

# Untersuchung des rheologischen Fließverhaltens von Flüssigschlick anhand von Proben und Anwendung eines erweiterten Modellansatz

Dennis Oberrecht und Andreas Wurpts

## Zusammenfassung

Die Untersuchung befasst sich mit der Parametrisierung der kinematischen Eigenschaften von Flüssigschlick. Proben aus dem Ems-Ästuar wurden nach Konzentration, Bewegungsbeginn und Viskosität analysiert. Unter Einsatz eines hoch auflösenden Laborrheometers wurden Gleichgewichtsfließkurven unter Anwendung jeweils konstanter Scherraten erzeugt. Diese erlauben den Vergleich von Proben aus einer Vielzahl von Entnahmestellen und die Kalibrierung des von Toorman erweiterten nichtlinearen Fließmodells nach Worrall und Tuilani. Der Toorman-Ansatz wurde durch einen empirischen Fit zur Berücksichtigung der Suspensionskonzentration des Flüssigschlicks erweitert, um die große Bandbreite real auftretender Viskositäten abzudecken. Der Vergleich zwischen den gemessenen und den durch das erweiterte Modell berechneten Ergebnissen zeigt eine gute Übereinstimmung hinsichtlich der Reproduktion des thixotropen und nicht-Newtonschen Fließverhaltens von Flüssigschlick und insbesondere des Übergangs in den Gleichgewichtsbereich.

## Schlagwörter

Flüssigschlick, Ems Ästuar, Constant-Rate Kurven, Fließgrenze, Rheologisches Modell

## Summary

*Fluid mud parameters like mass concentration, yield point and apparent viscosities are derived by means of fluid mud sampling along the tidal reach of river Ems and subsequent lab analysis regarding suspended sediment concentration, bulk density and rheological parameters. Equilibrium flow curves were obtained for every sample by means of constant-rate analysis with a high resolution lab rheometer. Comparisons of samples from different locations show good correlation between fluid mud mass concentration and yield point. A reliable method for yield point detection based on creep and recovery rheometer tests and a semi graphical approach was found to deliver the best results. In order to reproduce the large spread of viscosities occurring in reality, the Toorman model was extended by means of an empirical fit with respect to suspended sediment mass concentration. The comparison shows a good correlation between model results and measured constant-rate-test data. Also the thixotropic behavior due to weakening and strengthening as a result of disintegration and build-up of the internal floc structure is reproduced.*

## Keywords

*fluid mud, Ems estuary, constant rate curves, yield point, rheological model*

## Inhalt

1	Einleitung .....	494
2	Eigenschaften und Dynamik von Flüssigschlick .....	494
3	Rheologischer Ansatz .....	495
4	Versuchsaufbau .....	496
5	Vergleich der Labordaten mit dem erweiterten Modell .....	497
6	Schlussfolgerungen .....	499
7	Schriftenverzeichnis .....	500

## 1 Einleitung

Das Emsästuar befindet sich im Nordwesten Deutschlands und grenzt an die niederländische Grenze. Das Ästuar erstreckt sich über eine Gesamtlänge von 110 km von der ostfriesischen Insel Borkum bis zum Tidewehr in Herbrum. Der durchschnittliche Oberwasserzufluss beträgt  $80 \text{ m}^3/\text{s}$ . Der Tidehub beträgt 2,2 m an der Mündung und erhöht sich auf 3,2 m in Papenburg (PAP). Das Ästuar ist von großer Bedeutung für die deutsche und niederländische Wirtschaft aufgrund der dort liegenden Häfen (Eemshaven, Delfzijl, Emden und Papenburg), sowie der Schiffsbauwerft in Papenburg, welche jedes Jahr mehrere große Kreuzfahrtschiffe ausliefert. Zur Optimierung der Schiffbarkeit wurden in den vergangenen Jahrzehnten wasserbauliche Maßnahmen durchgeführt, so zum Beispiel Vertiefungen, Begradigungen und Bühnenbauwerke. Des Weiteren wurde das Emssperrwerk in Gandersum gebaut, das dem Sturmflutschutz des Hinterlandes dient und einen Aufstau des Oberwassers zur Überführung der Kreuzfahrtschiffe von Papenburg auf das offene Meer ermöglicht. Aufgrund der wasserbaulichen Maßnahmen kam es zu massiven Veränderungen der Tidedynamik mit der Folge einer kurzen, aber starken Flutströmung und einer schwächeren, aber länger andauernden Ebbströmung. Eine Zunahme des Tidehubs in der Unterems wurde von HERRLING und NIEMEYER (2008) anhand eines Vergleichs von Messdaten der Jahre 1937 und 2005 nachgewiesen. HERRLING und NIEMEYER (2008) zeigten weiterhin, dass sich die Auswirkungen der Vertiefung im Abschnitt von Emden bis zum Tidewehr in Herbrum beobachten lassen. In Verbindung mit der stärker gewordenen baroklinen Zirkulation führte dies zu einer starken Ansammlung von Flüssigschlick in der Unterems. Bedingt durch die intensivere Strömungsdynamik und die hohe Verfügbarkeit suspendierter Sedimente kam es zu einer beträchtlichen Veränderung der Sedimentverteilung entlang des Ästuars, sodass heute eine Lutokline mit einer starken Dichteschichtung in den oberen 50 Kilometern des Ästuars vorzufinden sind, mit einer Schichtdicke von 2-4 m. Die offenbaren Wechselwirkungen zwischen dem suspendierten Sediment und den Tideströmungen werden aufgrund des Nicht-Newtonschen Fließverhaltens sogar noch komplizierter.

