DIN/TR 91143-2:2022-07 (D/E)

Rheologische Prüfverfahren - Teil 2: Thixotropie - Bestimmung der zeitabhängigen Strukturänderung - Grundlagen und Ringversuch; Text Deutsch und Englisch

Rheological test methods - Part 2: Thixotropy - Determination of the time-dependent structural change - Fundamentals and interlaboratory test; Text in German and English

Inhalt

Seite

Vorwort 4
Einleitung 5
1 Anwendungsbereich 7
2 Normative Verweisungen 7
3 Begriffe 7
4 Messtechnische Bestimmung der Thixotropie 8
4.1 Messtechnische Voraussetzungen 8
4.2 Fließkurven, mit Auswertung der Hystereseфläche (Rotationsversuch) 9
4.3 Sprungversuch mit Erholung, als Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherrate 13
4.4 Sprungversuch mit Erholung, als Rotationsversuch bei abwechselnder Vorgabe von Schubspannung und Scherrate 15
4.5 Sprungversuch mit Erholung, als kombinierter Oszillations- / Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherdeformation bzw. Scherrate 16
5 Ringversuch 20
5.1 Ziel des Ringversuchs 20
5.2 Versuchsdurchführung 20
5.2.1 Vorversuch 20
5.2.2 Ringversuch 21
5.3 Auswertung 21
6 Ergebnis 22
6.1 Allgemeines 22
6.2 Messung der newtonschen Normalprobe 23
6.3 Fließkurve (Durchführung nach 4.2) 23
6.4 Sprungversuch mit Scherratenvorgabe in den Messabschnitten 1 und 3 (Durchführung nach 4.3) 23
6.5 Sprungversuch mit Schubspannungsvorgabe in den Messabschnitten 1 und 3 (Durchführung nach 4.4) 23
6.6 Sprungversuch als Oszillationsversuch in den Messabschnitten 1 und 3 (Durchführung nach 4.5) 24
7 Empfehlung 24
Anhang A (informativ) **Details zum Ringversuch** 25
A.1 Allgemeines 25
A.2 Messung der newtonschen Normalprobe 25
A.3 Fließkurve 26
A.3.1 Wasserbasislack 26
A.3.2 Klarlack 27
A.4 Sprungversuch mit Scherratenvorgabe in den Messabschnitten 1 und 3 28
A.4.1 Wasserbasislack 28
A.4.2 Klarlack 29
A.5 Sprungversuch mit Schubspannungsvorgabe in den Messabschnitten 1 und 3 29
A.5.1 Wasserbasislack 29
A.5.2 Klarlack 30
A.6 Sprungversuch als Oszillationsversuch in den Messabschnitten 1 und 3 31
A.6.1 Wasserbasislack 31
A.6.2 Klarlack 32
Literaturhinweise 33

