

ICS 87.040; 17.060

**Moderne rheologische Prüfverfahren –  
Teil 2: Thixotropie –  
Bestimmung der zeitabhängigen Strukturänderung – Grundlagen und  
Ringversuch;  
Text Deutsch und Englisch**

Modern rheological test methods –

Part 2: Thixotropy –

Determination of the time-dependent structural change – Fundamentals and  
interlaboratory test;

Text in German and English

Méthodes d'essai rhéologiques modernes –

Partie 2: Thixotropie –

Détermination de la limite d'écoulement – Principes et essais interlaboratoires;

Texte en allemand et anglais

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:  
Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln eines Fachberichts erstellt.

Gesamtumfang 61 Seiten

## Inhalt

Seite

|                                                             |           |
|-------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort .....</b>                                        | <b>3</b>  |
| <b>1     Begriffe und Erläuterungen .....</b>               | <b>4</b>  |
| <b>2     Tätigkeit des Arbeitskreises .....</b>             | <b>6</b>  |
| <b>3     Messtechnische Bestimmung der Thixotropie.....</b> | <b>6</b>  |
| <b>4     Ringversuch .....</b>                              | <b>18</b> |
| <b>5     Ergebnis.....</b>                                  | <b>20</b> |
| <b>6     Empfehlung .....</b>                               | <b>22</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Details zum Ringversuch .....</b>  | <b>23</b> |
| <b>Literaturhinweise .....</b>                              | <b>31</b> |

## Vorwort

Diese Spezifikation DIN SPEC 91143-2 (DIN-Fachbericht) wurde im Arbeitskreis NA 002-00-07-16 AK "Rheologie" des Normenausschusses Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. erarbeitet.

Ziel dieses Arbeitskreises war es, den Anwendern aus der Lacktechnologie eine Anleitung zum Einsatz verschiedener Messmethoden zur Bestimmung der Thixotropie zu geben. Da die rheologischen Eigenschaften stark von den einzelnen Produkten abhängig sind, erschien es dem Arbeitskreis sinnvoll, anstelle einer allgemein gültigen Norm die Ergebnisse der durchgeführten Ringversuche in Form eines Fachberichtes zu veröffentlichen.

Dieser Fachbericht wird zweisprachig auf Deutsch und Englisch veröffentlicht.

## Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Methode zur Bestimmung des thixotropen Verhaltens von Beschichtungsstoffen und deren Rohstoffen zu finden und ihre Anwendbarkeit erfolgreich zu prüfen. Es ist nicht in jedem Fall möglich, mit einer allgemein gültigen Messvorschrift alle Messproben beschreiben zu können.

Dieser Fachbericht wurde von folgenden Mitgliedern des Arbeitskreises "Rheologie" innerhalb des Normenausschusses Beschichtungsstoffe und Beschichtungen erstellt:

Elke Fischle, Dr. Eva Frigge, Lothar Gehm, Dr. Hans Klee-Wohlenberg, Dr. Cornelia Küchenmeister, Thomas Mezger, Dr. Michael Osterhold, Torsten Remmler, Dr. Ulrike Weckenmann, Dr. Henning Wolf, Roland Worlitsch.

Bereits im Jahr 2005 wurden hierzu erste Ideen entwickelt und Vorversuche entworfen, um die bestmöglichen Bedingungen für die eigentlichen Messungen zu erarbeiten und um geeignete Proben zu finden, die einen für die Industrie relevanten Bereich abdecken sollten. So wurden in einem ersten Ringversuch neben einem Standardöl der PTB fünf Proben (drei Wasserbasislacke, eine pastöse Dichtungsmasse und eine Dispersion), mit insgesamt vier unterschiedlichen Methoden vermessen, um die grundsätzliche Eignung dieser Messverfahren zur Bestimmung der thixotropen Eigenschaften von Beschichtungsstoffen nachzuweisen. Im zweiten Ringversuch (2009, 2010) stand die Ermittlung der Präzisionsdaten (Wiederholpräzision und Vergleichpräzision) im Vordergrund. Untersucht wurden dazu ein Wasserbasislack und ein konventioneller Klarlack.

Folgende Methoden wurden angewendet:

- Fließkurven, mit Auswertung der Hysteresefläche (Rotationsversuch);
- Schersprung mit Erholung, als Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherrate;
- Schersprung mit Erholung, als Rotationsversuch bei abwechselnder Vorgabe von Schubspannung und Scherrate;
- Schersprung mit Erholung, als kombinierter Oszillations-/Rotations-Versuch bei Vorgabe der Scherdeformation bzw. Scherrate.

Grundsätzlich kann festgehalten werden, dass zur eindeutigen Charakterisierung verschiedener Produkte unterschiedlicher Substanzklassen die Erarbeitung jeweils spezifischer Versuchsvorgaben sinnvoll und notwendig ist. Um die Ergebnisse vergleichen zu können, muss die Einhaltung vorher genau spezifizierter Messbedingungen vorausgesetzt werden.

Die Aufnahme von Fließkurven zur Bestimmung der Thixotropie ist weniger geeignet, quantitative Aussagen (Hysteresefläche als Maß für Thixotropie) treffen zu können. Fließkurven können in diesem Zusammenhang nur einen ersten Überblick über das generelle Fließverhalten einer Substanz liefern.

Mehr Aussagekraft zum thixotropen Verhalten – und speziell zum Strukturwiederaufbau nach Belastung – haben dagegen die Methoden, die auf Schersprüngen mit Erholung basieren, beispielsweise als Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherrate. Hier sind gute Werte zur Wiederhol- und Vergleichpräzision (z. B. Struktur-Erholungs-Index, Thixotropie-Index) zu beobachten.

## 1 Begriffe und Erläuterungen

### 1.1 Begriffe

#### 1.1.1

##### **Viskosität**

$\eta$

Maß für die innere Widerstandskraft einer Substanz gegen Fließen

ANMERKUNG 1 zum Begriff: Viskoses Verhalten ist mit irreversibler Deformation verbunden.

#### 1.1.2

##### **Elastizität**

Eigenschaft eines Stoffes, der nach Deformation eine reversible Rückdeformation aufweist

ANMERKUNG 1 zum Begriff: Elastisches Verhalten wird mit Elastizitätsmodul (Dehnmodul)  $E$  oder Schubmodul  $G$  beschrieben.

#### 1.1.3

##### **Viskoelastizität**

Eigenschaft eines Stoffes, der sowohl elastisches als auch viskoses Verhalten zeigt

#### 1.1.4

##### **Thixotropie**

##### **thixotropes Verhalten**

Verhalten, bei dem die rheologischen Parameter wie Scherviskosität  $\eta$  auf Grund mechanischer konstanter Beanspruchung gegen einen zeitlich konstanten Grenzwert abnehmen und nach Reduzierung der Beanspruchung zeitabhängig der Ausgangszustand vollständig wieder erreicht wird

ANMERKUNG 1 zum Begriff: In der Praxis wird lediglich ein begrenztes Zeitfenster betrachtet, in dem der Ausgangszustand nicht immer wieder erreicht wird.

ANMERKUNG 2 zum Begriff: In der Praxis wird auch eine nicht vollständige Rückbildung fälschlicherweise als thixotropes Verhalten bezeichnet.

ANMERKUNG 3 zum Begriff: Das aus den Messwerten berechnete thixotrope Verhalten hängt sowohl von der Probenvorbereitung, der Messmethode als auch von der Auswertemethode ab. Mess- und Auswertemethoden siehe DIN SPEC 91143-2.

