

Principles and Application of Rheometer

Gyeong Ae Lee

UNIST Central Research Facilities (UCRF)





교육 일정 및 Self-user 권한 획득 방법

• Self-user 교육 일정

1. 이론 교육 이수
2. 실습 교육 이수
3. 실습 방법
 - 가. 연구실 내 기존의 Self-user 동행 하에 실습 - 두 번 이상
 - 나. 두 명이 한 조가 되어 실습 - 개인당 두 번 이상
실습 예약은 장비 담당자에게 연락(4163)
4. 테스트 : 충분히 연습 후 장비 담당자에게 연락

-> 테스트 완료까지 이론 교육 후 10일 이내에 이수하여야 함.

• 테스트 통과 후

1. UCRF 홈페이지에 ID 등록(기존 회원은 ID만 알려주시면 됨)
2. 권한 변경 요청(홈페이지에서 하지 말고, 장비담당자에게 따로 연락 바람)
-> UCRF 홈페이지에서 장비 예약 가능

• UCRF 출입 권한 신청 방법

1. UCRF 홈페이지 - 자료마당 - 자료실 - 연구지원본부 분석실 출입권한신청서
작성 -> 담당교수 서명 -> 출입신청담당자(유혜정, 201-11호, 4038)에게 제출

- 장비 예약 캘린더 위 장비 상태 및 공지 사항 확인

레오미터 사용 후 뒷정리 철저히

장비 사용 일지 꼭 써주시기 바랍니다.

1. Self user 교육을 받으신 분은 충분히 연습 후(self user 권한 있는 분과 동행) test를 위해 장비 담당자에게 연락주세요.

2. Self user가 아닌 분들의 장비 사용을 금지합니다.(잘은 고장의 원인이 됩니다.)

3. 장비에 이상이 있는 것으로 의심되면 꼭 장비담당자에게 연락부탁드립니다.^^(4163)

장비이용수가

시료 1당(기본 2h): 40000원

2h 이상 이용시 +1h 당 5000원

할인율

Self-user 사용 시: -50%

유니스트 구성원 의뢰 시: -30%

타대학 의뢰 시: -10%

출산 내 기업 의뢰 시: -0%

타지역 기업 의뢰 시: +20%

- 연구지원본부 운영 규정

- 6개월 10회 미만 사용자 -> Self-user 권한 정지

- 분석 종료 후 실험대 정리, 장비일지 작성, 소등 및 출입문 단속

- 실험에 필요한 소모품은 사용자가 준비

- 기기 사용은 평일 근무시간(오전 9시~오후 6시)에 개방하나 근무 외 시간(오후 6시 이후) 및 공휴일에 사용하고자 하는 사람은 지도 교수 및 연구 책임자의 승인 후 행정실에 사용 신청서를 제출하거나 기기 담당자와 사전 협의를 통해 사용

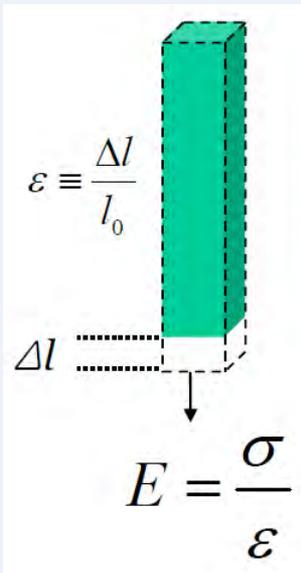
The basic principle of rheology

Rheometer

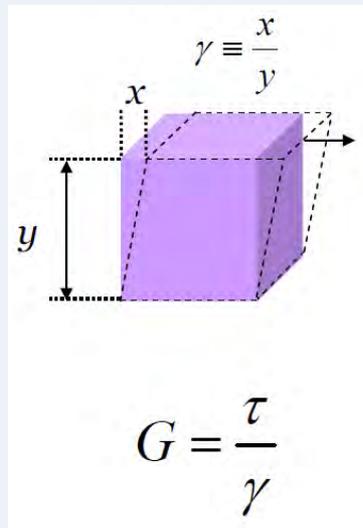
시료에 변형을 주고, 시료의 응답을 분석하여 점도, 탄성률 같은 rheological parameter를 분석

Rheological Parameter

Young's modulus
= Tensile modulus



Shear modulus



• Parameters & units

Stress; 힘/면적 [Pa, or dyn/cm²]

σ = tensile stress, τ = shear stress

Strain; 변형비율 [단위없음]

ε = tensile strain, γ = shear strain

Strain rate; 변형속도, d(strain)/dt [1/s]

$\dot{\varepsilon}$ = tensile strain rate, $\dot{\gamma}$ = shear strain rate

Modulus; Stress/Strain [Pa or dyn/cm²]

E = Young's or Tensile Modulus, G = Shear Modulus

Compliance; Strain/Stress [1/Pa, cm² / dyn]

Typically denoted by J, J = 1/G

Viscosity; Stress/Strain rate [Pa * s or Poise]

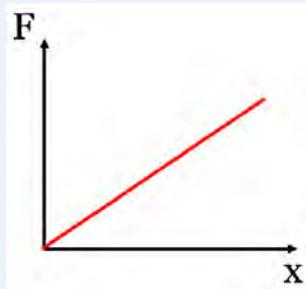
η

The basic principle of rheology

물체의 거동 영역

Solid ----- Liquid
Ideal solid(perfect elastic) ----- Real materials(viscoelastic) ----- Ideal liquid(perfect viscous)

