

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO

TARQ:

DEFINICIÓN:

Establece el método para medir la tixotropía y el punto de cedencia (yield stress) de un material por medio del reómetro. El punto de cedencia (yield stress) es la fuerza necesaria para hacer fluir un material.

APARATOS y REACTIVOS.

1. Reómetro, marca TA Instruments o equipo similar.
2. Geometrías para reómetro.
3. Pipetas / espátula.
4. Pieza de plástico rectangular.
5. Isopropanol.
6. Acetona.

PROCEDIMIENTO (VER AYUDA VISUAL AL FINAL DEL MÉTODO).

1. Realizar la preparación del equipo de acuerdo a [TARQ-305](#) "Manejo de reómetro".
2. Verificar que la geometría sea la misma que la que se usó en la calibración según [TARQ-305](#) "Manejo de reómetro".
3. Verificar que los datos de la geometría en la pantalla sean los correctos; en caso contrario corregirlo.
4. Ir a **Environmental** y elegir la Temperatura en la que se iniciará el experimento, dar clic en aplicar
5. Ir a **Gap** y dar clic  **Zero Gap** y esperar que calcule el gap automáticamente
6. Al terminar dar clic en **Yes** para regresar la geometría a su posición de inicio (**45,000 µm**).
7. Ir a **Experiments** (parte inferior izquierda)
8. Asignar nombre al experimento, número de muestra y comentarios.
9. En la lista de métodos, seleccionar **"Thixotropic loop test"**
10. Colocar muestra con espátula de modo que quede centrada en el plato peltier
NOTA IMPORTANTE: Verificar que las puertas del reómetro estén abiertas correctamente
11. Bajar poco a poco la geometría, ir a **Gap** a 40µm y dar clic en **Apply**.
12. Presionar el botón **bearing lock**  y retirar exceso de muestra con ayuda de la pieza de plástico rectangular.
13. Quitar bearing lock 
14. Ir a **Gap** dar clic en **Go to geometry gap**.
15. Habilitar **Live**.
16. Dar clic en **Star** al experimento. 

TERMINO DEL EXPERIMENTO:

1. Ir a **Gap**
2. Elegir **Raise to loading gap**
3. Poner **bearing lock** 
4. Retirar geometría
5. Limpiar Geometría (puede ser con acetona).
6. Limpiar plato (debe ser con Isopropanol).

RESULTADOS:

1. Seleccionar gráfica **"Flow ramp – 3"** y enviar a la pantalla actual
2. En la gráfica dar clic derecho y elegir **"select variables"**
X1 = Shear rate
Y1 = Viscosity

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO

- Y2 = Stress -> Presionar OK
3. Dar clic derecho y seleccionar **"show legend"**
 4. Para punto de fluidez:
 - a) posicionarse en cualquier punto de la curva de **"flow ramp – 3"** -> **"Stress"**
 - b) dar clic derecho, seleccionar **"analyze"** y elegir **"Casson"**
 5. Para Tixotropía:
 - a) posicionarse en cualquier punto de **"flow ramp – 3"** -> **"Stress"**
 - b) dar clic derecho, seleccionar **"analyze"** y elegir **"thixotropy"**
 6. Apagar equipo según [TARQ-305](#) "Manejo de reómetro".
 7. FIN

AYUDA VISUAL:

Name	Value	Units
Temperature	24.955	°C
Set temperature	25.000	°C
Torque	-6.40580e-3	μN.m
Velocity	0.0226208	rad/s
Displacement	6079.51	rad
Axial force	2.14099e-4	N
Viscosity	-1.51702e-4	Pa.s
Gap	45000.0	μm

Name	Value	Units
Temperature	25.001	°C
Set temperature	25.000	°C
Torque	9.72014e-4	μN.m
Velocity	-3.43247e-3	rad/s
Displacement	6080.07	rad
Axial force	2.34985e-3	N
Viscosity	-1.51702e-4	Pa.s
Gap	45000.0	μm

