwei relevante Materialparameter definieren, welche die Spaltverkleinerung durch Stagnation beeinflussen. Diese sind die Fließgrenze  $\tau_y$  und die

plastische Viskosität  $\eta_{pl}$ . Dabei gilt, dass je höher die Fließgrenze und je niedriger die plastische Viskosität ist, desto höher ist die kritische Scherrate, ab der eine Stagnation auftritt, und desto eingeschränkter ist der Messbereich bei niedrigen Scherraten.

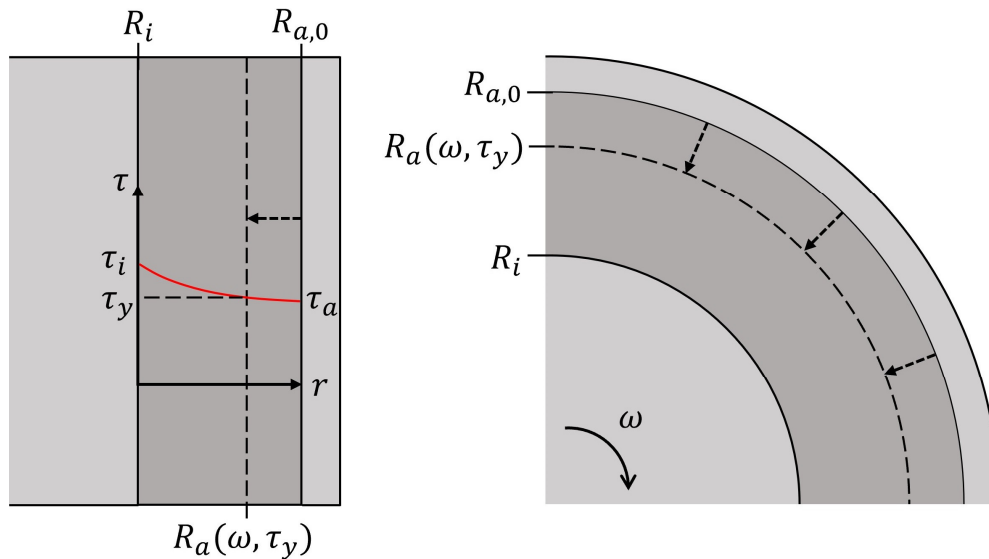


Abbildung 6.6: Schematische Darstellung der winkelgeschwindigkeits- und fließgrenzabhängigen Spaltverkleinerung durch Stagnation von  $R_{a,0}$  auf  $R_a(\omega, \tau_y)$  bei Vorliegen von  $\tau_y > \tau_a$  aus der Schnittansicht mit Schubspannungsverlauf (links) und der Draufsicht (rechts)

Bei dem Auftreten von Phänomenen wie der Spaltverkleinerung durch Stagnation kommt zwangsläufig die Frage auf, ob eine Korrektur dafür entwickelt werden kann. Allerdings stellt sich bei näherer Betrachtung eine Korrektur aufgrund der Vielzahl an Einflussparametern als nahezu unmöglich heraus. Dies liegt vor allem daran, dass nicht nur die von der Zeit und der Belastungshistorie abhängige Fließgrenze sowie plastische Viskosität des Frischbetons bekannt sein muss, sondern auch bereits erwähnte Einflüsse wie z. B. das Partikel-zu-Spalt-Verhältnis, welches wiederum stark von der Partikelform sowie der Ausrichtung der Partikeln während der Scherung abhängig ist, relevant sind. Unklar ist auch, inwiefern sich die Betonzusammensetzung bei dieser Verkleinerung des Messspalts ändert, da, zumindest augenscheinlich, ein erhöhter Wasseranteil im verkleinerten Spalt zu beobachten war. Weiterhin lässt sich das Auftreten der Stagnationszonen nur durch Beobachtung des Messspalts erkennen und kann nicht an den Messwerten abgelesen werden, was ebenfalls eine Schwierigkeit bei der Quantifizierung darstellt.

Eine mögliche Lösung für das Problem der Stagnationszonen wäre die Erhöhung des Geometrieparameters  $\beta$ , da dadurch die Differenz zwischen  $\tau_a$  und  $\tau_i$  minimiert und die Fließgrenze am Außenzylinder, wenn überhaupt, erst bei sehr geringen Scherraten unterschritten würde. Zwar kann im ACCR der Parameter  $\beta$  durch den Einsatz dickwandigerer Messgeometrien erhöht werden, allerdings

würde dies bei gleichbleibender maximaler Partikelgröße zu einem deutlich geringeren Partikel/Messspalt-Verhältnis und somit zu fehlerbehafteten Messwerten führen. Eine Neukonstruktion des Rheometers ist theoretisch möglich, würde jedoch große Schwierigkeiten bezüglich der Fertigung, des Betonhandlings und der Maßgenauigkeit mit sich bringen. Dennoch kann das ACCR durch das Auftreten dieses Phänomens die Möglichkeit bieten, die Fließgrenze optisch zu ermitteln, worauf in Kapitel 6.6 näher eingegangen wird.

Im Zuge des Auftretens der Stagnationszonen ist darüber hinaus ein konventioneller Beton (CVC) untersucht worden, dessen Zusammensetzung in Tabelle A 3.3 zu finden ist. Wie bereits beim Vergleich der Wasserzementwerte ( $w/c_{CVC} = 0,5$ ;  $w/c_{SCC} = 0,35$ ) und der Massenanteile des Fließmittels ( $\omega_{m,CVC} = 0,006$ ;  $\omega_{m,SCC} = 0,03$ ) zu erkennen ist, unterscheiden sich die beiden Mischungen lediglich in den zugegebenen Mengen dieser Parameter und die Massenanteile der Gesteinskörnungen bleiben unverändert. Allerdings führt insbesondere der höhere Fließmittelanteil beim SCC zu einem deutlich anderen Fließverhalten verglichen mit dem CVC. Der Hauptunterschied zwischen den beiden Betonarten sind die Materialparameter  $\tau_y$  und  $\eta_{pl}$ . Die Fließgrenze wird beim SCC durch den erhöhten Einsatz an Fließmitteln stark reduziert und kann bei einigen gängigen Mischungen sogar gegen Null gehen. Um jedoch trotzdem eine Sedimentationsstabilität zu gewährleisten, ist die plastische Viskosität beim SCC merklich höher als bei CVC [Ver02; Fey08]. Durch die unterschiedlichen Materialparameter besitzt der SCC gegenüber dem CVC den Vorteil, dass er sich, wie der Name schon impliziert, von selbst verdichtet, die Luft also ohne zusätzliche Verdichtungsmaßnahmen größtenteils aus dem Beton ausgetragen wird. Zudem wird die Betonschalung komplett gefüllt, selbst wenn eine dichte Bewehrung vorhanden ist [BIB05]. Die Bedeutung der beiden Materialparameter  $\tau_y$  und  $\eta_{pl}$  bezüglich der Stagnationszonen hat sich direkt in Zusatzmessungen gezeigt, da beim CVC die Verkleinerung bereits bei Scherraten von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 20 \text{ s}^{-1}$  aufgetreten ist. Der CVC ist damit zwar nicht prinzipiell ungeeignet für eine rheologische Charakterisierung im ACCR, besitzt allerdings im Gegensatz zum SCC einen deutlich eingeschränkten Messbereich. Für weitere, in dieser Arbeit durchgeführte Versuchsreihen, vgl. Kapitel 6.5, wurde daher der SCC vorgezogen, um einen möglichst großen Scherratenbereich rheologisch erfassen zu können.

Die vorangestellten Aspekte, d. h. Spaltverkleinerung durch Stagnation und Verdichtungs- bzw. Fließverhalten in Schalungen und um Bewehrungen, sind bei der Anwendbarkeit von Betonen im ACCR grundsätzlich sehr entscheidende Faktoren und sollten stets berücksichtigt werden. Aufgrund der durch die Größe des ACCR bedingten Konstruktion müssen die zu messenden Materialien, im Gegensatz zu handelsüblichen Rheometern bzw. Koaxialsystemen, in das ACCR eingebracht werden, wenn Außen- und Innenzylinder sowie die Bodenplatte bereits in Messposition sind. Zwangsläufig muss der Beton daher über den Messspalt von

oben in das ACCR gefüllt werden und sollte im Idealfall alle weiteren Komponenten des Rheometers, wie die rotierende Bodenplatte, ohne Lufteinschlüsse vollständig umschließen. Charakterisiert wird dieses Verhalten maßgeblich durch die genannten Materialparameter Fließgrenze  $\tau_y$  und plastische Viskosität  $\eta_{pl}$  und steht somit in direktem Zusammenhang mit den Stagnationszonen.

Die Antwort auf die Frage, welche Materialien sich mit dem ACCR vermessen lassen, ist daher keine absolute Antwort in dem Sinne, dass sich jene Materialien eignen und jene nicht. Die Frage müsste dahingehend gestellt werden, wie niedrig mit den Scherraten gegangen werden kann. Die Antwort drauf ist, dass es allein von  $\tau_y$  und  $\eta_{pl}$  abhängt. Um möglichst wenig Einschränkungen im Messbereich zu haben, sollte  $\tau_y$  möglichst gering und  $\eta_{pl}$  möglichst hoch sein. Ist es genau der umgekehrte Fall, muss mit Einschränkungen im unteren Scherratenbereich gerechnet werden, welcher, wie beim CVC, durchaus nur bis minimal  $\dot{\gamma}_{i,s} = 20 \text{ s}^{-1}$  gehen kann.

## 6.5 Rheologische Charakterisierung von SCC

Die Vorversuche haben, gerade im Hinblick auf die Messmethodik, wertvolle Ergebnisse geliefert. Allerdings konnten auch viele Fehlerquellen identifiziert werden, die für eine zuverlässigere rheologische Charakterisierung des Frischbetons in den nachfolgenden Versuchsreihen berücksichtigt werden müssen.

Einer der wichtigsten Aspekte ist dabei die Temperierung des Rheometers. Wie an den Versuchsreihen der Vorversuche mit dem normalen Messspalt von  $27,5 \text{ mm}$  erkennbar, vgl. Kapitel 6.3.2 und 6.3.3, scheint die externe Temperierung nicht ausreichend gewesen zu sein, weshalb für die im Folgenden präsentierten Versuchsreihen die bereits dargestellten und mit der externen Temperierung verglichenen Kühlprofile angefertigt wurden, vgl. Kapitel 5.1.4 und 5.3.2. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Vorscherung. Die Messungen mit den modifizierten Aluminiumprofilen, vgl. Kapitel 6.3.1, und die Hysterese-messungen, vgl. Kapitel 6.3.3, deuten darauf hin, dass eine unzureichende Strukturzerstörung, z. B. bedingt durch zu geringe Vorscherung, das Fließverhalten des Betons gerade im hohen Scherratenbereich verfälschen kann. Da dies auf der Annahme von noch nicht zerstörten Strukturen beruht, wurde für valide Ergebnisse im weiteren Verlauf die Vorscherung deutlich verlängert, vgl. Tabelle 6.3. In diesem Zusammenhang spielt auch das Messprofilmaterial eine wichtige Rolle. Zwar hat der Großteil der Einzelmessungen für die Vermessung mit Aluminiumprofilen eine gute Übereinstimmung gezeigt, vgl. Kapitel 6.3.1, allerdings konnte in den Vergleichsmessungen zwischen Edelstahl und Aluminium ein anderes Betonverhalten (vergleichsweise erhöhte Gasbildung) im Messspalt beobachtet werden, was auf die Reaktion des Betons mit Aluminium zurückgeführt wurde. Die Schlussfolgerung war, dass die mit Aluminiumprofilen erhaltenen Messwerte nur bedingt valide sind, sodass für

weniger fehlerbehaftete Ergebnisse nur Edelstahlprofile zum Einsatz kommen sollten. Neben den rein auf den Messvorgang bezogenen Fehlerquellen sollten jedoch auch diejenigen beachtet werden, die zur Belastungshistorie des Betons beitragen. Hier sticht insbesondere der Einfüllvorgang heraus, der zuvor aus dem manuellen Einfüllen des Betons über Trichter erfolgte. Da dieser Vorgang nur schwer als reproduzierbar bezeichnet werden kann und zusätzliche Fehler begünstigt, wie z. B. das Eintragen von Luft, wurde für die folgenden Untersuchungen die bereits präsentierte Einfüllhilfe, vgl. Kapitel 5.1.3, konstruiert. Durch sie ist es zum einen möglich, das Rheometer reproduzierbarer zu befüllen als mit den Trichtern, zum anderen kann während des Einfüllvorgangs eine Scherung im Messspalt aufgebracht werden, die nicht nur zur Homogenisierung und Strukturzerstörung, sondern auch zur Entlüftung beiträgt.

All diese in den Vorversuchen vorhandenen Fehlerquellen haben die Aussagekraft der dort erzielten Ergebnisse beeinträchtigt, sodass keine eindeutigen Rückschlüsse auf die Reproduzierbarkeit der Messdaten gezogen werden konnten. Daher lag der Fokus der folgenden Versuchsreihen auf der Generierung reproduzierbarer Messwerte, anhand derer die rheologischen Eigenschaften des Frischbetons möglichst zuverlässig charakterisiert werden können. In der ersten von beiden Versuchsreihen wurde die SCC-Mischung der Vorversuche (SCC1) mit den oben erwähnten Verbesserungen, d. h. interne Temperierung, Edelstahlprofile und Einfüllhilfe, im Rahmen von vier Messsequenzen analysiert. Eine Verlängerung der Versuchsreihe erfolgte zu diesem Zeitpunkt bewusst noch nicht, um eine mögliche Vergleichbarkeit zu den in den Vorversuchen erzielten Ergebnissen herzustellen. Da jedoch unerwartete Probleme mit der Betonmischung aufgetreten sind, wurden vielfältige Ursachen untersucht, woraus eine angepasste Mischung sowie die verlängerte Versuchsreihe resultierten. Mit der neuen SCC-Mischung (SCC2) sind in einer zweiten Versuchsreihe anschließend 15 Messsequenzen durchgeführt worden, anhand derer die Reproduzierbarkeit sowie die rheologischen Eigenschaften charakterisiert wurden.



### 6.5.1 Charakterisierung von SCC1

Die SCC-Mischung aus den Vorversuchen (SCC1), vgl. Tabelle A 3.1, wurde im Rahmen der ersten, hier durchgeführten Versuchsreihe in vier Messsequenzen zu je fünf Einzelmessungen untersucht. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind jedoch nur die ersten drei Einzelmessungen in Abbildung 6.7 dargestellt. Die Temperaturen der drei Einzelmessungen sind in Tabelle 6.5 abgebildet. Dabei entspricht der aufgeführte Wert dem Mittelwert aus der Temperatur, die direkt vor bzw. direkt nach der Scherratenrampe der entsprechenden Einzelmessung im Beton gemessen wurde. Die angegebenen Zeiten für  $t_0$  (mm:ss) entsprechen auch hier dem Zeitpunkt vom ersten Wasser-Zement-Kontakt bis zum Start der jeweiligen Einzelmessung, d. h. Start der entsprechenden kurzen Vorscherung im Rahmen einer Einzelmessung, vgl. Tabelle 6.3.

*Tabelle 6.5: Temperaturwerte der Einzelmessungen für alle hier durchgeführten vier Messsequenzen inklusive der Startzeiten  $t_0$  der Einzelmessungen (SCC1-ES-275-S1-IT-F)*

	<b>1. EM <math>T / ^\circ\text{C}</math></b> <b>(<math>t_0 = 22:00</math>)</b>	<b>2. EM <math>T / ^\circ\text{C}</math></b> <b>(<math>t_0 = 33:00</math>)</b>	<b>3. EM <math>T / ^\circ\text{C}</math></b> <b>(<math>t_0 = 44:00</math>)</b>
<b>Messesequenz 1</b>	23,05 ± 0,35	22,20 ± 0,50	22,10 ± 0,40
<b>Messesequenz 2</b>	23,75 ± 0,15	23,40 ± 0,20	23,20 ± 0,00
<b>Messesequenz 3</b>	23,25 ± 0,45	22,55 ± 0,25	22,30 ± 0,00
<b>Messesequenz 4</b>	23,75 ± 0,45	22,85 ± 0,45	22,55 ± 0,15

Im Hinblick auf die Anwendung der Kühlprofile lässt sich bereits an den Werten in der Tabelle erkennen, dass die interne Kühlung in der Lage ist, den Beton nicht nur auf einer Temperatur zu halten, sondern diesen sogar abzukühlen. Dies war bei Anwendung der externen Temperierung nicht der Fall, sodass sich bezüglich der internen Temperierung in jedem Fall festhalten lässt, dass eine Verbesserung stattgefunden hat. Dabei ist zu erwähnen, dass der Thermostat auf die gleiche Temperatur wie in den Vorversuchen mit  $T = 20,0\text{ }^\circ\text{C}$  eingestellt wurde. Da eine Temperaturreduzierung allerdings auch nicht von Vorteil ist, sondern eine möglichst konstante Temperatur angestrebt werden sollte, wurde die Thermostattemperatur in der zweiten Versuchsreihe, vgl. Kapitel 6.5.2, im Bereich von  $T = 21,0\text{ }^\circ\text{C}$  eingestellt und während der Messung teilweise leicht verändert, um eine möglichst konstante Temperatur zu gewährleisten.

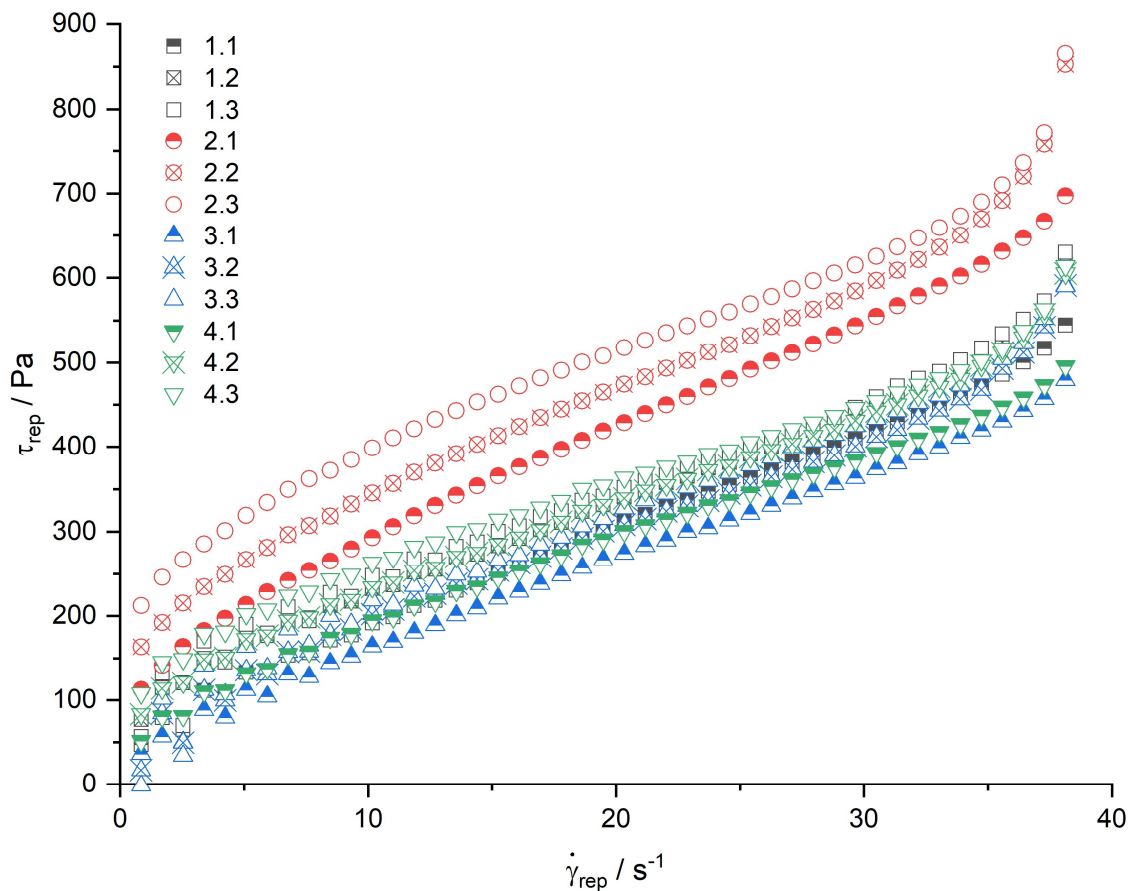


Abbildung 6.7: Repräsentative Werte der Betonmischung aus den Vorversuchen (SCC1), gemessen mit dem verbesserten ACCR, jedoch mit alter Vorscherung (SCC1-ES-275-S1-IT-F)

Betrachtet man die Werte in Abbildung 6.7, so lässt sich erkennen, dass im Bereich hoher Scherraten eine starke (scheinbare) Dilatanz vorliegt, was sich auf die bereits erwähnte unzureichende Vorscherung zurückführen lässt. Weiterhin zeigt sich, dass sich Messsequenz 2 von den anderen abhebt. Während die Messsequenzen 1, 3 und 4 alle in einem ähnlichen Bereich liegen ( $\tau_{rep} \approx 0 - 600 \text{ Pa}$ ), sind die Werte der Messsequenz 2 deutlich höher ( $\tau_{rep} \approx 100 - 850 \text{ Pa}$ ). Vergleicht man diese Größenordnungen mit den Ergebnissen der Vorversuche aus Kapitel 6.3.1, zeigt sich, dass die Messsequenzen 1, 3 und 4 damit bis auf wenige Ausreißer übereinstimmen. Auf den ersten Blick mag dies den Eindruck erwecken, dass Messsequenz 2 fehlerhaft verlaufen ist, allerdings ist genau das Gegenteil der Fall. Bereits während der Messungen war augenscheinlich zu erkennen, dass es bei allen Messsequenzen, bis auf Messsequenz 2, zu einer starken Sedimentation gekommen ist. Dies konnte nicht nur während des Messvorgangs an der Bildung einer glatten Betonoberfläche im Spalt, sondern auch nach der Messsequenz an sehr dicht gepackten Körnungen am Rheometerboden beobachtet werden. Einen weiteren Hinweis darauf, dass Messsequenz 2 weniger fehlerhaft ist, liefern die Messwerte bei niedrigen Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} < 10 \text{ s}^{-1}$ ), vgl. Abbildung 6.8.

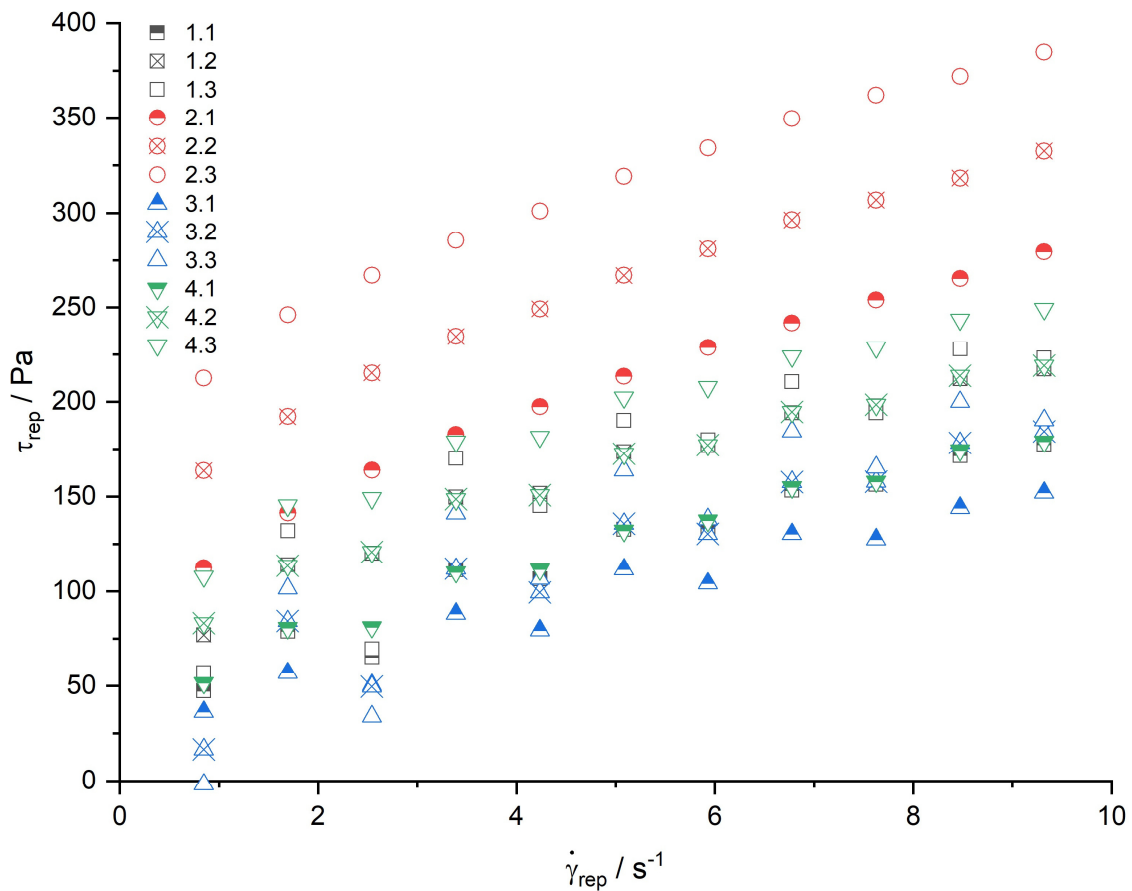


Abbildung 6.8: Detailansicht der niedrigen Scherraten für die mit dem verbesserten ACCR gemessene Betonmischung aus den Vorversuchen (SCC1) (SCC1-ES-275-SI-IT-F)

Hier ist zu erkennen, dass nur die Messwerte der Messsequenz 2 keine Schwankungen aufweisen. Die Werte der anderen Messsequenzen hingegen zeigen derart ausgeprägte Schwankungen, dass die Schubspannungen bei niedrigeren Scherraten sogar höher liegen, als die Schubspannungen bei höheren Scherraten, teilweise mit Schwankungen von bis zu  $100 Pa$ , vgl. Messung 3.3 bei  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 2,5 s^{-1}$  und  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 3,5 s^{-1}$  Abbildung 6.8. Eine genaue Ursache dafür ließ sich nicht identifizieren, es könnte jedoch mit der bereits zuvor beschriebenen Spaltverkleinerung durch Stagnation bzw. dem beobachteten höheren Wasseranteil im verkleinerten Messspalt in Kombination mit der stärkeren Sedimentation zusammenhängen. Liegen nämlich aufgrund der Sedimentation im verkleinerten Messspalt nur noch wenige große Partikeln vor, welche durch den erhöhten Wasseranteil von einem niedriger-viskosen Matrixfluid umgeben sind, könnten die Messwerte stark von der im Messspalt vorliegenden Situation abhängen. Kommt es während der Messzeit eines Messpunkts zu Partikelstößen, Partikelverkantungen oder ähnlichem, führt dies zu höheren Messwerten. Treten solche Effekte zufällig während der Messung bei einer bestimmten Scherraten nicht auf, liegt der

Messwert entsprechend deutlich niedriger. Dies könnte z. B. auch erklären, weshalb der letzte Messwert der Messung 3.3 bei nahezu  $0 \text{ Pa}$  liegt, da hier zufällig vermutlich nur das Matrixfluid mit wenigen bis gar keinen großen Partikeln gemessen wurde. Diese Effekte könnten einen Ansatz für den schwankenden Kurvenverlauf bieten, erklären ihn aber nicht eindeutig und auch die Regelmäßigkeit dieses „Zick-Zack-Verlaufs“ lässt weitere Fragen offen. Da dies allerdings Artefakte sind, die grundsätzlich nicht auftreten und eher vermieden werden müssten, wird auf eine weitere Analyse dieser Effekte an dieser Stelle verzichtet.

Um jedoch zukünftig reproduzierbare Messungen mit der Betonmischung durchführen zu können, ohne auf derartige Probleme zu stoßen, sollte die Ursache dieser Unterschiede in den oben aufgeführten Messsequenzen identifiziert und behoben werden. Dazu wurde die Betonmischung genauer untersucht und zunächst das Ausbreitmaß vermessen. Bei allen angemischten Ansätzen lag das Ausbreitmaß mit  $> 85 \text{ cm}$  deutlich über den zuvor erzielten  $65 \text{ cm}$ , was ein Indiz dafür ist, dass die Viskosität der Mischung stark abgenommen hat. Daher wurden verschiedene Aspekte in Betracht gezogen und genauer untersucht:

- Korrekte Mischzusammensetzung
- Kalibrierung der Waage
- Alter des Fließmittels
- Rückstände im Mischbehälter
- Spuren im Zugabewasser
- Feuchtigkeitsgehalt der Gesteinskörnungen
- Neue Gesteinskörnungen

Allerdings konnte keiner dieser Punkte als Ursache identifiziert werden, so dass der einzig sinnvolle Schritt darin bestand, die Mischzusammensetzung so anzupassen, dass wieder ein Ausbreitmaß von ca.  $65 \text{ cm}$  erzielt wird. Zwar besteht eine Möglichkeit darin, den  $w/c$ -Wert oder den Fließmittelanteil zu erniedrigen oder auch den Gehalt an Gesteinskörnungen zu variieren, allerdings würde dies die Grundparameter der in Kapitel 6.1 vorgestellten Mischung gänzlich verändern. Daher wurde der Einsatz von kommerziellen Viskositätsmodifizierern, im weiteren Verlauf als „Verdicker“ bezeichnet, für Betone in Betracht gezogen. Über den Verdicker *Sika® Stabilizer-165*, welcher zu einem Anteil von  $0,165 \%$  (bezogen auf die Zementmasse) zugegeben wurde, vgl. Tabelle A 3.2, konnte das Ausbreitmaß auf einen Wert von ca.  $65 \text{ cm}$  reduziert werden. Da sich der Beton in den ersten Versuchen mit Einsatz des Verdickers wie gewünscht verhalten hat und auch die Messungen zur Sedimentationsneigung, vgl. Kapitel 6.5.2, zufriedenstellend gewesen sind, wurden mit dieser angepassten Mischung die Untersuchungen zur Rheologie des SCC durchgeführt, welche im nachfolgenden Kapitel diskutiert wird.

