

Isolierlacke und Isolierharzmassen der Elektrotechnik

Überzugslacke

Prüfverfahren

DIN
46 449

Varnishes and resin moulding materials for electrical insulation; finishing varnishes; test methods

Diese Norm ist eine Gemeinschaftsarbeit des Deutschen Normenausschusses (DNA) und des Verbandes Deutscher Elektrotechniker (VDE) im Rahmen des VDE/DNA-Gemeinschaftsausschusses 0360 „Isolierlacke und Isolierharzmassen“.

Inhalt

	Seite		Seite
1. Geltungsbereich	1	5.3. Vorbehandlung der Probekörper	4
2. Begriff	1	5.4. Prüfklima	4
3. Probenahme	1	5.5. Dehnbarkeit	4
4. Prüfung im Anlieferzustand	1	5.6. Gitterschnittprüfung	4
4.1. Allgemeine Beschaffenheit	1	5.7. Oberflächenhärte	4
4.2. Verdünnbarkeit	1	5.8. Porosität	4
4.3. Dichte	2	5.9. Spezifischer Durchgangswiderstand in Abhängigkeit von der Lagerung im Wasser oder anderen Medien	4
4.4. Viskosität	2	5.10. Kriechstromfestigkeit	5
4.5. Bindemittelgehalt und Pigmentgehalt	2	5.11. Verhalten gegen Chemikalien	5
4.6. Flammpunkt	2	5.12. Grenztemperatur	5
4.7. Trocknung	2	6. Lieferart	7
5. Prüfung von Lackfilmen	3	7. Aufschriften	7
5.1. Herstellung der Probekörper	3	8. Prüfbericht	7
5.2. Zeitpunkt der Prüfungen	4		

1. Geltungsbereich

Diese Norm gilt für Überzugslacke (im folgenden kurz „Lack“ genannt) im Sinne von Abschnitt 2.

2. Begriff

Überzugslacke im Sinne dieser Norm sind Isolierlacke¹⁾, die zum zusätzlichen Schutz gegen äußere Einwirkung auf elektrische Isolierungen aufgebracht werden.

3. Probenahme

Dem zu prüfenden Erzeugnis wird eine Durchschnittsprobe entnommen, deren Menge für die Prüfungen nach Abschnitt 4 und 5 ausreicht.

4. Prüfung im Anlieferzustand

Bei den Prüfungen nach Abschnitt 4.1 bis 4.7 ist darauf zu achten, daß das Meßergebnis nicht durch verdampfendes Lösungsmittel beeinträchtigt wird.

4.1. Allgemeine Beschaffenheit

Mit dieser Prüfung kann festgestellt werden, ob der pigmentierte oder nichtpigmentierte Lack Verunreinigungen enthält oder Trübungen, Ausscheidungen, Entmischungen oder andere auffällige Erscheinungen zeigt, die seine Verwendung beeinflussen können.

Bei pigmentierten Lacken wird die aufgerührte Probe durch ein Sieb mit Drahtsiebboden 0,1 DIN 4188 — nr. St gegossen. Die auf dem Sieb verbleibenden Rückstände werden mit dem vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Verdünnungsmittel in ein besonderes Gefäß gespült.

Nach Abdampfen des Verdünnungsmittels wird der Rückstand eine Stunde lang bei 105 °C ± 2 grd getrocknet, anschließend gewogen und beschrieben. Die Menge des getrockneten Rückstandes wird auf die durch das Sieb gegebene Lackmenge bezogen und ist im Prüfbericht in Gewichtsprozenten anzugeben.

In einem 100-ml-Meßkolben mit Glasstopfen werden dann etwa 75 ml des filtrierten Lackes gegeben. Diese Probe bleibt 48 Stunden lang bei Raumtemperatur (siehe DIN 50 014) und vor Sonneneinstrahlung geschützt stehen. Trübungen, Ausscheidungen, Entmischungen, Absetzen von Pigmenten und Füllstoffen oder sonstige auffällige Erscheinungen, sind im Prüfbericht anzugeben.

4.2. Verdünnbarkeit

Mit dieser Prüfung kann festgestellt werden, ob sich der Lack mit dem vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Verdünnungsmittel bis zu einer für die Verarbeitung geeigneten Viskosität verdünnen läßt.