## 2 Eigenschaften und Dynamik von Flüssigschlick

Flüssigschlick ist eine Suspension aus vorwiegend kohäsiven feinen Sedimenten (Ton) sowie rolligen mineralischen Partikeln wie Sand und anderem biogenen Material. NASNER (2004) nennt absolute Konzentrationen von bis zu  $220 \text{ g/l}$  und einen Glühverlust in

einigen deutschen Tidehäfen im Bereich von 10 % bis 20 %. Das komplexe Fließverhalten von Flüssigschlick ist zum einen auf den Tonanteil zurückzuführen, zum anderen auf die biogenen Bestandteile in Form von extrazellulären polymeren Substanzen. Letztere haben einen sogar noch größeren Einfluss auf das zeitabhängige Verhalten als die zwischen den Tonpartikeln herrschenden elektrostatischen Wechselwirkungen.

Beim Flüssigschlick lässt sich ein rheologisches Verhalten beobachten, dass vom turbulenten Newtonschen Fließverhalten bei niedrigen Suspensionskonzentrationen bis zu Nicht-Newtonschen Fließeigenschaften mit Scherverflüssigung und Thixotropie mit einer Änderung der Viskosität um eine Größenordnung oder mehr einhergeht. Aufgrund des Dichteunterschieds zu den Fließbereichen mit geringerer Konzentration ergibt sich eine dynamische Schichtung als Folge der lokalen Dämpfung des Austauschs des turbulenten Impulses und der turbulenten Vermischung, was zur Bildung einer Lutokline führt.

### 3 Rheologischer Ansatz

Da das biologische Verhalten von Flüssigschlick eine nichtlineare Scherabhängigkeit sowie Zeitabhängigkeit aufweist, ist die Anwendung „einfacher“ rheologischer Modelle wie beispielsweise nach Bingham, Hershel-Bulkley etc. nicht zu empfehlen. In dem vorliegenden Beitrag liegt der Schwerpunkt auf dem Modell nach TOORMAN (1997), welches in einem einfachen Ansatz durch eine empirische Anpassung seiner Modellkonstanten erweitert wird. Analog zu dem von MOORE (1959) vorgestellten Modell, das auf der Beschreibung des thixotropen Verhaltens einer Tonsuspension beruht, erweiterten WORRALL und TULIANI (1964) ihren Ansatz durch Hinzufügen einer Fließgrenze. TOORMAN (1997) liefert eine Formel mit einer allgemeineren Zustandsgleichung auf Basis des Fließmodells nach WORRALL und TULIANI. Diese ist unabhängig von der Zustandsgleichung und auf jede beliebige Fließhistorie anwendbar. Für das thixotrope Modell und die explizite Beschreibung der Schubspannung gibt TOORMAN die folgende, von der Fließgrenze, Scherrate und dem Grad der Struktur in Suspension abhängige Gleichung an:

$$\tau = \lambda \tau_0 + (\mu_\infty + c\lambda + \beta \tau_0 \lambda_e) \dot{\gamma} \quad (1)$$

