

Prüfung von Pigmenten

Bestimmung eines Deckvermögenswertes von weißen und hellgrauen Medien

DIN
55 984

Testing of pigments; Determination of a hiding power value of white and light grey media

Ersatz für
DIN 53 162 T 1/07.67

1 Anwendungsbereich und Zweck

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung eines Deckvermögenswertes von weißen und hellgrauen Medien. Außer für Lacke, Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsmittel eignet sich dieses Verfahren beispielsweise auch zur Bestimmung des Deckvermögens von Kunststoffolien und Papieren.

2 Begriffe

2.1 Deckvermögen

Deckvermögen eines pigmentierten Stoffes ist sein Vermögen, die Farbe oder Farbunterschiede des Untergrundes zu verdecken (aus: DIN 55 943/09.84).

Anmerkung: Die Begriffe „Deckkraft“ und „Deckfähigkeit“ sollten vermieden werden.

2.2 Deckvermögenswert

Der nach dieser Norm erhaltene Deckvermögenswert gibt an, welche Fläche in m^2 eines definierten Kontrastuntergrundes mit der Mengeneinheit der Probe so beschichtet werden kann, daß nach der Trocknung ein festgelegtes Deckungskriterium erreicht wird.

Das Deckungskriterium ist nach dieser Norm der Farbabstand $\Delta E_{ab}^* = 1$ zwischen der Schicht über schwarzem und der über weißem Untergrund. Der Normfarbwert Y des schwarzen Untergrundes soll dabei ≤ 5 sein.

Der Deckvermögenswert D kann als

- Deckvermögenswert D_v in m^2/l
- Deckvermögenswert D_m in m^2/kg

bestimmt und angegeben werden.

D_v und D_m geben jeweils die Fläche des vorliegenden Kontrastuntergrundes in m^2 an, die mit 1 l bzw. 1 kg des pigmentierten Mediums deckend (im Sinne des Deckungskriteriums) beschichtet werden kann.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Verfahren beruht auf der Anwendung der Gleichungen von Kubelka-Munk [1], [2].

Von dem pigmentierten Medium werden deckende und nichtdeckende Schichten hergestellt, deren Dicke über die gesamte Fläche konstant sein soll. An den deckenden Schichten werden die Normfarbwerte Y_∞ , an den nichtdeckenden Schichten werden die Normfarbwerte Y_s gemessen. Die Normfarbwerte sind durch 100 zu dividieren,

um die Reflexionsgrade ρ bzw. Reflexionsfaktoren R zu erhalten. Von den nichtdeckenden Schichten werden außerdem die Trockenschichtdicken h in mm ermittelt. Aus den Reflexionsgraden ρ_∞ bzw. ρ_s bzw. den Reflexionsfaktoren R_∞ und R_s und der Trockenschichtdicke bzw. dem Flächengewicht werden die Deckvermögenswerte D_v und/oder D_m berechnet.

4 Probenahme

Liegt das pigmentierte Medium nicht bereits vor (siehe Abschnitt 6.1), wird aus dem zu prüfenden Pigment nach DIN 53 242 Teil 4 eine Durchschnittsprobe genommen. Aus Anstrichstoffen wird eine Durchschnittsprobe nach DIN 53 225 genommen und nach DIN 53 226 zur Prüfung vorbereitet.

5 Prüfmedium, Geräte und Prüfmittel

In der Praxis werden nicht nur fertig pigmentierte Medien auf das Deckvermögen geprüft, häufig soll der Deckvermögenswert eine Aussage über das optische Leistungsvermögen eines Weißpigments machen. Da das Deckvermögen keine Pigmenteigenschaft, sondern eine Systemeigenschaft ist, müssen in solchen Fällen außer der Pigmentkonzentration auch das Prüfmedium und das Dispergiergerät vereinbart werden.