#### 1.1.5

##### **Rheopexie**

##### **rheopexes Verhalten**

Verhalten, bei dem die rheologischen Parameter wie Scherviskosität auf Grund mechanischer Beanspruchung gegen einen zeitlich konstanten Grenzwert zunehmen und nach Reduzierung der Beanspruchung zeitabhängig der Ausgangszustand vollständig wieder erreicht wird

ANMERKUNG 1 zum Begriff: In der Praxis wird lediglich ein begrenztes Zeitfenster betrachtet, in dem der Ausgangszustand nicht immer wieder erreicht wird.

ANMERKUNG 2 zum Begriff: In der Praxis wird auch eine nicht vollständige Rückbildung fälschlicherweise als rheopexes Verhalten bezeichnet.

ANMERKUNG 3 zum Begriff: Das aus den Messwerten berechnete rheopexe Verhalten hängt sowohl von der Probenvorbereitung, der Messmethode als auch von der Auswertemethode ab.

### 1.1.6

#### Fließgrenze

$\tau_f$

kleinste Schubspannung, oberhalb derer ein Stoff sich rheologisch wie eine Flüssigkeit verhält; unterhalb der Fließgrenze verhält er sich wie ein elastischer oder viskoelastischer Festkörper

ANMERKUNG 1 zum Begriff: Der ermittelte Fließgrenzenwert hängt sowohl von der Probenvorbereitung, der Messmethode als auch von der Auswertemethode ab.

ANMERKUNG 2 zum Begriff: Die Fließgrenze  $\tau_f$  wird in Pascal (Pa) angegeben. Es gilt:  $1 \text{ Pa} = \frac{1 \text{ N}}{1 \text{ m}^2}$

ANMERKUNG 3 zum Begriff: Siehe auch DIN-Fachbericht 143.

## 1.2 Erläuterungen zu den Begriffen

In vielen Beschichtungen und Dispersionen wird durch Scherung das Fließverhalten verändert. Werden dabei – meist durch van-der-Waals-Kräfte oder durch Wasserstoffbrückenbindungen bewirkte – Bindungen zwischen Molekülverbänden aufgebrochen, so ist die resultierende Veränderung der Fließeigenschaften häufig zeit- und scherratenabhängig. Ist dieser Vorgang reversibel, d. h., bilden sich die aufgebrochenen Bindungen in einer Ruhephase wieder neu, so bezeichnet man diesen Vorgang als Thixotropie (aus dem Griechischen: *thixis* = Berühren und *trepo* = ich ändere) und Stoffe, die solches Verhalten zeigen, als thixotrope Stoffe.

Thixotropie ist ein rheologisches Verhalten von sehr großer technischer Bedeutung. In Ruhe befindliche Dispersionen bestehen aus großen dreidimensionalen Überstrukturen, z. B. Agglomeraten oder Verschlaufungen. Sie sind – rheologisch betrachtet – „fest“, dieser Zustand wird auch als Gel-Zustand bezeichnet. Nach einer Scherung, die durch eine bleibende Verformung, aber auch durch kleine Erschütterungen, z. B. durch Rütteln oder durch Ultraschall, hervorgerufen werden kann, brechen die Überstrukturen auf. Die jetzt kleinen Einheiten können sich besser bewegen, die Dispersion geht in den „flüssigen“, den Sol-Zustand über. Der Grad der „Verflüssigung“ hängt vom Anteil der aufgebrochenen Bindungen ab, dieser Anteil ist sowohl zeitabhängig als auch scherratenabhängig.

Im Ruhezustand können sich besonders Wasserstoffbrückenbindungen und van-der-Waals-Bindungen neu bilden, es kommt dann zum Wiederaufbau der Überstruktur, was durch Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften messtechnisch ermittelt werden kann. Dieser Rückbildungsprozess ist ebenfalls zeitabhängig. Das bedeutet, dass das Fließverhalten oder allgemeiner die rheologischen Eigenschaften von Dispersionen bis zu einem gewissen Grad durch die Scherbehandlung beeinflusst werden können. Damit wird z. B. einerseits die Lagerung im festen Zustand und andererseits eine Verarbeitung im flüssigen Zustand möglich. Nach der Verarbeitung ist häufig wieder eine Verfestigung wünschenswert, diese erfolgt automatisch, wenn die Verformung des Materials, z. B. das Applizieren eines Lackes, beendet ist.

Neben der Steuerung der Fließeigenschaften durch die Scherbehandlung ist eine Beeinflussung der Art und Anzahl der Bindungen durch geeignete chemische Manipulation der Dispersion durch die Wahl einer Matrix oder mit Hilfe von Zusätzen bereits bei der Herstellung möglich.

## 1.3 Bedeutung der Thixotropie bei Beschichtungsstoffen

In der Lacktechnologie besitzt der Parameter „Thixotropie“ eine zentrale Bedeutung. Viele Applikations- und anwendungstechnische Eigenschaften, wie z. B. Verarbeitbarkeit, Ablauf oder Verlauf, werden durch die „Thixotropie“ oder vielmehr durch das zeit- und scherbelastungsabhängige Fließverhalten des Lackes

beeinflusst, so dass nur eine genaue Kenntnis des rheologischen Verhaltens eine hohe Qualität und Produktkonstanz gewährleistet. Zur eindeutigen rheologischen Charakterisierung der eingesetzten Materialien müssen Fließkurven mit Rotationsviskosimetern aufgenommen werden, um die rheologischen Eigenschaften bei unterschiedlichen Scherbedingungen genau beschreiben zu können. Die Aufnahme einer Fließkurve erlaubt es, einen ersten Überblick von dem untersuchten Material hinsichtlich seines Fließverhaltens zu bekommen (newtonsch, strukturviskos, thixotrop, usw.).

Durch den zunehmenden Einsatz von wasserverdünnbaren Systemen bzw. Dispersionen, auch in Kombination mit Füllstoffen die zu einer Gerüststruktur führen können („Kartenhaus-Struktur“), sind verstärkt Fließanomalien wie Thixotropie oder auch viskoelastisches Verhalten zu beobachten. Dieses Verhalten beeinflusst die Verarbeitungs- und Applikationseigenschaften. Bei konventionellen lösemittelhaltigen Lacken wird normalerweise kein derartiges Verhalten beobachtet. Werden jedoch zur direkten Steuerung der rheologischen Eigenschaften Rheologieadditive eingesetzt, können auch dort Phänomene wie Thixotropie oder Viskoelastizität auftreten. [5]

Thixotropes Verhalten findet im Bereich der Beschichtungsstoffe ein breites Anwendungsspektrum, rheopexes Verhalten dagegen kommt in der praktischen Anwendung äußerst selten vor. Im Folgenden sind Beispiele einiger Anwendungsbereiche angegeben, bei denen mit Hilfe der Thixotropie wichtige Materialeigenschaften charakterisiert werden können.

- Effektivität von Rheologieadditiven bzw. Thixotropiehilfsmitteln;
- Ruhestrukturstärke (z. B. beim Anpumpverhalten);
- Nassschichtdicke nach dem Applizieren;
- Verlauf- und Ablaufverhalten (z. B. ohne Streichmarken oder Läuferbildung);
- Ausrichtung von Effektpigmenten.

## **2 Tätigkeit des Arbeitskreises**

Im April 2005 hat der Arbeitskreis den DIN-Fachbericht 143 veröffentlicht. Anschließend hat er sich mit den verschiedenen Möglichkeiten zur Bestimmung der Thixotropie auseinandergesetzt und mit den favorisierten Methoden einen Ringversuch durchgeführt.