$$\lambda_e = \frac{\lambda_0}{1 + \beta \dot{\gamma}} \quad (2)$$

wobei  $\beta = b/a$ ;  $a$  ist der dem Aufbau und  $b$  der dem Zerfall der Struktur bestimmende Parameter,  $\mu_\infty$  die Viskosität nach Bingham,  $c = \mu_0 - \mu_\infty$  und  $\mu_0$  die anfängliche differentielle Viskosität.  $\lambda$  ist der Grad der Struktur in Suspension, womit im Prinzip das thixotrope Verhalten abgedeckt ist (0 – alle inneren Strukturen sind gebrochen, 1 – alle Aggregate liegen in ihrer maximalen Flockengröße vor). Dieses wird durch folgende gewöhnliche Differentialgleichung beschrieben:

$$\frac{d\lambda}{dt} = -(a + b\dot{\gamma})(\lambda - \lambda_e) \quad (3)$$

#### 4 Versuchsaufbau

Für die Untersuchung wurden Flüssigschlickproben aus dem Längsprofil der Unterems und dem Hafen Emden verwendet. Im August 2009 wurden in der Unterems während der Ebbestromphase 20 Proben in Abständen von 2 km entnommen. Der untersuchte Abschnitt reichte vom Sturmflutsperrwerk in Gandersum bis zum Tidewehr in Herbrum. Im Tidehafen Emden erfolgte die Entnahme von weiteren 5 Proben. Die Probennahme erfolgte in der tiefen Rinne knapp oberhalb der nautischen Sohle mit einem Ruttner-Schöpfer. Dichtemessungen wurden mittels eines Labor-Dichtemessgeräts (Biegeschwinger) durchgeführt. Für die rheologischen Parameter wurde ein Stresstech HTHP-Rotationsrheometer der Firma Rheologica eingesetzt (niedrigstes messbares Spannungsniveau: 0,00125 mPa).

Die Fließgrenze wurde durch schrittweise Erhöhung der Scherspannung und Aufzeichnung der entsprechenden Scherrate ermittelt. Diese Messart erfordert, dass von einer Schubspannung deutlich unterhalb der Fließgrenze ausgegangen wird und diese schrittweise erhöht wird, bis ein plastisches Verhalten dominiert. Bei ausreichender Sensitivität des Rheometers führen selbst Schubspannungen unterhalb der Fließgrenze zu (sehr geringer) Scherung, sodass eine Entscheidung erforderlich ist, ab welchem Punkt auf der Schubspannungskurve die Fließbewegung „wirklich“ einsetzt.

Die Bestimmung der Fließgrenze kann vom untersuchten Problem selbst und auch von den verwendeten Messgeräten abhängen. Im Fall von Flüssigschlick wurden gute Ergebnisse mit einem semi-graphischen Verfahren, der sogenannten „Tangentenmethode“ (METZGER 2006, Abb. 1) erzielt. Bei Anwendung von logarithmisch aufgetragenen Fließkurven ermöglicht diese Methode eine reproduzierbare Bestimmung der Fließgrenzen, welche konsistent durch Kriech- und Kriecherholungstests bestätigt wurden (FRANZ 2009).

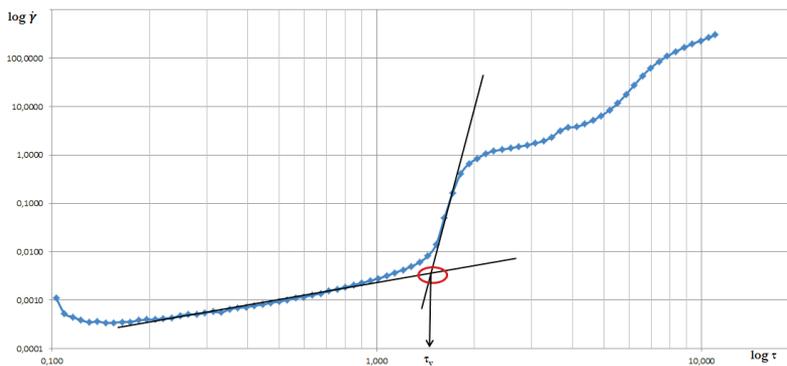


Abbildung 1: Beispiel der Bestimmung der Fließgrenze mit der Tangentenmethode (FRANZ, 2009).