5.1 Prüfmedium, z. B. Bindemittel für Lackfarben, Dispersionsfarben, Kunststoffe, Papier (Modellprüfmedien sind in DIN 53 238 Teil 30, Teil 31 und Teil 32 angegeben).

5.2 Dispergiergerät, z. B. Dissolver, Schüttelmaschine, Perlmühle, Mischwalzwerk.

5.3 Gerät zum Herstellen von Schichten, z. B. Lackschleuder, Filmzieher, Spritzpistole.

5.4 Schwarzer Untergrund: Schwarze Glasplatte mit ebener Oberfläche und einem Normfarbwert $Y \leq 5$.

5.5 Kontaktfllüssigkeit (falls erforderlich) zum Herstellen des Kontaktes zwischen freien Filmen und Untergrund (z. B. Immersionsöl).

1) Normfarbwerte siehe DIN 5033 Teil 2

Fortsetzung Seite 2 bis 9

Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe (NPF) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Normenausschuß Farbe (FNF) im DIN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

5.6 Farbmeßgerät, das so eingerichtet sein muß, daß eine Messung des Normfarbwertes Y nach DIN 53 236 möglich ist. Bei verschiedenen Meßstellen ist zu vereinbaren, ob nach Verfahren A oder B gemessen werden soll.

5.7 Gerät zur Messung der Schichtdicke (siehe DIN 50982 Teil 1, Teil 2 und Teil 3), z. B. Lichtschnittmikroskop (siehe DIN 50948), pneumatisches Schichtdickenmeßgerät.

5.8 Rechenhilfen: Rechner oder Hilfstabellen²⁾ zur Bestimmung des Deckvermögens.

6 Durchführung

6.1 Herstellen der pigmentierten Medien und Schichten
Falls die pigmentierten Medien nicht bereits vorliegen, sind sie nach Vereinbarung herzustellen. Art des Prüfmediums, Pigmentkonzentration – bei Anstrichstoffen möglichst das gesamte Rezept – und die Dispergierbedingungen sind vor Beginn der Prüfung festzulegen.

Das Verfahren zum Herstellen der Schichten ist ebenfalls zu vereinbaren. Die pigmentierten Medien sind nach Möglichkeit direkt auf den Untergrund nach Abschnitt 5.4 aufzutragen. Ist ein solcher Auftrag nicht möglich, so können vorgefertigte Schichten auf den Untergrund gelegt werden, wobei sichergestellt sein muß, daß ein optischer Kontakt zwischen Schicht und Untergrund hergestellt ist. Für die Bestimmung von Y_∞ werden mindestens 3 verschiedene deckende Schichten hergestellt, für die Bestimmung von Y_s ebenso 3 verschiedene, nicht-deckende Schichten. Die deckende Schicht ist dann erreicht, wenn bei Erhöhung der Schichtdicke, z. B. durch weiteres Beschichten, keine Änderung des Normfarbwertes Y mehr eintritt.

6.2 Ermittlung der Trockenschichtdicke h und/oder des Flächengewichtes m_F

Zur Bestimmung des Deckvermögenswertes wird entweder die Trockenschichtdicke h in mm oder das Flächengewicht m_F in kg/m² des pigmentierten Mediums ermittelt.

Die Dicke der nichtdeckenden Schicht wird mit einem Gerät nach Abschnitt 5.7 über dem schwarzen Untergrund gemessen. Sie kann auch aus der Dichte und aus dem Gewicht einer bestimmten Fläche der Schicht auf dem schwarzen Untergrund berechnet werden. Die Dicke der nichtdeckenden Schicht soll so gewählt werden, daß die Differenz $Y_\infty - Y_s$ zwischen 2 und 6 liegt.

Das Flächengewicht kann auch aus der Trockenschichtdicke und der Dichte nach Gleichung (1) berechnet werden:

$$m_F = h \cdot \rho_m \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

h Trockenschichtdicke in mm

ρ_m Dichte des pigmentierten Mediums in g/ml.