Environmental

Peltier plate : On

Set point 25 °C

Apply

↓

Teclear temperatura
requerida y presionar
Apply

Gap

Closure profile: none

Set gap: 45000.0

Zero Gap

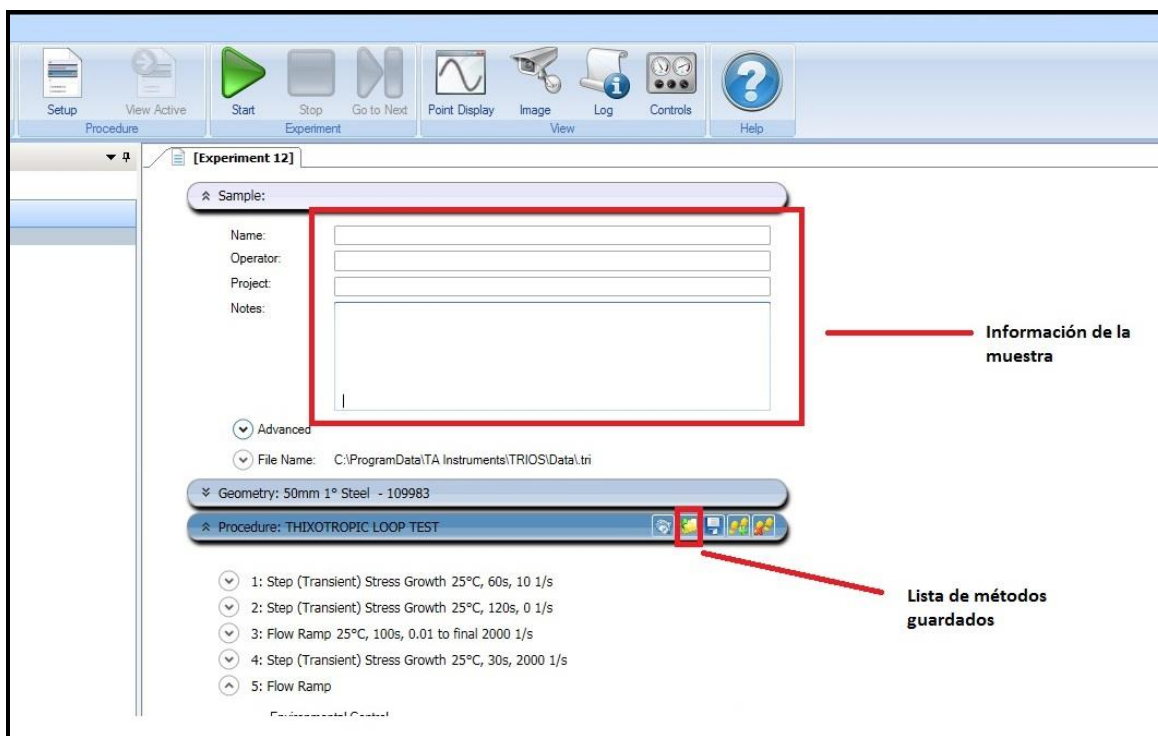
Apply

dar click en Zero
Gap y presionar
Apply

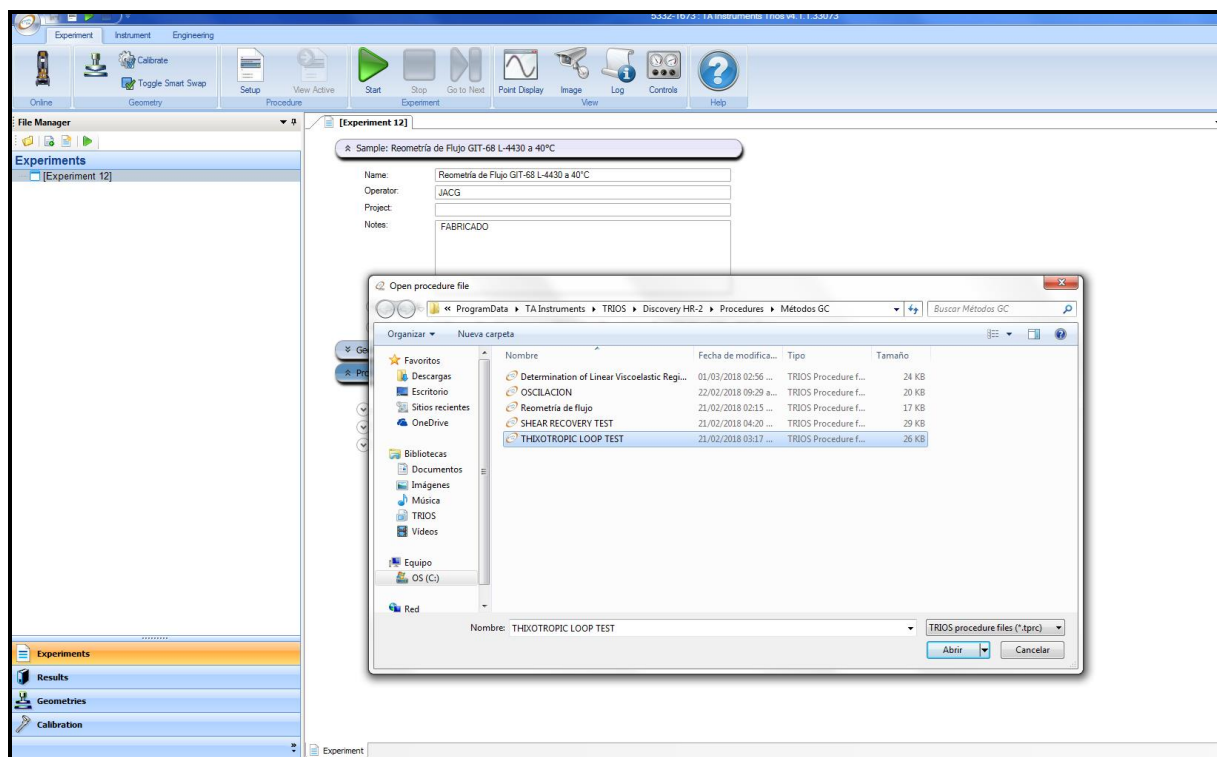
"Enviromental – Zero Gap"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