## 6.5.2 Charakterisierung von SCC2

Der Einsatz des Verdickers sowie die zuvor erzielten Ergebnisse führten neben der Anpassung der Mischung auch zu einer Veränderung des Mischprozesses und der Messprozedur. Der Mischprozess wurde insofern angepasst, dass während des erstmaligen Mischens aller Komponenten dieser Vorgang für 30 s pausiert und in dieser Zeit der Verdicker großflächig auf der Oberfläche des Betons verteilt wurde. Die in Kapitel 6.2.1 aufgeführte Tabelle 6.2 wurde in der Zeit von 04:30-05:00 um diesen Vorgang ergänzt. Die entsprechende Stufe wurde jedoch nicht um 30 s verlängert, sodass alle weiteren Mischvorgänge identisch geblieben sind. Da in der vorigen Versuchsreihe insbesondere bei späteren Messungen einer Probe bei hohen Scherraten ein stärkerer Anstieg der Schubspannung zu beobachten war, vgl. Abbildung 6.7, und dies, wie bereits in Kapitel 6.3 vermutet, auf eine unzureichende Strukturzerstörung, z. B. durch zu geringe Vorscherung, zurückzuführen sein könnte, wurde weiterhin im Rahmen der nun durchgeführten Versuchsreihe die Dauer der Vorscherung deutlich erhöht. Die entsprechende Versuchsführung kann Tabelle 6.3 entnommen werden.

Die nachfolgend präsentierten Ergebnisse unterteilen sich in drei Abschnitte. Im ersten Abschnitt liegt der Fokus der Auswertung auf der Reproduzierbarkeit. Der zweite Abschnitt beschäftigt sich anschließend mit der rheologischen Charakterisierung des Betons. Die im letzten Abschnitt erläuterten Zusatzmessungen fokussieren sich auf die Untersuchung der Sedimentationsneigung des Betons. Da der Beton in den vorigen Versuchsreihen bei den Einzelmessungen vier und fünf bereits eine hohe Verfestigung aufwies, sind im Rahmen dieser Versuchsreihe lediglich drei Einzelmessungen durchgeführt worden. Im Folgenden werden allerdings nur die ersten beiden dieser drei Einzelmessungen betrachtet, da auch hier in den dritten Einzelmessungen bereits eine signifikante Aushärtung zu beobachten war.

### Reproduzierbarkeit

Alle in dieser Versuchsreihe vorliegenden 15 Einzelmessungen sind in Abbildung 6.9 (1. EM) und Abbildung 6.10 (2. EM) dargestellt. Die in der Legende nach den Messnummern aufgeführten Temperaturen sind die Mittelwerte der jeweils vor und nach der Scherratenrampe gemessenen Werte. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Standardabweichungen nicht mit aufgeführt. Diese nehmen jedoch lediglich maximale Werte von  $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$  (Messung 4 und 6) bzw.  $\pm 0,15 \text{ }^\circ\text{C}$  (Messung 5, 7 und 15) an. Für die übrigen Messungen lag dieser Wert im Bereich  $\pm 0,05 - 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Beim Vergleich beider Diagramme lässt sich augenscheinlich zunächst erkennen, dass die Schwankungen während einer Messung bei den ersten Einzelmessungen ausgeprägter sind als bei den zweiten Einzelmessungen, da die Kurvenverläufe hier deutlich „glatter“ erscheinen. Auch wenn die Dauer der Vorscherung

bereits stark erhöht wurde, könnte dies ein Hinweis darauf sein, dass während der ersten Einzelmessungen noch verschiedene Ansammlungen von Strukturen o. ä. im Messspalt vorhanden waren und erst im Verlauf der ersten Einzelmessungen vollständig zerstört wurden. Eine eindeutige Ursache für diese Verläufe lässt sich allerdings nicht feststellen.

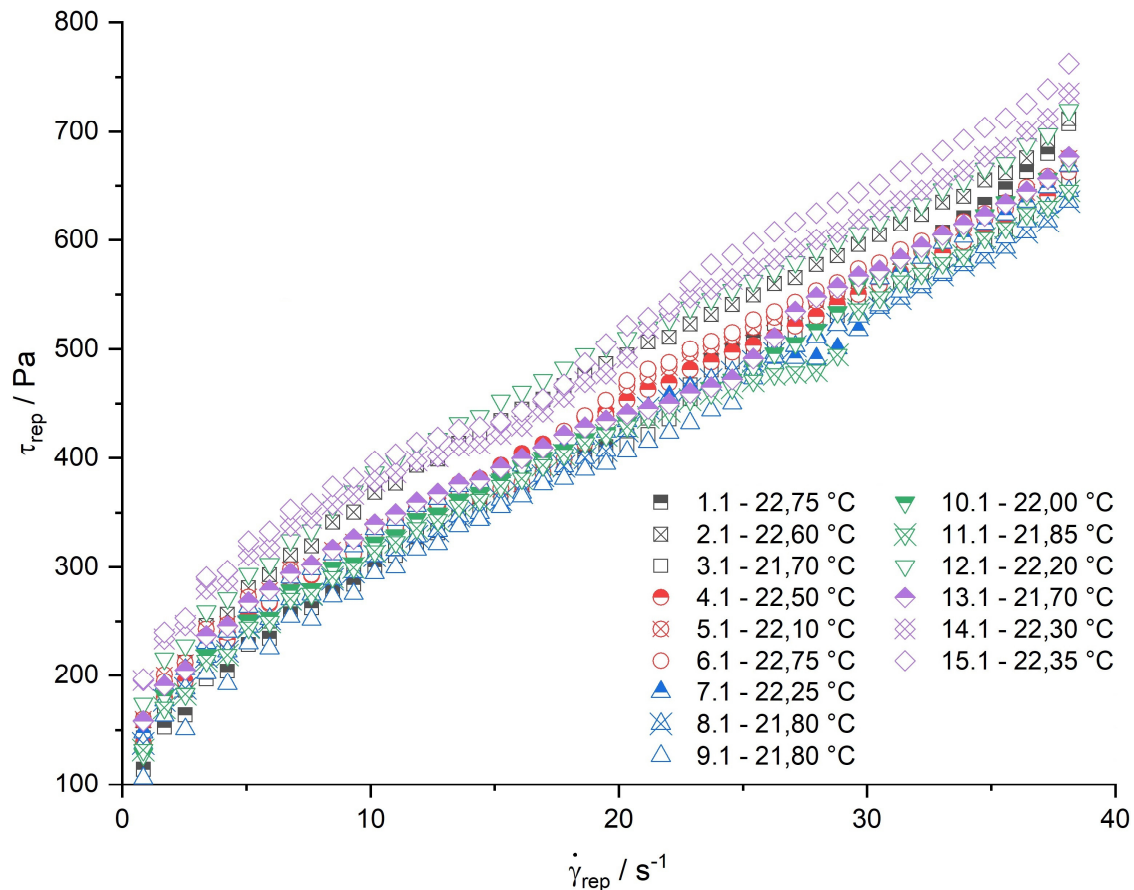


Abbildung 6.9: Repräsentative Werte der angepassten Betonmischung für die ersten Einzelmessungen der 15 Messsequenzen (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

Insbesondere bei den zweiten Einzelmessungen fällt auf, dass einige Messungen merklich vom Großteil abweichen. Diese sind 1.2, 9.2, 12.2, 14.2 und 15.2. Tatsächlich decken sich diese abweichenden Verläufe mit dem während der Messung beobachteten Betonverhalten, da speziell für diese Messungen entweder eine erhöhte Temperatur festgestellt wurde (1) oder es zur Ausbildung von ungescheren Bereichen<sup>5</sup> gekommen ist (9, 12, 14, 15), sodass diese Messungen in der wei-

<sup>5</sup> Ungescherte, kreisringförmige Bereiche (am Außenzylinder liegend), die sich dennoch im Messspalt leicht in Rotationsrichtung mitdrehen und damit von den Stagnationszonen unterschieden werden sollten

teren Auswertung unberücksichtigt bleiben. Weshalb es zu Ausbildung von ungescherten Bereichen und Temperaturunterschieden kommt, ist bislang unklar. Auch wenn die anderen Messungen zum Großteil übereinstimmen, wurde das Auftreten eines solchen Verhaltens oder eine erhöhte Temperatur als Kriterium genommen, weitere Messungen von der Auswertung auszuschließen, was bei den Messsequenzen 2 und 6 geschehen ist. Die Werte der verbliebenen Messsequenzen sind in Abbildung 6.11 (a) und (b) zu sehen.

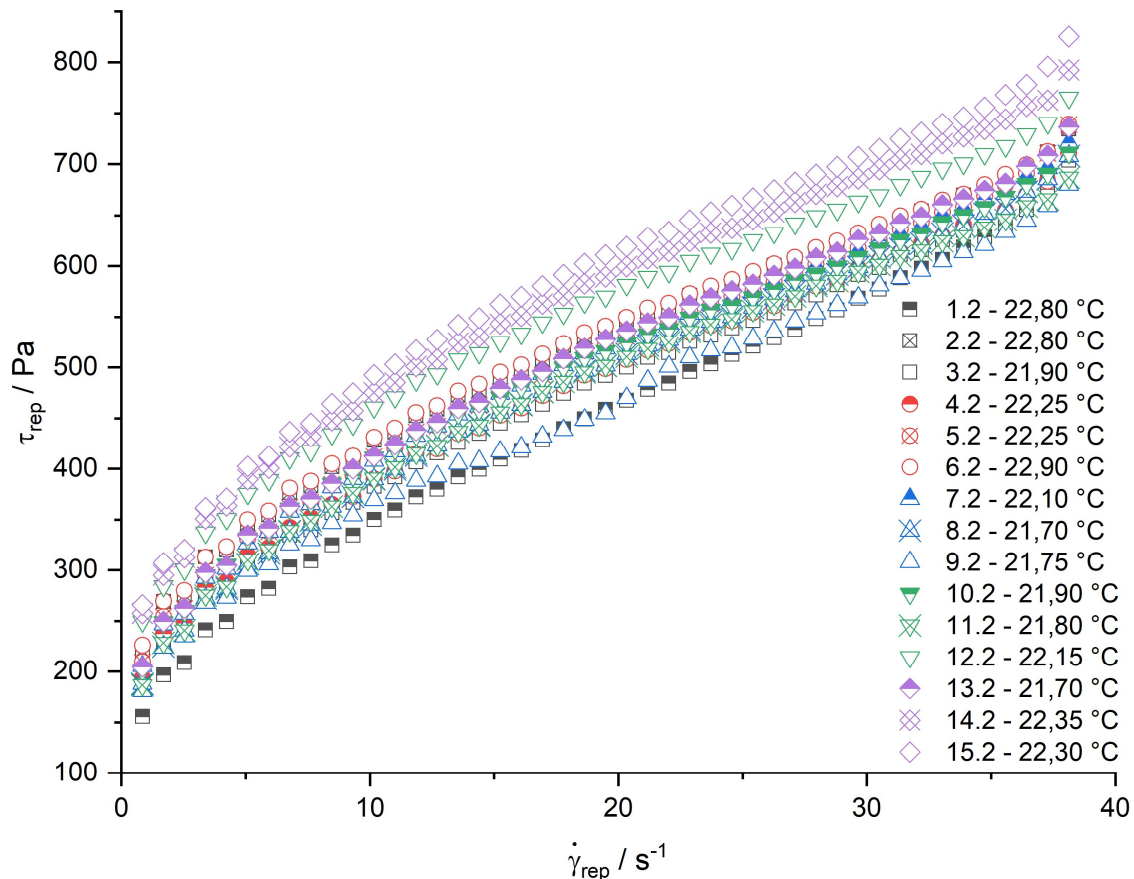


Abbildung 6.10: Repräsentative Werte der angepassten Betonmischung für die zweiten Einzelmessungen der 15 Messsequenzen (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

Zur Bewertung der Reproduzierbarkeit beider Einzelmessungen wurde der Variationskoeffizient  $v$  herangezogen, welcher sich aus dem Quotienten von Standardabweichung zum arithmetischen Mittelwert ergibt und damit zur Beschreibung der Streuung von Messsequenzen geeignet ist. Die Verläufe der Variationskoeffizienten über der Scherrate sind für beide Einzelmessungen in Abbildung 6.12 gegeben. Für die ersten Einzelmessungen ergibt sich ein Mittelwert von  $v_{m,1} = 0,033 \pm 0,011$ , für die zweiten Einzelmessungen liegt dieser Wert bei  $v_{m,2} = 0,026 \pm 0,007$ .

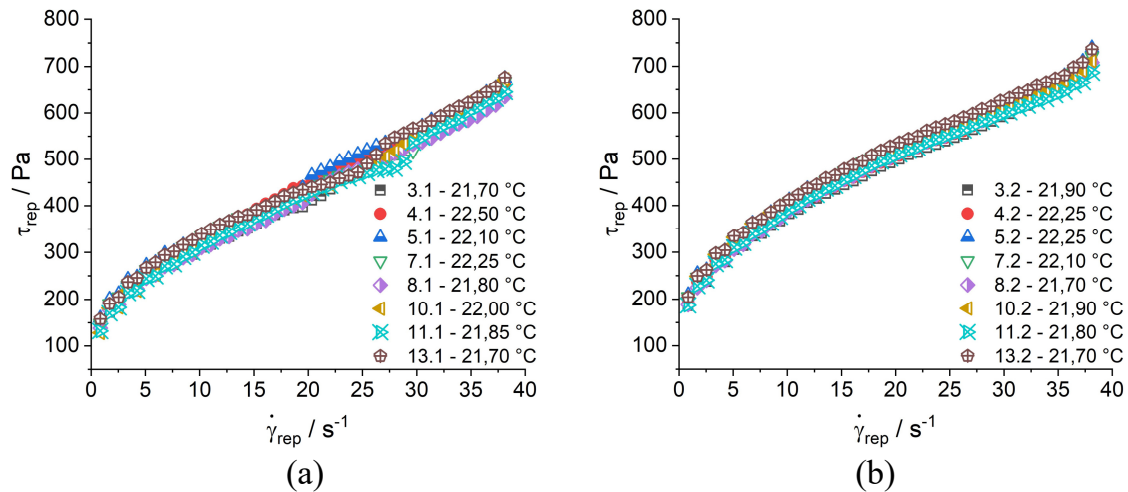


Abbildung 6.11: Ausgewählte, repräsentative Werte der angepassten Betonmischung der (a) ersten Einzelmessungen und (b) der zweiten Einzelmessungen (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

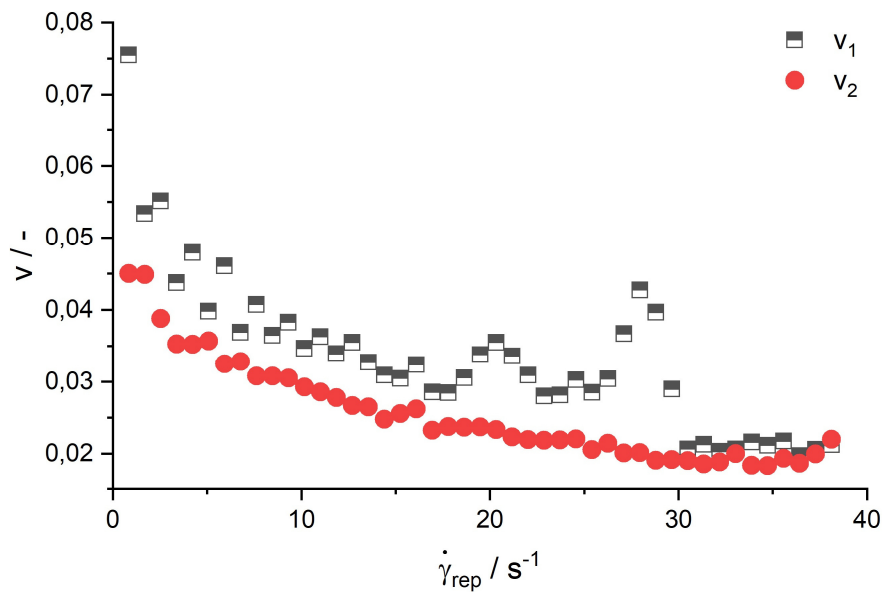


Abbildung 6.12: Verlauf der Variationskoeffizienten  $v$  der ausgewählten Messwerte über der Scherrate für die ersten Einzelmessungen ( $v_1$ ) und die zweiten Einzelmessungen ( $v_2$ )

Wie zu erwarten, liegen die Werte des Variationskoeffizienten für die zweiten Einzelmessungen unterhalb denen der ersten. Auffällig ist zudem, dass die Koeffizienten in beiden Fällen mit steigender Scherrate abnehmen. Dies lässt sich einerseits dadurch erklären lässt, dass die Standardabweichungen bei niedrigen Scherraten, bedingt durch die bereits beschriebenen Messfehler, geringfügig höher sind, andererseits dadurch, dass die Standardabweichungen im gesamten Bereich



zwar in einem ähnlichen Bereich liegen, allerdings auf den steigenden Mittelwert bezogen werden, was ebenfalls zu einer Abnahme führt.

Grundsätzlich ist die Bewertung des Variationskoeffizienten zwar abhängig vom betrachteten Themengebiet, allgemein können Koeffizienten unterhalb 0,1 jedoch als gut bezeichnet werden [Gom84]. Unter Einbeziehung der Maximalwerte ( $v_{max,1} = 0,075$  und  $v_{max,2} = 0,045$ ) und der gemittelten Variationskoeffizienten ( $v_{m,1} = 0,033 \pm 0,011$  und  $v_{m,2} = 0,026 \pm 0,007$ ), welche in beiden Fällen unterhalb von 0,1 bzw. 0,05 liegen, lässt sich schlussfolgern, dass die Reproduzierbarkeit in der hier durchgeführten Versuchsreihe als gut, wenn nicht sogar als sehr gut zu bewerten ist. Im nächsten Abschnitt werden somit die rheologischen Eigenschaften des Betons charakterisiert.

### Rheologische Eigenschaften des Frischbetons

Da die Werte der Einzelmessungen nur eine geringe Streuung aufgewiesen haben, werden zur weiteren Beurteilung des Fließverhaltens lediglich die Mittelwerte der jeweiligen Einzelmessungen betrachtet. Diese sind in Abbildung 6.13 zu finden, wobei die mittlere Temperatur der ersten Einzelmessungen bei  $T_{m,1} = 21,99 \pm 0,27 \text{ }^\circ\text{C}$  und der zweiten Einzelmessungen bei  $T_{m,2} = 21,95 \pm 0,21 \text{ }^\circ\text{C}$  lag. Die bereits berechnete Standardabweichung ist zu gering, um sie anschaulich darstellen zu können.

Bereits beim Vergleich der Kurvenverläufe lassen sich Unterschiede beobachten. Während der Verlauf der ersten Einzelmessungen für Scherraten  $\dot{\gamma}_{rep} > 10 \text{ s}^{-1}$  nahezu linear verläuft und dies auch bei den zuvor kritisch betrachteten hohen Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} > 35 \text{ s}^{-1}$ ) zeigt, weist der Verlauf der zweiten Einzelmessungen sowohl für  $\dot{\gamma}_{rep} < 10 \text{ s}^{-1}$  als auch für  $\dot{\gamma}_{rep} > 35 \text{ s}^{-1}$  stärkere Krümmungen auf. Somit deuten die ersten Einzelmessungen ab  $\dot{\gamma}_{rep} > 10 \text{ s}^{-1}$  auf ein plastisch-newtonisches Fließverhalten hin, während die zweiten Einzelmessungen für  $10 \text{ s}^{-1} < \dot{\gamma}_{rep} < 25 \text{ s}^{-1}$  ein leicht strukturviskoses Verhalten zeigen, welches anschließend erst plastisch-newtonisch und ab  $\dot{\gamma}_{rep} > 35 \text{ s}^{-1}$  dilatant zu sein scheint. Für Scherraten  $\dot{\gamma}_{rep} < 10 \text{ s}^{-1}$  sind die Verläufe, zumindest was die Krümmung betrifft, ähnlich und lassen auf Strukturviskosität schließen. Die Schubspannungen bewegen sich im gesamten Messbereich für die ersten Einzelmessungen im Rahmen von  $\tau_{rep} \approx 150 - 650 \text{ Pa}$ , während es bei den zweiten Einzelmessungen  $\tau_{rep} \approx 200 - 700 \text{ Pa}$  sind, was abermals auf die Zeitverfestigung durch Reaktion zurückzuführen ist.

Das Verhalten im hohen Scherratenbereich lässt einige Rückschlüsse zu. Da der Verlauf der ersten Einzelmessungen nun auch für  $\dot{\gamma}_{rep} > 35 \text{ s}^{-1}$  nahezu linear ist, scheint sich das zuvor als dilatant gedeutete Verhalten, wie in Kapitel 6.3.1 vermutet, tatsächlich auf eine unzureichende Strukturzerstörung, z. B. durch zu geringe Vorscherung, zurückführen zu lassen. Allerdings tritt die vermeintliche

Dilatanz in den zweiten Einzelmessungen erneut auf, sodass deren Ursprung genauer erörtert wurde. Zu diesem Zweck wurde eine zusätzliche Messsequenz durchgeführt, bei der die maximale, scheinbare Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 45 \text{ s}^{-1}$  ( $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 \text{ s}^{-1}$ ) auf  $\dot{\gamma}_{i,s} = 47 \text{ s}^{-1}$  ( $\dot{\gamma}_{rep} = 39,82 \text{ s}^{-1}$ ) erhöht wurde, vgl. Abbildung 6.14.

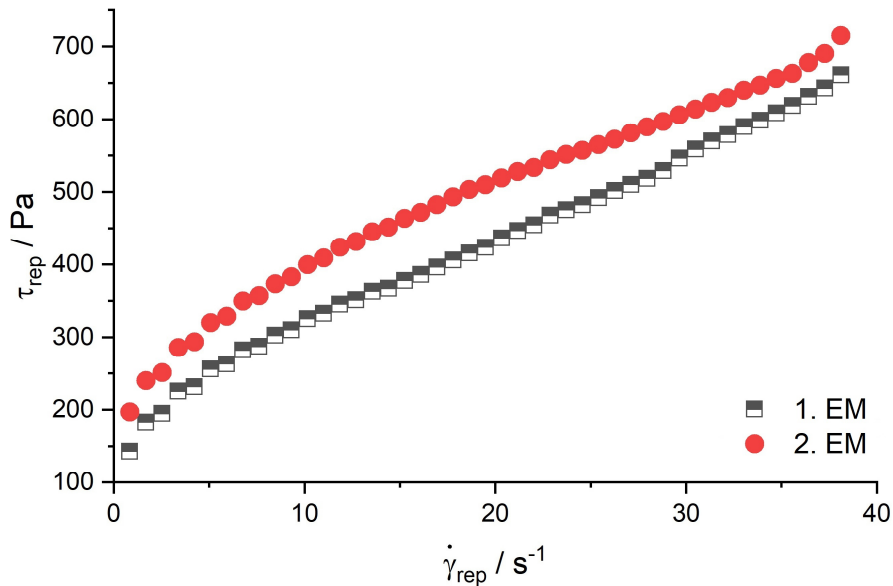


Abbildung 6.13: Repräsentative Mittelwerte der ausgewählten Messsequenzen der ersten und zweiten Einzelmessungen (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

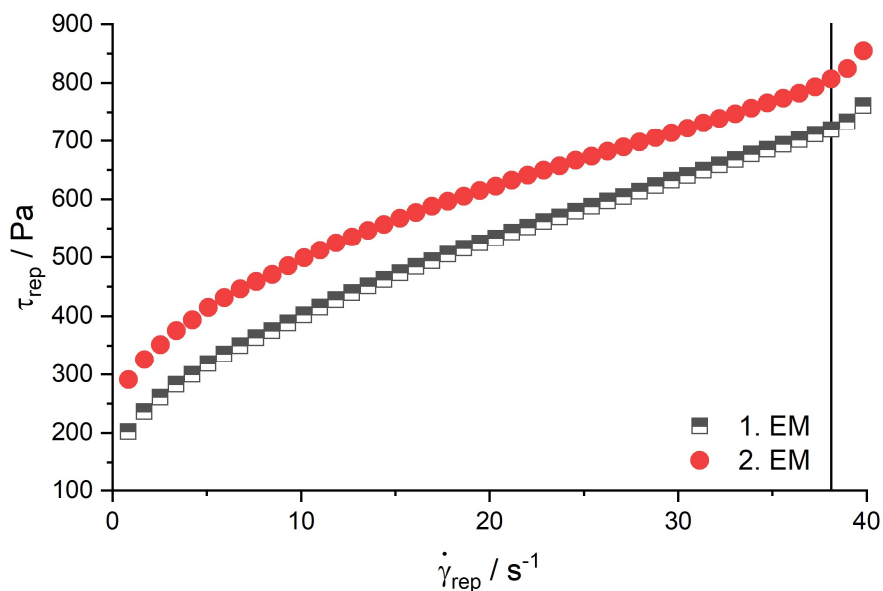


Abbildung 6.14: Repräsentative Messwerte einer Zusatzmessung mit Erhöhung der Scherrate auf  $\dot{\gamma}_{i,s} = 47 \text{ s}^{-1}$  ( $\dot{\gamma}_{rep} = 39,82 \text{ s}^{-1}$ ) (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

Werden Abbildung 6.13 und Abbildung 6.14 verglichen, so fällt auf, dass der Beginn der vermeintlichen Dilatanz zu höheren Scherraten verschoben wurde und die Schubspannung bei der relevanten Scherrate, d. h.  $\dot{\gamma}_{i,s} = 45 \text{ s}^{-1}$  bzw.  $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 \text{ s}^{-1}$ , vgl. Markierung Abbildung 6.14, diesen Anstieg nicht mehr aufweist. Auch in den Hysteresemessungen, vgl. Kapitel 6.3.3, zeigte sich bei den PSR in diesem Scherratenbereich kein Anstieg, bei den NSR hingegen schon. Daher ist davon auszugehen, dass der beschriebene Effekt nicht durch ein dilatantes Verhalten hervorgerufen wird, sondern lediglich durch eine unzureichende Strukturzerstörung. Woher die unzureichende Strukturzerstörung rührt, lässt sich genauer anhand der Drehmomentverläufe erkennen, welche für alle hier betrachteten Messsequenzen für die ersten fünf Scherraten gemittelt wurden, vgl. Abbildung 6.15.

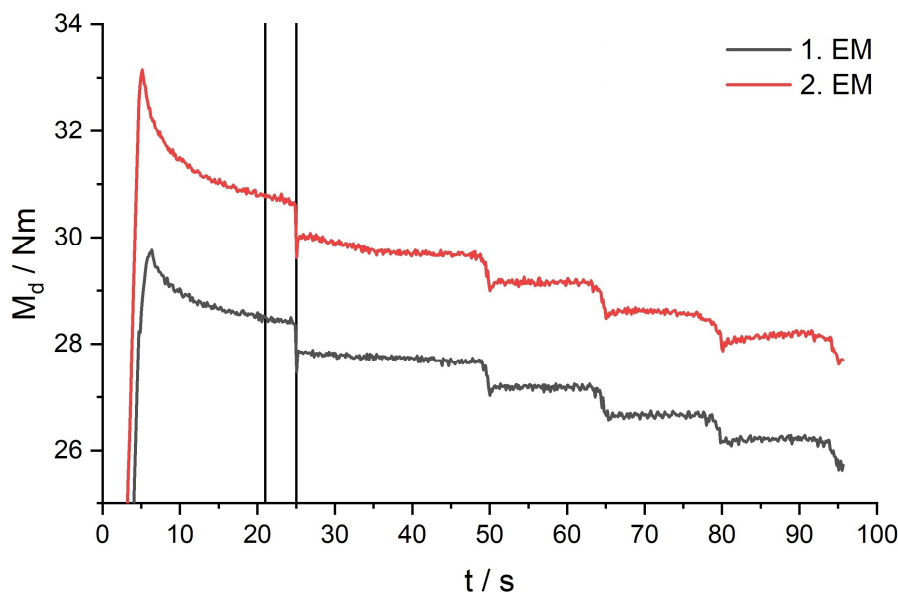


Abbildung 6.15: Gemittelter Drehmomentverlauf über der Zeit für die ersten fünf Scherraten ( $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 - 34,74 \text{ s}^{-1}$ ) für die ersten beiden Einzelmessungen; die vertikalen Linien bei  $t_1 = 21 \text{ s}$  und  $t_2 = 25 \text{ s}$  kennzeichnen den Bereich der Messwertauswertung für die erste Scherrate

Für die zweiten Einzelmessungen zeigt sich bei der ersten Scherrate noch kein stationäres Drehmoment, während dieses bei den ersten Einzelmessungen zum Ende des Messpunkts bereits vorliegt. Dennoch zeigen beide Verläufe zu Beginn ein abfallendes Drehmoment, was bei beiden Einzelmessungen auf eine Strukturzerstörung noch während des ersten Messpunkts hindeutet. Für die erste Einzelmessung ist die Haltedauer des ersten Messpunkts daher zwar ausreichend gewesen, für die zweite Einzelmessung jedoch nicht. Somit lässt sich schlussfolgern, dass bei den Messungen nicht allein die Vorscherung, sondern vielmehr die Kombination aus Vorscherung, Pause (zwecks Temperaturmessung) und Haltedauer

des ersten Messpunkts ursächlich dafür ist, dass nicht alle Strukturen zerstört wurden bzw. noch kein Gleichgewicht zwischen Strukturaufbau und Strukturzerstörung hergestellt wurde. Die Messwerte bei der höchsten Scherrate sollten daher, zumindest bei den zweiten Einzelmessungen, nicht in die weitere Auswertung einbezogen werden.