1. Solid(elastic)



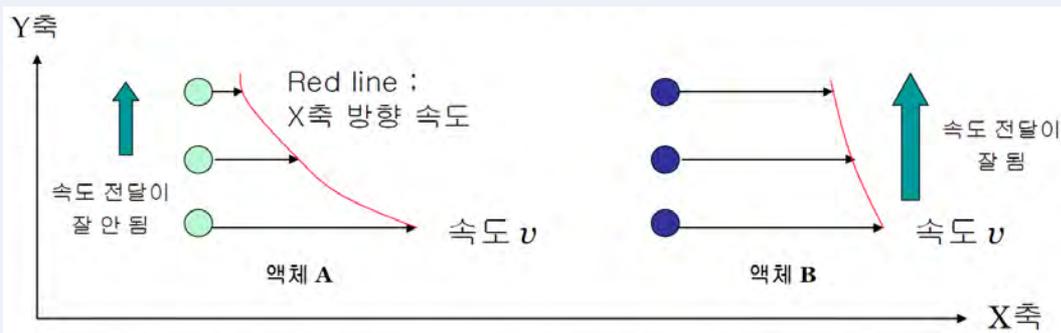
- Hooke's law

$$F = -kx$$

-> 시간과 무관

-> 변형을 시키면 변형에 필요한 에너지가 위치에너지 상태로 물체 내 저장

2. Liquid(viscous)



- > 액체 A는 점도가 낮고 B는 점도가 높다.
- > '액체가 움직이는 방향에 수직 방향으로 속도(즉 운동량)가 얼마나 잘 전달되는가?'가 그 액체의 점도와 상관관계

- Newton's law

$$\tau = \eta \frac{dv}{dy} = \eta \frac{dx/dt}{dy} = \eta \frac{dx/dy}{dt} = \eta \frac{d\gamma}{dt}$$

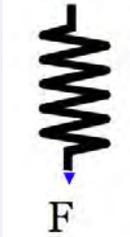
- > x 방향 속도가, 이 속도에 수직인 방향(y)에 따라 변하는 정도에 (점성)저항력에 비례한다.
- > 이 비례 상수가 점성도 또는 점성 계수이다.

Rheological Linear viscoelastic theory

- Hookean Solid

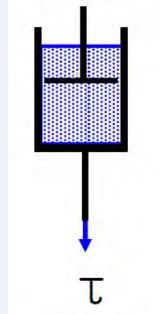
- Newtonian Liquid

Spring



$$\sigma = E\varepsilon$$

Dashpot



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

• Elastic component

- 변형을 줄 때 시간 지연 없이 곧바로 반응
- Strain만 중요
- 변형이 에너지로 저장(Spring)

• Viscous component

- 변형을 줄 때 변형의 시간 변화가 중요
- > 시간 지연이 있고 장시간의 변형에서 두드러짐
- 변형이 에너지로 저장되지 않고 손실됨(water)

Shear rate가 빠르면 고체처럼,
느리면 액체처럼 거동

- 유변학적 모델



Kelvin (Voigt) 모델

$$\tau = \eta_0 \dot{\tau} + G_0 \gamma$$



Maxwell 모델

$$\tau + \frac{\eta_0}{G_0} \dot{\tau} = \eta_0 \dot{\gamma}$$

• Viscoelastic 물질

- 변형력은 변형과 변형률 양편에 의존하며 그 역도 성립함

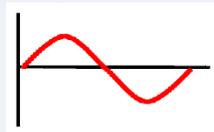
Rheological Linear viscoelastic theory

Model	Equation
Newtonian	$\sigma = \eta_0 \dot{\gamma}$
Bingham	$\sigma = \sigma_0 + \eta_0 \dot{\gamma}$
Casson	$\sigma^{1/2} = \sigma_0^{1/2} + \eta_0^{1/2} \dot{\gamma}^{1/2}$
Power Law	$\sigma = K \dot{\gamma}^c$
Herschel Bulkley	$\sigma = \sigma_0 + K \dot{\gamma}^c$
Sisko	$\eta = \eta_\infty + K \dot{\gamma}^{n-1}$
Williamson	$\eta = \eta_0 / (1 + (\dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0)^c)$
Cross	$(\eta - \eta_\infty) / (\eta_0 - \eta_\infty) = 1 / (1 + (\dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0)^d)$
Ellis	$(\eta - \eta_\infty) / (\eta_0 - \eta_\infty) = 1 / (1 + (\sigma / \sigma_0)^d)$
Carreau	$(\eta - \eta_\infty) / (\eta_0 - \eta_\infty) = 1 / (1 + (\dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0)^2)^{d/2}$

Deformation

시료에 시간에 따른 sinusoidal wave 형태로 Strain 변화

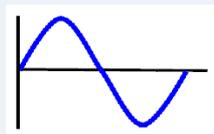
$$\varepsilon = \gamma(t) = A \sin \omega t$$



