

DIN 53010-1



ICS 11.120.10; 71.100.70

Einsprüche bis 2024-02-15

Entwurf

**Rheometrie und Viskosimetrie –
Pharmazeutische, kosmetische und Medizin-Produkte –
Prüfung der rheologischen Eigenschaften –
Teil 1: Bestimmung des viskoelastischen Verhaltens von halbfesten
Zubereitungen mit einem Oszillationsrheometer mittels
Amplitudenversuch**

Rheometry and Viscometry –
Pharmaceutical, cosmetic and medical products/devices –
Testing the rheological properties –
Part 1: Determination of the viscoelastic behavior of semisolid preparations using an
oscillatory rheometer by amplitude sweep

Rhéométrie et Viscosimétrie –
Produits pharmaceutiques et cosmétiques et dispositifs médicaux –
Test des propriétés rhéologiques –
Partie 1: Détermination du comportement viscoélastique des préparations semi-solides à
l'aide d'un rhéomètre à oscillation par balayage en amplitude

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-12-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 20 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Einheiten	6
5 Prüfverfahren	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Messprinzip	7
6 Prüfeinrichtung	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Messgeometrie	8
6.2.1 Allgemeines	8
6.2.2 Platte-Platte-Messgeometrie	8
6.2.3 Kegel-Platte-Messgeometrie	8
6.2.4 Temperiereinrichtung	9
6.3 Optionales Zubehör	9
7 Probenahme und Probenvorbereitung	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Vorversuche	10
8 Durchführung	10
8.1 Vorbereitung der Messgeometrie	10
8.2 Befüllung der Platte-Platte-Messgeometrie, Trimmen der Probe und Einstellung des Messspalts	10
8.3 Temperierung	11
8.4 Messung	11
9 Auswertung und Prüfergebnis	12
9.1 Messergebnis	12
9.2 Prüfergebnis	12
9.3 Weitere Varianten der Messergebnisse	14
10 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Weitere Begriffe und Begriffsdefinitionen	17
A.1 Allgemeines	17
Literaturhinweise	20

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung einer Platte-Platte-Messgeometrie	8
Bild 2 — Schematische Darstellung einer Kegel-Platte-Messgeometrie	9
Bild 3 — Befüllung einer Platte-Platte-Messgeometrie vor Start der Messung	11
Bild 4 — Amplitudenversuch mit $G' > G''$ im LVE-Bereich (d. h. die Messprobe ist ein viskoelastischer Festkörper)	13
Bild 5 — Amplitudenversuch mit $G' > G''$ im LVE-Bereich; Vorliegen eines lokalen G'' -Maximums; dieses tritt typischerweise nahe dem oder am Fließpunkt γ_F (links) bzw. τ_F (rechts) auf	14
Bild 6 — Amplitudenversuch mit $G'' > G'$ im LVE-Bereich (d. h. die Messprobe ist eine viskoelastische Flüssigkeit)	14
Bild 7 — Beispiele von Probenmessungen, die nach DIN 53010-1 nicht ausgewertet werden können	15

Tabellen

Tabelle 1 — Symbole und Einheiten 6

Tabelle A.1 — Weitere Begriffe, die im Zusammenhang mit den rheologischen Eigenschaften von
 halbfesten Zubereitungen stehen 17

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-31 AA „Viskosimetrie und Rheometrie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) in Zusammenarbeit mit dem Arbeitskreis NA 002-00-07-16 AK „Rheologie“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokumentes Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN 53010, *Rheometrie und Viskosimetrie — Pharmazeutische, kosmetische und Medizin-Produkte — Prüfung der rheologischen Eigenschaften* besteht aus:

— *Teil 1: Bestimmung des viskoelastischen Verhaltens von halbfesten Zubereitungen mit einem Oszillationsrheometer mittels Amplitudenversuch*

Weitere Teile zur Prüfung der rheologischen Eigenschaften von pharmazeutischen, kosmetischen und Medizin-Produkten folgen.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Ein Glossar mit der Übersetzung ausgewählter Begriffe ist in Anhang A zu finden.

1 Anwendungsbereich

Rheologie ist die Lehre vom Deformations- und Fließverhalten der Materialien, und Rheometrie befasst sich mit der Messung dieses Verhaltens. Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften von halbfesten Zubereitungen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie fest. Während Rotationsmessungen zur Ermittlung der Scherviskosität dienen, können Oszillationsmessungen, z. B. mittels Amplitudenversuch, auch zur Beschreibung des viskoelastischen Verhaltens der jeweiligen Messprobe sowie zur Differenzierung zwischen den elastischen und viskosen Materialeigenschaften genutzt werden.