Abb. 1 zeigt, dass bereits bei dem niedrigsten angewendeten Spannungsniveau eine (extrem niedrige) Scherung besteht. Diese geringfügigen Deformationen bei Spannungsniveaus unterhalb der Fließgrenze sind zum Teil das Ergebnis einer elastischen Verformung. Das zugrunde liegende konzeptionale Modell für pseudoplastische granulare oder aggregierte Suspensionen beinhaltet eine „innere“ Struktur, welche aus aggregierten

Körnern, Flocken und EPS besteht. Diese trägt zur allgemeinen mechanischen Scherfestigkeit der Suspension bei und muss überwunden werden, bevor ein nennenswerter plastischer Fließvorgang einsetzen kann.

Bei einer zeit- und scherabhängigen pseudoplastischen Suspension wie Flüssigschlick gibt es aufgrund seiner thixotropischen Eigenschaften eine theoretisch unbegrenzte Zahl an Fließkurven abhängig von der aktuellen Scherrate und der Scherhistorie (neben anderen Parametern). Ein Gleichgewichtszustand, wie er von WORRALL und TULIANI beschrieben wird, stellt somit eine aussagekräftige Größe dar, die schubspannungsgesteuerte fortlaufende Messungen bis Erreichen eines Gleichgewichtszustands verlangt.

Labor-Rheometer sind in der Regel schubspannungsgesteuert. Aus diesem Grund ist ein Regelkreis zur Steuerung des Systems durch eine konstante Scherrate erforderlich. Die Eigenschaften des Regelkreises können einen erheblichen Einfluss auf den Gleichgewichtszeitpunkt des Versuchs haben. Insbesondere bei Anwendung auf unterschiedliche, wahrscheinlich über Größenordnungen variierende Werte für Scherraten ist eine große Varianz der geeigneten Regelkreiseinstellungen möglich.

Das weiter oben erwähnte konzeptionale Modell für granulare oder aggregierte Suspensionen ermöglicht direkt die Anwendung des von TOORMAN vorgestellten thixotropen rheologischen Modells. Es basiert auf dem von WORRALL und TULIANI abgeleiteten Gleichgewichtskonzept und beinhaltet eine Zustandsgleichung zur Beschreibung der strukturellen „inneren“ Stärke der aggregierten Suspension.

Gleichung (3) ist eine Ratengleichung für einen strukturellen Integrationsparameter, der in der Gleichung für die scheinbare kinematische Viskosität eine Zeitabhängigkeit einführt. Parameter  $\lambda$  wird durch Scherung und Aufbau auf Basis der bereits verfügbaren Struktur reduziert. Die Koeffizienten  $a$  (Skalierung der Strukturaufbaurate) und  $b$  (Skalierung der scherungsinduzierten Zerstörungsrate der internen Struktur) sind daher durch Bewertung der Anpassungszeit der Suspension im Rahmen von Versuchen mit konstanten Scherraten abzuleiten.  $\lambda = 1$  stellt die volle Struktur dar und ist per Definitionen auf 1 gesetzt, das heißt, dass in diesem Modell  $\lambda$  zwischen 0 und 1 variieren kann. Der Anstieg und Zerfall von  $\lambda$  wird über die Ratengleichung gesteuert.

## 5 Vergleich der Labordaten mit dem erweiterten Modell

Das Ziel der vorliegenden rheologischen Untersuchung ist die Ermittlung der Gleichgewichtskurven von Suspensionen mit stark variierender Dichte. Im ersten Schritt wurden die Fließgrenzen vorgegebener Suspensionen durch Fließkurven evaluiert, die mittels vordefinierter Spannungsrampe und Anwendung der Tangentenmethode bestimmt wurden. Sämtliche Bingham-Parameter wie die Bingham'sche (Pseudo-)Fließgrenze, anfängliche differenzielle Viskosität und Bingham-Viskosität wurden nach WORRALL und TULIANI (1964) durch Verwendung dieser Fließkurven ermittelt. Diese Parameter werden als Bingham-ähnlich bezeichnet, da der viel diskutierte Aspekt, dass eine reale Bingham-Fließgrenze nicht durch reale physikalische Gegebenheiten, sondern vielmehr durch eine unzureichende Auflösung der Messung verursacht wird, durch hochauflösende Messungen bestätigt wird. Aus einer hydrodynamischen Perspektive betrachtet wird dies auch durch die Singularität in der Impulsgleichung aufgrund einer unbegrenzten Viskosität an einer Bingham-ähnlichen Grenze bestätigt.