Response

Solid(elastic)

$$\sigma = E\varepsilon = EA \sin \omega t$$



Liquid(viscous)

$$\tau = \eta \frac{d\gamma}{dt} = \eta A \omega \cos \omega t$$



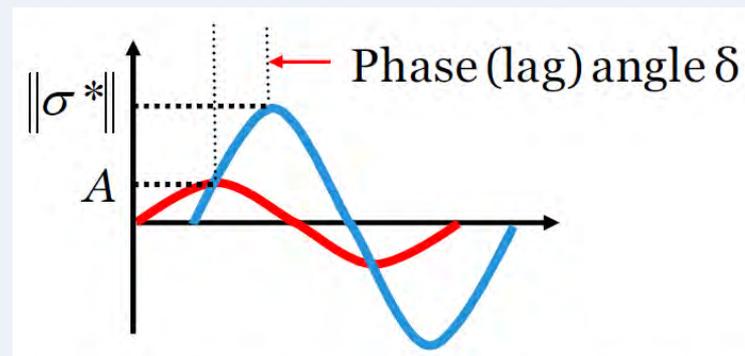
• Viscoelastic

$$\therefore \text{total stress} = \sigma + \tau = A(E \sin \omega t + \eta \omega \cos \omega t)$$

$$= A \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2} (\cos \delta \sin \omega t + \sin \delta \cos \omega t)$$

$$\{ \because \cos \delta \equiv E / \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2}, \sin \delta \equiv \eta \omega / \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2} \}$$

$$= \|\sigma^*\| \sin(\omega t + \delta) \quad \{ \|\sigma^*\| = A / \sqrt{E^2 + (\eta \omega)^2} \}$$



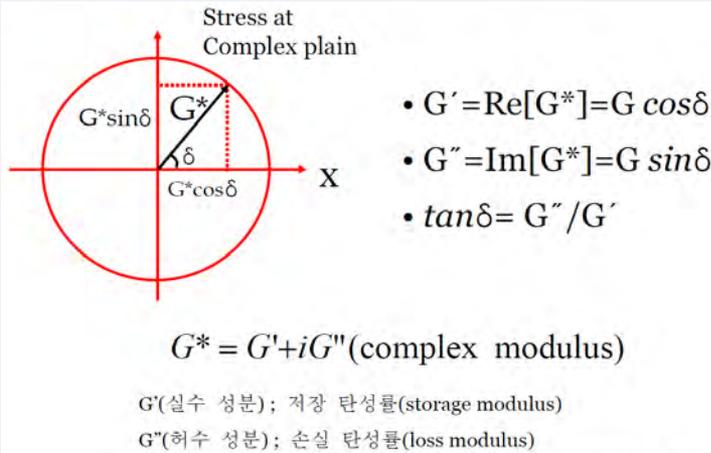
$$\therefore \text{elastic component} = \frac{\|\sigma^*\|}{A} \cos \delta, \text{ viscous component} = \frac{\|\sigma^*\|}{A} \sin \delta$$

$$E = \frac{\|\sigma^*\|}{A} \cos \delta, \eta = \frac{\|\sigma^*\|}{A\omega} \sin \delta$$



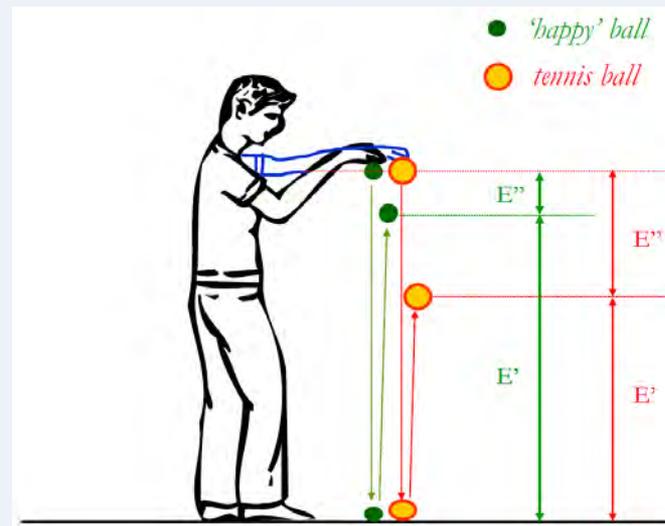
점성 성분이 진동수에 반비례

• Complex plain



$\tan \delta = \text{damping factor}$

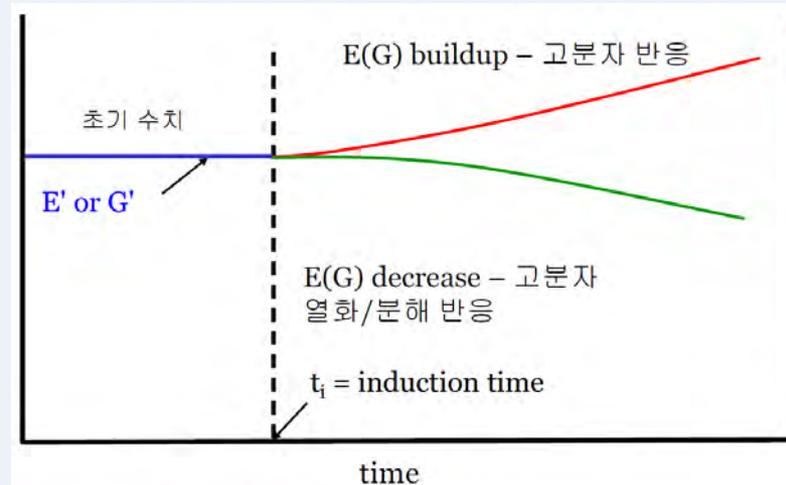
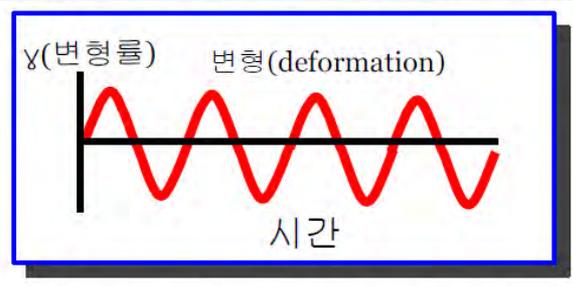
$$= \frac{\text{점성에 의해 손실되는 에너지}}{\text{탄성에 의해 저장되는 에너지}}$$