## **3 Messtechnische Bestimmung der Thixotropie**

### **3.1 Messtechnische Voraussetzungen**

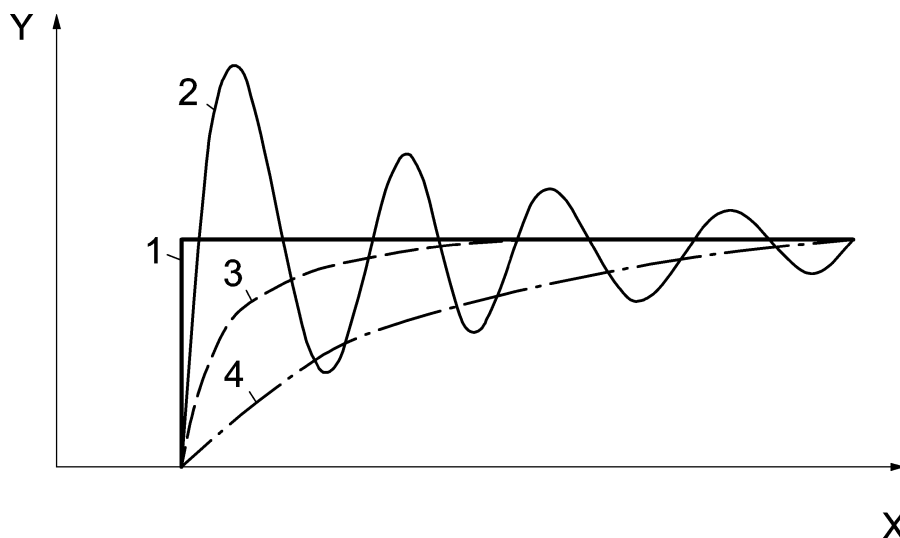
Im Folgenden sind alle im Moment gebräuchlichen Methoden kurz beschrieben. Grundsätzlich ist das thixotrope Verhalten abhängig von der Temperatur, dem Druck und der thermischen und mechanischen Vorgeschichte des Materials. Eine detaillierte Festlegung des Messprofils ist deshalb Voraussetzung für reproduzierbare Messungen und vergleichbare Auswertungen; dies gilt besonders für die Höhe der Scherbelastung (Scherraten, Schubspannungen, Scherdeformationen, Oszillationsfrequenzen), die Dauer der einzelnen Messabschnitte und die Anzahl der Messpunkte.

Thixotropie kann sowohl durch Rotations- als auch durch Oszillationsversuche bestimmt werden. Für Rotationsversuche sind Geräte geeignet, die mit einem mechanischen Lager oder Luftlager ausgestattet sind. Für Oszillationsversuche wird ein luftgelagertes Rheometer empfohlen. Es sollten ausschließlich Rheometer verwendet werden, die der Prüfmittelüberwachung unterliegen und regelmäßig kalibriert und gegebenenfalls verifiziert werden. Nur durch den Einsatz von Messsystemen nach DIN 53019-1 und DIN EN ISO 3219 [1] können geometrieunabhängige Messergebnisse erreicht werden.

Erhält man unabhängig vom Gerät und der verwendeten Messmethode bei Messung von newtonschen Referenzflüssigkeiten keine zeitstabilen Messergebnisse, so ist das Gerät, das Messsystem oder die Messmethode nicht geeignet. Der Funktionsverlauf dieser zeitstabilen Messwerte muss innerhalb des verwendeten Messbereiches den Referenzwerten entsprechen. Nur dann ist sichergestellt, dass das Gerät, das Messsystem und die Messmethode für die Untersuchung der Probe geeignet sind. Diese Überprüfung sollte unter isothermen Bedingungen im erwarteten Viskositätsbereich der Probe durch Verwendung mehrerer newtonscher Referenzflüssigkeiten durchgeführt werden. Ergeben Vorversuche, dass die Viskosität der Messprobe über drei Dekaden variiert, so sollte mit drei newtonschen Referenzflüssigkeiten die Verifizierung des Gerätes und des Messsystems durchgeführt werden. Dies ist auch bei allen Messtemperaturen durchzuführen. Die anwendungsbedingten Einflüsse, z. B. Probenbefüllung, Verdunstung, Schererwärmung, falsche Methodenwahl, Probenaustrag aus dem Spalt usw. werden durch diese Art der Verifizierung meistens erkennbar und ermittelt.

Bei Messungen muss auf jeden Fall die Verdunstung berücksichtigt werden. Eine Verringerung dieses Einflusses kann z. B. durch die Verwendung einer Probenraumabdeckung erfolgen. Alle Randbedingungen der Messung sind im Protokoll zu dokumentieren, insbesondere die Verwendung einer Abdeckung, die Art der Probentrimmung, das Anfahren des Spaltabstands und ähnliches. Entsprechend den Vorgaben der nachfolgend beschriebenen Messmethoden sind bei Einflüssen auf die Messergebnisse entsprechende Änderungen der Methode vorzunehmen. Ein weiterer zu überprüfender Parameter ist, dass die Dauer der Beanspruchung kürzer sein muss als die mittlere Zeitskala der Strukturänderung der Probe. Dies muss für jede Messmethode und deren Vorgaben durch Vorversuche bestimmt werden. Weiterhin muss jedoch berücksichtigt werden, dass die Dauer der Beanspruchung praxisnah gewählt wird, um die späteren Anwendungsbedingungen der Probe zu berücksichtigen. Ist diese länger als die Zeitskala der Strukturänderung der Probe, so wäre in diesem Fall ein thixotropes Verhalten nicht feststellbar, dennoch kann die Probe thixotrop sein. Um die Thixotropie richtig und reproduzierbar bestimmen zu können, muss bei der Befüllung des Messsystems darauf geachtet werden, dass die Zeit zwischen Befüllung und dem Start der Messung einen Einfluss auf das Messergebnis hat. Diese Zeit muss deutlich länger als die Zeitskala der Strukturänderung gewählt werden. Dies kann durch Vorversuche bestimmt werden, bei denen die Wartezeit variiert wird. Die Wartezeit ist ausreichend hoch, wenn nach der gewählten Messmethode die Thixotropie der Probe für zwei aufeinander folgende Messungen jeweils nach Neubefüllung im Rahmen der gewünschten Präzision vergleichbar ist.

Eine Messpunkterfassung sollte erst dann erfolgen, wenn geräteseitig jeder einzelne Messpunkt entsprechend der Vorgabe eingeregelt ist. Bei jeder Änderung der Vorgabegröße erfolgt ein Einschwingen der gesamten Messeinrichtung auf den neuen Vorgabewert. Dieses Einschwingen kann unterschiedlich erfolgen (siehe Bild 1).



### Legende

|         |                                                        |
|---------|--------------------------------------------------------|
| X       | Zeit, $t$                                              |
| Y       | Schubspannung, $\tau$ , oder Scherrate, $\dot{\gamma}$ |
| 1       | Vorgabefunktion                                        |
| 2, 3, 4 | Unterschiedliches Einschwingverhalten                  |

**Bild 1 — Unterschiedliches Einschwingverhalten beim Regeln jedes einzelnen Messpunktes**

Es muss für die Messpunkterfassung so lange gewartet werden, bis die Abweichung zwischen der Vorgabegröße und dem Istwert klein genug ist. Die Integrationszeit (Zeit je Messpunkt abzüglich der Einschwingzeit), die für die Mittelung eines Datenpunktes herangezogen wird, beeinflusst das Messergebnis. Diese Voraussetzung gilt sowohl für eine konstante Scherbelastung, als auch für eine zeitabhängige Belastungsänderung.