6.3 Messung der Normfarbwerte Y

Es werden die Normfarbwerte der deckenden Schicht Y_∞ und der nichtdeckenden Schicht Y_s über schwarzem

Untergrund gemessen. Die Normfarbwerte Y werden je Schicht an mindestens 3 Stellen mit dem Farbmeßgerät nach Abschnitt 5.6 gemessen. Die Anzahl der Meßstellen richtet sich nach den Maßen der Schichten, die zur Bestimmung der Trockenschichtdicke herangezogen werden, und nach der Meßöffnung des Farbmeßgerätes. Aus den einzelnen Meßwerten jeder Schicht wird der Mittelwert der Normfarbwerte auf mindestens 2 Dezimalstellen berechnet.

Für die Ermittlung von Y_∞ wird der Mittelwert der drei nach Abschnitt 6.1 hergestellten Schichten gebildet.

6.4 Korrektur der Photometerwerte

Die Normfarbwerte Y müssen für die Verwendung in der Kubelka-Munk-Theorie oberflächenkorrigiert werden. Hierfür wird Gleichung 2 verwendet:

$$\varrho^* = \frac{\varrho - r_o}{1 - r_o - r_2 + r_2 \varrho} = \frac{\varrho - 0,04}{0,36 + 0,6 \cdot \varrho} \quad (2)$$

(bzw. R anstelle von ϱ)

Hierin bedeuten:

ϱ bzw. R $Y/100$

ϱ^* oberflächenkorrigierter Reflexionsgrad

r_o Faktor der äußeren Reflexion ($r_o = 0,04$)

r_2 Faktor der inneren Reflexion ($r_2 = 0,6$)

Diese Gleichung gilt, wenn nach DIN 53 236/01.83, Verfahren A, gemessen wurde.

Wurde nach DIN 53 236/01.83, Verfahren B, gemessen, und handelt es sich um hochglänzende Proben, so ist vor Anwendung der Gleichung (2) der Betrag $r_o = 0,04$ als Oberflächenreflexion zu ϱ bzw. R zu addieren.

7 Auswertung

7.1 Berechnung des Streukoeffizienten S

Aus dem korrigierten Reflexionsgrad ϱ_∞^* (aus ϱ_∞ bzw. $R_\infty = Y/100$) der unendlich dicken Schicht werden nach folgenden Gleichungen die Hilfsgrößen a und b berechnet:

$$a = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{\varrho_\infty^*} + \varrho_\infty^* \right) \quad (3)$$

$$b = a - \varrho_\infty^* \quad (4)$$

Aus a , b und dem korrigierten Reflexionsgrad ϱ_s^* (aus ϱ_s bzw. $R_s = Y_s/100$) sowie der zugehörigen Trockenschichtdicke h wird der Streukoeffizient S_v in mm⁻¹ bzw. S_m in m²/kg nach Gleichung (5) auf eine Dezimalstelle berechnet:

$$S_v = \frac{1}{b \cdot h} \operatorname{arccoth} \frac{1 - a \cdot \varrho_s^*}{b \cdot \varrho_s^*} = \frac{1}{b \cdot h} \cdot \frac{1}{2} \cdot \ln \frac{x + 1}{x - 1} \quad (5)$$

$$\text{mit } x = \frac{1 - a \cdot \varrho_s^*}{b \cdot \varrho_s^*}$$

S_m wird erhalten, indem in der Gleichung (5) h durch das Flächengewicht m_F ersetzt wird.

Von jeder der nach Abschnitt 6.1 hergestellten nicht-deckenden Schicht wird S gesondert nach Abschnitt 6.3, Abschnitt 6.4 und diesem Abschnitt bestimmt. Aus den erhaltenen Werten wird der Mittelwert gebildet.

²⁾ Zu beziehen durch Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30

7.2 Bestimmung des Faktors α

Der Faktor α ist eine Funktion von ϱ_{∞}^* . Für seine Ermittlung stehen 3 Wege zur Verfügung (siehe Abschnitte 7.2.1 bis 7.2.3).