1) Dynamic time sweep test

- Amplitude, frequency, Temp 일정
- **Time 변화**

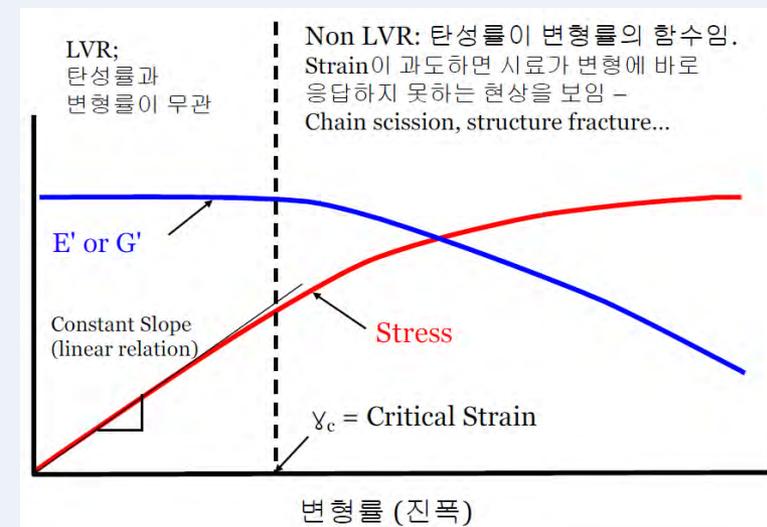
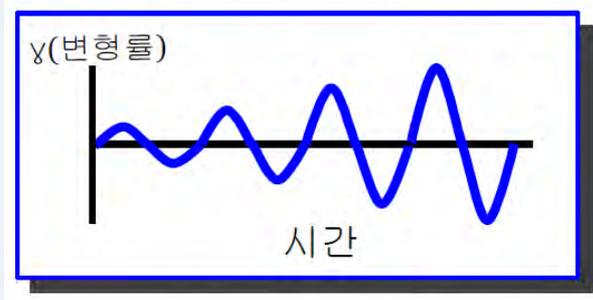
; (열)분해 연구, 시험 절차에 대한 안정성