### 3.2 Fließkurven, mit Auswertung der Hysterese fläche (Rotationsversuch)

Es besteht die Möglichkeit, einerseits Viskosimeter mit mechanischen Lagern und andererseits luftgelagerte Rheometer einzusetzen. Es ist darauf zu achten, dass das verwendete Messgerät in Kombination mit dem geeigneten Messsystem dem Drehmomentbereich, der Drehmomentauflösung und dem Drehzahlbereich entsprechend eingesetzt wird.

#### Vorgabe des Messprogramms:

Die Vorgabe erfolgt in Form von drei Messabschnitten, als kontinuierliche oder treppenförmige diskontinuierliche Aufwärtssrampe, Haltezeit und Abwärtssrampe (Bilder 2 und 3). Es wird die Scherrate  $\dot{\gamma}$  als Funktion der Zeit vorgegeben. Beide Rampentypen können sowohl mit linearer als auch logarithmischer Verteilung vorgegeben werden. Dies gilt sowohl für die Scherrate als auch für die Zeitvorgabe der Messpunkte. Zu Beginn können zusätzlich noch ein Messabschnitt mit definierter Vorscherung und/oder eine Wartezeit ohne Scherung (z. B. 5 min) vorangestellt werden.

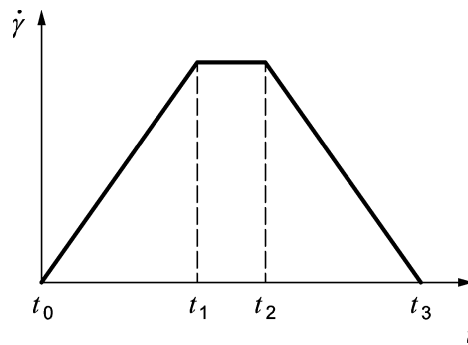


**Bild 2 — Vorgabepprofil: Scherrate-Zeit-Funktion mit den drei Messabschnitten kontinuierliche Aufwärtsrampe, Haltezeit und kontinuierliche Abwärtsrampe**

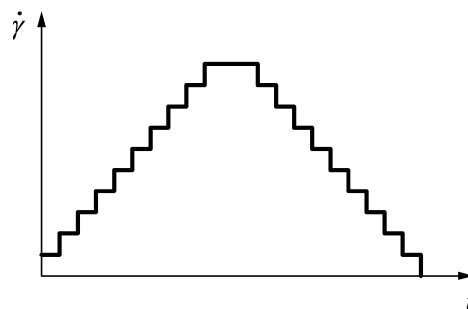


**Bild 3 — Vorgabepprofil: Scherrate-Zeit-Funktion mit den drei Messabschnitten stufenförmige Aufwärtsrampe, Haltezeit und stufenförmige Abwärtsrampe**

Im Folgenden werden Vorschläge für ein typisches Messprogramm aufgezeigt.

**Methode A**, mit linearer Rampe für die Scherrate und zeitlich linearer Messpunkteverteilung (Einschwingzeit):

- 1) Aufwärtsrampe mit  $\dot{\gamma} = 0 \text{ s}^{-1}$  bis  $1\,000 \text{ s}^{-1}$ , Dauer 3 min, mit 45 Messpunkten;
- 2) Haltezeit mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1} = \text{const.}$ , Dauer 1 min, mit 15 Messpunkten;
- 3) Abwärtsrampe mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1}$  bis  $0 \text{ s}^{-1}$ , Dauer 3 min, mit 45 Messpunkten.

Die Zeitdauer für die Aufwärts- und Abwärtsrampen muss gleich lang sein. Darüber hinaus muss definiert sein, ob der Versuch mit kontinuierlicher oder stufenförmiger Rampe durchgeführt wird.

**Methode B**, mit logarithmischer Rampe für die Scherrate und zeitlich linearer Messpunkteverteilung (Einschwingzeit):

- 1) Aufwärtsrampe mit  $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1}$  bis  $1\,000 \text{ s}^{-1}$ , Dauer 3 min, mit 61 Messpunkten. Wenn ein Viskosimeter mit mechanischem Lager verwendet wird, dann wird als minimale Scherrate  $10 \text{ s}^{-1}$  empfohlen;
- 2) Haltezeit mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1} = \text{const.}$ , Dauer 1 min, mit 15 Messpunkten;
- 3) Abwärtsrampe mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1}$  bis  $0,1 \text{ s}^{-1}$ , Dauer 3 min, mit 61 Messpunkten.

Die Zeitdauer für die Aufwärts- und Abwärtsrampen muss gleich lang sein. Darüber hinaus muss definiert sein, ob der Versuch mit kontinuierlicher oder stufenförmiger Rampe durchgeführt wird.

#### Auswertung:

Zeigt die Messprobe ein scherbelastungs- und zeitabhängiges Verhalten, so erscheint zwischen den beiden Fließkurven aufwärts und abwärts die so genannte Hysterese fläche, [2]. Hysterese bedeutet hier Kurvenschleife. Fließkurven werden üblicherweise als Schubspannung  $\tau$  (in Pa) über der Scherrate  $\dot{\gamma}$  (in  $\text{s}^{-1}$ ) dargestellt (Bild 4).

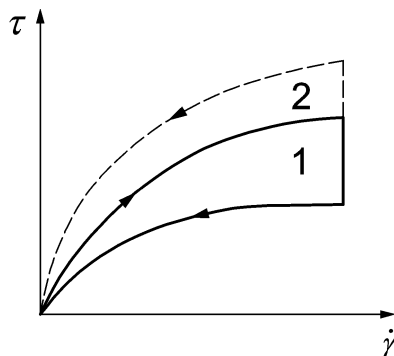


**Bild 4 — Messergebnis: Fließkurven mit Hysterese fläche, (1) mit Abnahme, und (2) mit Zunahme der Strukturstärke unter Scherbelastung**

Die Hysterese kurve setzt sich bei Thixotropie oder Rheopexie eines Stoffes beim Zunehmen der Scherrate von null auf einen Maximalwert und anschließendem Absinken auf null nach einem festgelegten Zeitprogramm aus den erhaltenen zwei Fließkurven, die sich nicht decken zusammen.

Eine größere Fläche weist auf eine stärkere Strukturänderung hin. Die Strukturstärke kann abnehmen (Nr. 1 im Bild 4; nach DIN 1342-1 wäre dies "Thixotropie") oder zunehmen (Nr. 2 im Bild 4; nach DIN 1342-1 wäre dies "Rheopexie").

Die Dauer für die Aufwärts- und Abwärtsrampen ist abhängig vom Material und sollte nicht zu lang gewählt werden, da sonst schon während der Aufwärtsrampe die Überstruktur der Messprobe zu stark abgebaut werden würde mit der Folge, dass die Hysterese fläche für eine sinnvolle Auswertung zu klein werden könnte.

Die Auswertung der Thixotropie erfolgt über die Berechnung der Hysterese fläche (Einheit: Pa/s). Diese Fläche sollte nicht mit dem gescherten Probenvolumen verknüpft werden. Weiterhin besteht die Möglichkeit, aus der Fließkurve einzelne Messwerte zu entnehmen und zu vergleichen.

Die Bilder 5 und 6 zeigen typische Messergebnisse eines wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffes, die mit den beiden Messmethoden A und B erzielt wurden.

Bei linearer Rampe ist über den gesamten Scherratenbereich die Scherung insgesamt höher als bei logarithmischer Rampe. Dies resultiert in einer kleineren berechneten Hysterese fläche. Vorteil von Methode B ist, dass im unteren Scherratenbereich mehr Messpunkte erfasst werden.