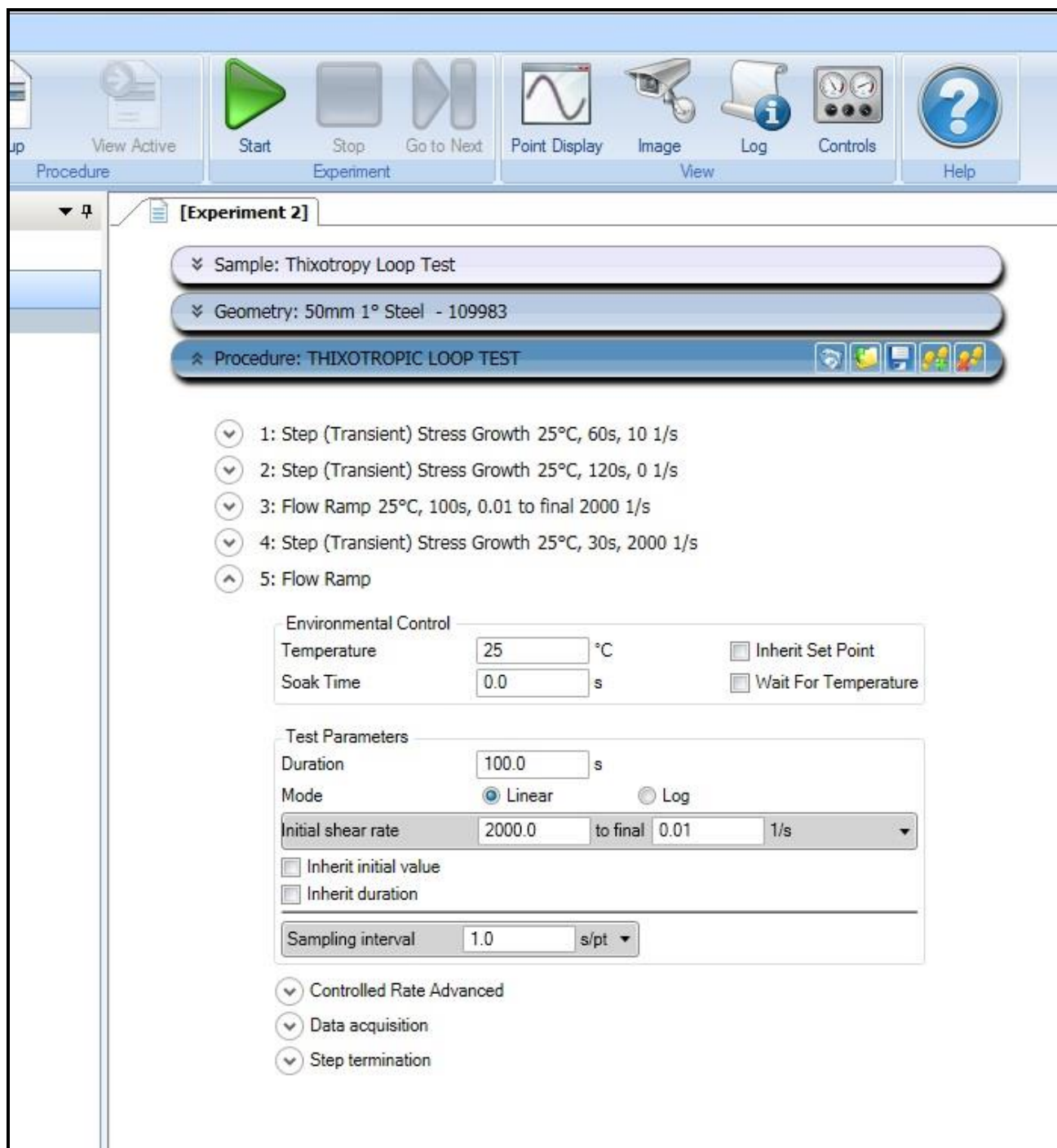
Información de la muestra y lista de métodos



Seleccionar "Thixotropic Loop Test"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



The screenshot shows the software interface for "Experiment 2". The top toolbar includes icons for "View Active", "Start", "Stop", "Go to Next", "Point Display", "Image", "Log", "Controls", and "Help". The main area displays the following information:

- Sample:** Thixotropy Loop Test
- Geometry:** 50mm 1° Steel - 109983
- Procedure:** THIXOTROPIC LOOP TEST

The test procedure steps are listed as follows:

- 1: Step (Transient) Stress Growth 25°C, 60s, 10 1/s
- 2: Step (Transient) Stress Growth 25°C, 120s, 0 1/s
- 3: Flow Ramp 25°C, 100s, 0.01 to final 2000 1/s
- 4: Step (Transient) Stress Growth 25°C, 30s, 2000 1/s
- 5: Flow Ramp

Environmental Control

Temperature: 25 °C ☐ Inherit Set Point
Soak Time: 0.0 s ☐ Wait For Temperature

Test Parameters

Duration: 100.0 s
Mode: ☒ Linear ☐ Log
Initial shear rate: 2000.0 to final 0.01 1/s
☐ Inherit initial value
☐ Inherit duration
Sampling interval: 1.0 s/pt

Additional options:

- ☒ Controlled Rate Advanced
- ☒ Data acquisition
- ☒ Step termination

Condiciones de la prueba

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO

Name	Value	Units
Temperature	25.001	°C
Set temperature	25.000	°C
Torque	9.72014e-4	μN.m
Velocity	-3.43247e-3	rad/s
Displacement	6080.07	rad
Axial force	2.34985e-3	N
Viscosity	-1.51702e-4	Pa.s
Gap	45000.0	μm