2) Dynamic strain sweep test

- Frequency, Temp 일정
- **Amplitude 변화**

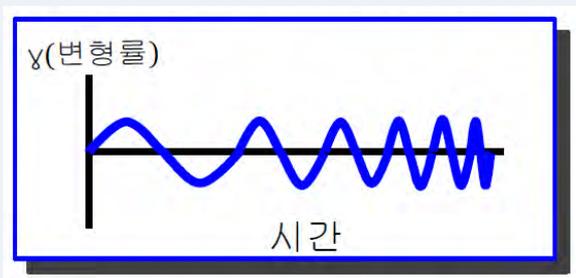
; LVR check 시 가장 많이 이용



3) Frequency sweep test

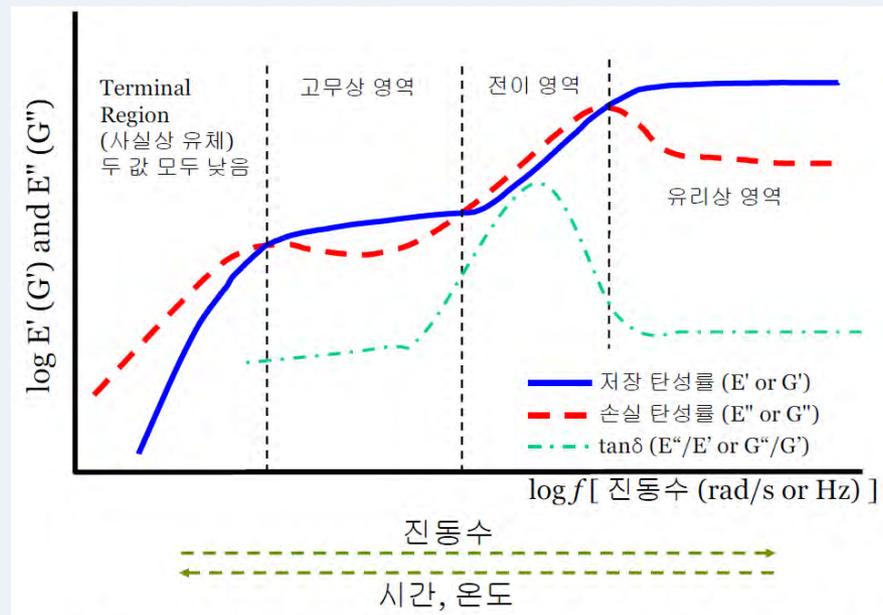
- Amplitude, Temp 일정
- **Frequency 변화**

; Time-temperature 중첩(TTS) 실험용

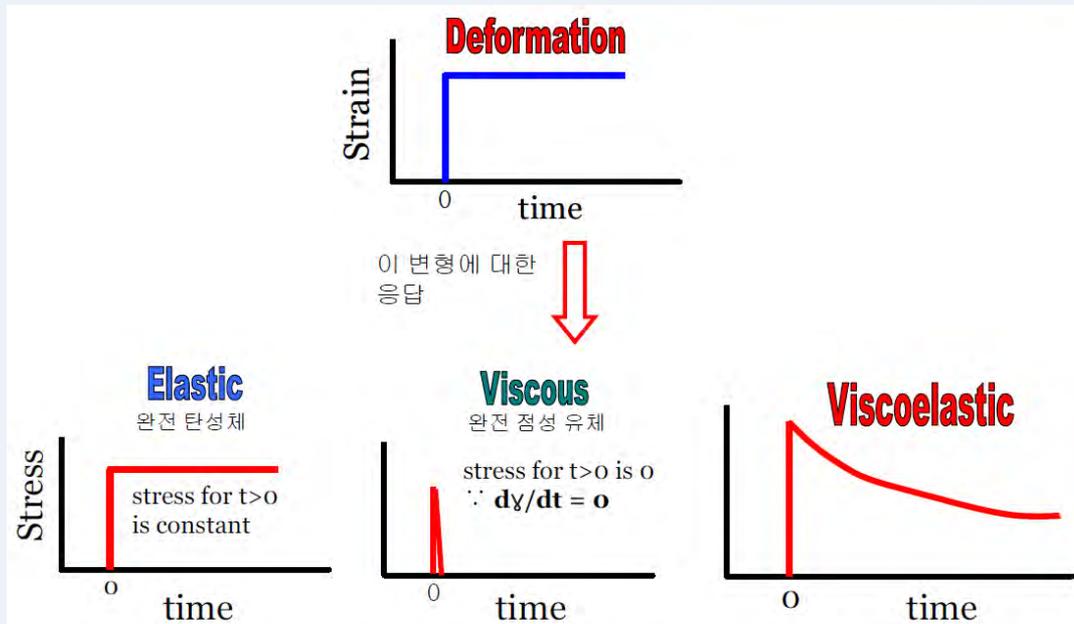


4) Temperature ramp test

- Amplitude, frequency 일정
- **Temp 변화**



1) Stress relaxation test

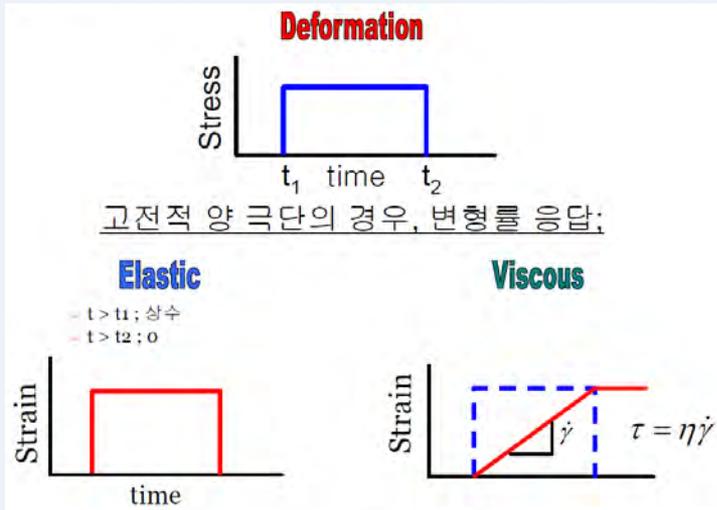


- 순간적으로 strain을 가하고 그대로 유지
- Stress 관찰
- 장력이 걸린 상태에서 시료의 내부 구조가 시간이 지나면서 차차 변형되어 장력을 줄이는 방향으로 변화
- Stress relaxation modulus, $G(t)$