Für dieses Problem gibt es mehrere Lösungen, die bei zukünftigen Betonmessungen beachtet werden sollten. Zum einen kann der erste Messpunkt deutlich länger gehalten werden, sodass die erste Scherrate im Grunde genommen selbst eine Vorscherung darstellt. Zum anderen kann die Pause zur Temperaturmessung ausgelassen werden, wodurch ein fließender Übergang von Vorscherung zu Messpunkt vorliegt. Die Temperatur müsste somit vor der ersten Vorscherung gemessen werden.

Für die weitere Beurteilung der rheologischen Eigenschaften sollte zudem der niedrige Scherratenbereich betrachtet werden. Auch bei der Vermessung der hier verwendeten Betonmischung (SCC2) ist bei niedrigen Scherraten der Effekt der Spaltverkleinerung durch Stagnation aufgetreten, welcher in Kapitel 6.4 näher diskutiert wurde. Der Beginn der Spaltverkleinerung lässt sich nur bedingt über die Messwerte festlegen. Es ist lediglich bei beiden Einzelmessungen ab einer Scherrate von ca.  $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$  eine Art „Stufen-Verlauf“ zu erkennen, welches mit dem während der Messung beobachteten Auftreten der Stagnationszonen übereinstimmt. Für die ersten Einzelmessungen wurde dieser Effekt meist ab einer Scherrate von  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 5 \text{ s}^{-1}$  wahrgenommen, für die zweiten Einzelmessungen lag dieser Wert mit  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 8 \text{ s}^{-1}$  etwas höher.

Bei der folgenden rheologischen Charakterisierung des Frischbetons werden nun die zuvor aufgeführten Einschränkungen für die Scherraten einbezogen. Bei den ersten Einzelmessungen werden demnach nur noch Scherraten ab  $\dot{\gamma}_{rep} = 5 \text{ s}^{-1}$  betrachtet, bei den zweiten Einzelmessungen nur noch Scherraten ab  $\dot{\gamma}_{rep} = 8 \text{ s}^{-1}$ . Weiterhin wird bei den zweiten Einzelmessungen der höchste Wert ( $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 \text{ s}^{-1}$ ) aufgrund der unzureichenden Strukturzerstörung ausgeschlossen, sodass sich die in Abbildung 6.16 dargestellten Verläufe ergeben. Wie bereits in Kapitel 6.3.1 geschehen, wird in diesem Zusammenhang die Anwendbarkeit der gängigen Fließmodelle (Bingham (B), Herschel-Bulkley (HB), modifiziertes Bingham-Modell (MB)) diskutiert.

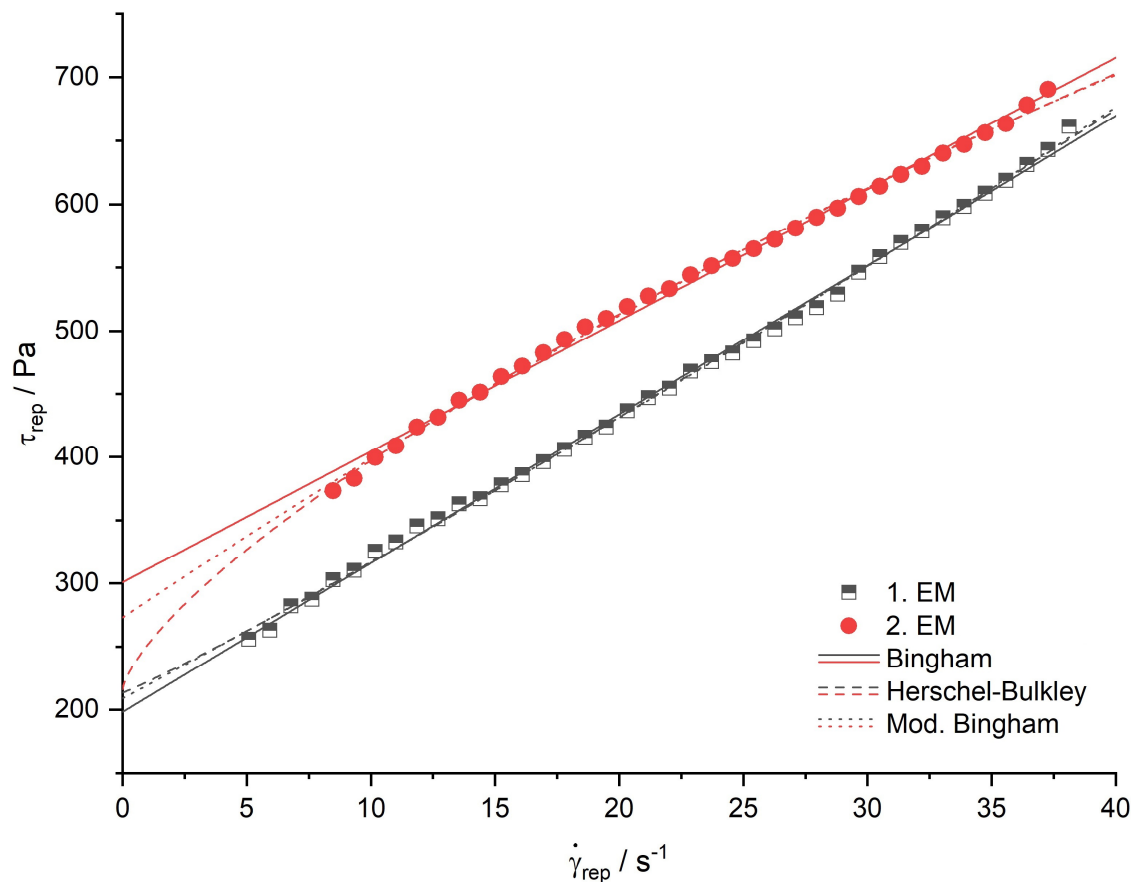


Abbildung 6.16: Repräsentative Mittelwerte der ausgewählten Messsequenzen der ersten und zweiten Einzelmessungen unter Einschränkung des Scherratenbereichs aufgrund auftretender Störeinflüsse; gefittet mit dem Bingham-Modell (B), dem Herschel-Bulkley-Modell (HB) und dem modifizierten Bingham-Modell (MB) (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

Werden zunächst die ersten Einzelmessungen betrachtet, so zeigen die Messwerte für den nun aufgeführten Scherratenbereich ein lineares und damit plastisch-newtonisches Fließverhalten nach Überschreiten der Fließgrenze. Zwar lässt der erste Messpunkt ( $\dot{\gamma}_{rep} = 38,13 \text{ s}^{-1}$ ) eine leicht steigende Tendenz erahnen, sicher beurteilen lässt sich dies an dieser Stelle jedoch nicht und kann als Messwert-schwankung interpretiert werden. Das plastisch-newtonische Verhalten lässt sich ebenfalls an den guten Modellfits (Bingham-, Herschel-Bulkley- und modifiziertes Bingham-Modell) erkennen, vgl. Tabelle 6.6. Auch wenn das Herschel-Bulkley-Modell mit  $n = 1,08$  und das modifizierte Bingham-Modell mit  $c = 0,029$  eine geringfügige Dilatanz andeuten, liegen diese Werte sehr nahe an 1 bzw. 0 und besitzen daher unter Berücksichtigung der Gleichungen (2.47) und (2.48) kaum bis keinen Einfluss. Beim Vergleich der rheologischen Parameter fällt weiterhin auf, dass sowohl die Fließgrenzen als auch die Kennwerte zur Beschreibung der Viskositäten für alle Modelle in einem ähnlichen Bereich liegen ( $\tau_y \approx 200 \text{ Pa}$ ,  $k$  bzw.  $\eta_{pl} \approx 10 \text{ Pa} \cdot \text{s}^{(n)}$ ). Eine eindeutige Aussage, welches der Modelle am besten zur

Beschreibung des Fließverhaltens geeignet ist, lässt sich somit nicht treffen und die rheologischen Parameter können im betrachteten Scherratenbereich gut über alle Modelle abgebildet werden. Aufgrund dessen, dass das Bingham-Modell nur zwei Parameter besitzt, wäre dies jedoch vorzuziehen.

Tabelle 6.6: Modellparameter des Bingham-, Herschel-Bulkley- und modifizierten Bingham-Modells für die Fits an die Mittelwerte ersten zwei Einzelmessungen inklusive der Startzeiten  $t_0$  der Einzelmessungen (Zeit zwischen erstem Wasser-Zement-Kontakt und Start der Einzelmessung) (SCC2-ES-275-S2-IT-F)

	<b>1. EM</b> ( $t_0 = 28:50$ )	<b>2. EM</b> ( $t_0 = 39:50$ )
<b>Bingham</b>	$R^2 = 0,9983$	$R^2 = 0,9956$
$\tau_y / Pa$	198,24	300,85
$\eta_{pl} / Pa \cdot s$	11,78	10,36
<b>Herschel-Bulkley</b>	$R^2 = 0,9987$	$R^2 = 0,9983$
$\tau_y / Pa$	213,44	216,08
$k / Pa \cdot s^n$	8,61	35,12
$n / -$	1,08	0,71
<b>Mod. Bingham</b>	$R^2 = 0,9988$	$R^2 = 0,9977$
$\tau_y / Pa$	208,89	272,95
$\eta_{pl} / Pa \cdot s$	10,54	13,20
$c / Pa \cdot s^2$	0,029	-0,062

Anders verhält es sich bei den zweiten Einzelmessungen. Wie bereits bei der Betrachtung des gesamten Scherratenbereichs beschrieben, zeigt sich auch in dem hier begrenzten Bereich eine leichte Tendenz zur Strukturviskosität bis  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 25 s^{-1}$ , welche danach erst in plastisch-newtonisches Verhalten und anschließend in leichte Dilatanz (erste beide Messpunkte) umschwenkt. Die Fließgrenze liegt für das Bingham-Modell mit  $\tau_y = 300,85 Pa$  deutlich über dem Wert der ersten Einzelmessungen und kennzeichnet beim Vergleich mit den Werten der anderen Modelle ( $\tau_{y,HB} = 216,08 Pa$  und  $\tau_{y,MB} = 272,95 Pa$ ) den Höchstwert. Die plastische Viskosität hingegen weicht mit  $\eta_{pl} = 10,36 Pa \cdot s$  nur geringfügig von dem Wert der ersten Einzelmessungen ab ( $\eta_{pl} = 11,78 Pa \cdot s$ ), sodass das Bingham-Modell, grob umfasst, lediglich eine Steigerung der Fließgrenze von den

ersten zu den zweiten Einzelmessungen kennzeichnet. Ähnlich verhält es sich beim modifizierten Bingham-Modell. Hier ist ebenfalls eine Steigerung der Fließgrenze zu erkennen (208,89 Pa auf 272,95 Pa) und auch die plastische Viskosität steigt geringfügig von 10,54 Pa · s auf 13,20 Pa · s an. Der negative Koeffizient mit  $c = -0,062 \text{ Pa} \cdot \text{s}^2$  deutet auf ein insgesamt leicht strukturviskoses Verhalten hin, liegt aber, wie auch bereits bei den ersten Einzelmessungen, sehr nahe an Null. Deutlich anders haben sich die Parameter des Herschel-Bulkley-Modells entwickelt. Hier zeigt sich eine starke Steigerung der Konsistenz, welche mit 35,12 Pa · s<sup>n</sup> ca. das Vierfache des Wertes der ersten Einzelmessungen beträgt. Auch der Fließexponent hat sich von einem vorerst annähernd plastisch-newtonischen Verhalten ( $n = 1,08$ ) zu einem deutlich ausgeprägten strukturviskosen Verhalten ( $n = 0,71$ ) geändert. Die Fließgrenze bleibt mit  $\tau_y = 216,08 \text{ Pa}$  jedoch nahezu identisch.

Dies ist ein sehr interessanter Aspekt, da er im Grunde genommen gegen die Anwendung des Herschel-Bulkley-Modells spricht. In allen zuvor durchgeführten Messsequenzen hat sich eine mit späteren Einzelmessungen erhöhte Schubspannung ergeben, welche mit der über die Zeit zunehmenden Strukturbildung begründet wurde. Üblicherweise hängt die Fließgrenze mit genau derartigen Phänomenen zusammen, vgl. Kapitel 2.2.2, was bedeutet, dass eine erhöhte Strukturbildung auch eine Erhöhung der Fließgrenze zur Folge haben muss. Zwar könnte dagegen argumentiert werden, dass aufgrund der negativen Scherratenrampe eine über die Messdauer zunehmende Zerstörung der Strukturen stattfindet und beide Einzelmessungen am Ende der Messung ( $\dot{\gamma}_{rep} = 0$ ) den gleichen Ausgangszustand und somit auch die gleiche Fließgrenze besitzen. Dies würde aber voraussetzen, dass selbst niedrige Scherraten eine Strukturbildung unterbinden können, was aufgrund der generell höher liegenden Werte der zweiten Einzelmessungen, welche nur durch die Existenz von Strukturen erklärt werden kann, nicht möglich ist. Daher eignen sich für die Beschreibung der zweiten Einzelmessungen das Bingham- und das modifizierte Bingham-Modell besser, wobei das modifizierte Modell aufgrund der leicht höheren Fehlerquadratsumme vorzuziehen wäre.

Die rheologischen Eigenschaften des Frischbetons lassen sich somit zusammenfassend wie folgt charakterisieren. In den ersten Einzelmessungen zeigt der Beton in einem Scherratenbereich von  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 5 - 38 \text{ s}^{-1}$  ein nahezu plastisch-newtonisches Fließverhalten, welches sich gut über alle gängigen Fließmodelle beschreiben lässt. Die Fließgrenze liegt im Bereich von  $\tau_y \approx 200 \text{ Pa}$  und die plastische Viskosität bei  $\eta_{pl} \approx 10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ , welches in etwa auch der Konsistenz  $k$  entspricht. Da die Anwendung von Modellen mit möglichst wenigen Parametern allgemein sinnvoll ist, wäre somit das Bingham-Modell für die Charakterisierung des Betonverhaltens vorzuziehen. Für die zweiten Einzelmessungen mit  $\dot{\gamma}_{rep} \approx 8 - 37 \text{ s}^{-1}$  beschreiben lediglich das Bingham- und das modifizierte Bingham-Modell sinnvolle Werte, sodass das Fließverhalten einerseits als plastisch-newtonisch (Bingham-Modell), andererseits als leicht strukturviskos interpretiert

werden kann (modifiziertes Bingham-Modell). Die Fließgrenzen liegen hier bei  $\tau_{y,B} = 300,85 \text{ Pa}$  und  $\tau_{y,MB} = 272,95 \text{ Pa}$ , die plastischen Viskositäten bei  $\eta_{pl,B} = 10,36 \text{ Pa} \cdot \text{s}$  bzw.  $\eta_{pl,MB} = 13,20 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ . Bei den Werten der zweiten Einzelmessungen sollte jedoch beachtet werden, dass es aufgrund der Zeitverfestigung des Betons zu einem anderen Betonverhalten im Rheometer gekommen ist. Somit besitzen die Werte der zweiten Einzelmessungen zwar höhere Einschränkungen im Messbereich als die ersten Einzelmessungen, sind jedoch zur Beurteilung des rheologischen Verhaltens nicht weniger aussagekräftig und sollte gerade bezüglich der Charakterisierung des zeitabhängigen Verhaltens berücksichtigt werden.

Im Rahmen zukünftiger Untersuchungen ist insbesondere die Charakterisierung des Frischbetons bis Scherraten  $\dot{\gamma}_{rep} < 1$  von hohem Interesse, da dadurch die Anwendbarkeit der Fließmodelle und damit auch das Fließverhalten des Betons wesentlich genauer analysiert werden könnte. Aufgrund der einsetzenden Spaltverkleinerung durch Stagnation war dies in dieser Arbeit jedoch nicht möglich und wäre nur durch die Konstruktion eines deutlich größeren Rheometers mit einem größeren Geometrieparameter von z. B.  $\beta = 0,9$  realisierbar. Mit Kenntnis der Fließgrenze wäre eine Annäherung an das Fließverhalten im niedrigen Scherratenbereich auch möglich, allerdings bieten die gängigen Methoden, wie z. B. das Zwei-Tangenten-Modell, vgl. Kapitel 2.2.2, keine mit dem ACCR realisierbaren Ansätze. Daher wurde in dieser Arbeit eine neue Methode zur Bestimmung der Fließgrenze untersucht und wird in Kapitel 6.6 näher thematisiert.

### Zusatzmessungen

Zur Beurteilung der Sedimentations- und Segregationsneigung sind im Zuge der Anpassung der Betonmischung und während der rheologischen Charakterisierung des SCC Messungen durchgeführt worden. Diese bestanden aus einem sogenannten Zylinder-Sedimentationsversuch [Low03] sowie dem Entnehmen repräsentativer Proben nach vereinzelt Messungen, deren Ergebnisse im nachfolgenden diskutiert werden.

Die Durchführung des Zylinder-Sedimentationsversuchs ist schematisch in Abbildung 6.17 dargestellt. Dazu werden drei übereinandergestapelte Zylinder ( $d_i = 150 \text{ mm}$ ,  $h_z = 150 \text{ mm}$ ,  $h_{ges} = 450 \text{ mm}$ ), welche ein Gesamtvolumen von  $V_{ges} = 8 \text{ l}$  umfassen, direkt nach dem Mischvorgang mit Beton befüllt. Nach einer Ruhepause von  $t = 30 \text{ min}$  werden die einzelnen Zylinder über geeignete Bleche separiert und jeweils über einem Sieb ausgewaschen, sodass nur die Grobkörner zur weiteren Untersuchung verbleiben. Als Maschenweite der Siebe wurden hierbei  $2,0 \text{ mm}$  und  $2,3 \text{ mm}$  verwendet. Nachdem die Körnungen getrocknet wurden, wird die Masse bestimmt und der maximale Sedimentationsgrad  $\Delta m$  entsprechend Gleichung (6.2) definiert [Low03]. Im Fall von Standardbetonen mit Größtkörnern  $\geq 8 \text{ mm}$  wird von einer ausreichenden Sedimentationsbeständigkeit gesprochen, wenn  $\Delta m$  nicht mehr als 20 % beträgt [Low03].



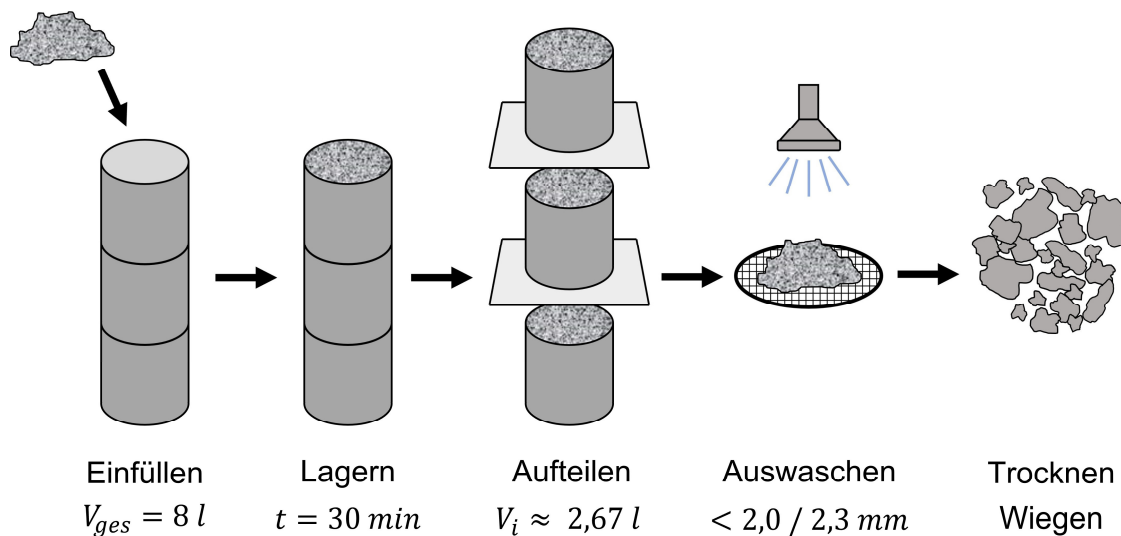


Abbildung 6.17: Schematische Darstellung des Zylinder-Sedimentationsversuchs (nach [Low03])

$$\Delta m = \max \left| \frac{m_i}{\bar{m}} - 1 \right|_{i=1}^3 = \max \left| 3 \cdot \frac{m_i}{\sum_{i=1}^3 m_i} - 1 \right|_{i=1}^3 \quad (6.2)$$

Für den in dieser Arbeit untersuchten Beton mit Größtkörnern  $\leq 4\ mm$  haben sich Sedimentationsgrade von  $\Delta m = 3,25\ \%$  (Maschenweite  $2,3\ mm$ ) und  $\Delta m = 4,16\ \%$  (Maschenweite  $2,0\ mm$ ) ergeben. Beide Sedimentationsgrade liegen demnach weit unter dem als ausreichend befundenen Wert von  $\Delta m = 20\ \%$ . Zwar muss dabei beachtet werden, dass die  $20\ \%$  für Betone mit Größtkörnern  $\geq 8\ mm$  definiert sind und der hier verwendete Beton Größtkörner von  $4\ mm$  aufweist. Allerdings existieren keine Grenzwerte für derartige Betone und üblicherweise sedimentieren größere Partikeln schneller, sodass der vorliegende Beton nach oben aufgeführter Definition durchaus als sedimentationsstabil bezeichnet werden kann.

Der Zylinder-Sedimentationsversuch ist jedoch nur zur Charakterisierung unbelasteter Betone geeignet und liefert keine Aussagen darüber, ob die Scherung im Rheometerspalt zu Sedimentations- bzw. Segregationseffekten führen kann. Daher wurde eine Probelanze konstruiert, mit der nach der Vermessung des Betons im ACCR Proben aus dem Rheometerspalt aus unterschiedlichen Höhen entnommen werden konnten. Die Lanze besitzt vier verschließbare Becher (A1 (oben) bis A4 (unten)) mit einem Volumen von je  $11,65\ cm^3$ , welche gleichmäßig über die Messspatllänge von  $L = 300\ mm$  verteilt sind, vgl. Abbildung 6.18.

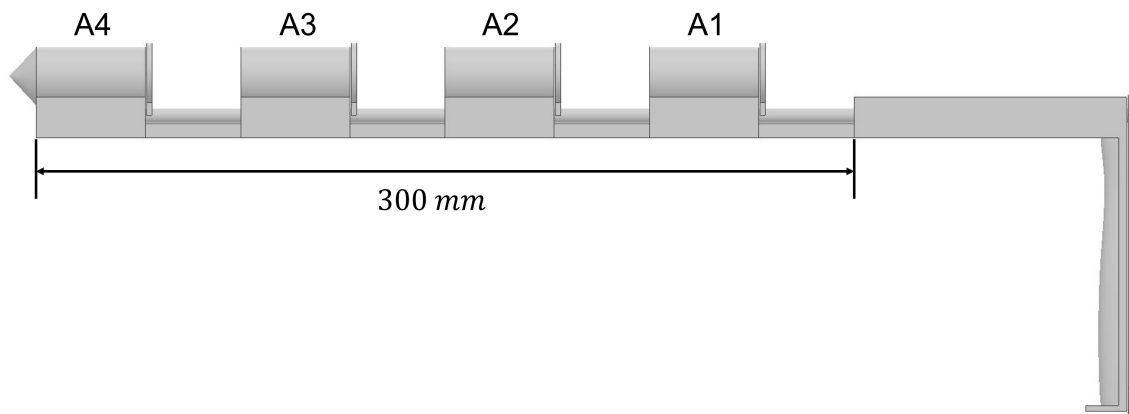


Abbildung 6.18: CAD Konstruktion der Probelanze; links = unten, rechts = oben

Zur Probenentnahme wurde die geschlossene Lanze nach einer komplett durchgeführten Messsequenz in den Spalt eingeführt. Sobald diese in Position war, wurden die Becher geöffnet und die Lanze leicht hin und her bewegt, sodass der Beton in die Becher fließen konnte. Anschließend wurden die Becher geschlossen und die Lanze aus dem Spalt gezogen. Nachdem die einzelnen Proben über einem Sieb mit einer Maschenweite von  $700\ \mu\text{m}$  ausgewaschen wurden, sind die Partikelgrößenverteilungen der einzelnen Becher optisch mit einem Mikroskop bestimmt worden. Das zur Bilderstellung verwendete Lichtmikroskop ist von der Fa. *Carl Zeiss International AG* und trägt die Bezeichnung *Axiocam 506 color*, wobei die Partikelgrößenverteilungen automatisch über die für die Steuerung zuständige, firmeneigene Software *ZEN core V3.1* ermittelt wurden. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abbildung 6.19 zu finden. Der dargestellte Partikeldurchmesser  $d_E$  entspricht dem projektionsflächengleichen Durchmesser einer Kugel, wobei basierend auf diesem Durchmesser die Anzahlverteilungen  $q_0(d_E)$  in Größenklassen von  $100\ \mu\text{m}$  berechnet wurden.

Die Anzahlverteilungen zeigen eindeutig, dass es zu keinen Segregations- und Sedimentationseffekten kommt, da kein Trend dahingehend erkannt werden kann, ob sich eine bestimmte Partikelgröße vorwiegend auf einer bestimmten Höhe des Messspalts befindet. Somit ist der Beton nicht nur im unbelasteten Zustand sedimentationsstabil, sondern zeigt auch während der Scherung keine derartigen Effekte.

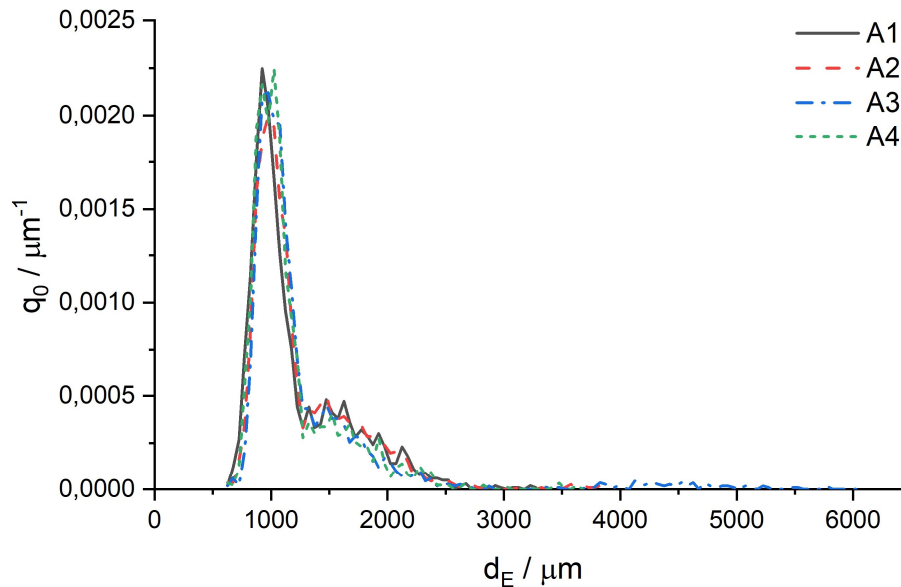


Abbildung 6.19: Partikelgrößenverteilungen der Probenbecher (A1 – A4) für eine repräsentative Messung (Siebmaschenweite 700  $\mu\text{m}$ )

## 6.6 Optische Methode zur Fließgrenzbestimmung

In den vorigen Kapiteln wurde bereits angedeutet, dass sich durch die Bauweise des ACCR die Möglichkeit ergibt, die Fließgrenze von Materialien über eine optische Methode bestimmen zu können. Daher soll in diesem Kapitel zunächst die Funktionsweise dieser Methodik näher erläutert werden. Anschließend wird die Auswertung direkt am Beispiel von Beton im ACCR betrachtet. Im letzten Unterkapitel werden die Fließgrenzen verschiedener Messsequenzen von Beton mit Hilfe der vorgestellten Methode bestimmt und mit den Werten der gängigen Fließmodelle verglichen.