Dieses Dokument gilt für halbfeste Zubereitungen, zu denen Salben, Cremes, Gele sowie Pasten zählen. Bei der Produkt-Kategorisierung sind regulatorische Aspekte von untergeordneter Bedeutung, d. h. es werden sowohl Arzneimittel als auch Medizinprodukte sowie Kosmetika berücksichtigt. Halbfeste Zubereitungen im Sinne dieses Dokuments sind im Ruhezustand standfest. Unter Standfestigkeit ist das Vorliegen einer Fließgrenze zu verstehen. Während diese Zubereitungen in Ruhe die Eigenschaften eines viskoelastischen Festkörpers zeigen, verhalten sie sich oberhalb der Fließgrenze wie eine Flüssigkeit.

Diese Norm gilt nicht für im Ruhezustand flüssige Zubereitungen, welche keine Standfestigkeit aufweisen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN ISO 3219-1, *Rheologie — Teil 1: Begriffe und Formelzeichen für die Rotations- und Oszillationsrheometrie*

DIN EN ISO 3219-2, *Rheologie — Teil 2: Allgemeine Grundlagen der Rotations- und Oszillationsrheometrie*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN ISO 3219-1 und DIN EN ISO 3219-2 und die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>

— DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

halbfeste Zubereitungen

en **semi-solid preparations**

viskoelastische Produkte mit Fließgrenze, aus mindestens zwei Komponenten bestehend

3.2

Standfestigkeit

en **structural stability**

Verhalten eines Materials mit Fließgrenze, unter Gravitationseinwirkung nicht zu fließen

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Standfestigkeit kann haptisch wahrnehmbar sein, aber auch bei gießbaren Materialien vorliegen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Unterhalb der Fließgrenze weist das standfeste Material Eigenschaften eines viskoelastischen Festkörpers auf, oberhalb der Fließgrenze die Eigenschaften einer Flüssigkeit.

3.3

Fließpunkt

en **flow point**

Schubspannung τ_F , unterhalb derer ein Material nicht fließt

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Differenzierung zwischen aus Oszillations- bzw. Rotationsversuchen ermittelten Parametern, wird im Zusammenhang mit der vorliegenden Norm die Verwendung von **Fließpunkt** τ_F aus dem Amplitudenversuch und mittels Rotationsversuchen ermittelter **Fließgrenze** τ_y (englisch: **yield point**) empfohlen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Fließpunkt τ_F hat die Einheit Pascal (Pa).

Anmerkung 3 zum Begriff: Ein Glossar mit der Übersetzung ausgewählter Begriffe ist in Anhang A zu finden.

3.4

Wandgleiten

Auftreten einer Relativgeschwindigkeit ungleich Null an der Grenzfläche zwischen Messgeometrie und Probe

4 Symbole und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole und Einheiten in Tabelle 1.

Tabelle 1 — Symbole und Einheiten

Symbol	Bedeutung	Einheit
$ G^* $	Betrag des komplexen Schubmoduls	Pa
τ_y	Schubspannungswert an der Fließgrenze (Rotationsversuch)	Pa
τ_F	Schubspannungswert am Fließpunkt (Oszillationsversuch/Amplitudenversuch)	Pa
f	Frequenz	Hz
ω	Kreisfrequenz	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ oder s^{-1}
H	Spaltweite in der Platte-Platte-Messgeometrie	mm
F_n	Normalkraft	N
γ	Scherdeformationsamplitude	1 oder % (1 = 100 %)
γ_F	Scherdeformationswert am Fließpunkt	1 oder %
γ_L	Scherdeformationswert an der Linearitätsgrenze	1 oder %
τ	Schubspannungsamplitude	Pa
τ_L	Schubspannungswert an der Linearitätsgrenze	Pa
G'	Schubspeichermodul, elastischer Schubmodul	Pa
G''	Schubverlustmodul, viskoser Schubmodul	Pa
T	Temperatur	°C oder K
$\tan \delta$	Verlustfaktor, Dämpfungsfaktor	1
δ	Verlustwinkel, Phasenwinkel	° oder rad
t	Zeit	s