20 ml des nach Abschnitt 4.1 filtrierten Lackes von Raumtemperatur werden in einen 100-ml-Meßkolben mit Glasstopfen eingefüllt. Zunächst werden 10 ml des vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Verdünnungsmittels von Raumtemperatur hinzugegeben. Zeigen sich nach kräftigem Schütteln des Gemisches keine Ausscheidungen, Trübungen oder andere Erscheinungen, die die Verwendung des Lackes beeinflussen können, werden so oft jeweils 5 ml des gleichen Verdünnungsmittels hinzugegeben, bis nach jeweils kräftigem Schütteln eine Trübung oder Entmischung des verdünnten Lackes feststellbar ist.

¹⁾ Begriffe Isolierlacke und Tränklacke siehe DIN 46 456 Blatt 2

Fortsetzung Seite 2 bis 7
Erläuterungen Seite 7

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
 Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA
 Fachnormenausschuß Elektrotechnik im DNA

Der Versuch wird dann in der Weise wiederholt, daß zu 20 ml Lack diejenige Menge Verdünnungsmittel hinzugegeben wird, bei der gerade noch keine Trübung oder Ausscheidung festzustellen war. Diese Mischung wird kräftig geschüttelt und dann 48 Stunden lang stehengelassen. Danach wird festgestellt, ob Ausscheidungen, Trübungen oder andere Erscheinungen aufgetreten sind.

Ein Absetzen von Pigmenten und Verschnittmitteln ist so lange nicht zu beanstanden, als 30 Minuten nach Beendigung des Schüttelns noch keine pigmentarme Zone im oberen Teil der flüssigen Phase oder kein Bodensatz am Grund des Meßkolbens mit bloßem Auge sichtbar ist.

Im Prüfbericht ist das Mischungsverhältnis Lack : Verdünnungsmittel anzugeben, bei dem eine erste Trübung oder Entmischung sichtbar wurde (z. B. 2 : 1). Ferner ist der Befund des stark verdünnten Lackes anzugeben, der 48 Stunden lang gestanden hat.

4.3. Dichte

Begriff siehe DIN 1306; Beschreibung der verschiedenen Prüfverfahren siehe DIN 51 757.

Anmerkung: Für eine grobe Orientierung wird vielfach das „Littergewicht“ ermittelt, indem ein geeignetes Volumen (meistens 100 ml des Lackes auf 0,5 g gewogen wird. Dieses Verfahren ist aber nicht zur Ermittlung der Dichte geeignet.

Die Dichte des Lackes wird bei 20 °C ± 1 grd festgestellt, z. B. mit Hilfe von Aräometern oder mit einem Pyknometer. Sofern die Bezugstemperatur der Aräometer von 20 °C abweicht, muß die Dichte nach DIN 12 791 Blatt 1 umgerechnet werden.

4.4. Viskosität

Die Viskosität von Lacken ohne Strukturviskosität kann schnell und einfach mit dem Auslaufbecher nach DIN 53 211 beurteilt werden. Die mit dem Auslaufbecher gemessene Auslaufzeit in Sekunden kann auf dynamische Viskosität η in Poise angenähert nach folgender Zahlenwertgleichung umgerechnet werden, wobei die Dichte in g/ml eingesetzt wird:

$$\eta = \frac{\text{Auslaufzeit} \cdot \text{Dichte}}{25}$$

Die dynamische Viskosität von Newtonschen Flüssigkeiten, zu denen im allgemeinen nichtpigmentierte Lacke gehören, kann mit dem Kugelfall-Viskosimeter nach Höppler (siehe DIN 53 015) oder einem anderen gleichwertigen Kugelfall- oder Rotations-Viskosimeter exakt bestimmt werden. Pigmentierte Lacke, die vielfach eine Strukturviskosität aufweisen, können z. B. mit einer Viskowaage geprüft werden.

Die Prüfung wird wie folgt durchgeführt:

Es wird der gut aufgerührte und nach Abschnitt 4.1 filtrierte Lack geprüft, wobei zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit die Viskosität des Lackes bei 20, 30, 40 und 50 °C gemessen wird.

Anmerkung: Bei Verwendung des Auslaufbechers nach DIN 53 211 muß berücksichtigt werden, daß Lösungsmittel verdampfen können.

Im Prüfbericht sind das Meßverfahren, die Viskosität als Mittelwert aus mindestens drei Einzelwerten und die Prüftemperatur anzugeben.