Diese Messmethode gibt Auskunft über das Verhalten der Messprobe beim fortlaufenden Scherprozess, jedoch keine darüber, was nach der Scherbelastung im Ruhezustand geschieht, beispielsweise ob und in welchem Maße ein Strukturwiederaufbau erfolgt (siehe dazu auch Abschnitt 1 zur Definition der Thixotropie). Sie gibt einen ersten Überblick zum Verhalten des untersuchten Materials.

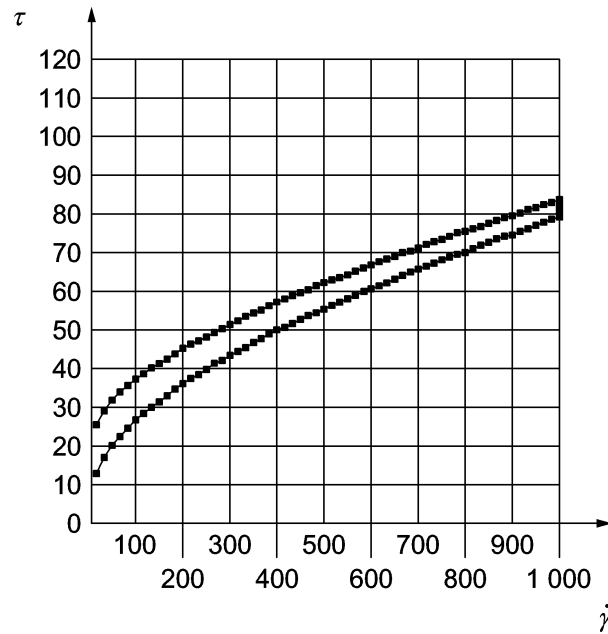


**Bild 5 — Mit linearer Rampe gemessene Fließkurven, mit Auswertung nach Methode A, berechnete Hystereseffläche 7 167 Pa/s**

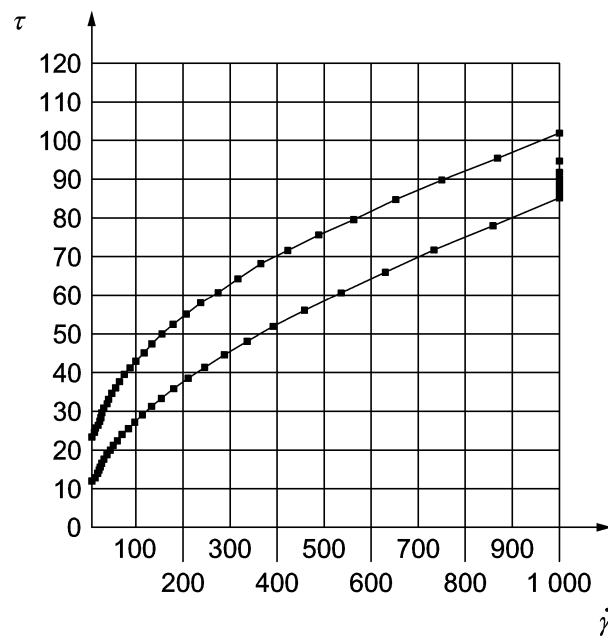


**Bild 6 — Mit logarithmischer Rampe gemessene Fließkurven, mit Auswertung nach Methode B, berechnete Hystereseffläche 16 810 Pa/s**

### 3.3 Schersprung mit Erholung, als Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherrate

Es besteht die Möglichkeit, einerseits Viskosimeter mit mechanischen Lagern und andererseits luftgelagerte Rheometer einzusetzen.

Vorgabe des Messprogramms:

In Form von drei Messabschnitten wird die Scherbelastung vorgegeben, zuerst mit konstanter niedriger, dann mit konstanter hoher, und schließlich wieder mit konstanter niedriger Scherrate  $\dot{\gamma}$  (Bild 7). Zu Beginn können zusätzlich noch ein Messabschnitt mit definierter Vorscherung und/oder eine Wartezeit ohne Scherung (z. B. 5 min) vorangestellt werden.

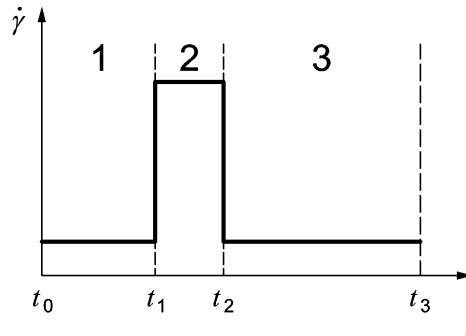


**Bild 7 — Vorgabeprofil: drei Messabschnitte mit (1) niedriger, (2) hoher, und (3) wieder mit niedriger Scherrate**

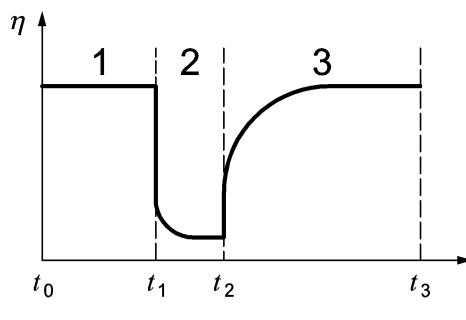


**Bild 8 — Messergebnis: zeitabhängige Viskositätsfunktion einer thixotropen Substanz, (1) bei niedriger, (2) bei starker Scherbelastung mit Strukturabbau, und (3) wieder bei niedriger Scherbelastung mit Strukturwiederaufbau**

Im Folgenden werden Vorschläge für ein typisches Messprogramm aufgezeigt:

- 1) geringe Scherung mit  $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1} = \text{const}$ , Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten Wenn ein Viskosimeter mit mechanischem Lager verwendet wird, dann wird als minimale Scherrate  $10 \text{ s}^{-1}$  empfohlen;
- 2) starke Scherung mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1} = \text{const}$ , Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten;
- 3) geringe Scherung mit  $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1} = \text{const}$ , Dauer 5 min, mit 100 Messpunkten.

Die Scherrate für die Messabschnitte 1 und 3 muss gleich hoch sein.

Auswertung:

Als vorbereitende Maßnahme wird für alle drei Messabschnitte jeweils der Mittelwert der letzten 5 Messpunkte gebildet. Im Folgenden werden Vorschläge für Auswerteprogramme aufgezeigt (siehe dazu auch Bild 8):

- 1) Prozentualer Strukturwiederaufbau als Viskositätswert am Ende des 3. Messabschnitts im Vergleich zum Bezugswert vom Ende des 1. Messabschnitts, Angabe in %;

BEISPIEL Bezugswert  $\eta_1 = 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ; und am Ende des 3. Messabschnitts  $\eta_3 = 8 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ;  
Berechnung:  $(8 \text{ Pa}\cdot\text{s} / 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}) \times 100 \% = 80 \%$ . Siehe Bild 9.

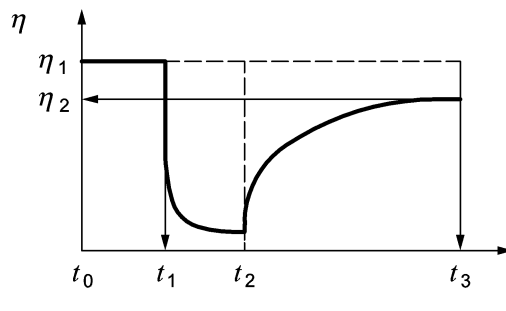


**Bild 9 — Auswertung zum prozentualen Strukturaufbau**

- 2) Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau im 3. Messabschnitt im Vergleich zum Bezugswert vom Ende des 1. Messabschnitts, Angabe in s;

BEISPIEL Bezugswert  $\eta_1 = 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ; aus dem Diagramm oder aus der Messdatentabelle werden die beiden Zeitpunkte bestimmt bei denen einerseits 25 % des Bezugswertes, also hier  $\eta = 2,5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ , und andererseits 50 % davon, also hier dann  $\eta = 5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ , erreicht sind. Siehe Bild 10.