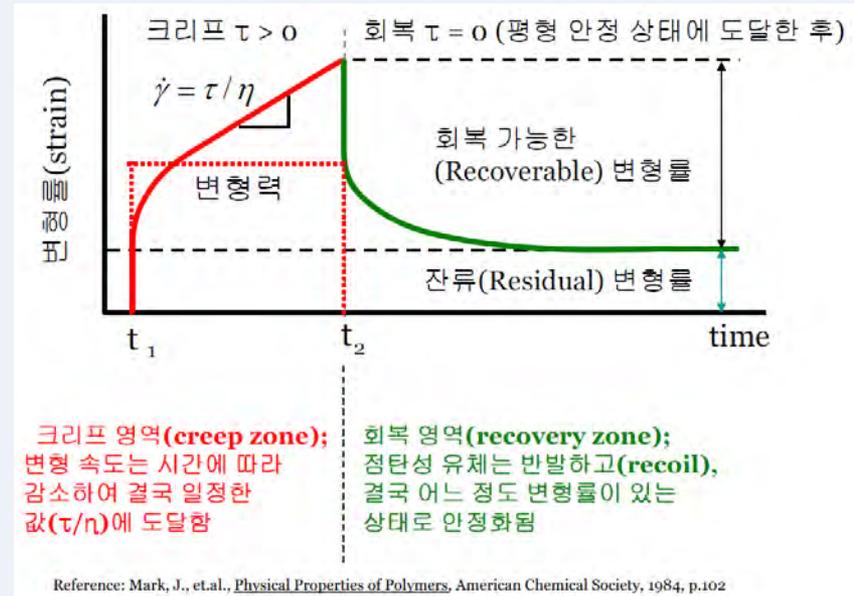
$$G(t) \equiv \frac{\tau(t)}{\gamma}$$

2) Creep and recovery test

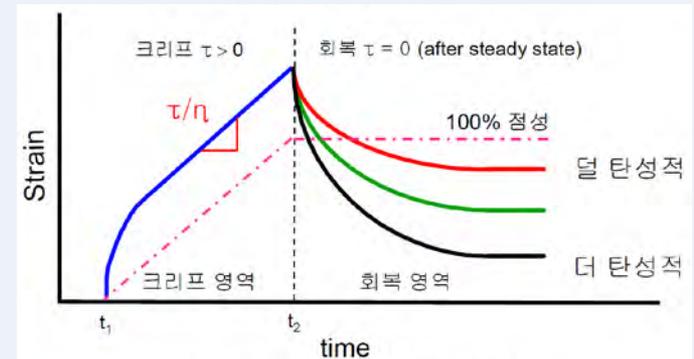
- Ideal



- Viscoelastic



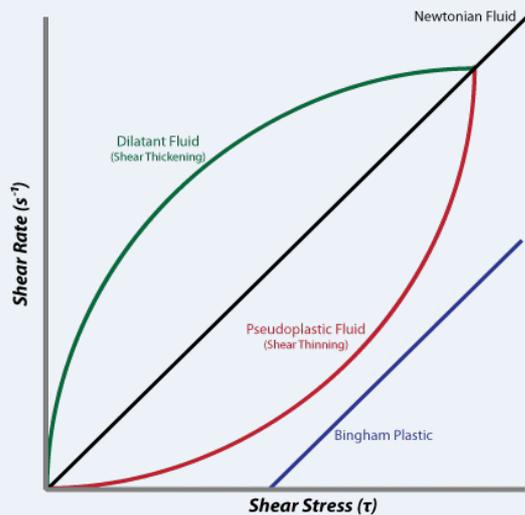
- 일정 시간 동안 일정한 stress를 주다가 갑자기 없앴
- Strain을 시간의 함수로 측정
- long chain tails에 민감
- Zero shear viscosity
- Creep compliance



1) Flow test

- 한 쪽 방향으로만 돌리는 실험
- 점도만 얻을 수 있음 (viscosity vs shear strain)

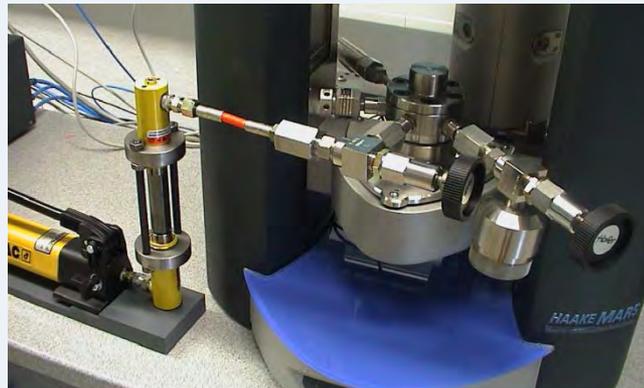
- Shear dependency



- Newtonian; 물, 기타 저분자량 액체
- Bingham plastic; paste
- Pseudoplastic; polymer
- Dilatant; suspension

Cell과 geometry의 종류

- Parallel plate
 - 상당히 낮은 저점도 ~ 연한 고체
 - High shear rate; sample 튕겨 나감
 - 지름이 작을수록 고점도 측정
- Concentric cylinder
 - 대체로 저점도용으로 국한
 - 고점도 유체; 일정 회전 속도 이상에서는 slip 현상이 나타남
 - High shear rate; sample 튕겨 나가지 않음
 - 휘발성 용매에 강함
- Building material cell & vane rotor
- Pressure cell



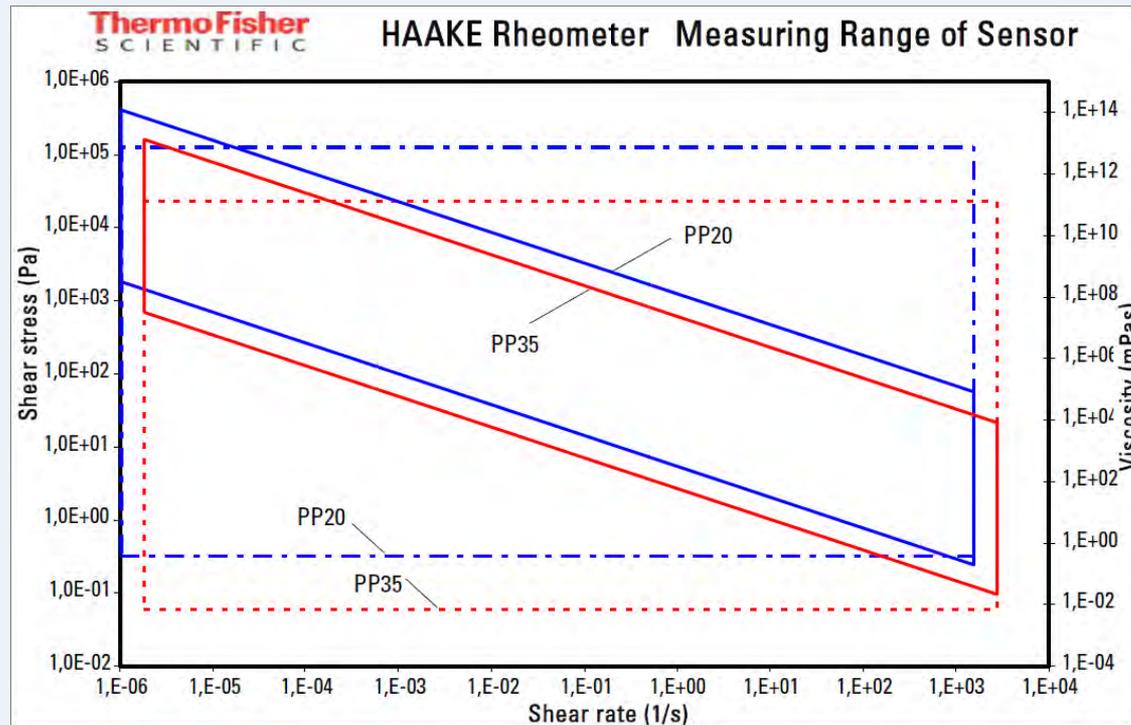
- Plate-Plate(PP20, PP35)