4.5. Bindemittelgehalt und Pigmentgehalt

Der Bindemittelgehalt von nichtpigmentierten Lacken wird nach DIN 46 456 Blatt 1 (Ausgabe Januar 1970) Abschnitt 6.5 (VDE 0360 Teil 1) bestimmt, und zwar bei Lufttrocknenden Lacken bei 100 °C ± 2 grd und bei Einbrennlacken bei 130 °C ± 2 grd.

Der Bindemittel- und Pigmentgehalt von pigmentierten Lacken wird wie folgt bestimmt:

Die Summe aus Bindemittel- und Pigmentgehalt wird nach Abschnitt 4.5.1, jedoch mit einer Einwaage von (2 ± 0,002) g bestimmt.

Der Mittelwert aus den beiden letzten Auswaagen, bezogen auf die Einwaage, wird als Festkörpergehalt F in Gew.-% berechnet.

Je eine Probe von (2 ± 0,002) g des nach Abschnitt 4.1 filtrierten Lackes wird in 2 Wägegäser (z. B. nach DIN 12 605) eingewogen (m_1) und mit etwa 20 ml des vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Verdünnungsmittels gut verrührt. Die Gemische werden für jedes Wägeglas getrennt in Glasfiltertiegel ausreichender Porenfeinheit (z. B. Schott Nr 1D5) mit dem Gewicht m_2 gegeben und durch Absaugen mit der Wasserstrahlpumpe in Pigmentanteil, der auf dem Glasfiltertiegel zurückbleibt, und Bindemittellösung getrennt. Nach dem Absaugen werden Wägeglas und Glasfiltertiegel noch zweimal mit jeweils etwa 20 ml Verdünnung nachgewaschen.

Anschließend werden die Glasfiltertiegel 30 Minuten lang bei 100 °C getrocknet und nach dem Abkühlen gewogen (m_3)

Der Pigmentgehalt P in % ist:

$$P = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

Der Bindemittelgehalt B in % ist dann:

$$B = F - P$$

Aus den je 2 Bestimmungen des Bindemittel- und des Pigmentgehaltes ist jeweils der Mittelwert zu bilden und im Prüfbericht anzugeben. Weichen die Einzelwerte für den Pigmentgehalt um mehr als 1 % voneinander ab (bezogen auf den höheren Einzelwert), so ist die Bestimmung zu wiederholen. Das gleiche gilt für den Bindemittelgehalt.

4.6. Flammpunkt

Der Flammpunkt (Begriff siehe DIN 53 213) eines Lackes gibt die Temperatur an, bei der sich aus dem Lack ausreichend Dämpfe entwickeln, die durch Fremdzündung entflammbar sind. Er wird für die Beurteilung der Feuergefährlichkeit des Lackes herangezogen.

Der Flammpunkt wird nach DIN 53 213 bestimmt.

4.7. Trocknung

Mit dieser Prüfung können die Angaben des Herstellers bezüglich der Trocknungszeit unter bestimmten Bedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, Lösungsmittelkonzentration im Trocknungsraum) kontrolliert werden.

Die Trocknungsbedingungen (gegebenenfalls ein Trocknungsprogramm) sind vom Hersteller anzugeben.

Anmerkung: Für die Benennungen *Trocknung* und *Härtung* sind in diesem Zusammenhang keine Definitionen festgelegt. Sie laufen daher in der Praxis oft nebeneinander her. Meistens versteht man unter *Trocknung* die rein physikalische Trocknung, d. h. das Entweichen von Lösungsmitteln aus dem Lackfilm. Mit dem Begriff *Härten* verbindet man landläufig eine chemische Reaktion, die im Lackfilm vor sich geht und ihn klebfrei macht.

Lacke können physikalisch trocknende, oxydativ trocknende und chemisch reagierende Bindemittel enthalten. In der Praxis interessiert der klebfreie Zustand eines Lackfilmes nach einer bestimmten (vom Hersteller angegebenen und im sogenannten Trocknungsprogramm vorgeschriebenen) Zeit. Diese Zeit wird hier „Trocknungszeit“ genannt.

Die bei dieser Prüfung gewonnenen Trocknungszeiten können für die praktische Anwendung des Lackes nur einen Anhalt geben.