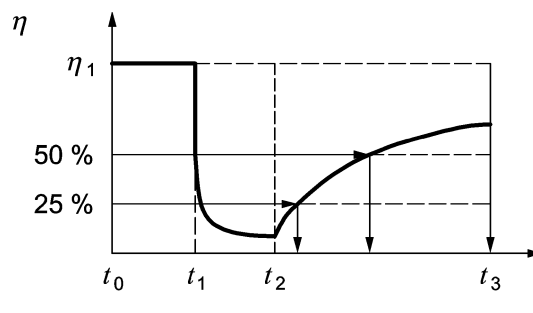


**Bild 10 — Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau**

- 3) Kurvensteigung während des Strukturwiederaufbaus in den ersten 60 s des 3. Messabschnitts, Angabe in  $\text{Pa}\cdot\text{s}/\text{s}$ ;

BEISPIEL Zwischen den beiden Viskositätswerten am Ende des 2. Messabschnitts und nach 60 s im 3. Messabschnitt wird die Steigung der Verbindungsline bestimmt, dies kann mit Hilfe des Diagramms oder der Messdatentabelle erfolgen. Siehe Bild 11.

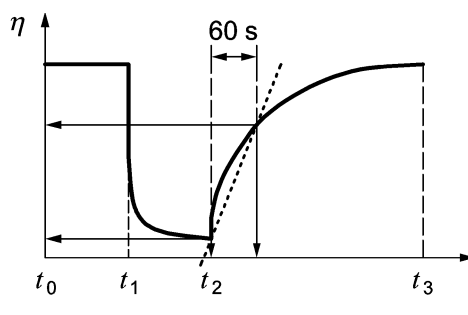


**Bild 11 — Kurvensteigung während des Strukturwiederaufbaus**

- 4) Strukturerholungsindex (SRI, structure recovery index), berechnet als Logarithmus des Viskositätswertes nach Beginn des 3. Messabschnitts (z. B. nach 30 s) abzüglich des Logarithmus des Viskositätswertes am Ende des 2. Messabschnitts;
- 5) Thixotropie Index (TI, thixotropy index), berechnet als Logarithmus des Viskositätswertes am Ende des 3. Messabschnitts (z. B. nach 300 s) abzüglich des Logarithmus des Viskositätswertes am Ende des 2. Messabschnitts.

### 3.4 Schersprung mit Erholung, als Rotationsversuch bei abwechselnder Vorgabe von Schubspannung und Scherrate

Es besteht die Möglichkeit, einerseits Viskosimeter mit mechanischen Lagern und andererseits luftgelagerte Rheometer einzusetzen.

#### Vorgabe des Messprogramms:

In Form von drei Messabschnitten wird die Scherbelastung vorgegeben, zuerst mit konstanter niedriger Schubspannung  $\tau$ , dann mit konstanter hoher Scherrate  $\dot{\gamma}$ , und schließlich wieder mit konstanter niedriger Schubspannung  $\tau$  (Bild 12). Zu Beginn können zusätzlich noch ein Messabschnitt mit definierter Vorscherung und/oder eine Wartezeit ohne Scherung (z. B. 5 min) vorangestellt werden.

Zur Bestimmung eines sinnvollen Vorgabewerts für die Schubspannung im 1. und 3. Messabschnitt müssen Vorversuche zur Fließgrenzenbestimmung durchgeführt werden; als Hilfestellung kann hier der DIN-Fachbericht 143 dienen. Der Vorgabewert muss oberhalb des Fließgrenzenwerts liegen.

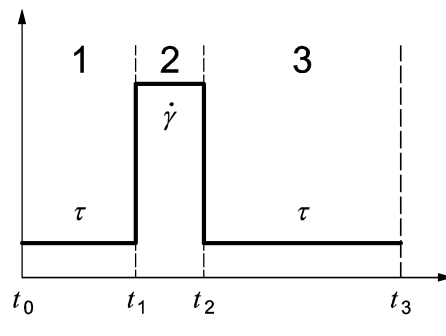


**Bild 12 — Vorgabeprofil: drei Messabschnitte mit (1) niedriger Schubspannung, (2) hoher Scherrate, und (3) wieder mit niedriger Schubspannung**

Im Folgenden werden Vorschläge für ein typisches Messprogramm aufgezeigt:

- 1) geringe Scherung mit  $\tau = \text{const}$  (der Vorgabewert für  $\tau$  ist abhängig vom Vorversuch), Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten;
- 2) starke Scherung mit  $\dot{\gamma} = 1\,000\text{ s}^{-1} = \text{const}$ , Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten;
- 3) geringe Scherung mit  $\tau = \text{const}$  (der Vorgabewert für  $\tau$  ist wie oben abhängig vom Vorversuch), Dauer 5 min, mit 100 Messpunkten. Die Schubspannung für die Messabschnitte 1 und 3 muss gleich hoch sein.

#### Auswertung:

Die Auswertung erfolgt bei dieser Messmethode ebenso wie in Kapitel 3.2 ("Schersprung mit Erholung, als Rotationsversuch bei Vorgabe der Scherrate") beschrieben und in den Bildern 8 bis 11 dargestellt.

**ANMERKUNG** Es muss bei dieser Messmethode als Nachteil hingenommen werden, dass Vorversuche nötig sind, um sinnvolle Vorgabewerte für die Schubspannung im 1. und 3. Messabschnitt zu finden.

### 3.5 Schersprung mit Erholung, als kombinierter Oszillations- / Rotations-Versuch bei Vorgabe der Scherdeformation bzw. Scherrate

Für die Durchführung der Sprungversuche ist ein luftgelagertes Rheometer zu empfehlen.

#### Vorgabe des Messprogramms:

In Form von drei Messabschnitten wird die Scherbelastung vorgegeben, zuerst mit konstanter niedriger Scherdeformation  $\gamma$  und konstanter Frequenz in Form eines Oszillationsversuchs, dann mit konstanter hoher Scherrate  $\dot{\gamma}$  als Rotationsversuch, und schließlich wieder mit konstanter niedriger Scherdeformation  $\gamma$  und konstanter Frequenz als Oszillationsversuch (Bild 13).

Die Geschwindigkeit der Oszillation kann sowohl als Frequenz  $f$  (in Hz) als auch als Kreisfrequenz  $\omega$  (in  $\text{s}^{-1}$ ) angegeben werden (es gilt:  $\omega = 2\pi \cdot f$ ).

Als niedrig genug – und damit geeignet – gilt ein Scherdeformationswert dann, wenn er im linear-viskoelastischen (LVE-) Bereich liegt; diese Bedingung muss zuvor mit einem Amplitudentest überprüft werden (als Hilfestellung kann hierzu der DIN-Fachbericht 143:2005-04, 3.4.8, dienen).

Zu Beginn können zusätzlich noch ein Messabschnitt mit definierter Vorscherung und/oder eine Wartezeit ohne Scherung (z. B. 5 min) vorangestellt werden.