- Sample volume

PP20; 0.4 cm^3

PP35; 1.0 cm^3

Perm.temperature max; 600°C



Sample에 따른 실험 조건

Sample	Test conditions	Geometry	Comments
Polymer	<ul style="list-style-type: none"> • (very) high viscosity • 저온 ~ high temperature • RT(reactions) • oscillation test • very low ~ medium shear 	<ul style="list-style-type: none"> • PP with CTC 	<ul style="list-style-type: none"> • 고온 열분해; 시료 안정성 • 넓은 범위의 온도 때문에 고려 사항이 많음; variable gap..
Solution	<ul style="list-style-type: none"> • Low ~ high viscosity • 대체로 100도 이하 • 가끔 high shear 	<ul style="list-style-type: none"> • 넓은 지름 PP • Concentric cylinder 	<ul style="list-style-type: none"> • Solvent 증발 • 적절한 geometry
Solvent	<ul style="list-style-type: none"> • low viscosity • 거의 100도 이하 • medium ~ high shear 	<ul style="list-style-type: none"> • 넓은 지름 PP • Concentric cylinder 	<ul style="list-style-type: none"> • Solvent 증발 • 적절한 geometry
Colloid	<ul style="list-style-type: none"> • 점도 조건 매우 다양함 • 대체로 100도 이하 • Shear 조건도 매우 다양 • Oscillation test 	<ul style="list-style-type: none"> • 조건이 다양하여 규정이 어려움 • Concentric cylinder 	<ul style="list-style-type: none"> • 시료 안정성(thixotropy) • 내부 구조의 불안정성; loading • LVR이 넓지 않은 수가 많음 • Solvent 증발

• 조건 설정/ 판단

- Torque spec 최저값의 십여 배 ~ 수십 배 정도만 signal이 나와도 충분
- > 그 이상 signal을 키우려고 frequency/amplitude/shear rate를 무리하게 올릴 필요 전혀 없음
- 이 경우 LVR 초과, inertia(or slip), edge failure 등의 문제만 키움

- Specifications

	Units	
Torque range (Oscillation)	μNm	0.01 ~ 200,000
Torque range (Rotation)	μNm	0.003 ~ 200,000
Normal/Axial force	N	0.01 ~ 50
Angular resolution	$nrad$	12
Frequency	Hz	10^{-6} ~ 100
Angular velocity (CS)	rpm	10^{-7} ~ 1500
Angular velocity (CR)	rpm	10^{-8} ~ 1500



울산과학기술대학교 연구지원본부 운영지침

- 제정 2012.9.26, 지침 제 44호
- 개정 2012.00.00. 지침 제 00호

- 제1장 총칙

- 제1조(목적) 이 지침은 「연구지원본부 운영규정」제9조에 의하여 울산과학기술대학교 연구지원본부(이하 “연구지원본부”라 한다)의 운영에 필요한 세부 사항을 정함을 목적으로 한다.

- 제2조(적용범위) 이 지침은 본 대학교의 교수, 대학원생, 학부생, 연구원 및 연구지원본부 수시 출입자, 그리고 장비 담당자에게 적용된다.

- 제3조(용어의 정의) 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 다음 각 호와 같다.
- 1. “자율 사용”이라 함은, 본 대학교에 소속된 교직원 또는 학생 중에서 연구지원본부에서 정한 절차를 따라 자율 사용 자격을 얻은 자가, 장비담당자의 도움 없이 독립적으로 장비를 이용하는 것을 말한다.
- 2. “자율 사용자”라 함은, 제1호의 “자율 사용”에 관한 자격을 얻은 자를 말한다.
- 3. “분석 및 공정 의뢰”라 함은, 연구지원본부의 공용장비를 이용하여 시험분석 또는 공정의 결과를 얻기 위하여 장비담당자에게 일련의 분석 및 공정 과정을 의뢰하는 것을 말한다.

- 제2장 운영관리

- 제4조(출입관리) ① 연구지원본부의 각 실 중 출입 제한이 있는 실험실의 출입 권한을 얻기 위해서는 신청서를 작성하여 지도교수와 연구지원본부의 담당자의 승인을 득한 후 등록해야 한다.
- ② 장비 유지관리 및 보수의 목적으로 출입하고자 하는 경우, 담당자의 동행 또는 승인 하에 출입해야 한다.
- ③ 출입자 안전 교육이 필요한 실험실은 실별로 정한 별도의 교육을 선행하여 실시한 후 출입을 허가한다.