Dabei ist zu bemerken, dass eine Validierung dieser Methode mit den gängigen Methoden der Fließgrenzmessung, d. h. Ein- bzw. Zwei-Tangenten-Methode, vgl. Kapitel 2.2.2, nicht erfolgt ist und im Grunde genommen auch nicht sinnvoll erfolgen kann. Dies liegt insbesondere daran, dass nicht nur diese gängigen Methoden je nach Anwendung zu unterschiedlichen Ergebnissen führen können, sondern sich auch die Art des verwendeten Rheometertyps, z. B. die Verwendung eines Kegel-Platte- oder Koaxialsystems, auf die Ergebnisse auswirken kann. Entsprechend könnten zwar für Referenzfluide wie Ketchup Fließgrenzwerte über kommerzielle Rheometer ermittelt und mit denen der optischen Methode verglichen werden. Allerdings würden sich die Ergebnisse dieses Vergleichs aus genannten Gründen nicht zur Validierung der hier vorgestellten Methode eignen. Dennoch ist zu berücksichtigen, dass der hier durchgeführte Vergleich der optisch ermittelten Fließgrenzen zu den aus den Fließmodellen erhaltenen Werten im Grunde genommen auch selbst eine Validierung der optischen Methode darstellt.

### 6.6.1 Funktionsweise

Das ACCR zeichnet sich im Vergleich zu kommerziellen Rheometern unter anderem dadurch aus, dass der koaxiale Messspalt um ein Vielfaches größer ist und der Geometrieparameter  $\beta$  einen niedrigeren Wert besitzt. Insbesondere der niedrigere Geometrieparameter kann, wie bereits in Kapitel 6.4 und Abbildung 6.6 dargelegt, bei entsprechenden Messparametern dazu führen, dass die Schubspannung am Außenzylinder bereits unter der Fließgrenze  $\tau_y$  liegt, während sie am Innenzylinder noch ausreichend hoch ist und somit ein ungescherter Bereich im Messspalt entsteht. Der dadurch vorliegende Fließgrenzradius  $R_y$ , welcher die Grenze zwischen fließendem (ausgefüllte Fläche) und ruhendem (schraffierte Fläche) Material kennzeichnet, vgl. Abbildung 6.20, kann aufgrund des großen Messspalts über eine über dem Messspalt angebrachten Kamera und entsprechender PIV-Auswertungssoftware bestimmt werden. Zusammen mit dem Drehmoment und Formel (2.14) lässt sich somit die Schubspannung am Radius  $R_y$  ermitteln. Da die Fließgrenze üblicherweise als jene Schubspannung definiert ist, die den Übergang von Feststoffverhalten (ruhendes Material) zu Flüssigkeitsverhalten (fließendes Material) kennzeichnet, vgl. Kapitel 2.2.2, wird im Rahmen der hier vorgestellten Methode die an diesem Radius vorliegende Schubspannung als Fließgrenze definiert.

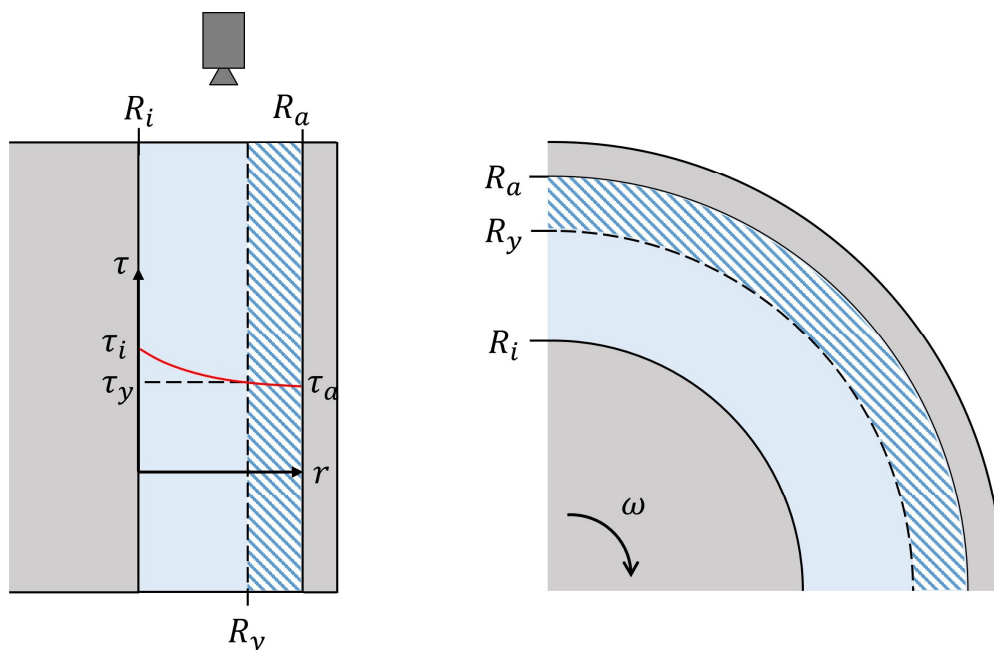


Abbildung 6.20: Schematische Darstellung des Auftretens des gescherten (ausgefüllte Fläche) und ungescherten (schraffierte Fläche) Bereichs im Rheometerspalt aufgrund des Schubspannungsverlaufs und Unterschreiten der Fließgrenze

### 6.6.2 Auswertung mittels PIV-Algorithmen

An erster Stelle der Auswertung steht die Aufzeichnung von Videomaterial. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Aufnahmen mit Hilfe einer Smartphone-Kamera erstellt, welche über dem Messspalt auf dem Gerüst des Rheometers arretiert wurde. Die Videos haben eine Auflösung von 1920x1080 (Full HD) bei einer Bildrate von 60 *fps*. Zur Auswertung wurde die *Matlab*-App PIVlab genutzt, wobei sich 480 Doppelbilder je Scherrate als gute Menge herausgestellt haben. Nachdem einige Standard-Vorbereitungsschritte (Auswahl Auswertebereich durch Maske, Längenkalibrierung, Kontrast etc.) durchgeführt wurden, konnte der PIV-Algorithmus die Doppelbilder analysieren. Die Ergebnisse wurden anschließend in mehreren Schritten automatisch durch PIVlab nachbearbeitet. Als erstes sind nicht sinnvolle Geschwindigkeitsvektoren ausgeschlossen worden, wie z. B. Vektoren, die entgegen der Drehrichtung erzeugt wurden. Anschließend sind noch Filter für Bereiche mit sehr niedrigem Kontrast und Filter für sehr helle Objekte angewandt worden, wobei im gleichen Zug auch fehlende Daten automatisch interpoliert wurden. Abbildung 6.21 (a) zeigt beispielhaft das Ergebnis für ein Doppelbild, Abbildung 6.21 (b) zeigt das mittlere Bild aus allen 480 Doppelbildern, welches für die weitere Auswertung verwendet wurde.

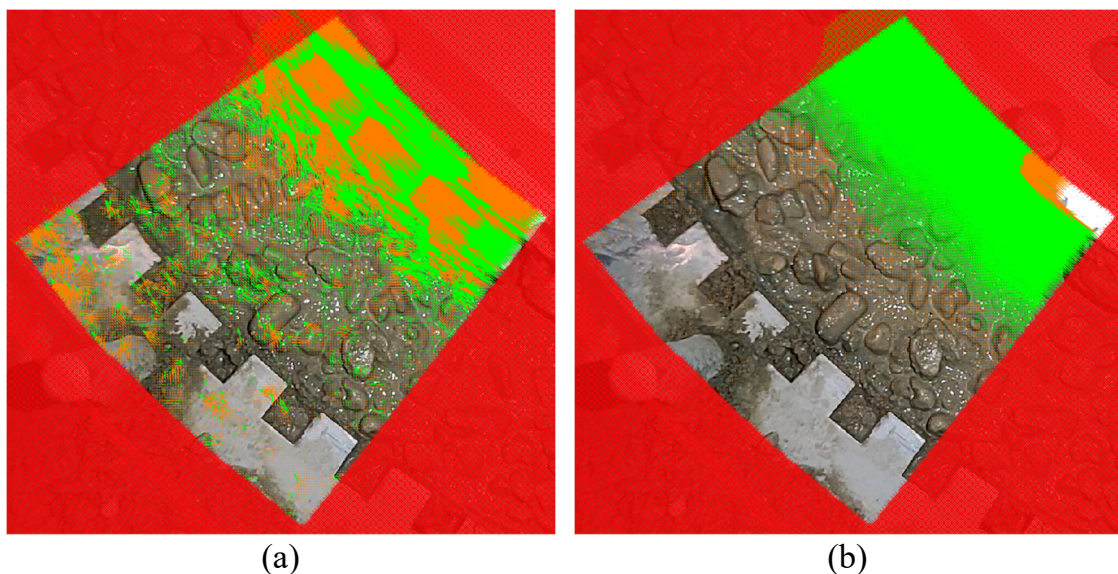


Abbildung 6.21: Beispielhafte Ergebnisse der Anwendung des PIV-Algorithmus auf den Messspalt, orangene Vektoren sind interpolierte Werte; (a) Doppelbild; (b) mittleres Bild aus allen 480 Doppelbildern

Um nun aus diesen Ergebnissen den Fließgrenzradius zu bestimmen, wurde zunächst die in der PIVlab-App verfügbare Funktion einer „poly-line“ genutzt. Durch das Anlegen einer poly-line, welches nur manuell möglich ist, können aus

dem Bild verschiedene Parameter, in diesem Fall die Geschwindigkeit, entlang einer Linie extrahiert werden. Über den gesamten Auswertebereich wurden in dieser Arbeit pro untersuchter Scherrate zehn poly-lines mit einer Auflösung von 2000 Werten pro Linie erstellt, wobei der Startpunkt der poly-lines am Außenzylinder lag, vgl. Abbildung 6.22 (a). Zwar mag das manuelle Anlegen der poly-lines auf den ersten Blick anfällig für Fehler erscheinen, allerdings wurden in einem Fall die poly-lines, zumindest augenscheinlich, bewusst schief gelegt, was lediglich in einer Abweichung von 0,121 % zum „geraden“ Anlegen resultierte. Somit scheint das Verfahren sehr unempfindlich gegenüber derartigen Fehlern zu sein.

Zur Bestimmung des Fließgrenzradius ist zusätzlich ein Grenzwert nötig. Nach der Theorie müsste dieser Wert eine Geschwindigkeit von  $0 \text{ m/s}$  besitzen, da an diesem Punkt das Material aufhört zu fließen. Allerdings erzeugt der PIV-Algorithmus, vermutlich wegen geringer Schwingungen des Rheometers, an keinem Punkt einen derartigen Wert, sodass aufgrund dieses „Rauschens“ eine andere Referenz als Grenzwert für die Auswertung gewählt wurde. Diese Referenz war der im Auswertebereich liegende Außenzylinder, von dem sicher gesagt werden kann, dass er theoretisch eine Geschwindigkeit von  $0 \text{ m/s}$  aufweist. Zur Bestimmung des Grenzwerts wurden pro untersuchter Scherrate ebenfalls zehn poly-lines mit je 2000 Werten über den Außenzylinder gelegt, vgl. Abbildung 6.22 (b), und die Geschwindigkeiten anschließend gemittelt.

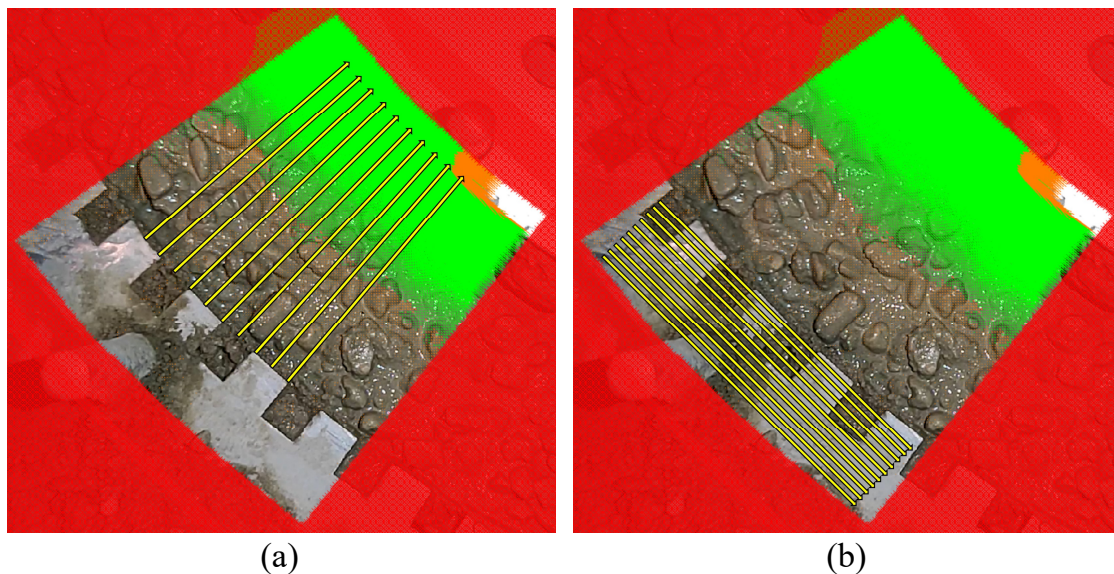


Abbildung 6.22: Schematische Darstellung der Auswertung über die poly-lines (gelb); (a) Erstellung der Messwerte im Messspalt; (b) Erstellung des Grenzwerts für die Auswertung

Im weiteren Verlauf wurden die Werte jeder über den Messspalt gelegten poly-line analysiert, wobei aufgrund der Längenkalibrierung jedem der 2000 Geschwindigkeitswerte auch ein Distanzwert zum Außenzylinder zugeordnet wurde. Ent-

sprechend kann nun untersucht werden, bei welcher Distanz  $H_y$  der zuvor bestimmte Grenzwert unterschritten wird, was mit Hilfe der gegebenen Messspaltlänge des ACCR zum Fließgrenzradius führt. Für jeden Fließgrenzradius wurde im letzten Schritt die Schubspannung an diesem Radius, welcher der Fließgrenze entspricht, über das gemessene Drehmoment berechnet und anschließend der Mittelwert aus allen zehn Fließgrenzen bestimmt. Abbildung 6.23 zeigt beispielhaft die Auswertung des Fließgrenzradius  $R_y$ . Zu sehen ist der Geschwindigkeitsverlauf  $u$  über dem Messspalt  $H$  der Messung 13 bei einer Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 2 \text{ s}^{-1}$ , wobei nur jeder 20. Wert dargestellt ist. Der Grenzwert für den stillstehenden Beton betrug dabei  $u_{\text{Grenz}} = 0,562 \text{ mm/s}$ . Der dazugehörige Distanzwert von  $H_y = 10,2 \text{ mm}$  kennzeichnet den ersten Wert, an dem, ausgehend von hohen zu niedrigen Geschwindigkeiten, den Grenzwert  $u_{\text{Grenz}}$  unterschritten wurde. Es ergibt sich somit ein Fließgrenzradius von  $R_y = (27,5 - 10,2) \text{ mm} = 17,3 \text{ mm}$ .

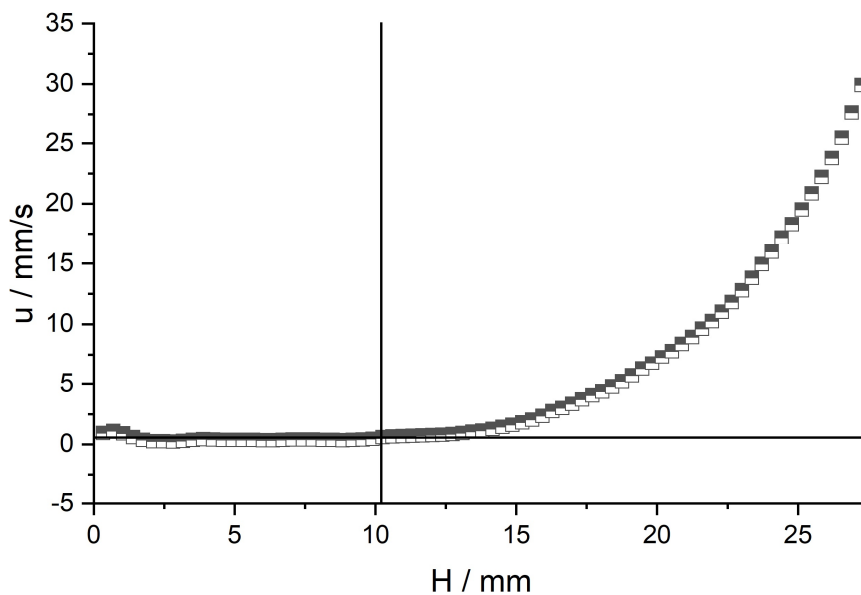


Abbildung 6.23: Ermittlung der Distanz  $H_y$  vom Außenzylinder bis zum Auftreten der Fließgrenze über die Grenzgeschwindigkeit  $u_{\text{Grenz}}$  am Beispiel der Messung 13 für eine Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 2 \text{ s}^{-1}$

### 6.6.3 Ergebnisse der optischen Fließgrenzbestimmung von Beton

Einer der großen Vorteile der optischen Fließgrenzmessung besteht darin, dass diese direkt in einen normalen Messzyklus integriert werden kann. Daher wurden im Rahmen der letzten drei Messsequenzen der Betoncharakterisierung mit angepasster Mischung (SCC2), d. h. Messsequenzen 13-15, Videos angefertigt, mit Hilfe derer die Fließgrenze über die optische Methode analysiert wurde. Zusätzlich wurde eine weitere Messsequenz, im Folgenden als Messsequenz 16 bezeichnet, durchgeführt, welche in der folgenden Analyse ebenfalls einbezogen wird. Wie

bereits in Kapitel 6.5.2 ersichtlich, sind insbesondere die Werte der ersten Einzelmessungen aufgrund der Zeitverfestigung weniger im Messbereich eingeschränkt. Aus diesem Grund wird auch die optische Fließgrenzbestimmung im Nachfolgenden lediglich mit den ersten Einzelmessungen durchgeführt. Dabei ist zu erwähnen, dass Messsequenzen 14 und 15 in der vorangegangenen Betoncharakterisierung zwar nicht berücksichtigt wurden, dies lag jedoch vornehmlich an den in den zweiten Einzelmessungen auftretenden ungescherten Bereichen und wirkt sich bei der hier durchgeführten Untersuchung der ersten Einzelmessungen nicht aus, zumal die Messungen hier unabhängig voneinander und nicht im Hinblick auf die Reproduzierbarkeit betrachtet werden.

Die über die optische Fließgrenzbestimmung ermittelten Fließgrenzen inklusive der Mittelwerte sind für jede Messung und Scherrate in Tabelle 6.7 dargestellt. Weiterhin sind die über die gängigen Fließmodelle bestimmten Fließgrenzen sowie die Abweichungen der Fließmodell-Werte zum optisch bestimmten Mittelwert angegeben. Für die optische Methode wurde der Mittelwert aus allen untersuchten Scherraten einer Messung gebildet, wobei als Messfehler die Standardabweichung gegeben ist. Eine mögliche Erhöhung der Fließgrenze durch den Zeiteinfluss wurde dabei vernachlässigt, da die Scherraten zeitlich eng beieinander lagen, vgl. Tabelle 6.3. Für die Messungen 14-16 konnten drei Scherraten von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 2 - 4 \text{ s}^{-1}$  analysiert werden, für Messung 13 ergab eine Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 4 \text{ s}^{-1}$  keine sinnvollen Werte, da die Spaltverkleinerung durch Stagnation, wenn überhaupt, erst geringfügig aufgetreten ist. Eine Scherrate von  $\dot{\gamma}_{i,s} = 1 \text{ s}^{-1}$  war in allen Fällen nicht auswertbar, da die Geschwindigkeitsprofile der poly-lines zu große Schwankungen im Bereich des Grenzwertes aufgewiesen haben. Die Fließgrenzen der Fließmodelle sind, wie in Kapitel 6.5.2 geschehen, lediglich über die Fits des reduzierten Scherratenbereichs ( $\dot{\gamma}_{rep} = 5 - 38,18 \text{ s}^{-1}$ ) ermittelt worden.

Zunächst lässt sich an den Werten in Tabelle 6.7 erkennen, dass die Größenordnung der optisch bestimmten Fließgrenzen mit denen aus den Fließmodellen übereinstimmt, was für die Validität der optischen Methode spricht. Die Variationskoeffizienten liegen für die optischen Fließgrenzen in einem Bereich zwischen 0,017 (Messung 13) und 0,074 (Messung 15), was im Hinblick auf die in Kapitel 6.5.2 genannten Grenzwerte als gut bis sehr gut zu bewerten ist. Werden die Abweichungen der Fließmodell-Werte zu den optischen Werten näher betrachtet, fällt auf, dass insbesondere die Werte des Herschel-Bulkley-Modells in allen Fällen die größten Abweichungen zu den optischen Fließgrenzen aufweisen. Dies deckt sich mit den Ergebnissen aus Kapitel 6.5.2, da auch hier die anderen beiden Modelle, d. h. Bingham- und modifiziertes Bingham-Modell, eine bessere Anwendbarkeit als das Herschel-Bulkley-Modell gezeigt haben. Eine eindeutige Aussage darüber, welches der beiden Bingham-Modelle in diesem Fall vorgezogen werden sollte,



lässt sich aufgrund des Mangels an Messungen an dieser Stelle jedoch nicht treffen, da keins der beiden Modelle für alle Messungen die geringste Abweichung zur optischen Fließgrenze besitzt.

Tabelle 6.7: Fließgrenzen  $\tau_y$  der Messungen 13-16; ermittelt über die optische Fließgrenzmethode für jede untersuchte Scherrate  $\dot{\gamma}_{i,s}$  inklusive des Mittelwerts  $\tau_{y,m}$ ; ermittelt über die gängigen Fließmodelle inklusive der Angabe der Abweichungen zum optisch bestimmten Mittelwert

Messung	Optische Fließgrenzbestimmung			Fließmodelle		
	$\dot{\gamma}_{i,s} / s^{-1}$	$\tau_y / Pa$	$\tau_{y,m} / Pa$	$\tau_{y,B} / Pa$	$\tau_{y,HB} / Pa$	$\tau_{y,MB} / Pa$
13	2	176,56	$177,02 \pm 2,95$	209,54	244,59	233,65
	3	177,48				
	Abweichung Fließmodelle zu $\tau_{y,m} / \%$				18,37	38,17
14	2	229,98	$241,08 \pm 13,24$	244,50	253,66	248,05
	3	233,97				
	4	259,28				
Abweichung Fließmodelle zu $\tau_{y,m} / \%$				1,42	5,22	2,89
15	2	236,72	$250,92 \pm 18,63$	254,25	269,86	261,44
	3	240,51				
	4	278,26				
Abweichung Fließmodelle zu $\tau_{y,m} / \%$				1,33	7,55	4,19
16	2	227,71	$242,86 \pm 13,46$	284,87	179,29	247,46
	3	241,01				
	4	259,84				
Abweichung Fließmodelle zu $\tau_{y,m} / \%$				17,30	-26,17	1,90

Allerdings lassen sich durch die hier optisch ermittelten Fließgrenzen auch Rückschlüsse bezüglich der bereits in Kapitel 6.5.2 diskutierten, niedrigen Scherraten treffen. Wie erwähnt, wurde der Bereich niedriger Scherraten aufgrund der dort auftretenden Stagnationszonen und der damit einhergehenden Spaltverkleinerung in der weiteren Auswertung nicht betrachtet und die Fließmodelle wurden

somit ohne diesen Bereich an die Messwerte gefittet. Die vermeintlich auftretende Scherverdünnung für  $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$  konnte somit nicht abgebildet bzw. modelliert werden und es konnte aufgrund der Spaltverkleinerung durch Stagnation nur vermutet werden, dass eine Auswertung der Messwerte in diesem Scherratenbereich nicht zulässig ist und eine Scherverdünnung somit nicht auftritt. Durch die hier ermittelten optischen Fließgrenzen kann jedoch sehr wahrscheinlich ausgeschlossen werden, dass eine derartige Scherverdünnung auftritt, sodass dieser Effekt auf fehlerhafte Messwerte durch die einsetzende Bildung von Stagnationszonen zurückzuführen ist. Würde die Scherverdünnung tatsächlich in diesem Ausmaß stattfinden, wären die optisch ermittelten Fließgrenzen des Betons deutlich reduziert und auch die hohe Übereinstimmung mit den Fließgrenzen der Bingham-Modelle, von denen eins sogar rein plastisch-newtonisches Fließverhalten voraussetzt, wäre nicht gegeben. Gleichzeitig spricht die hohe Übereinstimmung mit den Fließgrenzwerten der Modelle aber auch für die Anwendbarkeit dieser selbst.

Der Vergleich der über die optische Methode ermittelten Fließgrenzen mit den Modellwerten zeigt somit, dass die Methode ein hohes Potential zur Bestimmung rheologischer Kenngrößen bietet, die, je nach Material und Messgerät, durch gängige Rheometrie unzugänglich sein können. Sie bietet dabei nicht nur den Vorteil einer einfachen Integration in den Messzyklus, sondern kann auch zur Identifizierung möglicher Messfehler beitragen. Daher sollte die Methode zukünftig standardmäßig in das ACCR integriert werden und auch hinsichtlich der Möglichkeit einer gesamten Analyse des Fließfeldes und Verbesserungspotentialen geprüft werden.

## 7 Simulation des effektiven Spalts in Koaxialgeometrien

Nahezu alle Suspensionen neigen, je nach Partikelkonzentration, zum Wandgleiten. Wie in Kapitel 2.4.2 beschrieben, können rheologische Werte beim Auftreten von Wandgleiten einerseits durch aufwändige mathematische Ansätze korrigiert werden. Andererseits besteht die in der Praxis vielfach angewandte Möglichkeit, strukturierte Messoberflächen einzusetzen, welche das Wandgleiten bereits während der Messung unterbinden sollen, vgl. Kapitel 2.2.4. Zahlreiche Untersuchungen zeigen jedoch, dass das Fließfeld beim Einsatz strukturierter Messgeometrien derart gestört wird, dass die Bestimmung rheologischer Absolutwerte mit diesen Geometrien nicht möglich ist, vgl. Kapitel 3.2. Folglich müssen auch die über strukturierte Messoberflächen ermittelten Werte einer Korrektur unterzogen werden. Allerdings zeigen die in der Vergangenheit durchgeführten Untersuchungen weiterhin, dass die Ableitung einer für alle Koaxialsysteme gültigen Radienkorrektur  $\Delta R$  nur schwer möglich ist, vgl. Kapitel 3.2. Vielmehr besteht die Vermutung, dass der Korrekturwert in Abhängigkeit von der Messgeometrie und teilweise auch in Abhängigkeit von dem verwendeten Fluid berechnet werden muss, was mit einem hohen Zeit- und Ressourcenaufwand verbunden ist und keinen wesentlichen Vorteil gegenüber gängigen Wandgleitkorrekturen bieten würde.

Um jedoch eine einfache Methode zur Bestimmung der Radienkorrektur für beliebige Koaxialgeometrien zu entwickeln, wurde in dieser Arbeit ein Ansatz über CFD-Simulation verfolgt. Dafür sind im Rahmen der Untersuchung von zwei homogenen, newtonischen Fluiden und einer Suspension die über Labormessungen und Simulation ermittelten Korrekturwerte miteinander verglichen worden. In den nachfolgenden Unterkapiteln werden zunächst die relevanten Informationen zu den verwendeten Materialien und Methoden dargestellt. Anschließend erfolgt die Bestimmung und Anwendung der Radienkorrekturen für Labormessungen. Nachdem dies ebenfalls für die CFD-Simulationen präsentiert wird, werden die Ergebnisse beider Methoden miteinander verglichen und das Fließfeld innerhalb der Strukturen wird über die Simulationsergebnisse näher charakterisiert. Den Abschluss findet dieses Kapitel in der Anwendung der Radienkorrekturen auf eine mittelkonzentrierte Suspension. Nachfolgende Ergebnisse wurden teilweise mit der studentischen Arbeit von [Jäg19] erarbeitet.

## 7.1 Methoden und Materialien

### 7.1.1 Bestimmung der Korrekturwerte

Das Ziel hinter der Ermittlung von Korrekturwerten besteht darin, eine messsystemspezifische Radienkorrektur  $\Delta R$  abzuleiten, die auf eine Vielzahl von Fluide angewandt werden kann. Als Grundlage für die Bestimmung dient der von Nicker-son et al. vorgestellte Ansatz für Platte-Platte-Systeme, vgl. Formel (3.1), welche im Rahmen dieser Arbeit entsprechend an Koaxialsysteme angepasst wurde und im Folgenden erläutert wird.