Gap

Closure profile: none

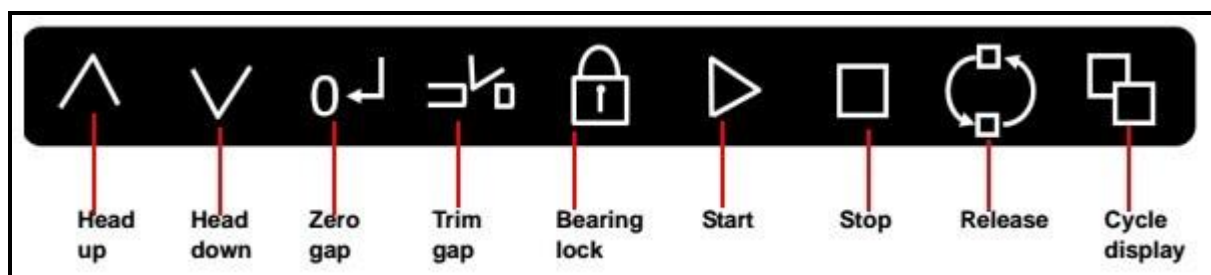
Set gap: 45000.0

Zero Gap

Apply

Teclear 40 y presionar Apply

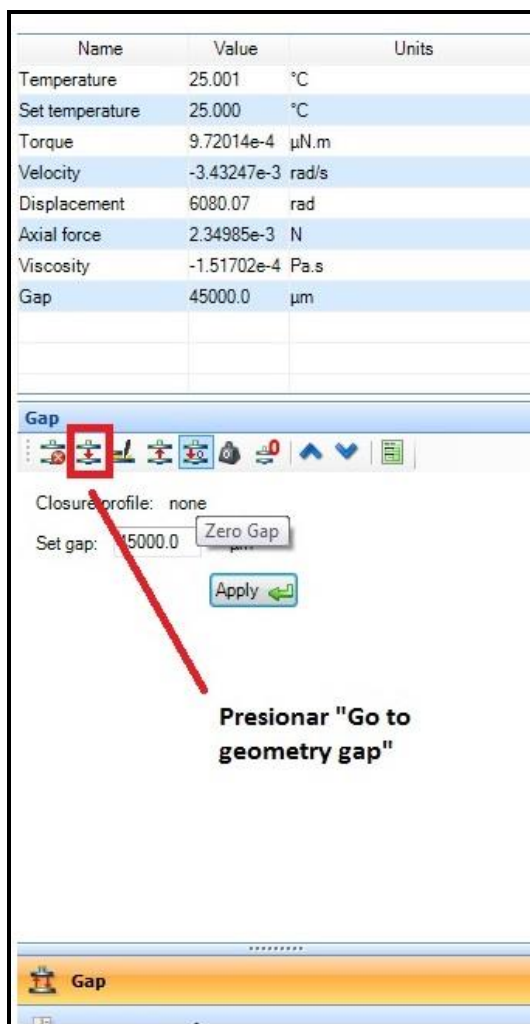
Introducir "40μm" y presionar "Apply"



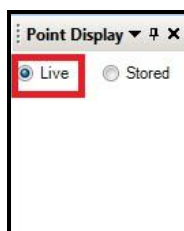
"Bearing lock"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



Presionar "Go to geometry gap"



Elegir "Live"



Presionar "Start"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO

Name	Value	Units
Temperature	25.001	°C
Set temperature	25.000	°C
Torque	9.72014e-4	μN.m
Velocity	-3.43247e-3	rad/s
Displacement	6080.07	rad
Axial force	2.34985e-3	N
Viscosity	-1.51702e-4	Pa.s
Gap	45000.0	μm