Bilder

Bild 1 — Unterschiedliches Einschwingverhalten beim Regeln jedes einzelnen Messpunktes . . . 9
Bild 2 — Vorgabeprofil: Scherrate-Zeit-Funktion mit den drei Messabschnitten kontinuierliche Aufwärtsrampe, Haltezeit und kontinuierliche Abwärtsrampe . . . 10
Bild 3 — Vorgabeprofil: Scherrate-Zeit-Funktion mit den drei Messabschnitten stufenförmige Aufwärtsrampe, Haltezeit und stufenförmige Abwärtsrampe . . . 10
Bild 4 — Messergebnis: Fließkurven mit Hysteresefläche . . . 11
Bild 5 — Mit linearer Rampe gemessene Fließkurven, mit Auswertung nach Methode A, berechnete Hysteresefläche 7 167 Pa/s . . . 12
Bild 6 — Mit logarithmischer Rampe gemessene Fließkurven, mit Auswertung nach Methode B, berechnete Hysteresefläche 16 810 Pa/s . . . 12
Bild 7 — Vorgabeprofil: drei Messabschnitte mit niedriger, hoher und wieder mit niedriger Scherrate . . . 13
Bild 8 — Messergebnis der zeitabhängigen Viskositätsfunktion einer thixotropen Substanz . . . 13
Bild 9 — Auswertung zum prozentualen Strukturaufbau . . . 14
Bild 10 — Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau . . . 14
Bild 11 — Kurvensteigung während des Strukturwiederaufbaus . . . 15
Bild 12 — Vorgabeprofil: drei Messabschnitte mit niedriger Schubspannung, mit hoher Scherrate und wieder mit niedriger Schubspannung . . . 16
Bild 13 — Vorgabeprofil: Sprungfunktion mit den drei Messabschnitten niedrige Scherdeformation (als Oszillation), hohe Scherrate (als Rotation) und wieder niedrige Scherdeformation (als Oszillation) . . . 17
Bild 14 — Messergebnis: zeitabhängige Funktionen einer thixotropen Substanz als Schubspeichermodul G' und Schubverlustmodul G'' . . . 18
Bild 15 — Messergebnis: zeitabhängige Funktionen einer thixotropen Substanz als Betrag der komplexen Scherviskosität $|\eta^*|$ . . . 18
Bild 16 — Auswertung zum prozentualen Strukturaufbau . . . 19
Bild 17 — Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau . . . 19
Bild 18 — Kurvensteigung während des Strukturwiederaufbaus . . . 20

Tabellen

Tabelle A.1 — Messung der newtonschen Normalprobe . . . 25
Tabelle A.2 — Messung des Wasserbasislacks . . . 26
Tabelle A.3 — Messung des Klarlacks . . . 27
Tabelle A.4 — Messung des Wasserbasislacks . . . 28
Tabelle A.5 — Messung des Klarlacks . . . 29
Tabelle A.6 — Messung des Klarlacks . . . 30
Tabelle A.7 — Messung des Wasserbasislacks . . . 31
Tabelle A.8 — Messung des Klarlacks . . . 32

Contents

Page

Foreword **4**

Introduction **5**

1 Scope **7**

2 Normative references **7**

3 Terms and definitions **7**

4 Measuring technique for the determination of thixotropy **8**
4.1 Conditions for the measuring technique **8**
4.2 Flow curves, with evaluation of the hysteresis area (rotational test) **9**
4.3 Step test with recovery, as a rotational test with controlled shear rate **13**
4.4 Step test with recovery, as a rotational test with alternating controlled shear stress and shear rate **15**
4.5 Step test with recovery, as a combined oscillatory/rotational test with controlled shear strain and shear rate, respectively **16**

5 Comparative testing programme **20**
5.1 Aim of the comparative testing programme **20**
5.2 Performance of the tests **20**
5.2.1 Preliminary test **20**
5.2.2 Comparative testing programme **21**
5.3 Evaluation **22**

6 Result **23**
6.1 General **23**
6.2 Measurement of the Newtonian reference sample **23**
6.3 Flow curve (performance in accordance with 4.2) **23**
6.4 Step test with specification of the shear rate in measuring segments 1 and 3 (performance in accordance with 4.3) **23**
6.5 Step test with controlled shear stress in measuring segments 1 and 3 (performance in accordance with 4.4) **24**
6.6 Step test as oscillatory test in measuring segments 1 and 3 (performance in accordance with 4.5) **24**

7 Recommendation **24**

Annex A (informative) Details of the comparative testing programme **26**
A.1 General **26**
A.2 Measurement of the Newtonian reference sample **26**
A.3 Flow curve **27**
A.3.1 Waterborne basecoat **27**
A.3.2 Clear coating material **28**
A.4 Step test with specification of the shear rate in measuring segments 1 and 3 ..... **29**
A.4.1 Waterborne basecoat **29**
A.4.2 Clear coating material **30**
A.5 Step test with controlled stress in measuring segments 1 and 3 ..... **31**
A.5.1 Waterborne basecoat **31**
A.5.2 Clear coating material **31**
A.6 Step test as oscillatory test in measuring segments 1 and 3 ..... **32**
A.6.1 Waterborne basecoat **32**
A.6.2 Clear coating material **33**

Bibliography **34**