Der Einsatz von strukturierten Messgeometrien beruht auf der Annahme, dass das Fließfeld tatsächlich nur durch den minimalen Abstand zwischen Außen- und Innenzylinder beschrieben wird und kein Fließen innerhalb der Strukturen stattfindet. Wenn dem so wäre, müssten mit strukturierten Messgeometrien und mit glatten bzw. absoluten Referenzsystemen die gleichen Viskositäten gemessen werden. Da dies, wie sich bereits herausgestellt hat, nicht der Fall ist, muss eine Korrektur erfolgen. Der Ansatz für die Korrektur besteht nun darin, dass die wahre Viskosität  $\eta_w$ , welche der Referenzviskosität  $\eta_{ref}$  entspricht, aus der scheinbaren Viskosität  $\eta_s$ , die mit den strukturierten Geometrien gemessen wurde, durch Einführung einer Radienkorrektur  $\Delta R$  berechnet werden kann. Die Radienkorrektur ist sowohl für den Innenradius  $\Delta R_i$  als auch für den Außenradius  $\Delta R_a$  zu berücksichtigen. Um jedoch ein stabiles numerisches Verfahren zu gewährleisten, muss die Annahme  $\Delta R_i = \Delta R_a = \Delta R$  getroffen werden. Auf der Grundlage von Gleichung (2.23) lässt sich nun durch Kürzen aller Parameter bis auf  $\beta = (R_i/R_a)^2$  und  $R_i$ , welche sich aufgrund des  $\Delta R_i$  bzw.  $\Delta R_a$  von den Werten des Referenzsystems unterscheiden, folgende Beziehung zwischen  $\eta_w$  und  $\eta_s$  ableiten, vgl. Gleichung (7.1). Da  $\eta_w$  für ein gegebenes Fluid bekannt ist,  $\eta_s$  gemessen werden kann und auch  $R_i$  und  $R_a$  bekannt sind, lässt sich die Radienkorrektur  $\Delta R$  direkt berechnen.

$$\frac{\eta_w}{\eta_s} = \frac{\frac{M_d \cdot (1 - \beta_w)}{4 \cdot \pi \cdot \omega_i \cdot (R_i - \Delta R_i)^2 \cdot L}}{\frac{M_d \cdot (1 - \beta)}{4 \cdot \pi \cdot \omega_i \cdot R_i^2 \cdot L}} = \frac{\left(1 - \frac{(R_i - \Delta R_i)^2}{(R_a + \Delta R_a)^2}\right) \cdot R_i^2}{\left(1 - \frac{R_i^2}{R_a^2}\right) \cdot (R_i - \Delta R_i)^2} = \frac{\left(1 - \frac{(R_i - \Delta R)^2}{(R_a + \Delta R)^2}\right) \cdot R_i^2}{\left(1 - \frac{R_i^2}{R_a^2}\right) \cdot (R_i - \Delta R)^2} \quad (7.1)$$

### 7.1.2 Koaxialgeometrien

Als Referenzsystem für die Korrektur wurde ein Standardkoaxialsystem (*Anton Paar CC27*) mit einem Innenradius von  $R_i = 13,333 \text{ mm}$ , einem Außenradius von  $R_a = 14,462 \text{ mm}$  und einer Messlänge von  $L = 40,026 \text{ mm}$  verwendet. Für die Durchführung von Wandgleitkorrekturen sind zwei weitere Koaxial-

systeme (CC14 und CC25) nach den durch die ISO 3219 vorgegebenen Anforderungen an genormte Systeme gefertigt worden, vgl. Tabelle 7.1. Um den Einfluss verschiedener Strukturparameter auf die effektive Spalterweiterung zu untersuchen, wurden strukturierte Koaxialsysteme auf Basis des CC25-Systems hergestellt, vgl. Abbildung 7.1 (a). Die Strukturen bestehen aus rechteckigen Nuten, wobei drei Nuttiefen ( $D_1 = 0,3 \text{ mm}$ ,  $D_2 = 0,65 \text{ mm}$ ,  $D_3 = 1 \text{ mm}$ ) und zwei Nutbreiten ( $B_1 = 1,1 \text{ mm}$  (schmal),  $B_2 = 2,1 \text{ mm}$  (breit)) gefertigt wurden. Die Nuttiefen beziehen sich dabei auf die maximal vorliegende Nuttiefe, da diese aufgrund der Krümmung der Zylinder und der Rechteckform der Nuten über der Nutbreite leicht variiert. Für den Außenzylinder liegt die maximale Nuttiefe somit am Rand der Nut vor und für den Innenzylinder in der Nutmitte, vgl. Abbildung 7.1 (b). Alle strukturierten Messsysteme besitzen eine Messlänge (Innenzylinder) von  $L = 36,84 \text{ mm}$ . Zur Gewährleistung möglichst genauer Dimensionen sind alle Systeme zunächst aus Edelstahl 3D-gedruckt und anschließend auf einer Drehbank nachbearbeitet worden. Die einzelnen Maße können der Tabelle 7.1 entnommen werden. Die aufgeführten Stegbreiten  $S_i$  (innen) und  $S_a$  (außen) sind aufgrund der unterschiedlichen Anzahl an Nuten für beide Zylinder angegeben. Die Anzahl an Nuten liegt für die schmalen Systeme bei 38 (innen) und 42 (außen), für die breiten Systeme liegt diese bei 26 (innen) und 28 (außen). Die strukturierten Messsysteme werden im weiteren Verlauf mit den in Tabelle 7.1 enthaltenen Abkürzungen „rDDDB“ beschrieben (r = rechteckig, DDD = Nuttiefe in  $10 \mu\text{m}$ , B = Nutbreite in gerundeten  $\text{mm}$ ). Die Messkörperlänge und die Stegbreite werden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht in die Kürzel mit einbezogen.

Tabelle 7.1: Abmessungen der verwendeten Koaxialsysteme, vgl. Abbildung 7.1

System	$R_i / \text{mm}$	$R_a / \text{mm}$	$L / \text{mm}$	$D / \text{mm}$	$B / \text{mm}$	$S_i / \text{mm}$	$S_a / \text{mm}$
CC14	7,080	7,680	21,24	-	-	-	-
CC25	12,280	13,320	36,84	-	-	-	-
CC27	13,333	14,462	40,03	-	-	-	-
r0301	12,265	13,305	36,84	0,30	1,1	0,93	0,90
r0651	12,270	13,310	36,84	0,65	1,1	0,93	0,90
r1001	12,260	13,295	36,84	1,00	1,1	0,93	0,90
r0302	12,260	13,295	36,84	0,30	2,1	0,87	0,89
r0652	12,260	13,295	36,84	0,65	2,1	0,87	0,89
r1002	12,260	13,305	36,84	1,00	2,1	0,87	0,89

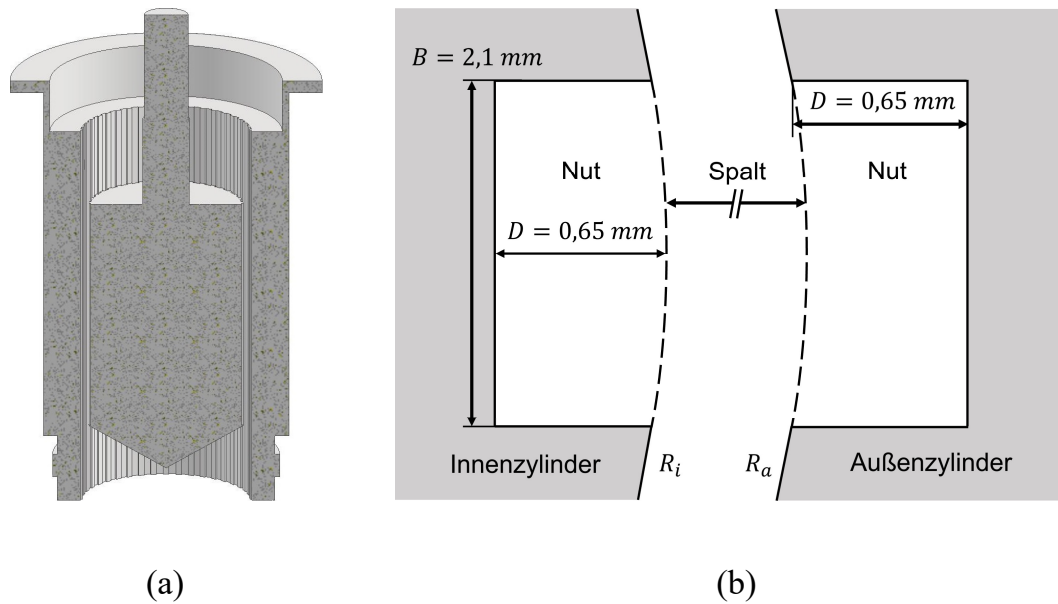


Abbildung 7.1: (a) CAD-Konstruktion eines beispielhaften, strukturierten Messsystems; (b) schematische Darstellung der Nut- und Spaltmaße des System r0652

### 7.1.3 Labormessungen

Alle Messungen wurden mit dem Rheometer Physica MCR 501 der Fa. *Anton Paar* durchgeführt. Aufgrund der effizienten Temperiermöglichkeit von koaxialen Systemen lag die mittlere Temperatur aller Messungen bei  $T = 20,0\text{ °C}$  mit  $\Delta T < 0,5\text{ °C}$ . Die maximale Drehmomentgenauigkeit liegt bei 0,5 %, was bei den in dieser Arbeit verwendeten Fluiden zu einem Drehmomentfehler von 5 % bei  $0,1\text{ s}^{-1}$  führte, welcher sich bei  $1\text{ s}^{-1}$  bereits auf 0,4 % reduziert hat. Zur Steuerung des Rheometers und zur Datenerfassung wurde die *Anton Paar*-Software RheoPlus (RHEOPLUS/32 V3.31) verwendet.

Als Materialien wurden die Silikonöle AK 1000 und AK 5000 der Fa. *Wacker* ausgewählt, da diese im untersuchten Scherratenbereich ein newtonisches Fließverhalten mit kinematischen Viskositäten von  $\nu = 1000\text{ mm}^2/\text{s}$  bzw.  $\nu = 5000\text{ mm}^2/\text{s}$  (Herstellerangaben) aufweisen, vgl. Abbildung 7.2. Zur Herstellung der Suspension wurde das AK 5000 mit 21,23 Vol.-% *Spheromers*® CA40 Partikeln ( $x_{50} = 48,5\text{ }\mu\text{m}$ ) vermengt.

Die Silikonöle wurden vor den Messungen nicht vorbehandelt, da es sich bei ihnen um sehr homogene Materialien handelt. Anders wurde hingegen mit den Suspensionen verfahren. Diese sind vor jeder Messsequenz, bestehend aus drei Einzelmessungen, neu angemischt worden. Die Gründe dafür lagen insbesondere in der Reproduzierbarkeit, da Konzentrationsschwankungen durch ein zeitbedingtes Entmischen vermieden werden sollten. Nach dem erstmaligen Mischen sind

die Suspensionen in einem Ultraschallbad zur Entgasung bei 19 °C für 60 min behandelt und erneut gemischt worden. Da die durch das Ultraschallbad verursachte Reibung die Suspensionen auf ca. 30 °C erwärmt hat, sind diese vor dem Einfüllen in den Messbecher auf 20 °C abgekühlt worden.

Um die Bildung von Luftblasen zu vermeiden, sind alle Materialien entlang der Messgeometriewand eingefüllt worden. Der Innenzylinder wurde anschließend mit sehr niedriger Geschwindigkeit (100  $\mu\text{m/s}$ ) in den Becher gesenkt und die Temperatur ist auf 20 °C eingestellt worden. Nachdem überschüssiges Material entfernt oder zusätzliches Material in den Messspalt gefüllt worden war, wurde das Messprogramm gestartet, vgl. Tabelle 7.2.

Tabelle 7.2: Messprogramm der Labormessungen

<b>Temperierzeit / min</b>	10 (Silikonöl) / 15 (Suspension)
<b>Zeit Vorscherung / s</b>	30
<b>Scherrate Vorscherung / s<sup>-1</sup></b>	10
<b>Pause / s</b>	15
<b>Scherratenrampe (log) / s<sup>-1</sup></b>	0,1 – 100
<b>Anzahl Messpunkte</b>	36
<b>Messzeit (log) / s</b>	10 – 5

Zur besseren Vergleichbarkeit wird im Folgenden die mit den strukturierten Geometrien gemessene scheinbare Viskosität  $\eta_s$  auf die Referenzviskosität  $\eta_w$  normiert und als  $\eta_n$  bezeichnet, vgl. Gleichung (6.1). Diese entspricht dem Kehrwert des ersten Terms in Gleichung (7.1) und kann somit auch direkt zur Berechnung der Radienkorrekturen verwendet werden.

$$\eta_n = \frac{\eta_s}{\eta_w} \quad (7.2)$$

#### 7.1.4 CFD-Simulation

Zur Durchführung der Simulationen wurde die Open-Source-Software *OpenFOAM* (Version v2012) genutzt. Die Erstellung der STL-Dateien der Geometrien erfolgte erst mit *Autodesk Inventor Professional 2022* (gesamte Geometrie) und

anschließend mit der Freeware *Blender* (Auswahl der einzelnen Geometrieflächen), wobei die Meshs mit der *blockMesh*- und *snappyHexMesh*-Funktion von *OpenFOAM* generiert wurden.

Da die Strömung im koaxialen Messspalt sehr gut und mit nur sehr geringen Abweichungen über einen zweidimensionalen Ansatz beschrieben werden kann, wurde der Messspalt lediglich mit einer Zelle mit der virtuellen Länge von  $0,3\text{ mm}$  und mit dem Solver *simpleFoam* simuliert. Um das Fließfeld auch innerhalb der Nuten analysieren zu können, wurde in den Solver ein Post Processing Schritt integriert, dessen Funktionsweise in 7.2.2 näher erläutert wird.

Obwohl es sich grundsätzlich um eine dynamische Simulation handelt, ist nur das stationäre Fließfeld von Interesse. Daher wurde die sogenannte MRF-Methode (Multiple Reference Frame) angewandt, die mit einem stationären Mesh arbeitet, die Rotation aber dennoch durch Anpassung der Impulsgleichung berücksichtigt.

Die Nachbearbeitung und Extraktion der einzelnen Zellenwerte erfolgte mit der Freeware *ParaView*. Eine fundierte Auswertung des Strömungsfeldes und der Eindringtiefen wurde durch einen selbstgeschriebenen *Matlab*-Algorithmus realisiert.

## 7.2 Ergebnisse und Diskussion

In den nachfolgenden Unterkapiteln werden die Ergebnisse der Labormessungen sowie der Simulationen präsentiert. Die Labormessungen fokussieren sich dabei zunächst auf die Bestimmung der Referenzwerte aller untersuchten Fluide. Anschließend werden die Radienkorrekturen für ein newtonisches Fluid (AK 5000) über den Vergleich des Referenzmesssystems mit den strukturierten Systemen bestimmt. Diese Korrekturwerte werden dann auf das AK 5000 selbst angewandt und die Übertragbarkeit auf ein anderes newtonisches Fluid (AK 1000) wird überprüft. Im darauffolgenden Unterkapitel wird zunächst die Simulationsmethode bewertet und dann werden die Simulationsergebnisse mit den Laborergebnissen verglichen. Eine nähere Auswertung des Fließfeldes über die Simulation findet ebenfalls statt. Das Kapitel findet seinen Abschluss in der Übertragung der Korrekturwerte auf eine Suspension.

### 7.2.1 Laborergebnisse

#### Bestimmung der Referenzwerte

Zur Bestimmung der Referenzwerte ist bei beiden Silikonölen das Standard-Messsystem CC27 verwendet worden. Da bei der Suspension eine Wandgleitkorrektur erforderlich ist, wurde diese mit den Eigenfertigungen CC14 sowie CC25 vermessen und anschließend über die in Kapitel 2.4.2 präsentierten Ansätze korrigiert. Die in den jeweils drei Einzelmessungen ermittelten Werte wurden für die



weitere Untersuchung gemittelt. Abbildung 7.2 stellt beispielhaft die Fließkurven für das Silikonöl AK 5000 dar. Es zeigt sich im betrachteten Scherratenbereich ein nahezu ideales, newtonisches Fließverhalten, welches ebenfalls für das Silikonöl AK 1000 und die Suspension gilt, vgl. Tabelle 7.3.

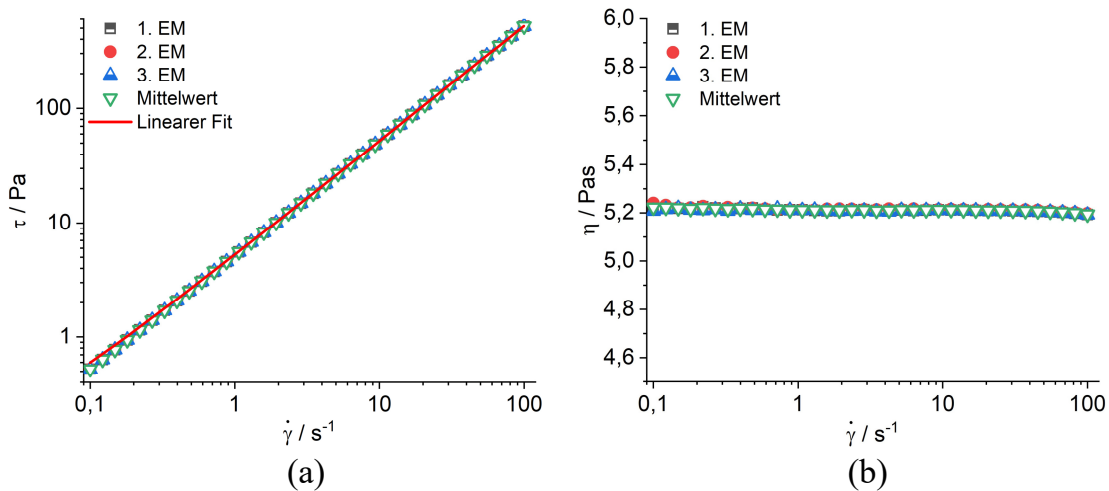


Abbildung 7.2: Einzelmessungen und Mittelwert für das Silikonöl AK 5000, gemessen mit dem CC27-Messsystem bei  $T = 20,0\text{ °C}$  ( $\Delta T < 0,5\text{ °C}$ ); (a) Schubspannung über Scherrate; (b) Viskosität über Scherrate

Tabelle 7.3: Fitparameter der linearen Regression für AK 1000, AK 5000 und die Suspension

Material	$\eta / \text{Pa} \cdot \text{s}$	$R^2$
AK 1000	$1,087 \pm 0,003$	$\approx 1$
AK 5000	$5,211 \pm 0,001$	$\approx 1$
Suspension	$11,369 \pm 0,017$	$\approx 1$

### Bestimmung der Radienkorrekturen

Zur Ermittlung der Korrekturwerte wurden die normierten Viskositäten für das AK 5000 mit allen strukturierten Systemen bestimmt, vgl. Abbildung 7.3, wobei die Fehlerbalken den mittels Gaußscher Fehlerfortpflanzung ermittelten Fehler darstellen. Das AK 5000 wurde dem AK 1000 vorgezogen, da aufgrund der höheren Viskosität eine höhere Messgenauigkeit zu erwarten ist. Für die folgende Auswertung werden nur Scherraten ab  $\dot{\gamma} = 2\text{ s}^{-1}$  betrachtet, da bei Scherraten  $\dot{\gamma} < 2\text{ s}^{-1}$  einige Messungenauigkeiten zu beobachten waren, vgl. Abbildung 7.3.

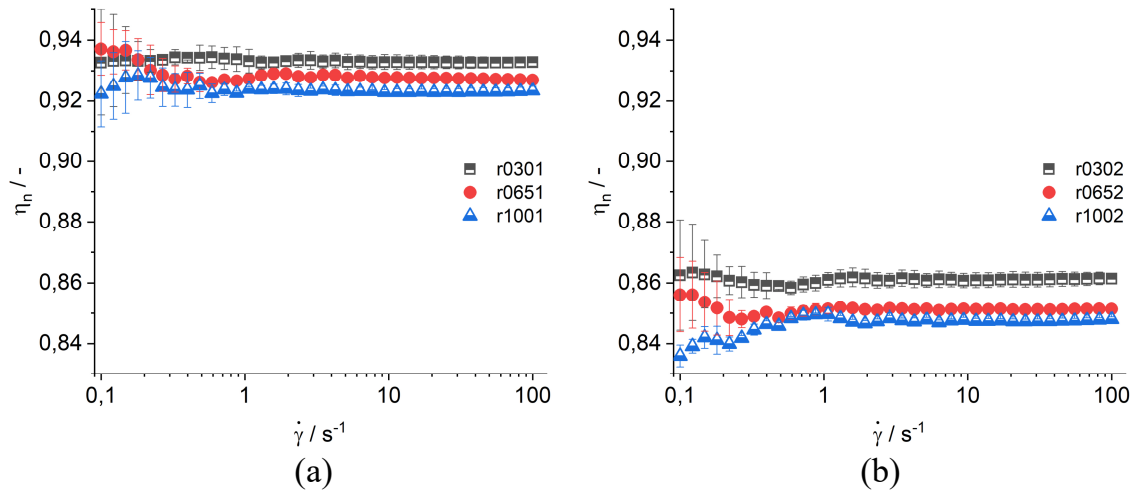


Abbildung 7.3: Normierte Viskositäten  $\eta_n$  über der Scherrate  $\dot{\gamma}$  für das Silikonöl AK 5000 für (a) schmale Nuten ( $B = 1,1 \text{ mm}$ ) und (b) breite Nuten ( $B = 2,1 \text{ mm}$ )

An Abbildung 7.3 ist zu erkennen, dass alle normierten Viskositäten unterhalb von 1 liegen und eine erwartungsgemäße Abnahme mit zunehmender Nuttiefe und Nutbreite aufweisen. Ein newtonisches Fließverhalten zeigt jedoch weiterhin über den gesamten Scherratenbereich, sodass die von Bauer et al. [Bau95] aufgeführte Hypothese einer Scherratenunabhängigkeit der Eindringtiefe gestützt wird. Aufgrund dessen wurden für die Berechnung der Radienkorrekturen die normierten Viskositäten über den gesamten betrachteten Scherratenbereich gemittelt. Die Werte der so ermittelten Radienkorrekturen sind für alle Nuttiefen und Nutbreiten in Abbildung 7.4 zu finden. Die Fehlerbalken entsprechen auch hier dem mittels Gaußscher Fehlerfortpflanzung ermittelten Fehler.

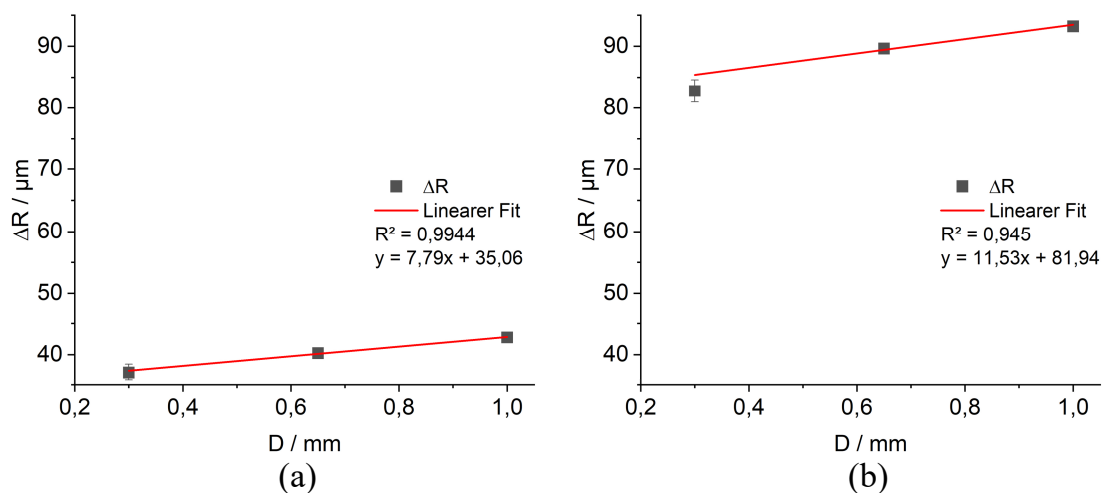


Abbildung 7.4: Radienkorrektur  $\Delta R$  über der Nuttiefe  $D$  für (a) schmale ( $B = 1,1 \text{ mm}$ ) und (b) breite Nuten ( $B = 2,1 \text{ mm}$ )

Wie zu vermuten, nimmt  $\Delta R$  für beide Nutbreiten mit steigender Nuttiefe zu, was dahingehend interpretiert werden kann, dass die Strömung tiefer in die Nuten eindringt. Dennoch lassen sich auch einige Unterschiede zwischen den Nutbreiten erkennen, wobei zunächst der unterschiedliche Wertebereich für  $\Delta R$  deutlich wird. Bei den schmalen Nuten liegt der Korrekturradius im Bereich von ca.  $37 - 43 \mu\text{m}$ , während dieser Bereich bei den breiten Nuten ca.  $83 - 93 \mu\text{m}$  beträgt. Weiterhin ist zu erkennen, dass  $\Delta R$  bei den schmalen Nuten eine lineare Abhängigkeit von der Nuttiefe zu zeigen scheint ( $R^2 = 0,9944$ ). Für die breiten Nuten lässt sich diese Aussage nur mit gewissen Einschränkungen treffen ( $R^2 = 0,945$ ).

Die Zunahme von  $\Delta R$  mit steigender Nuttiefe und Nutbreite ist erwartungsgemäß. Eine Erklärung dafür ist, dass das Fluid bei größeren Nuttiefen bzw. breiteren Nuten weniger Widerstand beim Eintritt in die Nut erfährt. Diese Hypothese ist jedoch durch weitere Messungen näher zu untersuchen, sodass an dieser Stelle keine genaueren Aussagen darüber getroffen werden können. Darüber hinaus ist naheliegend, dass es sich bei  $\Delta R$  nur um einen theoretischen Wert handelt und nicht zwingend ein direkter Zusammenhang zur Eindringtiefe vorliegen muss. Eine Überprüfung ist jedoch nicht über Labormessungen, sondern nur über Simulation möglich, vgl. Kapitel 7.2.2.

### **Anwendung der Radienkorrekturen auf Silikonöle**

Um zunächst zu prüfen, ob eine Übertragung der Radienkorrekturen auf andere newtonische Fluide möglich ist, sind die für AK 5000 erhaltenen Korrekturwerte über Gleichung (7.1) auf das Silikonöl AK 1000 angewandt worden, vgl. Abbildung 7.5. Die Anwendung auf eine Suspension wird im späteren Verlauf diskutiert, vgl. Kapitel 7.2.3.

Die Abweichungen zu den Referenzwerten fällt sehr gering aus, vgl. Tabelle 7.4, was abermals die von Bauer et al. aufgestellte Hypothese einer Scherraten- und Viskositätsunabhängigkeit stützt. Daher lässt sich vorerst die Schlussfolgerung ziehen, dass die Radienkorrekturen auch auf andere Materialien übertragbar sind, vorausgesetzt, es handelt sich ebenfalls um newtonische Fluide. Allerdings muss hierbei beachtet werden, dass der Viskositätsunterschied zwischen AK 1000 und AK 5000 nicht übermäßig groß ist, sodass diese Annahmen durch eine tiefergehende Untersuchung mit deutlich höherviskosen Fluiden zukünftig überprüft werden sollten.