- 제5조(분석 및 공정 의뢰) ① 연구지원본부에서 지원 가능한 분석 및 공정에 대한 의뢰는 의뢰자와 장비 담당자간 사전에 직접 협의한다.
- ② 분석 및 공정을 의뢰하는 자는 담당자가 장비 또는 시설의 정상적인 작동과 안전을 유지하는데 필요한 정보 및 연구 내용을 파악할 수 있도록 협조하여야 한다.
- ③ 분석 및 공정 서비스는 선착순 응대하는 것을 기본 방침으로 하며, 장비 점검 및 수리 등 특이사항 발생 시에는 장비 담당자의 판단에 따라 의뢰 내용을 유보 또는 취소할 수 있다.



울산과학기술대학교 연구지원본부 운영지침

- ④ 의뢰자로부터의 특별한 요청이 없을 경우, 각 담당자는 의뢰 결과를 통보한 날로부터 7일을 초과한 시점에 시료를 폐기할 수 있고 3개월을 초과한 시점에 분석 및 공정 서비스 결과물 또는 결과 데이터를 폐기할 수 있다.
- 제6조(자율 사용 자격) ① 자율 사용 자격을 취득할 수 있는 자는 본 대학교에 소속된 대학원생, 연구원, 교수, 그리고 지도 교수의 승인을 얻은 학부생으로 제한한다.
- ② 자율 사용 자격은 각 실험실 별로 정한 조건(안전 교육, 장비 사용 교육, 평가 등)을 만족시키는 자에게 부여한다.
- ③ 자율 사용자 명단은 6개월마다 갱신하여 연구지원본부 홈페이지에 공지된다.
- ④ 장비 사용 최소 횟수(최근 6개월간 10회) 미만일 경우 또는 장비 담당자의 판단에 의하여 자격이 취소될 수 있으며, 자격이 취소되었을 경우 담당자와 협의 후 재교육을 통하여 자격 부여가 가능하다.
- 제7조(자율 사용자의 의무) ① 자율 사용자는 장비 사용시 교육 받은 내용을 준수하고, 특이사항 발생시 담당자와 반드시 협의하며 연구 장비·시설의 작동과 안전 유지에 협조하여야 한다.
- ② 자율 사용자는 해당 장비의 이용기간 동안 본인의 부주의로 발생한 사고, 기기 손상, 고장 및 분실 등에 대해 책임을 지고 보상한다.
- ③ 장비 사용 예약의 취소 기한은 예약한 사용 시간의 시작 시점으로부터 24시간 전 까지이며, 예약 취소를 원할 때는 반드시 장비 담당자에게 메일 또는 전화로 연락을 취해야 한다.
- ④ 장비를 예약하여 사용하던 중에 예약 시간을 초과하여 장비 사용을 계속하기 원할 때는, 예약 시간 종료 전에 담당자에게 반드시 연락을 취하여 가능여부를 확인하고 초과 시간 예약 후 장비를 사용해야 한다.
- ⑤ 야간 또는 장비 담당자의 정규 근무시간(평일 09:00~18:00)이 아닌 때에 장비 사용 후에는 소등·출입문단속·주변 정리 등을 확인하고 퇴실한다.
- 제8조(자율 사용 제한) ① 연구지원본부는 사용자 다수의 편의와 쾌적한 연구환경 유지 및 사용자의 장비 사용 의식 수준 제고를 위하여 사용자에게 제재를 가할 수 있다.
- ② 제1항의 제재 기준은 별표1「공용장비 사용자 벌점 부과 및 조치 기준」에 따른다.
- 제9조(시험분석료 청구) ① 분석 및 공정 의뢰자 또는 자율 사용자에게 분석 및 공정 종료 후 익월에 시험분석료 청구서를 발송하며, 시험분석료는 계좌로만 납입할 수 있다.
- ② 분석 및 공정 의뢰자와 자율 사용자는 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준에 의하여 청구되는 금액을 소정의 절차를 따라 납부할 의무를 가진다.
- ③ 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준은 의뢰 또는 사용 전에 의뢰자 또는 사용자에게 제공될 수 있다.
- ④ 최초 의뢰 또는 사용시에는 사업자 등록증 및 통장 사본을 연구지원본부 행정실에 송부하여야 한다.
- ⑤ 사업자 등록증의 변경이 있을 시 미리 행정 담당자에게 변경 사실을 고지하고 사본을 송부하여야 한다.
- ⑥ 시험분석료 청구서는 연구지원본부 행정실에서 발급하며, 청구서 송부 시점으로부터 1개월 이내에 납부하여야 한다. 납부가 연체되는 경우, 연구지원본부는 해당 사용자 및 연구실에 서비스 지원을 중단할 수 있다.



울산과학기술대학교 연구지원본부 운영지침

- ⑦ 분석 및 공정 의뢰자의 실수로 인해 분석 및 공정 과정에 소요되는 시간이 증가한 경우 시험분석료를 추가로 청구할 수 있다.
- 제10조(기타) 이 지침의 시행에 필요한 기타 세부 사항은 각 실별 규정에 따른다.
- 부칙(2012.9.26)
- 이 지침은 공포일로부터 시행한다.
- 부칙(2012.00.00)
- 이 지침은 공포일로부터 시행한다.

*Thank you for
your attention*