Gap

Closure profile: none

Set gap: 45000.0

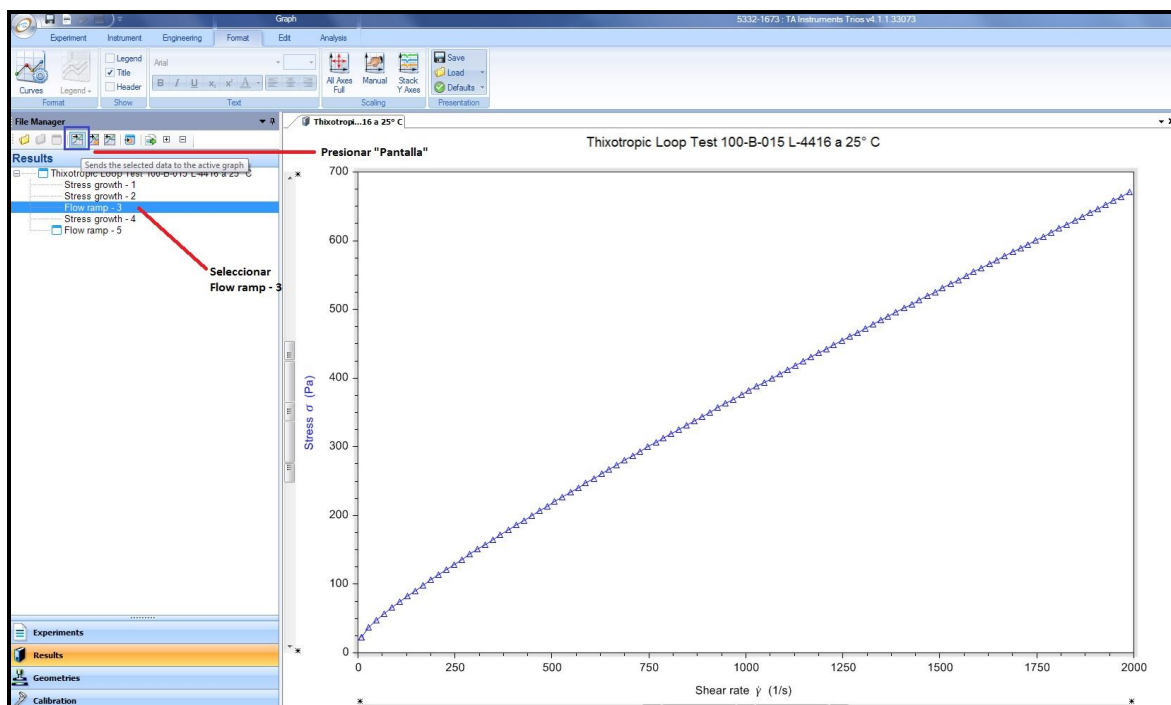
Raise to loading gap

Gap

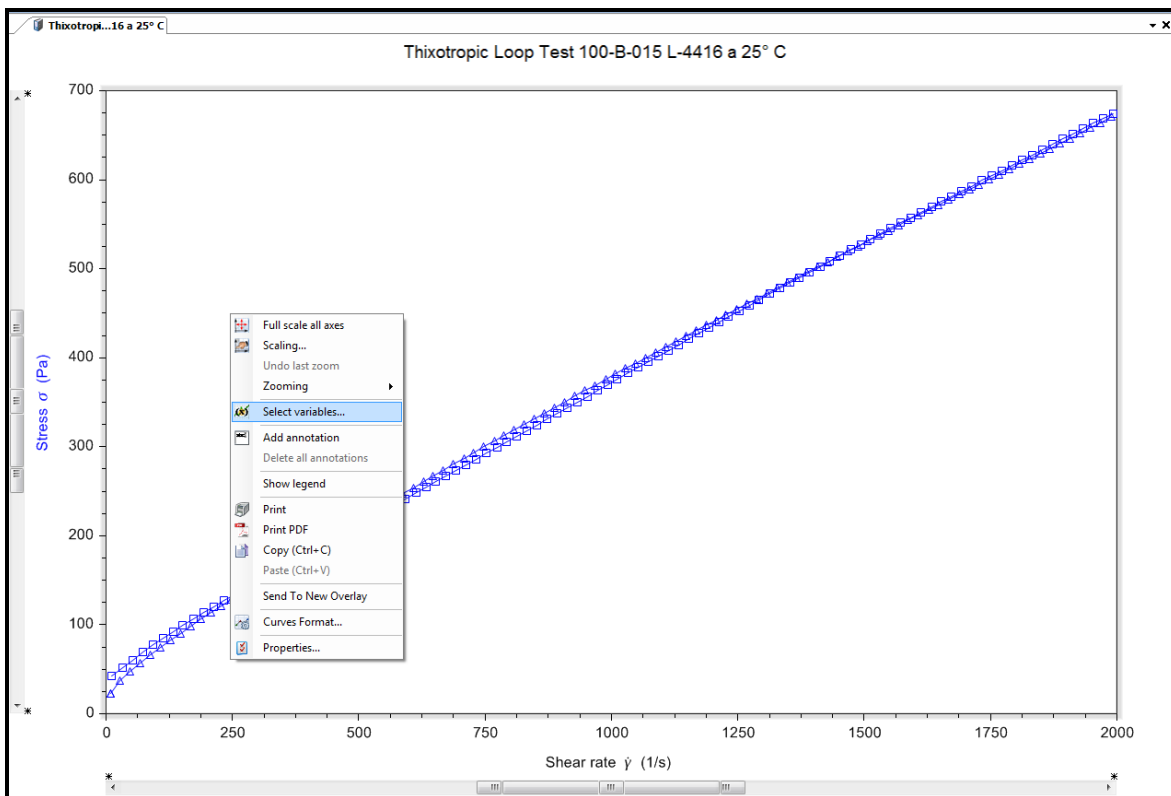
"Raise to loading gap"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



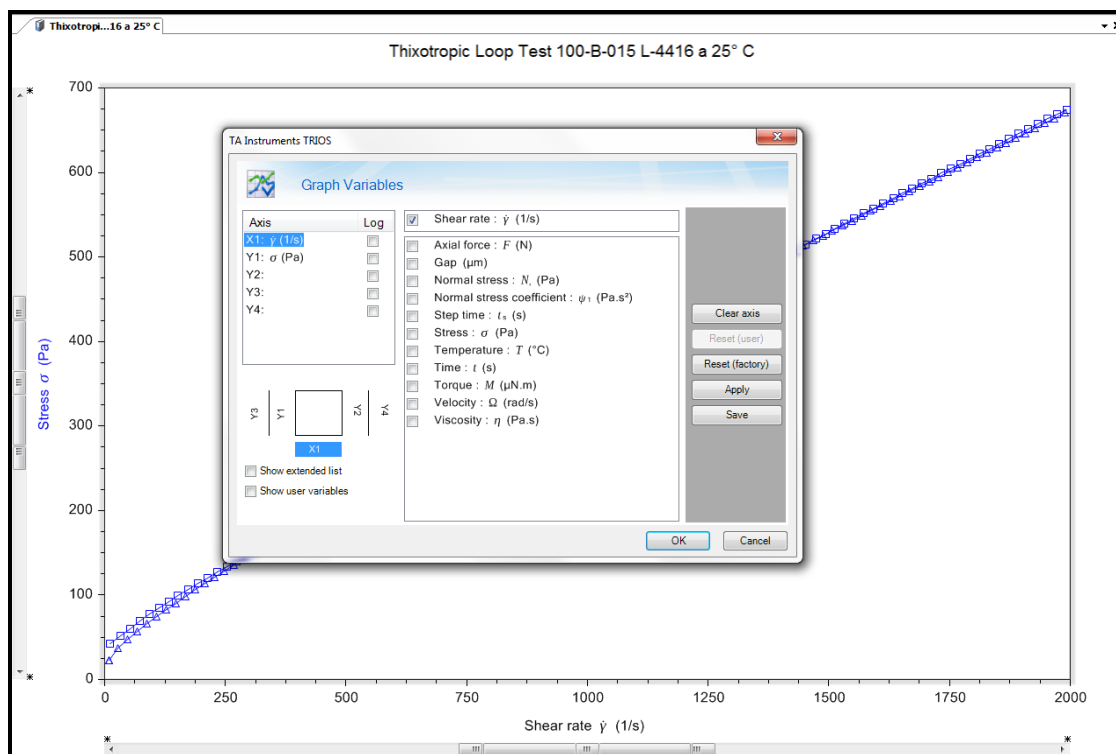
Ejemplo de resultados (curva)



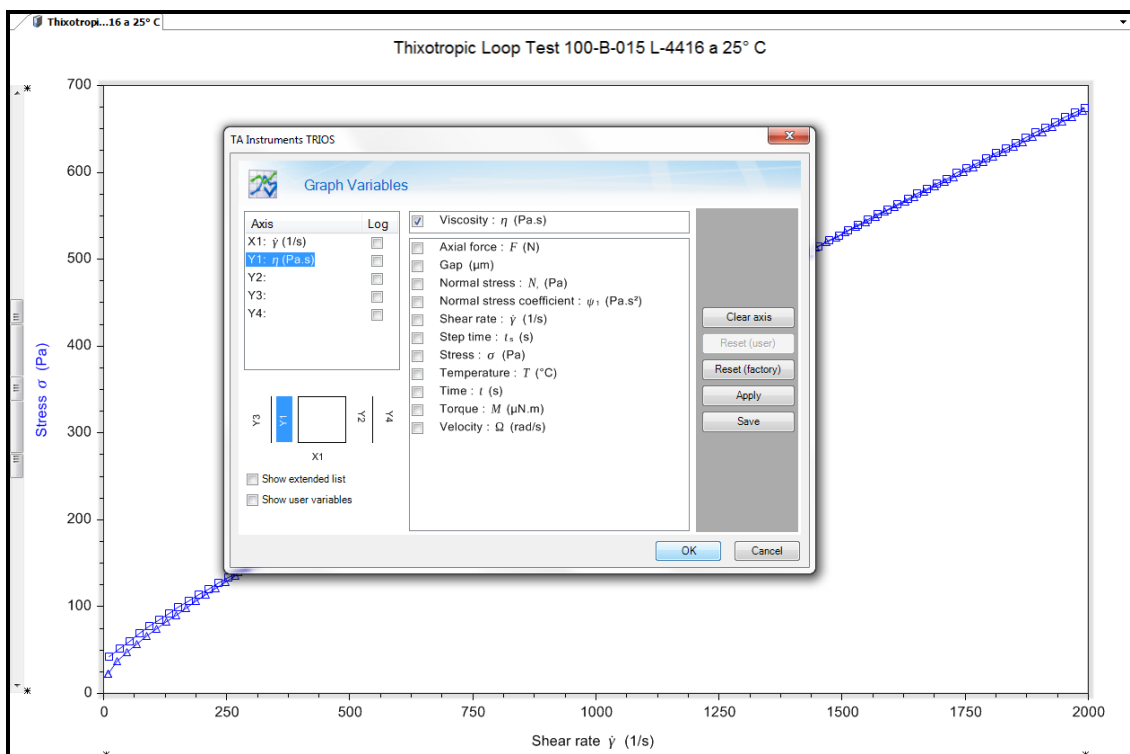
Dar clic derecho y elegir "Select variables"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