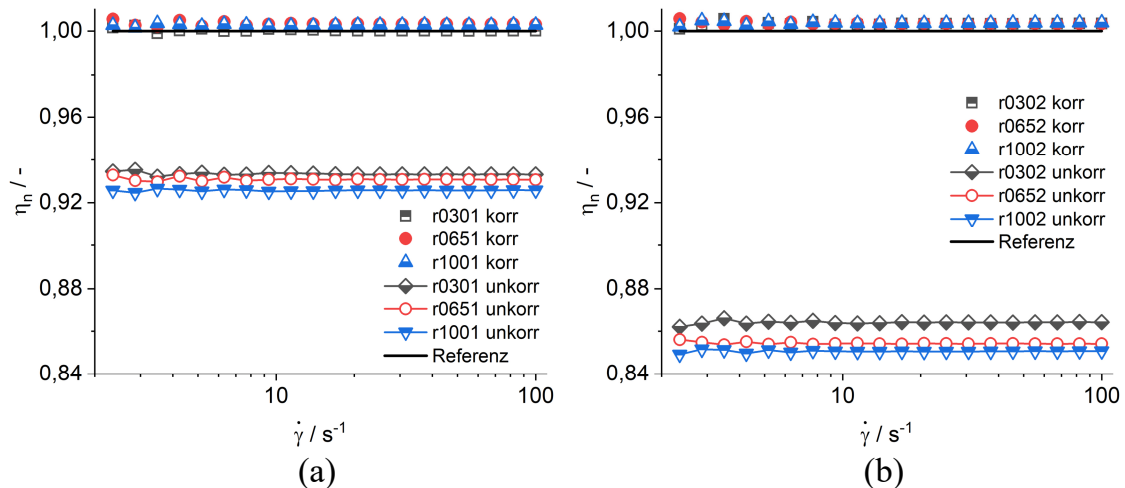


Abbildung 7.5: Korrigierte (korr) und unkorrigierte (unkorr) Werte der normierten Viskosität  $\eta_n$  über der Scherrate  $\dot{\gamma}$  für das Silikonöl AK 1000, berechnet über die für das Silikonöl AK 5000 bestimmten Radienkorrekturen für (a) schmale und (b) breite Nuten

Tabelle 7.4: Über den Scherratenbereich gemittelte Abweichungen der korrigierten Viskosität von der Referenzviskosität für das Silikonöl AK 1000, berechnet mit den für das AK 5000 ermittelten Radienkorrekturen

Messsystem	Mittlere Abweichung / %
r0301	$0,05 \pm 0,07$
r0651	$0,34 \pm 0,08$
r1001	$0,27 \pm 0,04$
r0302	$0,33 \pm 0,08$
r0652	$0,36 \pm 0,06$
r1002	$0,37 \pm 0,06$

## 7.2.2 Simulationsergebnisse

Vor der Simulation der strukturierten Systeme ist das Referenzsystem CC27 zur Validierung der Simulationemethode bei drei repräsentativen Scherraten ( $\dot{\gamma} = 5,72 \text{ s}^{-1}$  (niedrig),  $\dot{\gamma} = 37,6 \text{ s}^{-1}$  (mittel) und  $\dot{\gamma} = 82,7 \text{ s}^{-1}$  (hoch)) mit einer virtuellen Länge von  $L = 0,3 \text{ mm}$  simuliert worden. Für jede der genannten Scherraten wurde eine im Labor gemessene Viskosität des AK 5000 als Inputparameter verwendet, die über drei Scherraten im Bereich der entsprechenden Scherrate gemittelt wurde, vgl.  $\eta_{ref}$  Tabelle 7.5. Als Outputparameter gibt die Simulation das

Drehmoment aus, welches über Formel (2.14) und den Geometriedaten in eine Schubspannung umgerechnet werden kann. Da die Scherrate vorgegeben ist, lässt sich aus diesen Werten die simulierte Viskosität  $\eta_{sim}$  berechnen. Als Konvergenzkriterium wurde ein konstantes Drehmoment (relative Abweichung  $< 10^{-4}$  %) über 10000 Iterationen definiert. Die Ergebnisse der Referenzviskosität und der simulierten Viskosität sind zusammen mit den Abweichungen in Tabelle 7.5 zu finden.

Tabelle 7.5: Referenzviskosität  $\eta_{ref}$  (CC27) und simulierte Viskosität  $\eta_{sim}$  des Silikonöls AK 5000 für drei Scherraten mit den dazugehörigen Abweichungen

$\dot{\gamma} / s^{-1}$	$\eta_{ref} / Pa \cdot s$	$\eta_{sim} / Pa \cdot s$	Abweichung / %
5,72	5,212	5,210	-0,040
37,6	5,209	5,208	-0,024
82,7	5,200	5,198	-0,024

Die Abweichungen zeigen, dass der Simulationsansatz, bestehend aus der MRF-Methode, der 2D-Simulation mit verkürzter Länge und der Berechnung der Viskosität anhand des Drehmoments, geeignet ist, sodass diese im weiteren Verlauf der Untersuchung verwendet wurde.

### Vergleich der Simulationsergebnisse zum Labor

Das Vorgehen bei der Simulation der strukturierten Messgeometrien erfolgte hinsichtlich der virtuellen Länge, der Scherraten und des Konvergenzkriteriums analog zu dem Vorgehen bei dem Referenzsystem. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7.6 zu finden.

Der Vergleich der Viskositäten zeigt, dass die Abweichungen zwar geringfügig höher als bei der Simulation des Referenzsystems sind, dennoch liegen alle Abweichungen unter einem Absolutwert von 1,45 %. Der simulative Ansatz scheint daher durchaus eine sehr gute Möglichkeit zur Ermittlung der Radienkorrekturen zu bieten, ohne auf intensive Labormessungen zurückgreifen zu müssen. An dieser Stelle wird jedoch auf eine Darstellung der einzelnen Korrekturwerte, die aus den Simulationsergebnissen ermittelt werden können, verzichtet. Dies hängt damit zusammen, dass die Berechnung der Korrekturwerte auf den Viskositäten beruht und dies bereits für die Laborergebnisse geschehen ist, vgl. Kapitel 7.2.1. Da sich, wie dargelegt, die Viskositäten von Labor und Simulation nahezu nicht unterscheiden, wären auch die Korrekturwerte nahezu identisch.

Tabelle 7.6: Laborviskosität  $\eta_{lab}$  und simulierte Viskosität  $\eta_{sim}$  des Silikonöls AK 5000 bei drei repräsentativen Scherraten mit den dazugehörigen Abweichungen

Scherrate	Messsystem	$\eta_{lab} / Pa \cdot s$	$\eta_{sim} / Pa \cdot s$	Abweichung / %
$5,72 s^{-1}$	r0301	4,863	4,833	-0,624
	r0651	4,838	4,814	-0,498
	r1001	4,812	4,811	-0,038
	r0302	4,488	4,449	-0,879
	r0652	4,436	4,378	-1,319
	r1002	4,416	4,355	-1,392
$37,6 s^{-1}$	r0301	4,859	4,830	-0,585
	r0651	4,831	4,811	-0,415
	r1001	4,808	4,808	-0,000
	r0302	4,486	4,446	-0,895
	r0652	4,434	4,375	-1,322
	r1002	4,414	4,352	-1,395
$82,7 s^{-1}$	r0301	4,850	4,821	-0,594
	r0651	4,820	4,802	-0,378
	r1001	4,800	4,799	-0,029
	r0302	4,479	4,438	-0,924
	r0652	4,427	4,367	-1,350
	r1002	4,408	4,344	-1,449

### Untersuchung der Eindringtiefe und des Fließfeldes über Simulation

Eine der grundlegenden Annahmen zur Bestimmung der Radialkorrekturen ist, wie in Kapitel 7.1.1 erwähnt, ein gleichwertiges Eindringen des Fluids am Außen- sowie Innenzylinder in die Strukturen, sodass  $\Delta R_i = \Delta R_a = \Delta R$  gilt. Eine Überprüfung dieser Annahme ist aufgrund der geringen Dimension der Geometrien und der optischen Zugänglichkeit jedoch nur über die Simulation möglich, weswegen im Folgenden die Eindringtiefen simulativ ermittelt werden. Dabei sei

an dieser Stelle nochmals der Hinweis gegeben, dass die Eindringtiefen nicht direkt mit den Radienkorrekturen vergleichbar sind. Zwar mögen die Radienkorrekturen eine gewisse Näherung für die Eindringtiefe bieten, dennoch bleiben sie vorwiegend integrale Korrekturwerte für die Viskosität, welche das Fließfeld innerhalb der Strukturen, im Folgenden als „Sekundärströmungsfeld“ bezeichnet, integral berücksichtigen.

Um die Zusammenhänge zwischen  $\Delta R_i$  und  $\Delta R_a$  bzw. die Eindringtiefen genauer zu bestimmen, müssen die Simulationsergebnisse bzw. die Zellenwerte nachbearbeitet werden. Dies liegt daran, dass die Eindringtiefe  $\theta$  nur am Außenzylinder bestimmt werden könnte, da diese am Innenzylinder von der Eigengeschwindigkeit des Zylinders bzw. des Fluids überlagert wird. Daher wurde ein Post Processing Schritt in den Solver integriert, der das Sekundärströmungsfeld durch Differenzbildung mit der Hauptströmung neu berechnet. Die Hauptströmung wurde dabei wie folgt definiert:

- $0 < r < R_i$ : Festkörperwirbel mit  $u(r) = r \cdot \omega_i$
- $R_i < r < R_a$ : linear, Grenzwerte  $u(R_i) = R_i \cdot \omega_i$  und  $u(R_a) = 0$
- $r > R_a$ : Festkörperwirbel mit  $u(r) = 0$

Abbildung 7.6 veranschaulicht die genannten Bereiche und Abbildung 7.7 zeigt den Vergleich eines unbearbeiteten und eines bearbeiteten Fließfeldes.

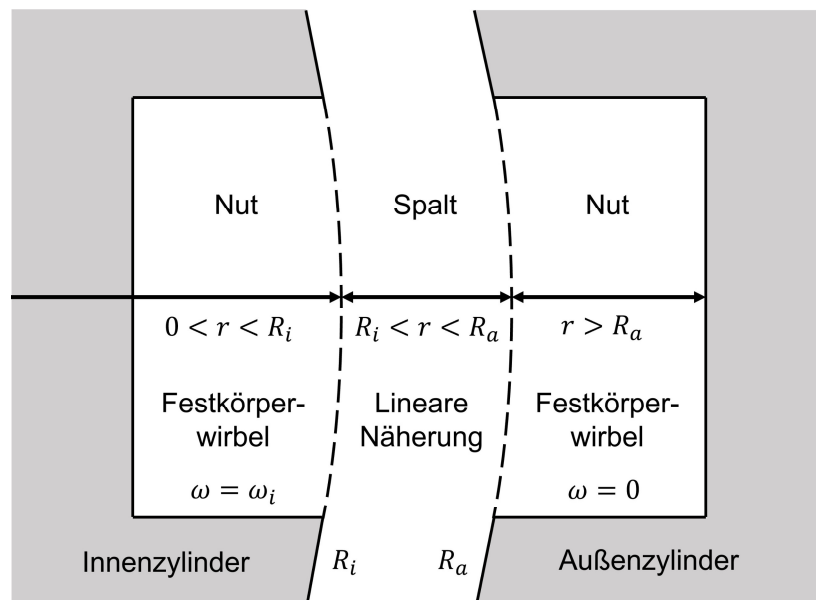


Abbildung 7.6: Schematische Darstellung der Bereiche für die Berechnung des Sekundärströmungsfeldes im Messspalt

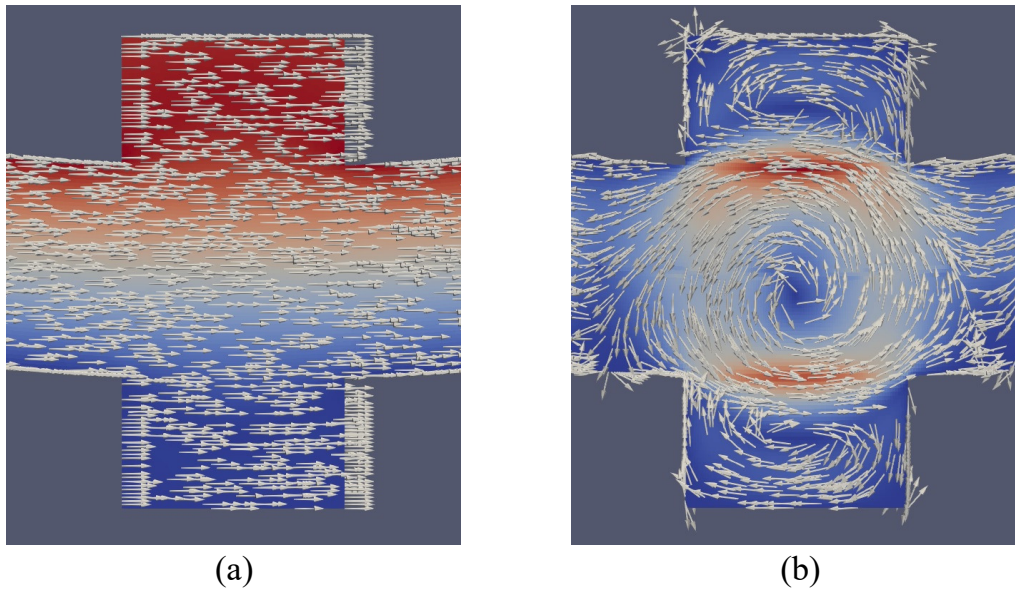


Abbildung 7.7: Fließfeld (hohe Scherraten,  $\dot{\gamma} = 82,7 \text{ s}^{-1}$ ) im Messspalt mit den entsprechenden Geschwindigkeitsvektoren für zwei gegenüberliegende Nuten des Systems r0651; (a) Gesamtes Strömungsfeld; (b) Sekundärströmungsfeld

Um aus dem Sekundärströmungsfeld die Eindringtiefen ermitteln zu können, wurde ein Algorithmus in *Matlab* geschrieben, der den Verlauf der Eindringtiefe über der Nutbreite auf Basis von radialen Geschwindigkeitsplots bestimmt, vgl. Abbildung 7.8 (a). Ausgangspunkt dafür ist der Außen- bzw. Innenradius, anhand derer der Algorithmus in radialer Richtung in die Nut hineingehend die Sekundär-Umfangsgeschwindigkeit  $u_c$  prüft. Als Grenzwert für die Berechnung der Eindringtiefe wurde eine Sekundär-Umfangsgeschwindigkeit von  $0 \text{ m/s}$  definiert, da dieser Punkt eine Umkehr der Fließrichtung des Sekundärströmungsfeld kennzeichnet, vgl. Abbildung 7.8 (b).

Der Verlauf der Eindringtiefe über der normierten Nutbreite für zwei gegenüberliegende Nuten ist beispielhaft für die Systeme r0651 und r0652 in Abbildung 7.9 gegeben. Wie zu erwarten, besitzt der Verlauf in der Nutmitte sein Maximum und verhält sich für alle in Abbildung 7.10 dargestellten Nutkonstellationen ähnlich. Die Nutkonstellationen basieren dabei lediglich auf der Betrachtung eines Viertels des Messspalts, da zur Reduzierung der Simulationszeit und aufgrund der Symmetrie der Geometrien nur dieser Bereich betrachtet wurde.



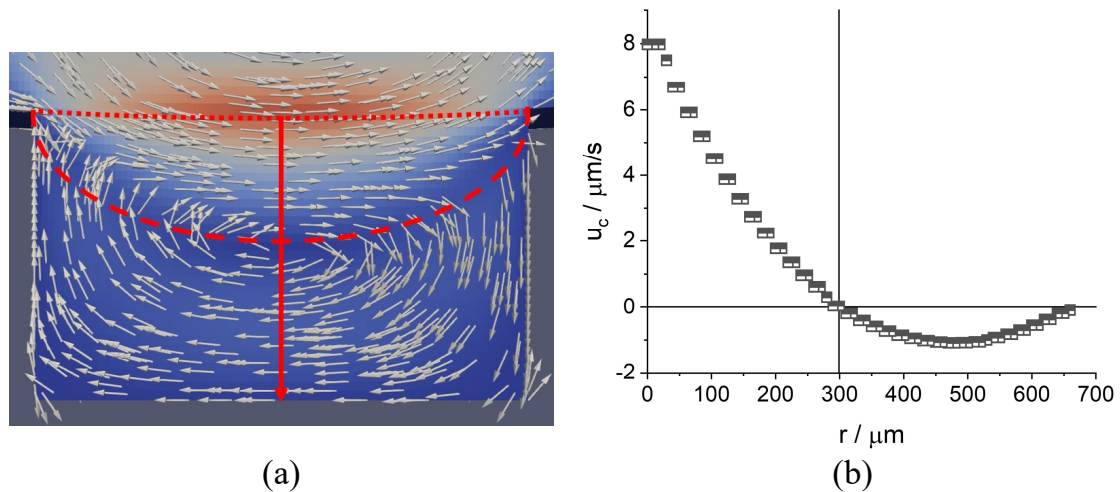


Abbildung 7.8: (a) Schematische Darstellung zur Berechnung der Eindringtiefe in der Mitte einer Außennut des Systems r0651 mit dem Außenradius (gepunktete Linie), der Linie für den Geschwindigkeitsplot (volle Linie) von  $R_a$  in die Nut und der berechneten Eindringtiefe (gestrichelte Linie, schematisch); (b) Sekundär-Umfangsgeschwindigkeit  $u_c$  über dem Radius ( $R_a = 0$  bis Nutende) mit der markierten Eindringtiefe bei  $u_c = 0$  für das System r0651

Zur weiteren Untersuchung der Eindringtiefen sind die einzelnen Eindringtiefen, wie sie in Abbildung 7.9 dargestellt sind, zunächst über der Nutbreite gemittelt worden. Dies wurde für alle Innen- und Außennuten in allen Konstellationen aus Abbildung 7.10 durchgeführt. Anschließend sind diese „mittleren Eindringtiefen“ der einzelnen Nuten jeweils für alle Innennuten und jeweils für alle Außennuten gemittelt worden, sodass nur ein charakteristischer Wert  $\theta_m$  pro Messgeometrie für innen und außen erhalten wird. Die Ergebnisse sind für alle betrachteten Scherraten in Tabelle 7.7 aufgeführt.

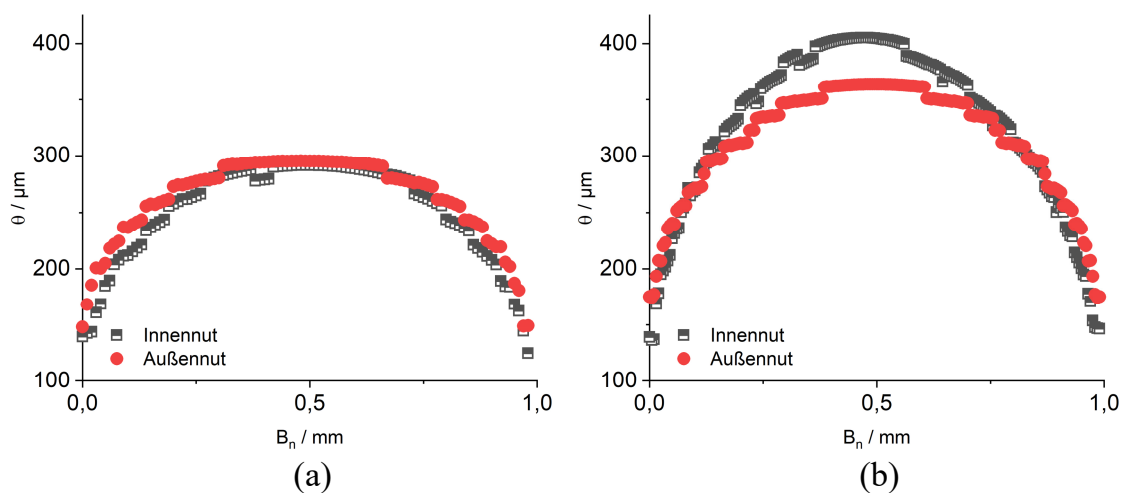


Abbildung 7.9: Eindringtiefe  $\theta$  über der normierten Nutbreite  $B_n$  für die inneren und äußeren Nuten der Systeme (a) r0651 und (b) r0652 für den Fall hoher Scherraten bei zwei direkt gegenüberliegenden Nuten

Tabelle 7.7: Gemittelte Eindringtiefen  $\theta_m$  aller Messsysteme für Innen- und Außennuten

Schmal $B = 1,1 \text{ mm}$	$\theta_m$ innen / $\mu\text{m}$			$\theta_m$ außen / $\mu\text{m}$		
	$\dot{\gamma} / \text{s}^{-1}$	r0301 $D = 0,30 \text{ mm}$	r0651 $D = 0,65 \text{ mm}$	r1001 $D = 1,00 \text{ mm}$	r0301 $D = 0,30 \text{ mm}$	r0651 $D = 0,65 \text{ mm}$
5,72	239,92	237,50	266,53	240,36	242,43	266,45
37,6	239,92	237,50	266,48	240,36	242,44	266,48
82,7	239,92	237,50	266,53	240,37	242,44	266,45
Breit $B = 2,1 \text{ mm}$	$\theta_m$ innen / $\mu\text{m}$			$\theta_m$ außen / $\mu\text{m}$		
	$\dot{\gamma} / \text{s}^{-1}$	r0302 $D = 0,30 \text{ mm}$	r0652 $D = 0,65 \text{ mm}$	r1002 $D = 1,00 \text{ mm}$	r0302 $D = 0,30 \text{ mm}$	r0652 $D = 0,65 \text{ mm}$
5,72	267,12	422,55	404,73	250,66	430,01	430,13
37,6	267,12	422,56	404,74	250,66	430,02	430,13
82,7	267,13	422,57	404,74	250,66	430,03	430,14

Wie sich an Tabelle 7.7 erkennen lässt, sind die Eindringtiefen unabhängig von der Scherrate, da, wenn überhaupt, nur geringfügige Unterschiede vorliegen. Daher werden in der folgenden Auswertung lediglich die niedrigen Scherraten betrachtet, die Rückschlüsse sind aber ebenso gültig für die anderen Scherratenbereiche.

Werden die mittleren Eindringtiefen der Innennuten mit denen der Außennuten verglichen, so zeigt sich, dass keine allgemeingültige Aussage darüber getroffen werden kann, ob die Eindringtiefe am Innen- oder am Außenzyylinder größer ist. So ist  $\theta_m$  beispielsweise für das System r0302 innen größer als außen, beim System r1002 verhält es sich genau umgekehrt und für die anderen Geometrien unterscheiden sich die Eindringtiefen nur um wenige Prozente. Auch die maximal auftretenden Abweichungen der Eindringtiefen zwischen Innen- und Außennut von 2,08 % (schmale Nuten, r0651) bzw. 6,57 % (breite Nuten, r0302) sind sehr gering. Daher scheint die für die Berechnung der Korrekturwerte getroffene Annahme von  $\Delta R_a \approx \Delta R_i$  nicht nur gerechtfertigt zu sein, sondern spiegelt auch das reale Fließverhalten wider.

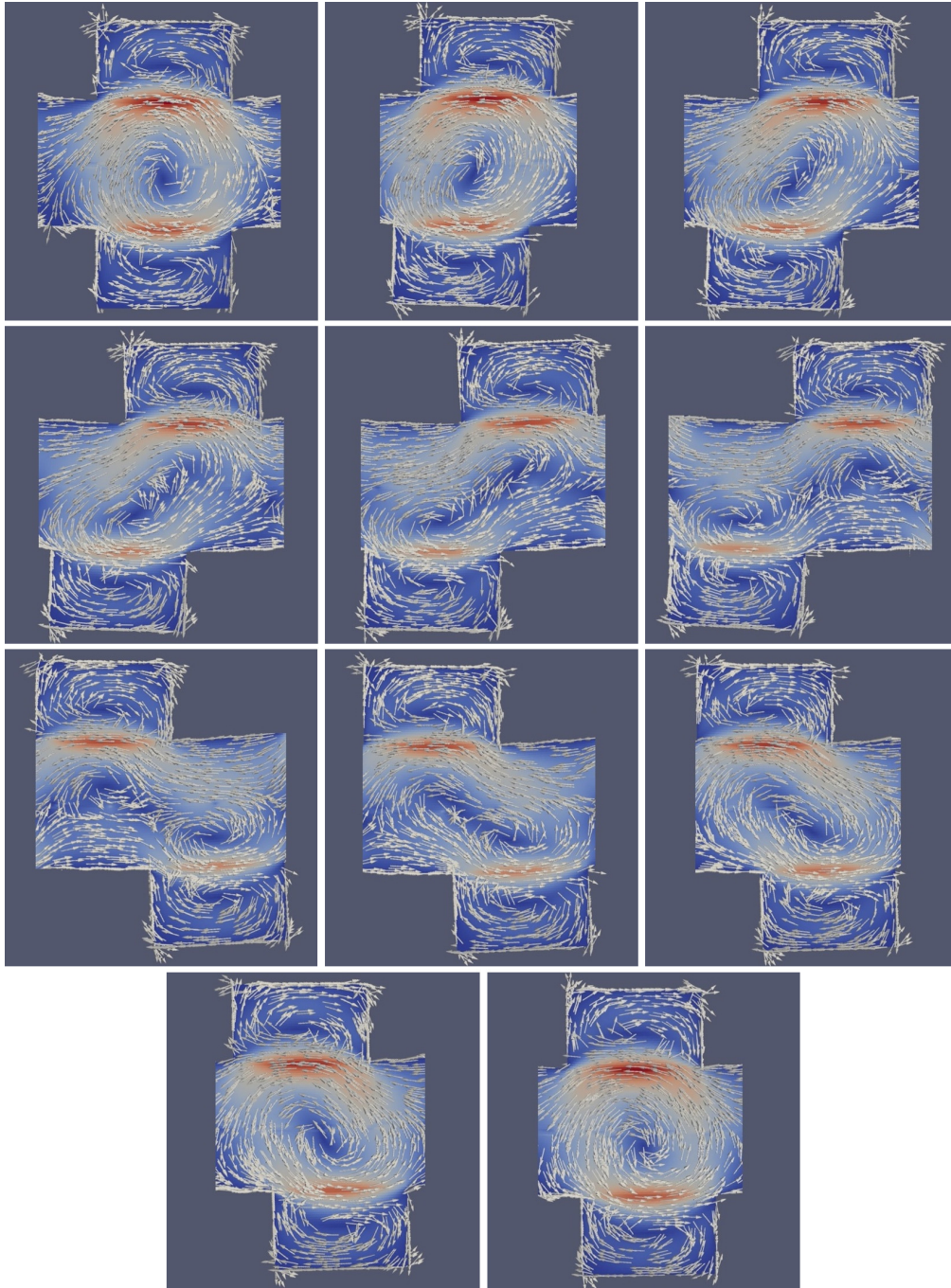


Abbildung 7.10: Überlappungsmöglichkeiten der Nuten von Innen- und Außenzyylinder im betrachteten Viertelkreis, beispielhaft für das System r0651

Die Betrachtung der gemittelten Eindringtiefen ist jedoch nur ein integrales Maß für das Fließfeld, was zwar insgesamt wertvolle Erkenntnisse für den Vergleich der Innen- und Außennuten liefert, allerdings keine Rückschlüsse auf die detaillierte Verteilung des Geschwindigkeitsfeldes in der Nut zulässt. Daher sind weitere Untersuchungen durchgeführt worden, bei denen die maximale Eindringtiefe  $\theta_{max}$  in der Nutmitte für drei Extremfälle betrachtet wurde. Tabelle 7.8 zeigt

die Nuttiefen mit den dazugehörigen maximalen Eindringtiefen für zwei direkt gegenüberliegende Nuten (GG), für eine Innennut, die gegenüber einer Außenwand liegt (IGA) und für eine Außennut, die gegenüber einer Innenwand liegt (AGI). Da, wie aus Abbildung 7.1 (b) ersichtlich, die (maximalen) Nuttiefen innen ( $D_i$ ) und außen ( $D_a$ ) leicht unterschiedlich sind, ist in Tabelle 7.8 zusätzlich das Verhältnis aus maximaler Eindringtiefe zur Nuttiefe gegeben.

Tabelle 7.8: Maximale Eindringtiefen  $\theta_{max}$  in der Nutmitte für verschiedene Fälle sowie das Verhältnis aus maximaler Eindringtiefe  $\theta_{max}$  zur Nuttiefe  $D$ ;

Innennuten			Gegenüberliegende Nuten		Innennut ggü. Außenwand	
	System	$D_i / \mu m$	$\theta_{max,GG,i} / \mu m$	$\theta_{max,GG,i}/D_i$	$\theta_{max,IGA} / \mu m$	$\theta_{max,IGA}/D_i$
$B = 1,1 \text{ mm}$	r0301	300	299	0,997	300	1,000
	r0651	650	293	0,451	261	0,402
	r1001	1000	333	0,333	302	0,302
$B = 2,1 \text{ mm}$	r0302	300	299	0,997	300	1,000
	r0652	650	650	1,000	405	0,623
	r1002	1000	588	0,588	386	0,386
Außennuten			Gegenüberliegende Nuten		Außennut ggü. Innenwand	
	System	$D_a / \mu m$	$\theta_{max,GG,a} / \mu m$	$\theta_{max,GG,a}/D_a$	$\theta_{max,AGI} / \mu m$	$\theta_{max,AGI}/D_a$
$B = 1,1 \text{ mm}$	r0301	289	288	0,997	288	0,997
	r0651	639	299	0,468	255	0,399
	r1001	989	328	0,332	288	0,291
$B = 2,1 \text{ mm}$	r0302	259	258	0,996	258	0,996
	r0652	609	608	0,998	368	0,604
	r1002	959	663	0,691	353	0,368

Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass bei vielen Systemen das Fluid in die gesamte Nut eindringt ( $\theta_{max}/D \approx 1$ ). Eine Zunahme der Eindringtiefe mit zunehmender Nuttiefe und Nutbreite lässt sich zwar teilweise erkennen, ist jedoch nicht so stark ausgeprägt, dass von einem eindeutigen Trend gesprochen werden kann. Weitere Untersuchungen wären an dieser Stelle nötig, um auch die zuvor aufgeführte Annahme, dass das Fluid bei steigender Nuttiefe weniger Widerstand erfährt, vgl. Kapitel 7.2.1, zu validieren. Bei näherer Betrachtung der Werte von Außen- und Innennut fällt weiterhin auf, dass keine relevanten Unterschiede bei den Verhältnissen von  $\theta_{max}/D$  bestehen, außer bei  $\theta_{max,GG,a}/D_a$  des Systems r1002, wobei die Gründe dafür unklar sind. Werden zudem die Eindringtiefen für die Systeme verglichen, bei denen das Fluid nicht in die gesamte Nut eindringt, so ist auch hier zu erkennen, dass die maximalen Eindringtiefen in der Innen- bzw. Außennut nur geringfügig voneinander abweichen, was abermals die Annahme von  $\Delta R_i = \Delta R_a$  bekräftigt.