Die für die Praxis auftretenden Zeiten hängen weitgehend von den Trocknungsbedingungen ab und lassen sich im allgemeinen

kaum im voraus festlegen. Annähernd ist es möglich, wenn die Temperatur und die Luftfeuchtigkeit im Trocknungsraum (gegebenenfalls Ofen), die Oberfläche der überzogenen Werkstücke, die Filmdicke an ungünstigen Stellen des Werkstückes (Nuten, Ecken, Winkel), die Konzentrationen der Lösungsmitteldämpfe bei verschiedener Packungsdichte der zu trocknenden Werkstücke, die Luftzufuhr (besonders bei oxydativ trocknenden Filmen) usw. bekannt sind.

Der Lack wird entsprechend seiner vorgesehenen Anwendung mit dem vom Hersteller gelieferten oder empfohlenen Verdünnungsmittel verdünnt und nach Abschnitt 4.1 filtriert und auf Blechträger nach Abschnitt 5.1.1 so aufgetragen, daß die Schichtdicke des trockenen Lackfilmes mindestens 0,05 mm beträgt. Der Lack wird nach den Angaben des Herstellers getrocknet.

Anmerkung: Der Hersteller soll nach Möglichkeit die Viskosität nach Abschnitt 4.4 angeben, die der Lack bei 20 °C haben muß, damit bei dem vorgeschlagenen Auftragverfahren die vorgeschriebene Filmdicke erzeugt wird.

Der Hersteller kann das Aufbringen des Lackes im Tauchverfahren ausschließen, wenn der Lack für dieses Verfahren nicht geeignet ist. Er muß dann die anderen möglichen Aufbringungsverfahren des Lackes für die Praxis und für die Probekörperherstellung angeben.

Die Dicke des Lackfilmes wird mit einem magnetischen Schichtdickenmeßgerät oder mit einer Bügelmeßschraube (z. B. nach DIN 863) mit 5 mm Meßflächendurchmesser gemessen.

Als Trocknungszeit gilt die Zeit von der Beendigung des Lackauftrages (bei lufttrocknenden Lacken) oder vom Einbringen des lackierten Blechträgers in den auf die gewählte Trocknungstemperatur vorgeheizten Wärmeschrank (bei ofentrocknenden Lacken) bis zum Erreichen eines bestimmten Trockengrades. Der Trockengrad wird nach DIN 53 150 geprüft.

In einigen Fällen interessiert, ob der getrocknete (etwa 0,05 mm dicke) Lackfilm bei einer bestimmten Temperatur wiedererweicht. Es wird festgestellt, wie sich der getrocknete Lack beim Erwärmen auf eine Temperatur, die 10 grd über der vom Hersteller angegebenen Grenztemperatur liegt, verändert.

Im Prüfbericht sind anzugeben:

Verarbeitungsart und -bedingungen bei der Probekörperherstellung

Dicke des Lackfilmes

Vorbehandlung (Konditionierung, Trocknungstemperatur) des Probekörpers

Gegebenenfalls weitere Umstände, die das Prüfergebnis beeinflussen können

Trockengrad nach DIN 53 150

Trocknungszeit (auf eine halbe Stunde gerundet)

Angabe, ob der Lackfilm bei einer vorgeschriebenen Temperatur bzw. bei welcher Temperatur der Trockengrad um eine Stufe abfällt

5. Prüfung von Lackfilmen

5.1. Herstellung der Probekörper

5.1.1. Aus 0,2 mm dickem Kaltband St 4 GBK nach DIN 1624 werden für die Prüfungen nach Abschnitt 4.7, 5.5, 5.8, 5.9, 5.11 und 5.12.1 Blechträger 200 mm × 150 mm und für Abschnitt 5.5 Blechträger 200 mm × 50 mm geschnitten. Die Blechträger sollen frei von Rost sein und vor der Verwendung mit einem fettlösenden Mittel sorgfältig gereinigt werden.

Die Blechträger werden in den nach Abschnitt 4.1 filtrierten Lack getaucht. Um einen gleichmäßigen Lackfilm zu erhalten, ist u. U. zweimaliges Tauchen erforderlich, wobei die zweite Tauchung in entgegengesetzter Richtung vorgenommen wird. Die Trocknungsbedingungen sind vom Hersteller anzugeben. Bei zweimaligem Lackauftrag wird nach dem ersten Tauchen die halbe, nach dem zweiten Tauchen die

volle vom Hersteller angegebene Zeitdauer bei der angegebenen Temperatur getrocknet.

5.1.2. Für die Prüfung nach Abschnitt 5.6 und 5.12.2 werden aus Stahlblech USt 14 05 g nach DIN 1623 Blechträger 90 mm × 65 mm mit einer Dicke von 0,5 mm bis 2 mm geschnitten und nach Abschnitt 5.1.1 gereinigt und getaucht.