7.2.1 Ermittlung von α nach der α -Tabelle

Die Auflistung der α -Faktoren für $0,7 \leq \varrho_{\infty}^* < 1$ in Stufen $\Delta \varrho_{\infty}^* = 0,001$ zeigt Anhang A, Tabelle A.1. Hier ist für ϱ_{∞}^* der bereits oberflächenkorrigierte Reflexionsgrad einzusetzen.

Wurde nach DIN 53236/01.83, Verfahren A, gemessen, so kann der Rechenschritt dadurch gespart werden, daß Anhang A, Tabelle A.2 angewendet wird. Hier sind die α -Faktoren gegen ϱ_{∞} (unkorrigiert) aufgelistet.

Aus ϱ_{∞}^* oder ϱ_{∞} bzw. R_{∞} wird mit Hilfe der Tabelle A.1 bzw. Tabelle A.2 – gegebenenfalls durch lineare Interpolation – der dazugehörige α -Faktor ermittelt.

7.2.2 Berechnung von α nach Gleichungen aus Regressionsrechnungen

Für die Berechnung mit Hilfe von Rechnern ist es zweckmäßig, anstelle der α -Tabelle leicht zu handhabende Gleichungen zu benutzen.

Hierzu wird das interessierende Gebiet $0,7 \leq \varrho_{\infty}^* < 1$ in 3 Bereiche zerlegt:

- Bereich I $0,7 \leq \varrho_{\infty}^* < 0,9$
- Bereich II $0,9 \leq \varrho_{\infty}^* < 0,97$
- Bereich III $0,97 \leq \varrho_{\infty}^* < 1$

Die nichtlineare Regression liefert für jeden Bereich Gleichungen der Form:

$$\alpha = (a_{12} \varrho_{\infty}^* + a_{11}) \varrho_{\infty}^* + a_{10} \quad (6)$$

Die für die Berechnung notwendigen Koeffizienten a_{ik} sind in Anhang A, Tabelle A.3 angegeben. Diese Gleichungen sind ebenso wie die Werte der Tabelle A.1 auf den Bereich $0,7 \leq \varrho_{\infty}^* < 1$ beschränkt, das entspricht einem

Bereich des gemessenen Reflexionsgrades bzw. Reflexionsfaktors von $0,5 \leq \varrho_{\infty} < 1$ bzw. $0,5 \leq R_{\infty} < 1$.

7.2.3 Genaue Berechnung von α durch Iteration

Zur genauen Berechnung von α wird ein Gleichungssystem benutzt, das in [3] wiedergegeben ist. Der Rechengang kann vorgenommen werden anhand des Fließschemas, wie es aus Anhang B ersichtlich ist.

7.3 Berechnung des Deckvermögenswertes D

Aus den Streukoeffizienten S_v bzw. S_m werden die Deckvermögenswerte nach den Gleichungen (7) bzw. (8) berechnet:

$$D_v = \alpha \cdot S_v \quad (7)$$

$$D_m = \alpha \cdot S_m \quad (8)$$

D ist auf vier Stellen zu berechnen; der Mittelwert ist auf drei Stellen anzugeben.

Anhang C enthält ein vollständiges Rechenbeispiel für das Verfahren nach dieser Norm.

8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Art und Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses;
- b) einen Hinweis auf diese Norm;
- c) Deckvermögenswert D_v in m^2/l , bzw. D_m in m^2/kg ;
- d) Normfarbwert Y_{∞} der deckenden Schicht;
- e) vereinbarte Prüfgeräte und Prüfmittel, insbesondere Normlichtart und Normalbeobachter des Farbmeßgerätes (siehe Abschnitt 5.6) und ob nach DIN 53236/01.83, Verfahren A oder B, gemessen wurde;
- f) Prüfdatum.