### 7.2.3 Übertragung der Radienkorrekturen auf eine Suspension

Die vorangegangenen Ergebnisse haben herausgestellt, dass die Radienkorrekturen auf andere homogene, newtonische Fluide übertragbar sind und dass die Bestimmung der Korrekturwerte durch Simulation deutlich vereinfacht werden kann. Allerdings neigen homogene Fluide nur in den seltensten Fällen zum Wandleiten und strukturierte Messsysteme kommen insbesondere bei Suspensionen zum Einsatz. Da die Anwendung der Radienkorrekturen auf Suspensionen somit von großem Interesse ist, wurde eine Suspension (21,23 Vol.-% *Spheromers*® CA40 Partikeln in AK 5000) mit Hilfe der für das AK 5000 bestimmten Korrekturwerte korrigiert. Wie bereits in Kapitel 7.2.1 erwähnt, ist dafür zunächst aufgrund des Wandleitens die wahre Viskosität der Suspension über Wandleitkorrekturen, vgl. Kapitel 2.4.2, bestimmt worden, um einen Referenzwert zu erhalten. Abbildung 7.11 zeigt die scheinbare und die wahre Viskosität der Suspension, wobei die Fehlerbalken für die scheinbare Viskosität der Standardabweichung entsprechen und für die wahre Viskosität aus der Gaußschen Fehlerfortpflanzung berechnet wurden.

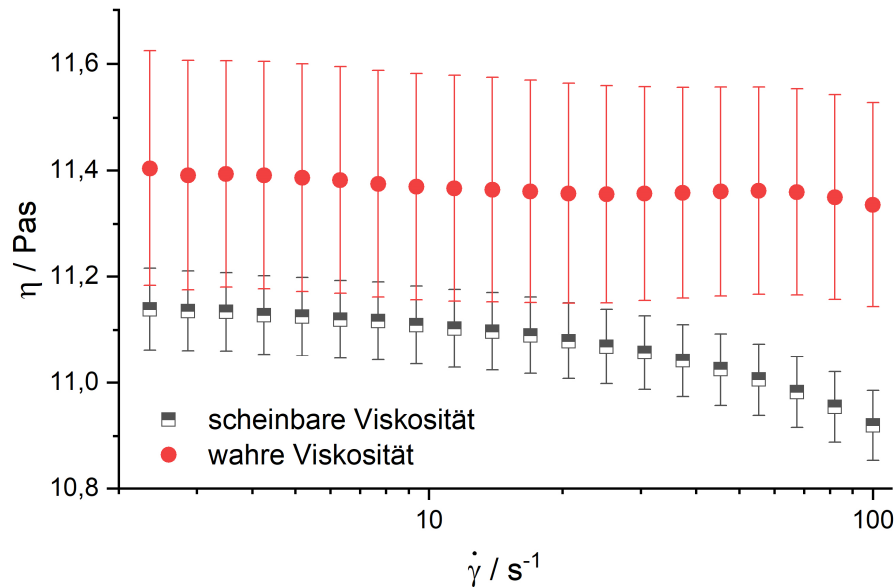


Abbildung 7.11: Scheinbare und wahre Viskositätswerte über der Scherrate für eine Suspension aus 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln in AK 5000

Der Vergleich der Kurvenverläufe von scheinbarer und wahrer Viskosität liefert mehrere Erkenntnisse. Zum einen ist das Wandgleiten deutlich zu sehen, da die Werte der scheinbaren Viskosität geringer sind als die der wahren Viskosität. Zum anderen fällt auf, dass die scheinbaren Werte auf ein scherverdünnendes Verhalten hindeuten, während die wahren Werte ein nahezu ideales, newtonisches Fließverhalten mit einer Viskosität von  $\eta = 11,369 \pm 0,017 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  besitzen. Der Grund für das scheinbar scherverdünnende Verhalten liegt darin, dass bei höheren Scherraten auch das Wandgleiten stärker ausgeprägt ist. Dies zeigt, dass Wandgleiten nicht nur zu einer Unterschätzung der Viskosität führen kann, sondern auch zu einer falschen Interpretation des Fließverhaltens, was eine Korrektur umso bedeutsamer macht.

Nach der Bestimmung der Referenzwerte ist die Suspension mit den strukturierten Geometrien vermessen worden und die Radienkorrekturen, die für das AK 5000 ermittelt wurden, sind auf die Suspension angewandt worden. Abbildung 7.12 zeigt die korrigierten und unkorrigierten normierten Viskositäten  $\eta_n$  sowie die Referenzviskosität. Wie zuvor sind aufgrund von Messfehlern im niedrigen Scherratenbereich lediglich Werte ab  $\dot{\gamma} = 2 \text{ s}^{-1}$  betrachtet worden.

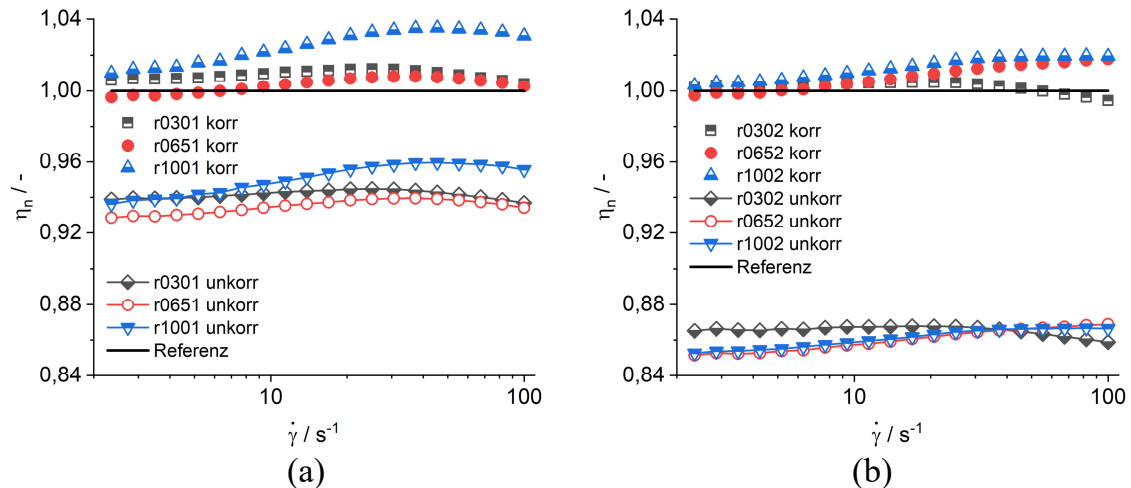


Abbildung 7.12: Korrigierte und unkorrigierte normierte Viskositäten  $\eta_n$  über der Scherrate  $\dot{\gamma}$  für eine Suspension (AK 5000 mit 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln), korrigiert mit den für das AK 5000 bestimmten Radienkorrekturen für (a) schmale Nuten und (b) breite Nuten

Die korrigierten Viskositäten zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Referenzwerten, was abermals die Annahme bekräftigt, dass die Radienkorrekturen, zumindest für newtonische Fluide, materialunabhängig sind. Es zeigt sich eine maximale Abweichung der korrigierten Werte von den Referenzwerten von nur 3,5 % (System r1001), wobei die übrigen Abweichungen deutlich geringer ausfallen, vgl. Tabelle 7.9.

Tabelle 7.9: Über alle Scherraten gemittelte Abweichungen der korrigierten Viskosität von den Referenzwerten für eine Suspension bestehend aus 21,23 Vol.-% Spheromers® CA40 Partikeln und AK 5000; korrigiert mit den für AK 5000 ermittelten Radienkorrekturen

Messsystem	Mittlere Abweichung / %
r0301	$0,899 \pm 0,247$
r0651	$0,327 \pm 0,404$
r1001	$2,511 \pm 0,891$
r0302	$0,509 \pm 0,292$
r0652	$0,754 \pm 0,707$
r1002	$1,280 \pm 0,606$

Bei der Bewertung der Abweichungen muss jedoch beachtet werden, dass die Wandgleitkorrekturen mit selbstgefertigten Messsystemen (CC14 und CC25) durchgeführt wurden. Geringe Abweichungen können daher einerseits auf Mess- bzw. minimale Maßungenaugigkeiten zurückzuführen sein, oder auch auf das nicht ganz ideale newtonische Fließverhalten, wobei die Abweichungen immer noch im Rahmen normaler Messunsicherheiten liegen. Daher lässt sich, auch unter Berücksichtigung der Ergebnisse für das Silikonöl AK 1000, durchaus die Schlussfolgerung ziehen, dass die Radienkorrekturen generell für newtonische Fluide angewandt werden können und, zumindest für newtonische Fluide, lediglich geometrieabhängig sind. Dennoch ist es sinnvoll, diese Annahme in weiteren Untersuchungen mit verschiedenen newtonischen Fluiden zu bestätigen.

Dabei ist zu erwähnen, dass derartige Untersuchungen auch auf strukturviskose Fluide ausgeweitet wurden, aber kein allgemeingültiger Zusammenhang festgestellt werden konnte. Dies kann damit begründet werden, dass die Radienkorrekturen für derartige Fluide nicht nur von der Scherrate abhängig sind, sondern auch von der Ausprägung der Strukturviskosität. Tiefergehende Untersuchungen, auch mit dilatanten Fluiden, sollten zukünftig auch hier verfolgt werden.



## 8 Zusammenfassung und Ausblick

Beton ist weltweit der meistgenutzte Baustoff, dessen Eigenschaften durch die Entwicklung verschiedener Zusatzmittel für zahlreiche Anwendungen maßgeschneidert werden können. Es existieren viele Charakterisierungsmöglichkeiten für Beton, welche das Fließverhalten genauer analysieren können, wie z. B. der Ausbreitversuch oder der L-Box-Test. Diese liefern meist wertvolle Kennwerte, die für den relativen Vergleich verschiedener Betonmischungen verwendet werden können. Kommerzielle Betonrheometer, wie z. B. der Viskomat XL und der SLIPER oder deutlich ausgereifere Forschungsgeräte, wie z. B. das BTRheom oder das CEMAGREF-IMG haben zwar einen großen Beitrag dazu geleistet, das rheologische Fließverhalten von Beton noch präziser charakterisieren zu können, dennoch sind all diese Messsysteme nicht in der Lage, absolute rheologische Kenngrößen zu ermitteln. Dies liegt insbesondere daran, dass die Systeme kein definiertes Scherfeld erzeugen, aus denen rheologische Parameter abgeleitet werden können. Die Kenntnis der rheologischen Eigenschaften ist jedoch für derzeit aufkommende Herausforderungen, wie z. B. dem Beton 3D-Druck oder der Simulation des Fließverhaltens, von hoher Relevanz und wird auch in Zukunft eine immer bedeutendere Rolle spielen, um Fortschritte in diesen Technologiebereichen zu erzielen.

Um die Zugänglichkeit zur absoluten Betonrheologie zu ermöglichen, wurde das in dieser Arbeit präsentierte Rheometer, kurz ACCR (Adaptive Coaxial Concrete Rheometer), entwickelt, welches die rheologischen Eigenschaften von Frischbeton mit maximalen Partikelgrößen von  $d_{max} = 5,5 \text{ mm}$  bestimmen kann. Das Rheometer zeichnet sich durch verschiedene Besonderheiten aus, mit denen im Rahmen dieser Arbeit Beton mit hoher Reproduzierbarkeit rheologisch charakterisiert werden konnte. Dazu gehören:

- Eine rotierende Bodenplatte zur Verringerung von Störeinflüssen
- Austauschbare Wandprofile zur adaptiven Messgeometriestrukturierung
- Eine in die Wandprofile integrierte Temperierung

Über Vergleichsmessungen des ACCR mit einem kommerziellen Rheometer konnte gezeigt werden, dass das ACCR in der Lage ist, präzise Messergebnisse zu ermitteln, die sich nur um wenige Prozent von den Ergebnissen eines kommerziellen Rheometers unterscheiden. Für den Großteil der untersuchten Fluide lagen

die Abweichungen bei ca. 4 – 5 %. Auch die Abbildung unterschiedlicher Fließverhalten (newtonisch, strukturviskos, Fließgrenze) ist mit dem ACCR durchaus mit der eines kommerziellen Rheometers vergleichbar gewesen. Die allgemeine Funktionsweise des ACCR, insbesondere die Drehzahlgenauigkeit, die Temperierung und die konstruktiven Besonderheiten, wie die rotierende Bodenplatte und die austauschbaren Wandprofile, konnte somit durch die Vergleichsmessungen validiert werden.

Nach Identifizierung und Berücksichtigung der für Beton wichtigen Messbedingungen, d. h. Messprofilmaterial (Edelstahl anstelle von Aluminium), Temperierung und Scherratenprofil (negative Scherratenrampe mit ausreichender Vorscherung), konnte selbstverdichtender Beton (SCC) mit äußerst hoher Reproduzierbarkeit rheologisch charakterisiert werden. Dazu wurden die für Beton gängigen Fließmodelle (Bingham, Herschel-Bulkley und modifiziertes Bingham-Modell) genutzt. Es hat sich gezeigt, dass der Beton im hier betrachteten Zeitraum ein nahezu plastisch-newtonisches Fließverhalten aufweist, welches am besten über die Bingham-Modelle abgebildet werden kann. Zusätzliche Untersuchungen wiesen zudem darauf hin, dass das Auftreten von Sedimentation und Segregation im Rahmen der Messungen ausgeschlossen werden konnte.

Die Ergebnisse haben dargelegt, dass das ACCR durchaus in der Lage ist, Beton mit hoher Reproduzierbarkeit auf wissenschaftlichem Niveau rheologisch zu charakterisieren und eröffnet damit zahlreiche, bedeutende Möglichkeiten für zukünftige Untersuchungen in der Betonforschung. Dennoch haben sich gewisse Grenzen aufgezeigt, die im Rahmen weiterer Messungen berücksichtigt bzw. verbessert werden sollten. Dies betrifft insbesondere ein Phänomen, bei dem es im Messspalt zum Unterschreiten der Fließgrenze gekommen ist. Dies hatte die Ausbildung einer Stagnationszone und somit eine mit sinkenden Scherraten fortschreitende Spaltverkleinerung ausgehend vom Außenzylinder zur Folge, welches maßgeblich durch den vergleichsweise geringen Geometrieparameter des ACCR von  $\beta = 0,6944$  begünstigt wird. Die Folge war, dass Scherraten ab ca.  $\dot{\gamma}_{rep} = 5 \text{ s}^{-1}$  nicht für die klassische rheologische Auswertung verwendet werden konnten. Um eine Fehlinterpretation von Messwerten zu verhindern und damit die Betonrheologie noch präziser beschreiben zu können, wären Scherraten von  $\dot{\gamma}_{rep} < 5 \text{ s}^{-1}$  von großem Interesse. Dies ließe sich, vorausgesetzt, dass weiterhin maximale Partikelgrößen von  $d_{max} = 5,5 \text{ mm}$  eingesetzt werden, aufgrund des Partikel/Spalt-Verhältnisses jedoch nur durch eine Neukonstruktion des Rheometers realisieren. Voruntersuchungen mit kleineren Partikeln wären jedoch durch die Fertigung neuer, dickwandigerer Messprofile möglich. Dies stellt eine einfache und schnelle Methode zur Vergrößerung von  $\beta$  dar, durch welche die zuverlässig messbare Scherrate reduziert werden könnte. Weiterhin wäre es sinnvoll zu untersuchen, inwiefern sich die rheologischen Eigenschaften unterschiedlicher Betone in Abhängigkeit von verschiedenen Parametern, wie z. B. Gesteinskörnungen,  $w/c$ -Wert, Zusatzmittel etc. verhalten.

Das Unterschreiten der Fließgrenze und die daraus resultierende Stagnationszone bzw. Spaltverkleinerung haben die Anwendung einer neuartigen Methode zur Bestimmung der Fließgrenze über PIV-Analyse des koaxialen Fließfeldes ermöglicht. Durch den Vergleich von Fließgrenzen, die über die Fließmodelle und über die optische Methode bestimmt wurden, konnte gezeigt werden, dass die optische Methode durchaus valide Werte ergibt. Da die Methode im Vergleich zu anderen optischen Messmethoden mit sehr geringem Aufwand in einen normalen Messzyklus integrierbar und selbst mit simplem, alltäglichem Equipment anwendbar ist, würde eine standardmäßige Implementierung in das ACCR viele Vorteile bieten. Zum einen ist es durch sie möglich, die rheologischen Werte im niedrigen Scherratenbereich beim Auftreten der Stagnationszonen näher zu charakterisieren und somit eine Fehlmessung zu verhindern bzw. sogar zu korrigieren. Gerade die einfache Zugänglichkeit zur Fließgrenze, welche über andere Methoden mit dem ACCR technisch bedingt nur schwer gemessen werden kann und einen erheblichen Mehraufwand bedeuten würde (Probenvorbereitung, zusätzlicher Messzyklus, etc.), ist ein enorm großer Vorteil. Zum anderen können neben der Fließgrenze aber auch andere Aspekte, wie z. B. das allgemeine Fließfeld im Spalt näher analysiert werden, was gerade bei Suspensionen bezüglich der Partikelbewegung, wie z. B. scherrateninduzierter Segregation in radialer Richtung, von großem Interesse wäre.

Ein Verbesserungspotential der optischen Fließgrenzmessung besteht in der Automatisierung der für die Auswertung genutzten *Matlab*-App PIVlab und der Analyse eines größeren Spaltbereichs. Zwar wurde gezeigt, dass auch bei einem schiefen Anlegen von sogenannten „poly-lines“ (Auswertungslinien) nur sehr geringe Abweichungen auftreten, nichtsdestotrotz könnte durch eine Automatisierung bzw. Standardisierung der allgemeine Aufwand deutlich reduziert werden, auch wenn ein größerer Spaltbereich ausgewertet wird.

Neben den Untersuchungen mit dem ACCR wurde in dieser Arbeit weiterhin der Einfluss strukturierter Koaxial-Messgeometrien auf das Fließfeld bzw. die daraus resultierende Erhöhung des effektiven Radius über Labormessungen und CFD analysiert. Durch die Vermessung zweier newtonischer Silikonöle unterschiedlicher Viskosität hat sich gezeigt, dass der effektive Radius über einen geometrieabhängigen, aber material- und scherratenunabhängigen Korrekturwert  $\Delta R$  berechnet werden kann. Dies gilt jedoch vorerst nur für newtonische Fluide und die Annahme eines gleichmäßig eindringenden Fluids am inneren und äußeren Zylinder mit  $\Delta R_i = \Delta R_a = \Delta R$ .

Da jedoch die Herstellung strukturierter Systeme sowie die Vermessung von Materialien im Labor sehr zeit- und kostenintensiv sind, wurde ein simulativer Ansatz zur Bestimmung der Radienkorrekturen untersucht. Die Laborergebnisse konnten dabei über die Simulation mit hoher Präzision reproduziert werden und es zeigten sich lediglich absolute Abweichungen von maximal 1,45 %. Weiterhin

war es über die Simulation möglich, die zur Korrektur getroffene Annahme von  $\Delta R_i = \Delta R_a = \Delta R$  zu validieren, da sich die gemittelten Eindringtiefen zwischen Innen- und Außenzylinder, wenn überhaupt, nur geringfügig unterschieden haben. Die Verwendung eines simulativen Ansatzes anstelle von Labormessungen zur Bestimmung der Radienkorrekturen ist daher in jedem Fall vorzuziehen.

Da sich die Viskositäten der hier verwendeten, newtonischen Silikonöle allerdings nur um den Faktor 5 unterschieden haben, wären weiterführende Untersuchungen mit Fluiden mit deutlich höheren Viskositätsunterschieden sinnvoll. Neben newtonischen Fluiden sind auch strukturviskose Fluide in ersten Untersuchungen charakterisiert worden, aber es konnte noch kein Zusammenhang festgestellt werden. Da newtonische Fluide nur einen geringen Teil alltäglicher Materialien ausmachen, sollten Untersuchungen für Fluide mit nicht-newtonischem Fließverhalten zukünftig fortgesetzt werden. Von Interesse wäre dabei, ob ein Zusammenhang zwischen Modellfunktionen bzw. Modellparametern und Radienkorrekturen besteht, da bei Kenntnis einer geeigneten Modellfunktion somit direkt Korrekturwerte abgeleitet werden könnten.

## Literaturverzeichnis

- [Ahu09] AHUJA, A.; SINGH, A.: Slip velocity of concentrated suspensions in Couette flow. *Journal of Rheology* 53. (2009) 6, 1461-1485
- [Bal08] BALLESTA, P.; BESSELING, R.; ISA, L.; PETEKIDIS, G.; POON, W.C.K.: Slip and flow of hard-sphere colloidal glasses. *Physical review letters* 101. (2008) 25, 258301
- [Bal12] BALLESTA, P.; PETEKIDIS, G.; ISA, L.; POON, W.C.K.; BESSELING, R.: Wall slip and flow of concentrated hard-sphere colloidal suspensions. *Journal of Rheology* 56. (2012) 5, 1005-1037
- [Bal14] BALMFORTH, N.J.; FRIGAARD, I.A.; OVARLEZ, G.: Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics. *Annu. Rev. Fluid Mech.* 46. (2014) 1, 121-146
- [Ban81] BANFILL, P.F.G.: A viscometric study of cement pastes containing superplasticizers with a note on experimental techniques. *Magazine of Concrete Research* 33. (1981) 114, 37-47
- [Ban91a] BANFILL, P.F.G.: *Rheology of Fresh Cement and Concrete*. Taylor & Francis. Abingdon, UK. (1991).
- [Ban91b] BANFILL, P.F.G.: The rheology of fresh mortar. *Magazine of Concrete Research* 43. (1991) 154, 13-21
- [Bar85] BARNES, H.A.; WALTERS, K.: The yield stress myth? *Rheol Acta* 24. (1985) 4, 323-326
- [Bar95] BARNES, H.A.: A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 56. (1995) 3, 221-251
- [Bar99] BARNES, H.A.: The yield stress—a review or ‘παντα ρει’—everything flows? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 81. (1999) 1-2, 133-178
- [Bar00] BARNES, H.A.: *A Handbook of elementary rheology*. University of Wales. Aberystwyth. (2000).
- [Bar07] BARNES, H.A.: The ‘Yield Stress Myth?’ Paper – 21 Years On. *Applied Rheology* 17. (2007) 4, 43110-1-43110-5
- [Bar96] BARTOS, P. (Hrsg.), MARRS, D.L. (Hrsg.), CLELAND, D.J. (Hrsg.): *Production methods and workability of concrete: Proceedings of the International RILEM Conference, Paisley, Scotland, June 3-5, 1996* (RILEM proceedings, 32). E & FN Spon. London. (1996).

- [Bau95] BAUER, H.; BSE, N.; STERN, P.: Viscoplastic flow and shear thickening in concentrated diblock copolymer solutions. *Colloid Polym Sci* 273. (1995) 5, 480-489
- [Bea94] BEAUPRE, D.: *Rheology of High Performance Shotcrete*. Dissertation, University of British Columbia. (1994).
- [Bea67] BEAVERS, G.S.; JOSEPH, D.D.: Boundary conditions at a naturally permeable wall. *J. Fluid Mech.* 30. (1967) 1, 197-207
- [Bei14] BEITZEL, M.: *Frischbetondruck unter Berücksichtigung der rheologischen Eigenschaften*. (2014).
- [Bes10] BESSELING, R.; ISA, L.; BALLESTA, P.; PETEKIDIS, G.; CATES, M.E.; POON, W.C.K.: Shear banding and flow-concentration coupling in colloidal glasses. *Physical review letters* 105. (2010) 26, 268301
- [BIB05] BIBM; CEMBUREAU; EFCA; EFNARC; ERMCO: *The European Guidelines for Self-Compacting Concrete: Specification, Production and Use*. (2005).
- [Bon09] BONN, D.; DENN, M.M.: Materials science. Yield stress fluids slowly yield to analysis. *Science (New York, N.Y.)* 324. (2009) 5933, 1401-1402
- [Car13] CAROTENUTO, C.; MINALE, M.: On the use of rough geometries in rheometry. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 198. (2013), 39-47
- [Car15] CAROTENUTO, C.; VANANROYE, A.; VERMANT, J.; MINALE, M.: Predicting the apparent wall slip when using roughened geometries: A porous medium approach. *Journal of Rheology* 59. (2015) 5, 1131-1149
- [Clo17] CLOITRE, M.; BONNECAZE, R.T.: A review on wall slip in high solid dispersions. *Rheol Acta* 56. (2017) 3, 283-305
- [Coh06] COHEN, I.; DAVIDOVITCH, B.; SCHOFIELD, A.B.; BRENNER, M.P.; WEITZ, D.A.: Slip, yield, and bands in colloidal crystals under oscillatory shear. *Physical review letters* 97. (2006) 21, 215502
- [Cou93] COUSSOT, P.: *Rheologie des boues et laves torrentielles - Etudes de dispersions et suspensions concentrées*. Dissertation, l'institut National Polytechnique de Grenoble. (1993).
- [Cou95] COUSSOT, P.; PIAU, J.-M.: A large-scale field coaxial cylinder rheometer for the study of the rheology of natural coarse suspensions. *Journal of Rheology* 39. (1995) 1, 105-124
- [Cou14a] COUSSOT, P.: *Rheophysics: Matter in all its states*. Springer. Cham [etc.]. (op. 2014) (Soft and biological matter).
- [Cou14b] COUSSOT, P.: Yield stress fluid flows: A review of experimental data. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 211. (2014), 31-49

- 
- [Deu08a] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *DIN 1045-2:2008-08, Tragwerke aus Beton, Stahlbeton und Spannbeton - Teil 2: Beton - Festlegung, Eigenschaften, Herstellung und Konformität - Anwendungsregeln zu DIN EN 206-1*,
- [Deu08b] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *DIN EN 12620:2008-07, Gesteinskörnungen für Beton; Deutsche Fassung EN 12620:2002+A1:2008*,
- [Deu21] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *DIN EN 206:2021-06, Beton - Festlegung, Eigenschaften, Herstellung und Konformität; Deutsche Fassung EN 206:2013+A2:2021*,
- [Deu94] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG E.V.: *DIN EN ISO 3219:1994-10, Kunststoffe - Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem oder dispergiertem Zustand - Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei definiertem Geschwindigkeitsgefälle (ISO 3219:1993); Deutsche Fassung EN ISO 3219:1994*,
- [Din16] DINGGREVE, M.; PAREDES, J.; DENN, M.M.; BONN, D.: On different ways of measuring “the” yield stress. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 238. (2016), 233-241
- [Dzu83] DZUY, N.Q.; BOGER, D.V.: Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions. *Journal of Rheology* 27. (1983) 4, 321-349
- [Ein06] EINSTEIN, A.: Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen. *Ann. Phys.* 324. (1906) 2, 289-306
- [Ein11] EINSTEIN, A.: Berichtigung zu meiner Arbeit: „Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen”. *Ann. Phys.* 339. (1911) 3, 591-592
- [Elb20] ELBAHRI, M.; HEDAYATI, M.K.; HOMAIEGOHAR, S.; ABDELAZIZ, M.: Reawakening of plasmonic nanocomposites with the polarizonic reflective coloration: from metal to molecules. In: *Cluster Beam Deposition of Functional Nanomaterials and Devices (Frontiers of Nanoscience)*. Elsevier. (2020).2020, 185-214
- [Est12] ESTELLÉ, P.; LANOS, C.: High torque vane rheometer for concrete: principle and validation from rheological measurements. (2012).
- [Fal10] FALL, A.; PAREDES, J.; BONN, D.: Yielding and shear banding in soft glassy materials. *Physical review letters* 105. (2010) 22, 225502
- [Fer01a] FERRARIS, C.F.; BANFILL, P.F.G.; CHAPDELAIN, F.; LARRARD, F.D.; DOMONE, P.; NACHBAUR, L.; SEDRAN, T.; WALLEVIK, O.; WALLEVIK, J.E.; FERRARIS, C. F. ; BROWER, L. E.: *Comparison of concrete rheometers: International tests at LCPC (Nantes, France) in October, 2000*. NISTIR 6819. (2001).
- [Fer01b] FERRARIS, C.F.; MARTYS, N.: De la pâte de ciment au béton: modélisation et mesures expérimentales des propriétés rhéologiques. *Proc. Rhéologie Génie Civil et Environment*. (2001), 226-230