Ein Vergleich der Parameter nach WORRALL und TULIANI in Bezug auf die Probenkonzentration ist in Abb. 2 dargestellt. TOORMAN (1997) modifizierte das Modell, welches das thixotrope Verhalten von Suspensionen auf Basis von Gleichgewichtskurven beschreibt. Die von WORRALL und TULIANI (1964) ermittelten Gleichgewichtskurven lassen sich wie folgt schreiben:

$$\tau_e = \lambda_0 \tau_0 + (\mu_\infty + c \lambda_e) \dot{\gamma} \tag{4}$$

wobei  $\tau_e$  die Gleichgewichtsschubspannung ist. Diese Gleichung für den Gleichgewichtszustand in Abhängigkeit von einer gegebenen Scherrate beinhaltet drei empirische Parameter ( $\tau_0$ ,  $\mu_\infty$ ,  $c$ ), welche durch Analyse der Rheometer-Ergebnisse von Gleichgewichtskurven konstanter Scherraten bestimmt sind.

Der Gleichgewichts-Strukturparameter  $\lambda_e$  beschreibt den Grad der Strukturunabhängigkeit von der Scherrate im Gleichgewichtszustand. Zur Beschreibung der Untersuchungen des Verhaltens beim Übergang in den Gleichgewichtszustand nach TIU (1974) dient folgende Gleichung erster Ordnung:

$$\ln(\tau_y - \tau_{y,e}) = \ln(\tau_{y,i} - \tau_{y,e}) - kt \tag{5}$$

wobei  $t$  die Zeit zwischen Start der Messung bis Erreichen des Gleichgewichts durch eine konstante Scherrate ( $d\lambda/dt = 0$ ) ist. Mit dieser Gleichung ist es möglich, die analytische Lösung des Parameters  $a$  für die Erholungsrate und des Parameters  $b$  für den Zerfall der Struktur mittels  $k = a + b\dot{\gamma} = a(1 + \beta\dot{\gamma})$  zu finden.

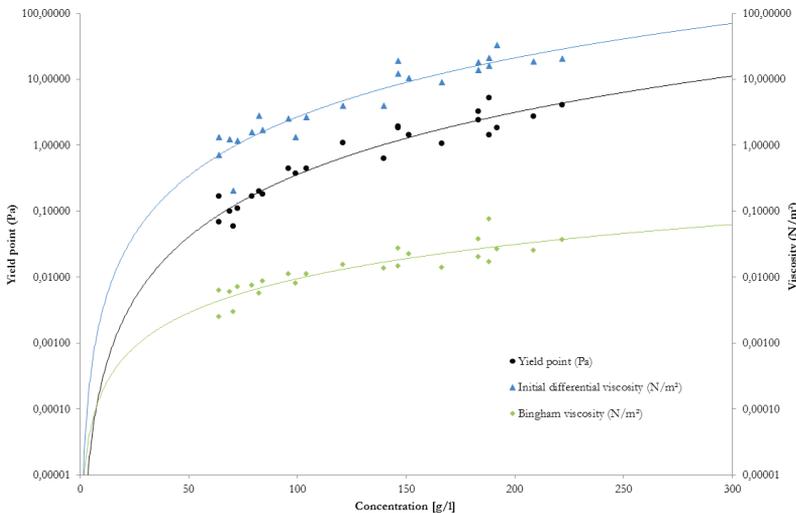


Abbildung 2: Die Grafik zeigt den Vergleich der anfänglichen differentiellen Viskosität (blau), Fließgrenze (schwarz) und Bingham-Viskosität (grün) in Bezug auf die Probenkonzentration.

Nach Ermittlung aller Parameter wurden die Ausgleichskurven gemäß der Konzentration der Suspensionen berechnet. Die beste Übereinstimmung für den Konzentrationsbereich zwischen 63,5 g/l und 222 g/l wird erreicht mit:

$$\mu_\infty = 3 \cdot 10^{-6} \cdot C^{1.72}$$

$$\mu_0 = 3 \cdot 10^{-6} \cdot C^{2.97}$$

$$\tau_y = 2 \cdot 10^{-7} \cdot C^{3.13}$$

In Abb. 3 ist der Vergleich zwischen der durch Rheometer gemessenen Schubspannung und den im Toorman-Modell errechneten Gleichgewichtskurven dargestellt. Ein Vergleich der berechneten und gemessenen Gleichgewichtskurven zeigt für die mit oben stehender Gleichung (4) berechneten Schubspannungen eine gute Übereinstimmung bei höheren Scherraten und eine Überschätzung bei niedrigen Scherraten, was auf die inhärente stärkere interne Dämpfung des Rheometers bei sehr niedrigen Scherraten zurückzuführen ist.