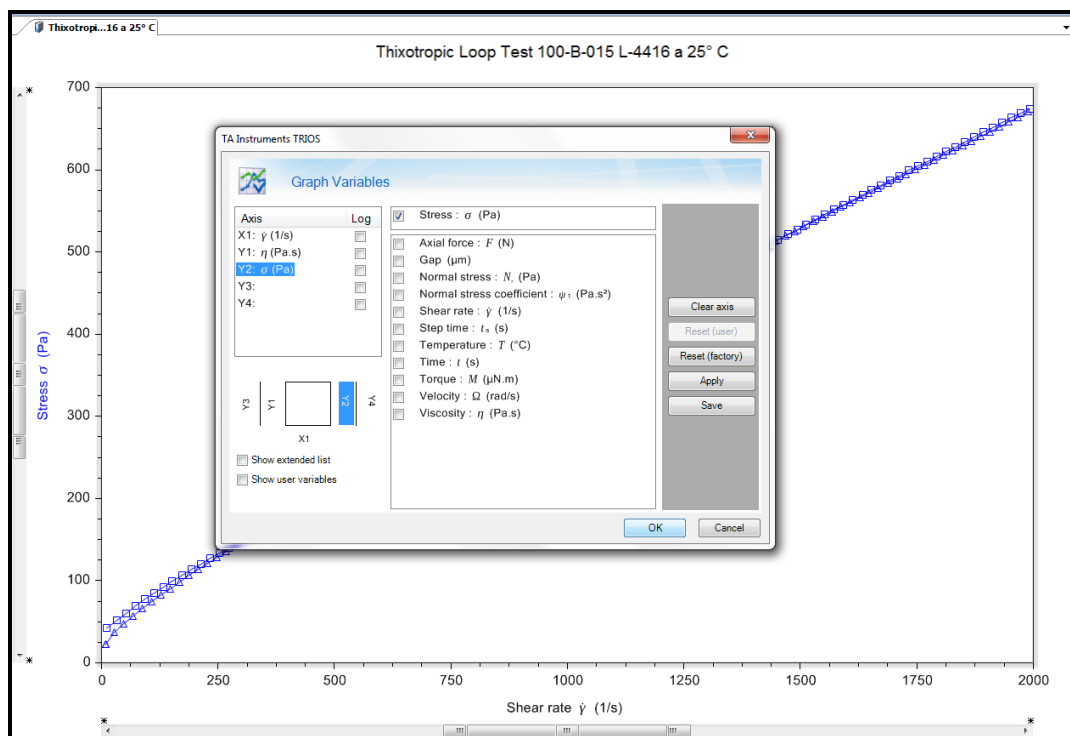
X1: seleccionar "Shear rate"



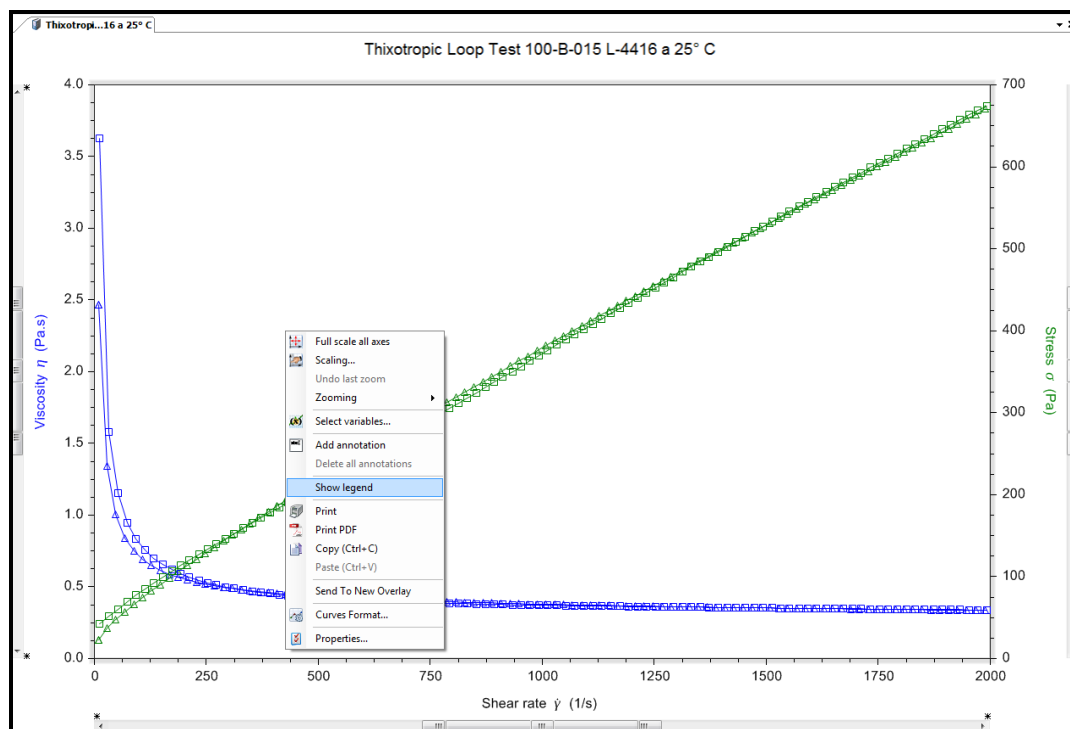
Y1: seleccionar "Viscosity"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