5.1.3. Für die Prüfung nach Abschnitt 5.7 werden mindestens 3 mm dicke Glasplatten etwa 150 mm × 40 mm verwendet, die nach Abschnitt 5.1.1 gereinigt und mit einem Lackfilm versehen werden.

5.1.4. Für die Prüfung nach Abschnitt 5.10 werden 6 Probe­stücke 200 mm × 200 mm aus Glasseidengewebe mit Rahmen nach Abschnitt 5.1.5 getaucht und nach dem Verdunsten des Lösungsmittels und Abschneiden des Rahmens daraus 24 Stücke 100 mm × 100 mm geschnitten. Die 24 Stücke werden aufeinandergelegt und zu einer Probeplatte mit einem Druck von 5 kp/cm² bei den vom Hersteller angegebenen Herstellungsbedingungen gepreßt und ausgehärtet.
Anmerkung: Bei Überzugslacken, bei denen dieses Verfahren der Herstellung einer Probeplatte nicht durchführbar ist — z. B. bei Zweikomponenten-Lacken (auch bei lösungsmittelfreien Überzugsharzen) — kann ein Probekörper wie folgt hergestellt werden: Man gießt den Überzugslack in eine offene Gießform (Spiegelguß) von 50 mm Durchmesser und 3 mm Dicke aus Stahl und härtet in waagerechter Lage. In manchen Fällen sind beim Gießen besondere Bedingungen zu beachten, z. B. Gießen im Vakuum. Nach dem Härten wird der Probekörper 24 Stunden lang bei 50 °C konditioniert. Der Probekörper muß homogen sein und darf keine Blasen haben. Es ist zu empfehlen, (bei Überzugsharzen) ohne Trennmittel zu arbeiten. Sollte sich die Verwendung eines Trennmittels nicht vermeiden lassen, ist das vom Hersteller empfohlene zu verwenden.

5.1.5. Für die Prüfung nach Abschnitt 5.12.1 werden Probekörper mit Glasseidenträger verwendet. Zum Herstellen der Probekörper wird alkalifreies, entschlichtetes Glasseidengewebe mit nachstehender Beschaffenheit verwendet:

Flächengewicht: etwa 55 g/m²

Dicke: 0,05 bis 0,07 mm

Fadendichte: Kette 24/cm, Schuß 24/cm

Faden: Für Kette und Schuß Glasseidenzwirn ES 5-5/6 tex × 2, alkalifrei (Na₂O + K₂O < 0,8 %), siehe auch DIN 60 900

Entschlichtung: thermisch entschlichtet auf einen Restschlichte­gehalt von höchstens 0,2 %

Damit das Glasseidengewebe beim Tauchen einen Halt hat, können quadratische Rahmen von etwa 250 mm Kantenlänge benutzt werden (z. B. Preßspan 15 mm breit, 0,7 mm dick), auf denen das Glasseidengewebe aufgeheftet wird. Die so vorbereiteten Glasseidenträger taucht man vorsichtig in den nach Abschnitt 4.1 filtrierten Lack, so daß sich keine Blasen bilden. Den überschüssigen Lack läßt man etwa 10 Minuten lang abtropfen. Um über der ganzen Fläche einen gleichmäßigen Lackfilm zu erhalten, ist mehrmaliges, meist zweimaliges Tauchen erforderlich, wobei jeweils die nachfolgende Tauchung vom entgegengesetzten Ende aus vorzunehmen ist. Nach jedem Tauchen werden die Probekörper getrocknet. Die Härtingsbedingungen sind vom Hersteller anzugeben.

Die Anzahl der Tauchungen richtet sich nach der erforderlichen Dicke der Probekörper im getrockneten Zustand. Die Schichtdicke soll 0,16 mm ± 0,02 mm betragen und wird mit einer Bügelmeßschraube (z. B. nach DIN 863) von 5 mm Meßflächendurchmesser an mindestens 5 Stellen gemessen.

Nach dem Trocknen der Probekörper werden die Rahmen entfernt. Die Probekörper sollen dann eine Kantenlänge von 200 mm aufweisen.

5.1.6. In Tabelle 1 sind die Probekörper für die Prüfungen nach Abschnitt 4.7 und 5.5 bis 5.12 zusammengestellt.