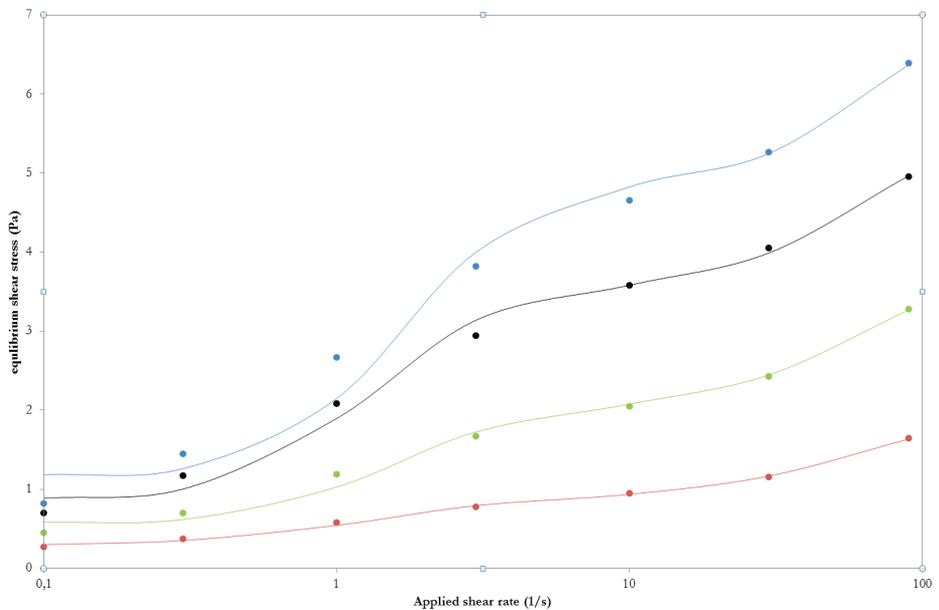


Abbildung 3: Vergleich der berechneten (gepunktete Linien) und gemessenen (durchgezogene Linien) Gleichgewichtskurven von 191 g/l (blau), 183 g/l (schwarz), 139 g/l (grün) sowie 99 g/l (rot) in einer logarithmischen Darstellung für die Scherrate.

## 6 Schlussfolgerungen

Auf der Grundlage von Flüssigschlickproben der Ems und rheologischen Laboranalysen wurden Konstanten für das thixotrope rheologische Modell von TOORMAN gewonnen. Dieses Modell wurde in einem einfachen empirischen Ansatz erweitert, um die hohe Konzentrationsabhängigkeit der Flüssigschlick-Viskosität in realen Systemen zu berücksichtigen, welche über eine Größenordnung oder mehr variieren kann. Die angepassten Modellkonstanten ermöglichen die modellbasierte Reproduktion des komplexen viskosen Verhaltens von Flüssigschlick und insbesondere seiner durch Thixotropie dominierten Viskosität.

## 7 Schriftenverzeichnis

- FRANZ, B.: Rheologischer Vergleich von Flüssigschlicksuspension und synthetischer Tonmineralsuspension, Bachelor Thesis, Franzius-Institute LUH, 2009.
- HERRLING, G. and NIEMEYER, H. D.: Comparison of the hydrodynamic regime of 1937 and 2005 in the Ems-Dollard estuary by applying mathematical modeling, HARBASINS Report, NLWKN-Forschungsstelle Küste, 2008.  
<http://www.nwkn.niedersachsen.de/download/70703>.
- METZGER, G.: Das Rheologie Handbuch, s.l., Vicentz, 2006.
- MOORE, F.: The rheology of ceramic slips and bodies, Trans Brit Ceramic Soc., V 58, 470-494, 1959.
- NASNER, H.: Hydrodynamische und morphologische Vorgänge in Brackwasser beeinflussten Vorhäfen In-situ Messungen, Die Küste 68, 1-65, 2004.
- TOORMAN, E. A.: Modelling the thixotropic behaviour of dense cohesive sediment suspensions. Rheol. Acta, 36, 56-65, 1997.
- WORRAL, W. E. and TULIANI, S.: Viscosity changes during the ageing of clay water suspensions. Trans. Brit. Ceramic Soc., 63, 167-185, 1964.