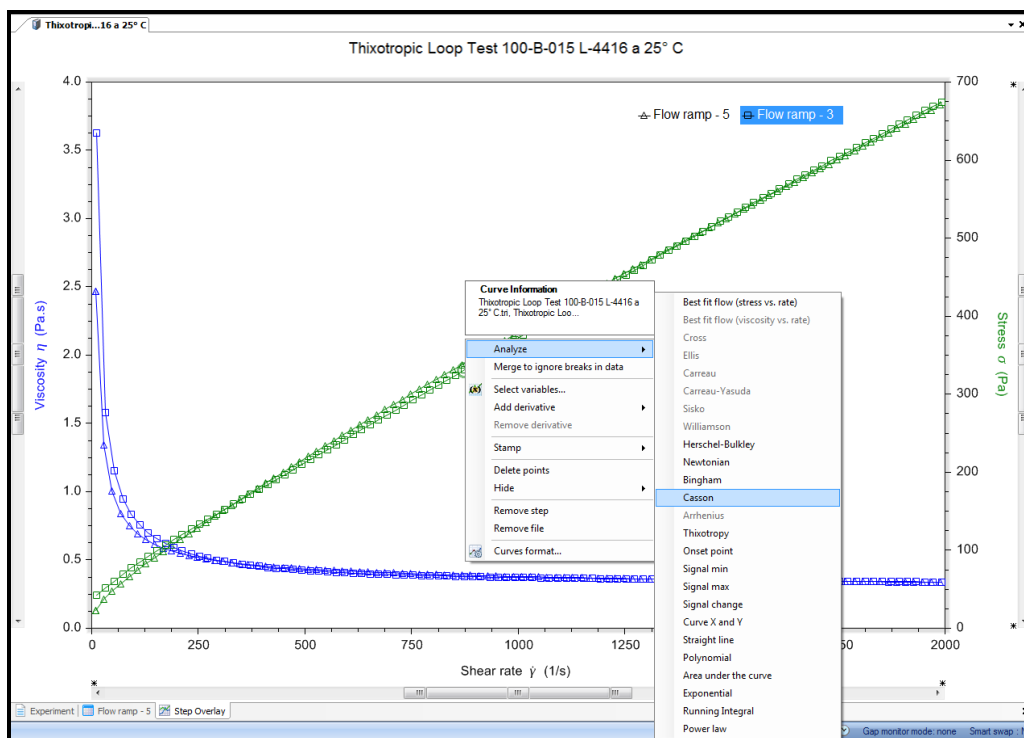
Y2: seleccionar "Stress" -> Click en OK



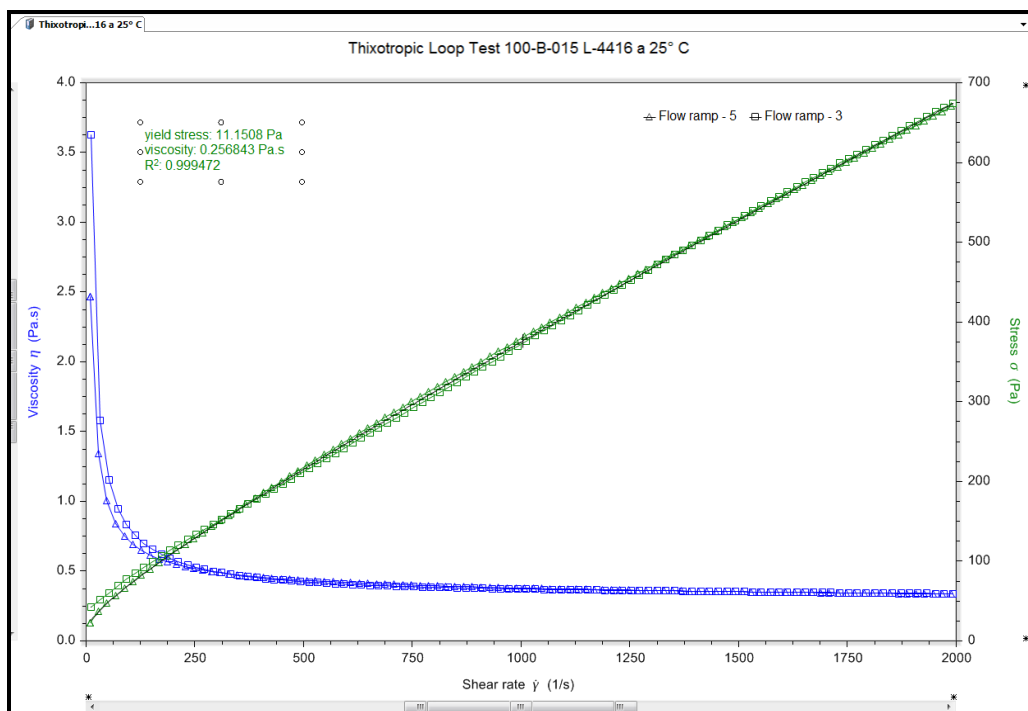
Dar clic derecho y seleccionar "Show legend"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



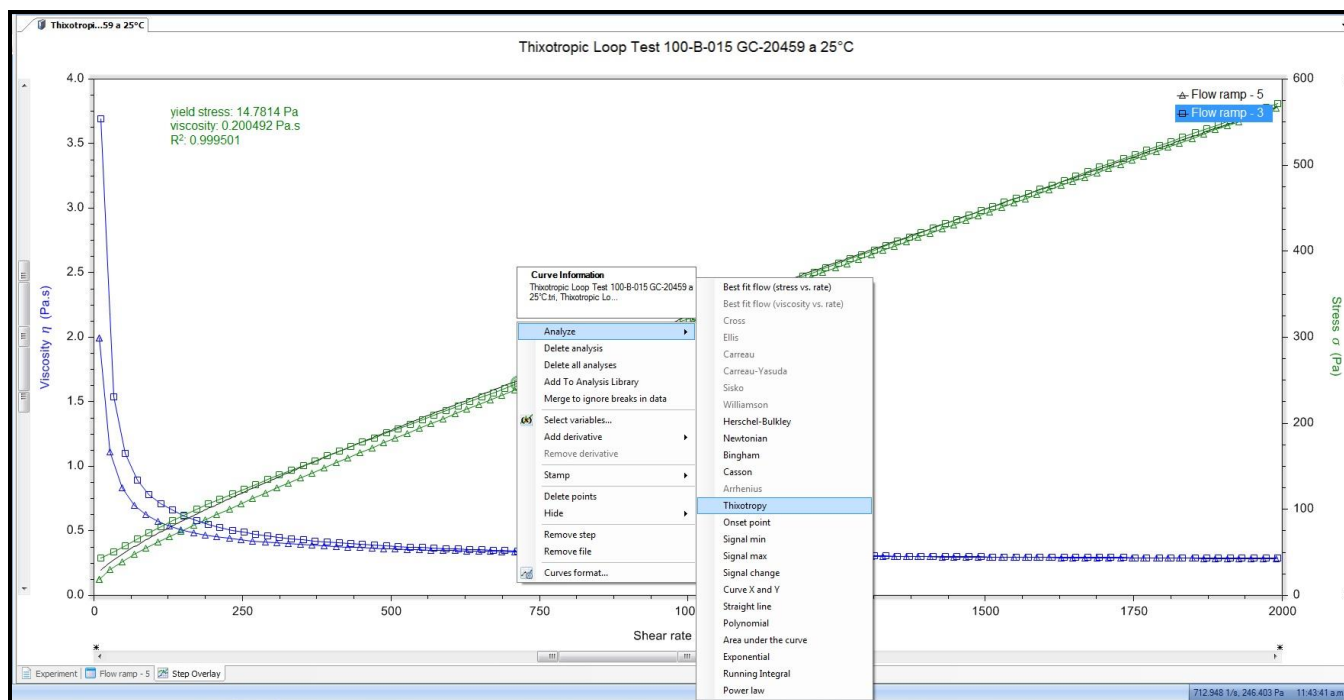
Elegir "Flow ramp – 3" -> "Stress" -> "Analyze" -> "Casson"



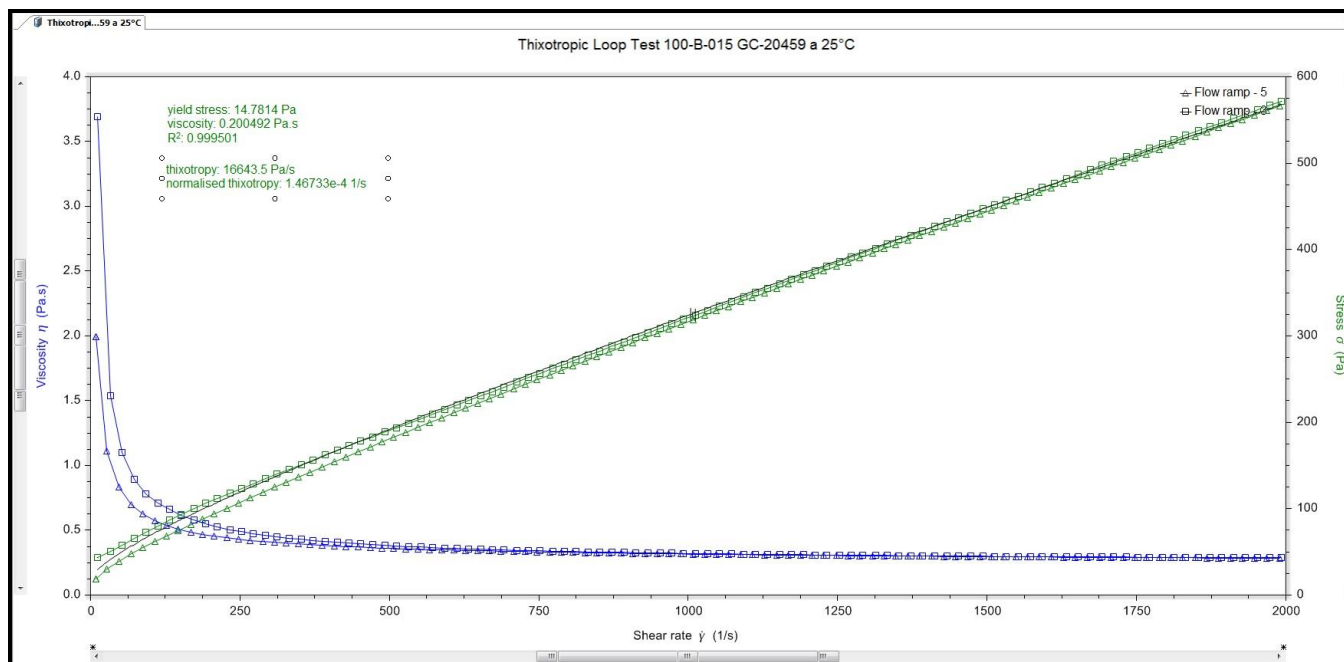
Resultado de "Yield Stress"

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:

TARQ-307
PRUEBA DE TIXOTROPIA Y PUNTO DE CEDENCIA EN REOMETRO



Elegir "Flow ramp – 3" -> "Stress" -> "Analyze" -> "Thixotropy"



Resultado de "Tixotropía"