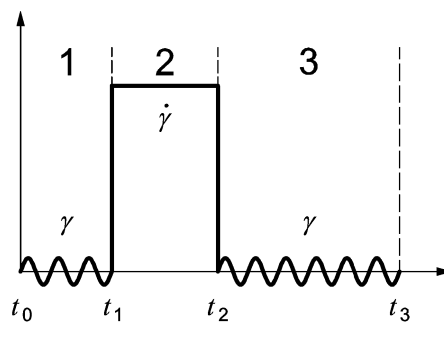


**Bild 13 — Vorgabeprofil: Sprungfunktion mit den drei Messabschnitten (1) niedrige Scherdeformation (als Oszillation), (2) hohe Scherrate (als Rotation), und (3) wieder niedrige Scherdeformation (als Oszillation)**

Im Folgenden werden Vorschläge für ein typisches Messprogramm aufgezeigt:

- 1) geringe Scherung als Oszillation mit  $f = 1 \text{ Hz}$  und  $\gamma = \text{const}$  (der Vorgabewert für  $\gamma$  ist abhängig vom Vorversuch; z. B.  $\gamma = 1 \%$ ), Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten;
- 2) starke Scherung mit  $\dot{\gamma} = 1\,000 \text{ s}^{-1} = \text{const}$ , Dauer 2 min, mit 30 Messpunkten;
- 3) geringe Scherung als Oszillation mit  $f = 1 \text{ Hz}$  und  $\gamma = \text{const}$  (der Vorgabewert für  $\gamma$  ist wie oben abhängig vom Vorversuch), Dauer 5 min, mit 100 Messpunkten. Sowohl die Frequenz als auch die Scherdeformation für die Messabschnitte 1 und 3 müssen gleich hoch sein.

Auswertung:

Bei Oszillationsversuchen können folgende Messgrößen ausgewertet werden, [3; 4]:

- Der Speichermodul  $G'$  (in Pa) beschreibt den elastischen Anteil des viskoelastischen Verhaltens der Messprobe;
- der Verlustmodul  $G''$  (in Pa) beschreibt den viskosen Anteil;
- die komplexe Viskosität  $|\eta^*|$  (in Pa s);
- der Phasenverschiebungs- oder Verlustwinkel  $\delta$  (in °, also Grad) repräsentiert die zeitliche Verzögerung (Phasenverschiebung) zwischen den vorgegebenen und den resultierenden Messwerten;
- der Dämpfungs- oder Verlustfaktor  $\tan \delta = G''/G'$  ist der Verhältniswert von  $G''$  und  $G'$ .

Im Folgenden werden Vorschläge für Auswerteprogramme aufgezeigt (siehe Bild 14). Anstelle der  $G'$ -Werte können alternativ auch die Werte der komplexen Viskosität  $|\eta^*|$  gewählt werden (siehe Bild 15).

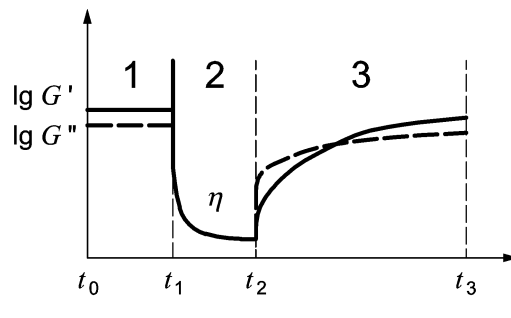


**Bild 14 — Messergebnis: zeitabhängige Funktionen einer thixotropen Substanz, (1) als Speichermodul  $G'$  und Verlustmodul  $G''$  bei niedriger Scherbelastung, (2) als Scherviskosität  $\eta$  bei starker Scherbelastung mit Strukturabbau, (3) wieder als  $G'$  und  $G''$  bei niedriger Scherbelastung mit Strukturwiederaufbau**

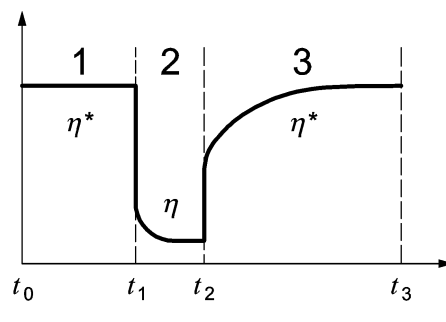


**Bild 15 — Messergebnis: zeitabhängige Funktionen einer thixotropen Substanz, (1) als komplexe Viskosität  $|\eta^*|$  bei niedriger Scherbelastung, (2) als Scherviskosität  $\eta$  bei starker Scherbelastung mit Strukturabbau, (3) wieder als komplexe Viskosität  $|\eta^*|$  bei niedriger Scherbelastung mit Strukturwiederaufbau**

- 1) Prozentualer Strukturwiederaufbau als Wert des Speichermoduls  $G'$  am Ende des 3. Messabschnitts im Vergleich zum Bezugswert vom Ende des 1. Messabschnitts, Angabe in %;

BEISPIEL Bezugswert  $G'_1 = 20$  Pa; und am Ende des 3. Messabschnitts  $G'_3 = 16$  Pa; Berechnung:  $(16 \text{ Pa} / 20 \text{ Pa}) \cdot 100 \% = 80 \%$ . Siehe Bild 16

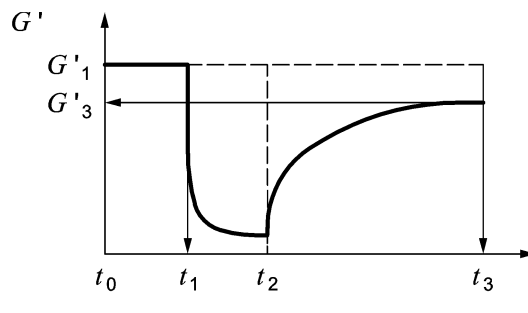


**Bild 16 — Auswertung zum prozentualen Strukturaufbau**

- 2) Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau im 3. Messabschnitt im Vergleich zum Bezugswert vom Ende des 1. Messabschnitts, Angabe in s;

BEISPIEL Bezugswert  $G'_1 = 20$  Pa; aus dem Diagramm oder aus der Messdatentabelle werden die beiden Zeitpunkte bestimmt bei denen einerseits 25 % des Bezugswertes, also hier  $G' = 5$  Pa, und andererseits 50 % davon, also hier dann  $G' = 10$  Pa, erreicht sind. Siehe Bild 17.

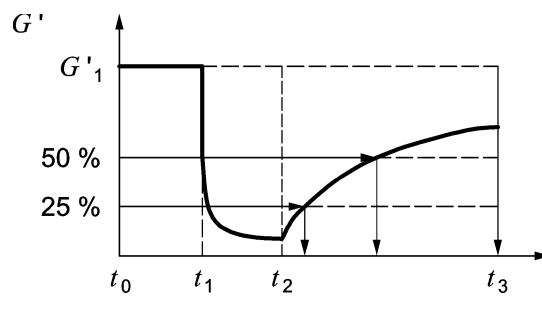


**Bild 17 — Zeitpunkte für den 25%-igen und 50%-igen Strukturwiederaufbau**

- 3) Zeitpunkt des Sol- / Gel-Übergangs im 3. Messabschnitt ( $\delta = 45^\circ$  bzw.  $\tan \delta = G''/G' = 1$  erreicht wird), Angabe in s.

VORGEHEN Es wird der Schnittpunkt der Kurven von  $G'$  und  $G''$  bestimmt; dies kann mit Hilfe des Diagramms oder der Messdatentabelle erfolgen. Siehe Bild 18.