- [Fer04] FERRARIS, C.F.; BEAUPRE, D.; CHAPDELAIN, F.; DOMONE, P.; KOEHLER, E.; SHEN, L.; SONEBI, M.; STRUBLE, L.; TEPKE, D.; WALLEVIK, O.; WALLEVIK, J.E.: *Comparison of concrete rheometers: International tests at MB (Cleveland OH, USA) in May, 2003*. NISTIR 7154. (2004).
- [Fer07] FERRARIS, C.F.; GEIKER, M.; MARTYS, N.S.; MUZZATTI, N.: Parallel-plate Rheometer Calibration Using Oil and Computer Simulation. *ACT* 5. (2007) 3, 363-371
- [Fer17] FERRARIS, C.F.; BILLBERG, P.; FERRON, R.; FEYS, D.; HU, J.; KAWASHIMA, S.; KOEHLER, E.; SONEBI, M.; TANESI, J.; TREGGER, N.: Role of Rheology in Achieving Successful Concrete Performance. *Concrete International* 39. (2017) 6
- [Fey07a] FEYS, D.; HEIRMAN, G.; SCHUTTER, G. de; VERHOEVEN, R.; VANDEWALLE, L.; VAN GEMERT, D.: Comparison of two concrete rheometers for shear thickening behaviour of SCC. *Proc 5th Int RILEM Symp SCC 2007*. (2007), 365-370
- [Fey07b] FEYS, D.; VERHOEVEN, R.; SCHUTTER, G. de: Evaluation of Time Independent Rheological Models Applicable to Fresh Self-Compacting Concrete. *Applied Rheology* 17. (2007) 5, 56244-1-56244-10
- [Fey08] FEYS, D.; VERHOEVEN, R.; SCHUTTER, G. de: Fresh self compacting concrete, a shear thickening material. *Cement and Concrete Research* 38. (2008) 7, 920-929
- [Fey09] FEYS, D.; VERHOEVEN, R.; SCHUTTER, G. de: Why is fresh self-compacting concrete shear thickening? *Cement and Concrete Research* 39. (2009) 6, 510-523
- [Fey13] FEYS, D.; WALLEVIK, J.E.; YAHIA, A.; KHAYAT, K.H.; WALLEVIK, O.H.: Extension of the Reiner–Riwlin equation to determine modified Bingham parameters measured in coaxial cylinders rheometers. *Mater Struct* 46. (2013) 1-2, 289-311
- [Fey17] FEYS, D.; KHAYAT, K.H.: Particle migration during concrete rheometry: How bad is it? *Mater Struct* 50. (2017) 2
- [Fin61] FINCKE, A.; HEINZ, W.: Zur Bestimmung der Fließgrenze grobdisperser Systeme. *Rheol Acta* 1. (1961) 4-6, 530-538
- [Fla04] FLATT, R.J.: Towards a prediction of superplasticized concrete rheology. *Mater Struct* 37. (2004) 5, 289-300
- [Fla06] FLATT, R.J.; BOWEN, P.: Yodel: A Yield Stress Model for Suspensions. *J American Ceramic Society* 89. (2006) 4, 1244-1256
- [Fra03] FRANK, M.; ANDERSON, D.; WEEKS, E.R.; MORRIS, J.F.: *Particle migration in pressure-driven flow of a Brownian suspension*.
- [Gie77] GIESEKUS, H.; LANGER, G.: Die Bestimmung der wahren Fließkurven nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität. *Rheol Acta* 16. (1977) 1, 1-22



- 
- [Gom84] GOMEZ, K.A.; GOMEZ, A.A.: *Statistical procedures for agricultural research*. Wiley. New York. (1984) (An International Rice Research Institute book).
- [Gra03] GRANICK, S.; ZHU, Y.; LEE, H.: Slippery questions about complex fluids flowing past solids. *Nature materials* 2. (2003) 4, 221-227
- [Haa17] HAASE, A.S.; WOOD, J.A.; SPRAKEL, L.M.J.; LAMMERTINK, R.G.H.: Inelastic non-Newtonian flow over heterogeneously slippery surfaces. *Physical review. E* 95. (2017) 2-1, 23105
- [Hei08] HEIRMAN, G.; VANDEWALLE, L.; VAN GEMERT, D.; WALLEVIK, Ó.: Integration approach of the Couette inverse problem of powder type self-compacting concrete in a wide-gap concentric cylinder rheometer. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 150. (2008) 2-3, 93-103
- [Hu95] HU, C.: *Rhéologie des bétons fluides*. Dissertation, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. (1995).
- [Hu96] HU, C.; LARRARD, F. de: The rheology of fresh high-performance concrete. *Cement and Concrete Research* 26. (1996) 2, 283-294
- [Jah18] JAHREN, P. (Hrsg.), SUI, T. (Hrsg.): *History of Concrete*. Co-Published With Chemical Industry Press. (2018).
- [Jam87] JAMES, A.E.; WILLIAMS, D.J.A.; WILLIAMS, P.R.: Direct measurement of static yield properties of cohesive suspensions. *Rheol Acta* 26. (1987) 5, 437-446
- [Jan95] JANA, S.C.; KAPOOR, B.; ACRIVOS, A.: Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles. *Journal of Rheology* 39. (1995) 6, 1123-1132
- [Jau10] JAU, W.-C.; YANG, C.-T.: Development of a modified concrete rheometer to measure the rheological behavior of conventional and self-consolidating concretes. *Cement and Concrete Composites* 32. (2010) 6, 450-460
- [Kal05] KALYON, D.M.: Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions. *Journal of Rheology* 49. (2005) 3, 621-640
- [Kil89] KILJAŃSKI, T.: A method for correction of the wall-slip effect in a Couette rheometer. *Rheol Acta* 28. (1989) 1, 61-64
- [Koe04] KOEHLER, E.P.; FOWLER, D.W.: *Development of a portable rheometer for fresh portland cement concrete*. International Center for Aggregates and Research. (2004).
- [Kor15] KORHONEN, M.; MOHTASCHEMI, M.; PUISTO, A.; ILLA, X.; ALAVA, M.J.: Apparent wall slip in non-Brownian hard-sphere suspensions. *The European physical journal. E, Soft matter* 38. (2015) 5, 129
- [Kri53] KRIEGER, I.M.; ELROD, H.: Direct Determination of the Flow Curves of Non-Newtonian Fluids. II. Shearing Rate in the Concentric Cylinder Viscometer. *Journal of Applied Physics* 24. (1953) 2, 134-136

- [Kri59] KRIEGER, I.M.; DOUGHERTY, T.J.: A Mechanism for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres. *Transactions of the Society of Rheology* 3. (1959) 1, 137-152
- [Küc17] KÜCHLIN, D.; HERSEL, O.; BACHMANN, Robert (Mitarb.); RIFFEL, Siegfried (Mitarb.); BOOS, Peter (Mitarb.); DIETERMANN, Martina (Mitarb.); LÖSCHING, Peter (Mitarb.) : *Betontechnische Daten*. HeidelbergCement AG. (2017).
- [Lar93] LARRARD, F.D.; SZITKAR, J.-C.; HU, C.; JOLY, M.; DERKX, F.: Design of a Rheometer for Fluid Concretes. *RILEM Workshop Special Concretes - Workability and Mixing*. (1993), 201-208
- [Lar96] LARRARD, F.D.; SEDRAN, T.; HU, C.; SZITKAR, J.-C.; JOLY, M.: Evolution of the Workability of Superplasticized Concretes: assessment with BTRHEOM Rheometer. *RILEM International Conference on Production Methods and Workability of Concrete*. (1996) RILEM Proceedings 32, 377-388
- [Lar98] LARRARD, F.D.; FERRARIS, C.F.; SEDRAN, T.: Fresh concrete: A Herschel-Bulkley material. *Mater Struct* 31. (1998) 7, 494-498
- [Lar99] LARSON, R.G.: *The structure and rheology of complex fluids*. Oxford Univ. Press. New York, NY. (1999) (Topics in chemical engineering).
- [Lei87] LEIGHTON, D.; ACRIVOS, A.: The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *J. Fluid Mech.* 181. (1987), 415
- [Low03] LOWKE, D.; WIEGRINK, K.-H.; SCHIESSL, P.: A simple and significant segregation test for SCC. *Proceedings of 3rd International RILEM Symposium on Self Compacting Concrete*. (2003).
- [Mac94] MACOSKO, C.W.: *Rheology: Principles, measurements and applications by Christopher W. Macosko*. Wiley-VCH. Chichester. (1994) (Advances in interfacial engineering series).
- [Meh14] MEHTA, P.K.; MONTEIRO, Paulo J. M.: *Concrete: Microstructure, properties, and materials*. McGraw-Hill. New York. (2014) (McGraw-Hill's AccessEngineering).
- [Mez12] MEZGER, T.: *Das Rheologie-Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern*. Vincentz Network. Hannover. (2012) (Farbe und Lack Edition).
- [Mol09] MOLLER, P.; FALL, A.; CHIKKADI, V.; DERKS, D.; BONN, D.: An attempt to categorize yield stress fluid behaviour. *Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences* 367. (2009) 1909, 5139-5155
- [Møl09] MØLLER, P.C.F.; FALL, A.; BONN, D.: Origin of apparent viscosity in yield stress fluids below yielding. *Europhys. Lett.* 87. (2009) 3, 38004
- [Moo31] MOONEY, M.: Explicit Formulas for Slip and Fluidity. *Journal of Rheology* 2. (1931) 2, 210-222

- 
- [Nar00] NARAYANAN, N.; RAMAMURTHY, K.: Structure and properties of aerated concrete: a review. *Cement and Concrete Composites* 22. (2000) 5, 321-329
- [Nea74] NEALE, G.; NADER, W.: Practical significance of brinkman's extension of darcy's law: Coupled parallel flows within a channel and a bounding porous medium. *Can. J. Chem. Eng.* 52. (1974) 4, 475-478
- [Ngu87] NGUYEN, Q.D.; BOGER, D.V.: Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. *Rheol Acta* 26. (1987) 6, 508-515
- [Ngu06] NGUYEN, Q.D.; AKROYD, T.; KEE, D.C. de; ZHU, L.: Yield stress measurements in suspensions: an inter-laboratory study. *Rheology Journal*. (2006) 18, 15-24
- [Nic05] NICKERSON, C.S.; KORNFIELD, J.A.: A "cleat" geometry for suppressing wall slip. *Journal of Rheology* 49. (2005) 4, 865-874
- [Ova13] OVARLEZ, G.; COHEN-ADDAD, S.; KRISHAN, K.; GOYON, J.; COUSSOT, P.: On the existence of a simple yield stress fluid behavior. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 193. (2013), 68-79
- [Owe20] OWENS, C.E.; HART, A.J.; MCKINLEY, G.H.: Improved rheometry of yield stress fluids using bespoke fractal 3D printed vanes. *Journal of Rheology* 64. (2020) 3, 643-662
- [Pad18] PADUANO, L.P.; CASERTA, S.; MINALE, M.; CAROTENUTO, C.: Rheological tests with a Boger fluid and a rough geometry. In: Ischia, Italy, 17–21 June 2018 Author(s) (*AIP Conference Proceedings*), 20095
- [Pad19] PADUANO, L.P.; SCHWEIZER, T.; CAROTENUTO, C.; VERMANT, J.; MINALE, M.: Rough geometries with viscoelastic Boger fluids: Predicting the apparent wall slip with a porous medium approach. *Journal of Rheology* 63. (2019) 4, 569-582
- [Pah91] PAHL, M.; GLEIBLE, W.; LAUN, H.-M.: *Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere*. VDI-Verlag. Düsseldorf. (1991) (Kunststofftechnik).
- [Pal19] PALOMO, A.; MONTEIRO, P.; MARTAUZ, P.; BILEK, V.; FERNANDEZ-JIMENEZ, A.: Hybrid binders: A journey from the past to a sustainable future (opus caementicium futurum). *Cement and Concrete Research* 124. (2019), 105829
- [Paw20] PAWELCZYK, S.; KNIPEKAMP, M.; JESINGHAUSEN, S.; SCHMID, H.-J.: Absolute Rheological Measurements of Model Suspensions: Influence and Correction of Wall Slip Prevention Measures. *Materials (Basel, Switzerland)* 13. (2020) 2
- [Paw53] PAWLOWSKI, J.: Bestimmung des Reibungsgesetzes der nicht-Newtonschen Flüssigkeiten aus den Viskositätsmessungen mit Hilfe eines Rotationsviskosimeters. *Colloid Polym Sci* 130. (1953) 3, 129-131

- [Rei49] REINER, M.: *Deformation and flow. An elementary introduction to theoretical rheology*. H.K. Lewis & Co, Limited. Great Britain. (1949).
- [Ric73] RICHARDSON, S.: On the no-slip boundary condition. *J. Fluid Mech.* 59. (1973) 4, 707-719
- [Rou07] ROUSSEL, N.; GEIKER, M.R.; DUFOUR, F.; THRANE, L.N.; SZABO, P.: Computational modeling of concrete flow: General overview. *Cement and Concrete Research* 37. (2007) 9, 1298-1307
- [Rou12a] ROUSSEL, N.; OVARLEZ, G.; GARRAULT, S.; BRUMAUD, C.: The origins of thixotropy of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research* 42. (2012) 1, 148-157
- [Rou12b] ROUSSEL, N.: *Understanding the rheology of concrete*. Woodhead Publishing. Cambridge, Philadelphia, PA. (2012) (Woodhead Publishing in materials).
- [Rou18] ROUSSEL, N.: Rheological requirements for printable concretes. *Cement and Concrete Research* 112. (2018), 76-85
- [Sch70] SCHÜMMER, P.: Zur Darstellung der Durchflußcharakteristik, viskoelastischer Flüssigkeiten in Rohrleitungen. *Chemie Ingenieur Technik* 42. (1970) 19, 1239
- [Sch78] SCHÜMMER, P.; WORTHOFF, R.H.: An elementary method for the evaluation of a flow curve. *Chemical Engineering Science* 33. (1978) 6, 759-763
- [Sem07] SEMWOGERERE, D.; MORRIS, J.F.; WEEKS, E.R.: Development of particle migration in pressure-driven flow of a Brownian suspension. *J. Fluid Mech.* 581. (2007), 437-451
- [Sou14] SOUALHI, H.; KADRI, E.H.; NGO, T.-T.; BOUVET, A.; CUSSIGH, F.; KENAI, S.: A new vane rheometer for fresh mortar: development and validation. *Applied Rheology* 24. (2014).
- [Str95] STRUBLE, L.; SUN, G.-K.: Viscosity of Portland cement paste as a function of concentration. *Advanced Cement Based Materials* 2. (1995) 2, 62-69
- [Str01] STRUBLE, L.; PURI, U.; JI, X.: Concrete Rheometer. *Advances in Cement Research* 13. (2001) 2, 53-63
- [Sze97] SZECZY, R.E.: *Concrete Rheology*. Dissertation, University of Illinois at Urbana Champaign. (1997).
- [Tad10] TADROS, T.F.: *Rheology of dispersions: Principles and applications*. Wiley-VCH-Verl. Weinheim. (2010).
- [Tat79] TATTERSALL, G.H.; BLOOMER, S.J.: Further development of the two-point test for workability and extension of its range. *Magazine of Concrete Research* 31. (1979) 109
- [Tat83] TATTERSALL, G.H.; BANFILL, P.F.G.: *The Rheology of fresh concrete*. Pitman. Boston. (1983).

- 
- [Thr10] THRANE, L.N.; PADE, C.; NIELSEN, C.V.; JEKNAVORIAN, A.A.; SCHEMMEL, J.J.; DEAN, S.W.: Determination of Rheology of Self-Consolidating Concrete Using the 4C-Rheometer and How to Make Use of the Results. *J. ASTM Int.* 7. (2010) 1, 102003
- [Uzo74] UZOMAKA, O.J.: A concrete rheometer and its application to a rheological study of concrete mixes. *Rheol Acta* 13. (1974), 12-21
- [Vas19] VASILIC, K.; GRAM, A.; WALLEVIK, J.E.: Numerical simulation of fresh concrete flow: insight and challenges. *RILEM Tech Lett* 4. (2019), 57-66
- [Ver13] Verein Deutscher Ingenieure: *VDI-Wärmeatlas*. Springer Berlin Heidelberg. Berlin, Heidelberg. (2013).
- [Ver02] Verein Deutscher Zementwerke: *Zement-Taschenbuch*. Verlag Bau und Technik. Düsseldorf. (2002).
- [Wal03] WALLEVIK, J.E.: *Rheology of Particle Suspensions: Fresh Concrete, Mortar and Cement Paste with Various Types of Lignosulfonates*. Dissertation, The Norwegian University of Science and Technology (NTNU). (2003).
- [Wal90a] WALLEVIK, O.H.; GJORV, O.E.: Development of a Coaxial Cylinder Viscometer for Fresh Concrete. *RILEM Proceedings*. (1990), 213-224
- [Wal90b] WALLEVIK, O.H.: *The Rheology of Fresh Concrete and its Application on Concrete with and without Silica Fume*. Dissertation, NTH Trondheim. (1990).
- [Web85] WEBER, M.; DEDEGIL, M.Y.: *Rotationsviskosimeter*. Patentnummer 0166332. (1985).
- [Wes17] WESTON, J.S.; HARWELL, J.H.; GRADY, B.P.: Rheological characterization of yield stress gels formed via electrostatic heteroaggregation of metal oxide nanoparticles. *Soft matter* 13. (2017) 38, 6743-6755
- [Wüs05] WÜSTHOLZ, T.: *Experimentelle und theoretische Untersuchungen der Frischbetoneigenschaften von selbstverdichtendem Beton*. Dissertation, Universität Stuttgart. (2005).
- [Yah01] YAHIA, A.; KHAYAT, K.: Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout. *Cement and Concrete Research* 31. (2001) 5, 731-738
- [Yah11] YAHIA, A.: Shear-thickening behavior of high-performance cement grouts — Influencing mix-design parameters. *Cement and Concrete Research* 41. (2011) 3, 230-235
- [Yah16] YAHIA, A.; MANTELLATO, S.; FLATT, R.J.: Concrete rheology. In: *Science and Technology of Concrete Admixtures* Elsevier. (2016).2016, 97-127
- [Yil89] YILMAZER, U.; KALYON, D.M.: Slip Effects in Capillary and Parallel Disk Torsional Flows of Highly Filled Suspensions. *Journal of Rheology* 33. (1989) 8, 1197-1212

- [Yos88] YOSHIMURA, A.; PRUD'HOMME, R.K.: Wall Slip Corrections for Couette and Parallel Disk Viscometers. *Journal of Rheology* 32. (1988) 1, 53-67
- [Zhu01] ZHU, L.; SUN, N.; PAPADOPOULOS, K.; KEE, D. de: A slotted plate device for measuring static yield stress. *Journal of Rheology* 45. (2001) 5, 1105-1122
- [Zhu02] ZHU, Y.; GRANICK, S.: Limits of the hydrodynamic no-slip boundary condition. *Physical review letters* 88. (2002) 10, 106102

## Studentische Arbeiten

Die nachfolgenden Referenzen sind unveröffentlichte studentische Arbeiten, welche im Rahmen der vorliegenden Dissertation am Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik der Universität Paderborn erstellt wurden. Die Definition der Zielsetzung, die Bearbeitung sowie die Auswertung, Interpretation und Visualisierung von Ergebnissen erfolgten unter wissenschaftlicher Anleitung des Autors dieser Dissertation. Ergebnisse dieser Arbeiten sind teilweise in die vorliegende Dissertation eingeflossen. Der Autor möchte den Studierenden für ihren motivierten Einsatz und ihre Unterstützung danken.

- [Elm22] ELMA, B. (Betreuer JOSCH, S.): *Examination of flow characteristics of self-compacting concrete using an adaptive coaxial rheometer*. Universität Paderborn, Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik, unveröffentlichte Studienarbeit, 2022.
- [Jäg19] JÄGER, F. (Betreuer JOSCH, S.): *Untersuchung des Einflusses strukturierter Oberflächen auf rheologische Messungen im koaxialen Zylinder-Messsystem*. Universität Paderborn, Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik, unveröffentlichte Masterarbeit, 2019.
- [Rüt21] RÜTHER, T. (Betreuer JOSCH, S.): *Inbetriebnahme und Charakterisierung eines adaptiven Rheometers für den Einsatz in der wissenschaftlichen Analyse von Frischbeton*. Universität Paderborn, Lehrstuhl für Partikelverfahrenstechnik, unveröffentlichte Masterarbeit, 2021.

## Erklärung zur Zitation von Inhalten aus studentischen Arbeiten

In Ergänzung zu meinem Antrag auf Zulassung zur Promotion in der Fakultät für Maschinenbau der Universität Paderborn erkläre ich gemäß §11 der Promotionsordnung und unter Beachtung der Regelung zur Zitation studentischer Arbeiten:

Die von mir vorgelegte Dissertation habe ich selbstständig verfasst, und ich habe keine anderen als die dort angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt. Es sind Inhalte studentischen Ursprungs (studentische Arbeiten) in dieser Dissertation enthalten.

*Ich habe die verwendeten Arbeiten entsprechend der Regelung „Zitation aus studentischen Arbeiten in Dissertationen“ zitiert.*

Ort, Datum: Herford, 19.03.2023

Unterschrift





# **Anhang**

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>A1 Drehmomentauslegung.....</b>	<b>166</b>
<b>A2 Partikelgrößenverteilung .....</b>	<b>167</b>
<b>A3 Betonzusammensetzung .....</b>	<b>168</b>

## A1 Drehmomentauslegung

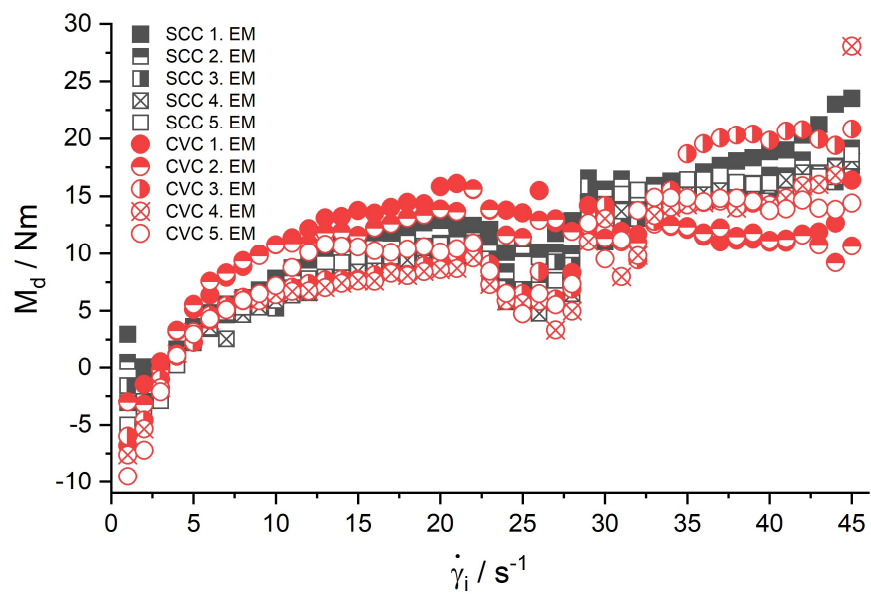


Abbildung A 1.1: Drehmoment  $M_d$  über Scherrate am Innenzylinder  $\dot{\gamma}_i$  für SCC und CVC; gemessen über den internen Leistungsverbrauch des Elektromotors

## A2 Partikelgrößenverteilung

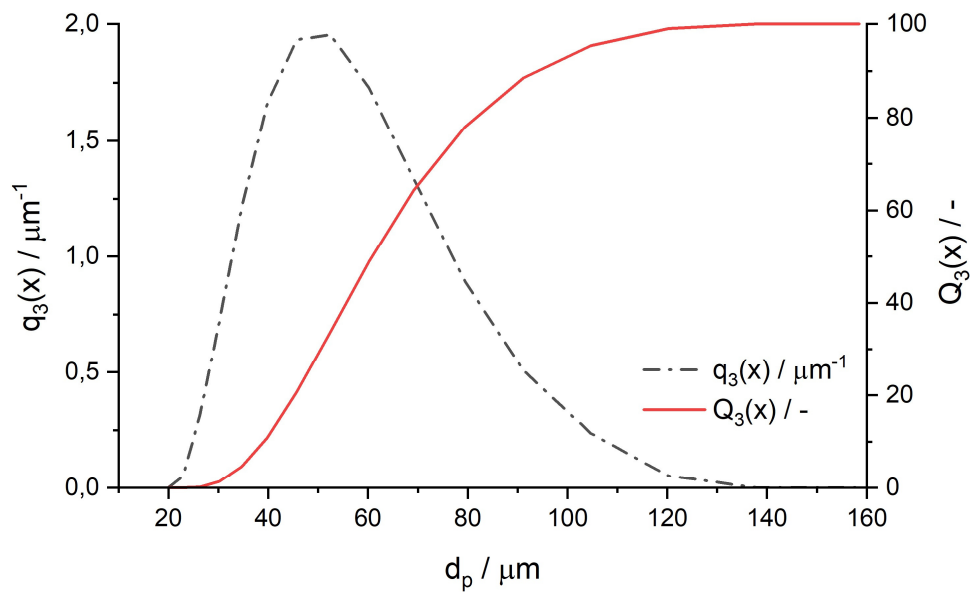


Abbildung A 2.1: Dichteverteilung  $q_3(x)$  und Summenverteilung  $Q_3(x)$  der PA6-Partikeln der für die Vergleichsmessungen hergestellten, strukturviskosen Suspension

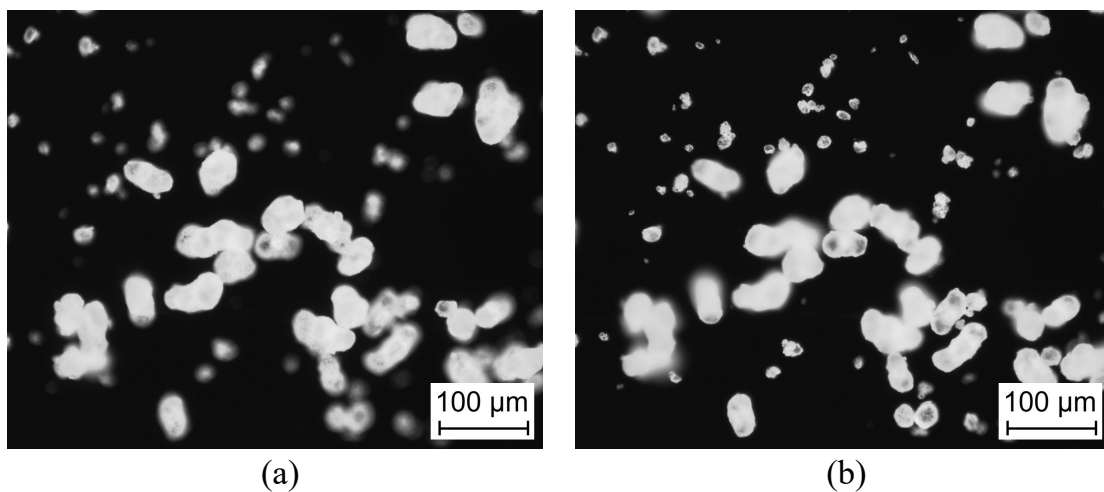


Abbildung A 2.2: Mikroskopaufnahmen der PA6-Partikeln der für die Vergleichsmessungen hergestellten, strukturviskosen Suspension mit unterschiedlichen Fokussen auf (a) große Partikeln und (b) kleine Partikeln

### A3 Betonzusammensetzung

Tabelle A 3.1: Zusammensetzung des SCC1 für ein Volumen von 17 l,  $w/c = 0,35$

	$\rho$ / $kg/m^3$	$\phi$ / -	$c_m$ / $kg/m^3$	$m$ / $g$
Zement	2990	0,218	652,00	11084,00
Körnung 0,1/0,5	2555	0,193	493,74	8393,52
Körnung 0,5/1	2555	0,119	303,84	5165,24
Körnung 1/2	2555	0,111	284,85	4842,42
Körnung 2/4	2485	0,126	313,98	5337,17
Wasser	1000	0,213	213,14	3623,36
Fließmittel	1056	0,0185	19,56	332,52
Entschäumer	1000	0,001	0,65	11,05

Tabelle A 3.2: Angedickte Zusammensetzung des SCC2 für ein Volumen von 17 l,  $w/c = 0,35$

	$\rho$ / $kg/m^3$	$\phi$ / -	$c_m$ / $kg/m^3$	$m$ / $g$
Zement	2990	0,218	652,00	11084,00
Körnung 0,1/0,5	2555	0,193	493,74	8393,52
Körnung 0,5/1	2555	0,119	303,84	5165,24
Körnung 1/2	2555	0,111	284,85	4842,42
Körnung 2/4	2485	0,126	313,98	5337,17
Wasser	1000	0,213	213,14	3623,36
Fließmittel	1056	0,0185	19,56	332,52
Entschäumer	1000	0,001	0,65	11,05
Verdicker	k.A.	k.A.	k.A.	18,29

Tabelle A 3.3: Zusammensetzung des CVC für ein Volumen von 17 l,  $w/c = 0,5$ 

	$\rho$ / $kg/m^3$	$\phi$ / -	$c_m$ / $kg/m^3$	$m$ / $g$
Zement	2990	0,180	539,00	9163,00
Körnung 0,1/0,5	2555	0,193	493,74	8393,52
Körnung 0,5/1	2555	0,119	303,84	5165,24
Körnung 1/2	2555	0,111	284,85	4842,42
Körnung 2/4	2485	0,126	313,98	5337,17
Wasser	1000	0,267	267,01	4539,17
Fließmittel	1056	0,0031	3,23	54,98