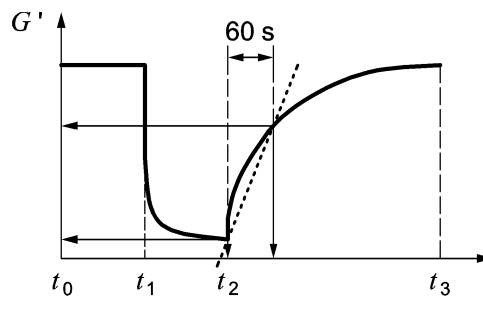


**Bild 18 — Zeitpunkt des Sol- / Gel-Übergangs**

## 4 Ringversuch

### 4.1 Ziel des Ringversuchs

In den Laboratorien der Arbeitskreismitglieder wurden zwei Ringversuche durchgeführt. Der erste Ringversuch diente dazu, die grundsätzliche Eignung der vier Methoden zur Bestimmung der thixotropen Eigenschaften von Beschichtungsstoffen nachzuweisen. Darüber hinaus sollte untersucht werden, welche Vorgaben hinsichtlich des Messablaufs und der Messverfahren gemacht werden müssen, um eine akzeptable Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten.

Bei der Durchführung des zweiten Ringversuchs hingegen stand die Ermittlung der Präzisionsdaten (Wiederholpräzision und Vergleichpräzision) im Vordergrund.

### 4.2 Versuchsdurchführung

#### 4.2.1 Vorversuch

In ersten Ringversuchen wurden neben einem Standardöl der PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt) fünf Proben (drei Wasserbasislacke, eine pastöse Dichtungsmasse und eine Dispersion), die von Teilnehmern des Arbeitskreises zur Verfügung gestellt wurden, gemessen. An dem Ringversuch beteiligten sich acht Laboratorien. Die eingesetzten Messgeräte wurden zunächst durch Messung einer Fließkurve des Standardöls überprüft. Anschließend wurde jede Probe nach den vier Methoden, die in 3.2 bis 3.5 beschrieben wurden, gemessen. Die jeweiligen Messparameter (Scherzeit und Schubspannung, Scherrate bzw. Amplitude) wurden vom Probenlieferanten ausgearbeitet und mit den Proben verschickt. Da die Messparameter einer Methode probenabhängig variierten, ergab sich eine große Bandbreite an Messverfahren.

Aus den Ergebnissen konnten folgende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Die Messwerte im ersten Messabschnitt der drei Sprungmethoden (3.3 bis 3.5) streuten sehr stark. Eine einheitliche Vorbehandlung der Proben (Vorscherung und Wartezeit) ist deshalb zu empfehlen;
- bei einigen Proben übertraf die Viskosität während der Erholungsphase deutlich die Viskosität des ersten Messabschnitts. Dies deutet darauf hin, dass sich die Struktur nach der Scherung mit  $1\,000\text{ s}^{-1}$  nicht wieder in der gleichen Form aufbaut, wie sie zu Beginn der Messung vorgelegen hat. In diesem Fall kann die Viskosität des ersten Messabschnitts nicht in die Auswertung einbezogen werden. Ebenso ist bei diesen Proben die Auswertung einer Hystereseffläche in Frage zu stellen;
- zur Minimierung der Lösemittelverdunstung insbesondere bei Messung mit Kegel-Platte- und Platte-Platte-Messsystem muss der Probenraum abgedeckt werden, da sich sonst die Viskosität verändern kann;
- die Auswertung der Fließkurven (Viskosität bei einer bestimmten Scherrate) erfolgt üblicherweise durch ein in der Software hinterlegtes lineares Interpolationsverfahren. Ein großer Abstand zwischen den Messpunkten, zwischen denen interpoliert werden soll, verfälscht das Ergebnis. Deshalb sollten bei der Messung von Fließkurven nicht nur die Anzahl der Messpunkte sondern auch deren Verteilung festgelegt werden;
- die optimale Schubspannung bei der Durchführung des schubspannungsgesteuerten Sprungversuchs liegt oberhalb der Fließgrenze, bei der oszillatorischen Erholung hingegen unterhalb der Fließgrenze, d. h. im LVE-Bereich;
- die Messungen müssen von allen Teilnehmern innerhalb eines eng gefassten Zeitraums erfolgen, um einen Einfluss des Probenalters auf die Viskosität auszuschließen.

#### 4.2.2 Ringversuch

Zur Überprüfung der Rheometer wurde die Fließkurve einer zertifizierten newtonschen Referenzflüssigkeit der PTB (EF 166) gemessen. Es erfolgte eine Dreifachbestimmung.

Anschließend wurden ein Wasserbasislack (WBL) und ein konventioneller Klarlack nach allen vier Methoden, die im Abschnitt 3 beschrieben sind, gemessen. Auch hier wurde eine Dreifachbestimmung durchgeführt.

Die Messungen der Fließkurven erfolgten ausschließlich nach 3.2, Methode B, mit logarithmischer Rampe.

Die optimale Schubspannung zur Durchführung des Sprungversuchs mit Vorgabe der Schubspannung in der Erholungsphase sowie die optimale Deformation während des Sprungversuchs mit oszillatorischer Erholung wurden vorab in Testmessungen ermittelt. In einem Vorversuch mit Vorgabe der Schubspannung unterhalb der Fließgrenze wurden stark streuende Messwerte erhalten. Es zeigte sich, dass für die Schubspannung im ersten Fall ein Wert zu wählen ist, der oberhalb der Fließgrenze liegt. Im zweiten Fall hingegen sollte die Deformation im linear viskoelastischen Bereich liegen.

Auf Grund der Erfahrungen des ersten Ringversuchs wurden folgende Vereinbarungen getroffen:

- Die Messungen sollten von allen Teilnehmern innerhalb einer festgelegten Woche durchgeführt werden;
- die Wahl des Messsystems (Kegel-Platte und/oder Zylinder) wurde den Teilnehmern überlassen, musste jedoch in der Ergebnistabelle vermerkt werden;
- bei den Messungen mit Kegel-Platte-Geometrie wurde die Verwendung einer Abdeckung vorgeschrieben, um die Verdunstung von Lösemitteln einzuschränken. Es wurde kein Lösemittel in die Probenraumabdeckung gefüllt;
- definierte Probenentnahme und Befüllen des Messsystems;
- nach Befüllen des Messsystems wurden die Proben zunächst 1 min bei  $100 \text{ s}^{-1}$  geschert, anschließend 5 min ohne Scherung bei  $23 \text{ °C}$  temperiert;
- die Anzahl der Messpunkte wurde für alle Versuche festgelegt.

#### 4.3 Auswertung

Die Messergebnisse wurden nach den im Abschnitt 3 beschriebenen Methoden ausgewertet. Darüber hinaus wurden noch weitere Auswertungen durchgeführt, um ein möglichst vollständiges Bild der Wiederhol- und Vergleichspräzision zu erhalten. Folgende Auswertungen wurden durchgeführt:

Fließkurve:

- Viskosität während der Aufwärtsrampe bei den Scherraten  $1 \text{ s}^{-1}$ ,  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $100 \text{ s}^{-1}$  durch lineare Interpolation;
- Viskosität bei der Scherrate  $1\,000 \text{ s}^{-1}$  (letzter Datenpunkt des entsprechenden Messabschnitts);
- Viskosität während der Abwärtsrampe bei den Scherraten  $1 \text{ s}^{-1}$ ,  $10 \text{ s}^{-1}$  und  $100 \text{ s}^{-1}$  durch lineare Interpolation;
- Hysteresefläche zwischen den Scherraten  $1 \text{ s}^{-1}$  und  $1\,000 \text{ s}^{-1}$ .

Schersprung mit Vorgabe der Scherrate in der Erholungsphase / Schersprung mit Vorgabe der Schubspannung in der Erholungsphase: