

DIN EN 17408

ICS 83.180

Einsprüche bis 2019-08-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 54458:2013-03

Entwurf

**Bestimmung des Fließ- und Applikationsverhaltens von viskoelastischen
Klebstoffen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17408:2019**

Determination of the flowability and application behaviour of viscoelastic adhesives using the
oscillation rheometry;
German and English version prEN 17408:2019

Détermination de l'attitude du fluage et de l'application des adhésifs viscoélastiques avec la
méthode de la rhéologie oscillométrique;
Version allemande et anglaise prEN 17408:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-06-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17408:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 193 „Klebstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNE (Spanien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-10-02 AA „Prüfmethoden in der konstruktiven Klebtechnik“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN 54458:2013-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normnummer und -titel geändert;
- b) erlaubte Partikelgröße auf höchstens ein Fünftel des Messspalts begrenzt;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

Bestimmung des Fließ- und Applikationsverhaltens von viskoelastischen Klebstoffen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie

Détermination de l'attitude du fluage et de l'application des adhésifs viscoélastiques avec la méthode de la rhéologie oscillométrique

Determination of the flowability and application behaviour of viscoelastic adhesives using the oscillatory rheometry

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Einheiten	10
5 Prüfverfahren	11
5.1 Allgemeines	11
5.2 Messprinzip	11
5.3 Standardprüfung	11
5.4 Erweiterte Prüfung	11
6 Prüfeinrichtungen	12
6.1 Oszillationsrheometer	12
6.2 Messsystem	12
6.3 Temperaturkontrollsystem	13
6.4 Inertisierung	13
7 Probenahme und Probenvorbereitung	14
8 Durchführung	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Einstellparameter	14
8.3 Standardprüfung	15
8.4 Erweiterte Prüfung	15
9 Auswertung	15
10 Prüfbericht	17
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17408:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 193 „Klebstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNE gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

SICHERHEITSHINWEIS — Anwender dieses Dokuments müssen mit üblicher Laborpraxis vertraut sein. Die Norm kann nicht alle Sicherheitsprobleme ansprechen, die mit ihrer Anwendung verbunden sein können. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, Maßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz festzulegen und deren Übereinstimmung mit den europäischen und nationalen Regelungen sicherzustellen.

UMWELTSCHUTZHINWEIS — Die in dieser Norm zugelassenen Materialien können negative Auswirkungen auf die Umwelt haben. Sobald der technologische Fortschritt zu besseren Alternativen zu diesen Materialien führt, müssen sie soweit wie möglich aus der Norm entfernt werden. Am Ende der Prüfung muss der Anwender für eine geeignete Entsorgung des Abfalls entsprechend den regionalen Bedingungen Sorge tragen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Messverfahren zur Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften von Strukturklebstoffen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie fest. Der Vorteil der Methode gegenüber Rotationsviskosimetriemessungen liegt in der Auftrennung von elastischen und viskosen Materialeigenschaften, um damit die Festlegung der viskoelastischen Eigenschaften zu ermöglichen. Dadurch sind genauere Informationen über das Fließverhalten der Stoffe zugänglich, die zu einem besseren Verständnis ihrer Verarbeitungseigenschaften führen.

Das beschriebene Verfahren eignet sich insbesondere für gefüllte und pastöse Klebstoffe. Diese werden im industriellen Einsatz häufig unter Verwendung automatisierter Pump- und Auftragssysteme verarbeitet und werden unter Beachtung ihrer rheologischen Eigenschaften präzise eingestellt. Da das rheologische Verhalten ungehärteter Klebstoffe meist unabhängig von ihren Eigenschaften im ausgehärteten Zustand ist, kann die Norm auch zur Untersuchung nicht-struktureller Klebstoffe dienen.

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).

EN 923, Klebstoffe — *Benennungen und Definitionen*

DIN 53019-1, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

DIN 53019-2, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

DIN 1342-1, *Viskosität — Teil 1: Rheologische Begriffe*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 53019-1, DIN 53019-2, EN 923 und DIN 1342-1 und die folgenden Begriffe.

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

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1 Scherdeformation

γ

Verhältnis von Auslenkung s zum Abstand zwischen der Plattengeometrie bzw. Spaltweite H einer zwischen zwei Platten befindlichen Probe bei linearer Auslenkung der oberen Platte gemäß dem Tangens des Auslenkwinkels φ (siehe Bild 1)

$$\gamma = s/H = \tan(\varphi) \quad (1)$$

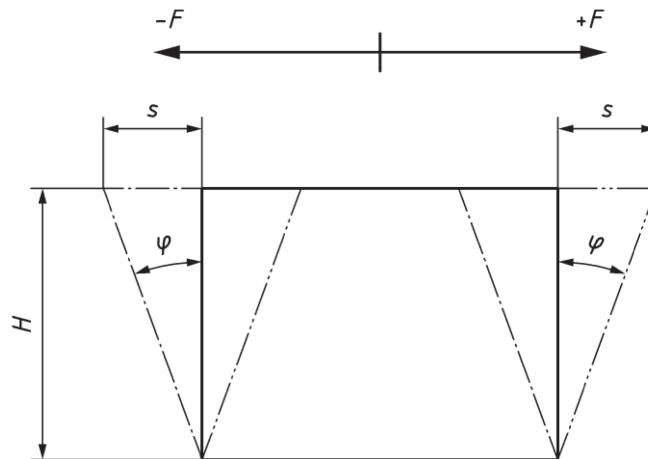


Bild 1 — Auslenkung s und Auslenkwinkel φ der Messprobe im Scherspalt H [7]

Anmerkung 1 zum Begriff: Für eine kreisförmige Auslenkung im Platte/Platte-Messsystem eines Rheometers gilt diese Beziehung nur für ein infinitesimales Flächenelement. Die Auslenkung ist hier vom Abstand zur Drehachse abhängig und somit innerhalb des Scherspalts uneinheitlich. Man bezieht den Deformationswert deshalb meist auf den Plattenrand (d. h. auf $r_{\max}$), manchmal auch auf einen mittleren Abstand zur Drehachse (z. B. $2/3 r_{\max}$). In diesem Dokument wird der Plattenrand als Bezugswert verwendet (wie in DIN 53019-1 empfohlen). Bei einem Kegel/Platte-System ist die Deformation aufgrund der nach außen hin äquivalent zur Auslenkung s zunehmenden Spaltweite H im gesamten Scherspalt konstant.

3.2

Deformationsfunktion

$\gamma(t)$

mathematische Darstellung der sinusförmigen Veränderung der Deformation bei Oszillationsversuchen mit geregelter Deformation

$$\gamma(t) = \gamma_A \sin(\omega t) \quad (2)$$

Dabei ist

$\gamma(t)$ die Deformation zum Zeitpunkt t ;

γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);

f die Frequenz, in Hz;

ω die Kreisfrequenz, in rad/s, mit $\omega = 2 \pi f$.

3.3

Schubspannungsfunktion

$\tau(t)$

Deformation als phasenverschobene Sinusfunktion der Schubspannung bezogen auf die Antwort einer im Scherspalt befindlichen Probe (siehe Bild 2)

$$\tau(t) = \tau_A \sin(\omega t + \delta) \quad (3)$$

Dabei ist

- $\tau(t)$ die Schubspannung zum Zeitpunkt t ;
- τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);
- f die Frequenz, in Hz;
- ω die Kreisfrequenz, in rad/s, mit $\omega = 2\pi f$;
- δ der Phasenverschiebungswinkel (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei ideal-elastischem Verhalten (nach Hooke) beträgt der Verlustwinkel $\delta = 0^\circ$, d. h. Deformation und Schubspannung sind stets in gleicher Phase. Maximale Schubspannung wird bei maximaler Deformation gemessen. Bei ideal-viskosem Verhalten (nach Newton) beträgt der Verlustwinkel $\delta = 90^\circ$, d. h. die Schubspannungskurve eilt der Deformationskurve um 90° voraus. Hier resultiert die maximale Schubspannung bei Deformation Null, d. h. bei größter Winkelgeschwindigkeit des Messkörpers.

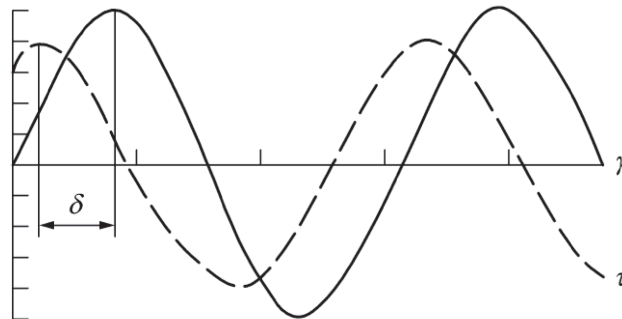


Bild 2 — Deformations- und Schubspannungsfunktion beim Oszillationsversuch [7]

3.4 Speichermodul G'

berechnet aus der während der Deformation reversibel gespeicherten Energie, die nach dem Ende des Deformationsvorgangs vollständig für eine Rückdeformation zur Verfügung steht

$$G' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \cos(\delta) \quad (4)$$

Dabei ist

- τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);
- γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);
- δ der Phasenverschiebungswinkel (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Speichermodul stellt den elastischen Anteil der aufgebrachten Energie dar und beschreibt eine typische Eigenschaft von Festkörpern (festkörperartig).

3.5 Verlustmodul G''

berechnet aus der während der Deformation irreversibel verbrauchten Energie, die als Wärme dissipiert wird

$$G'' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \sin(\delta) \quad (5)$$

Dabei ist

τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);

γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);

δ der Phasenverschiebungswinkel (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Verlustmodul stellt den viskosen (flüssigkeitsartigen) Anteil der angewandten Energie dar, die als Wärme oder Arbeit abgeführt wird.

3.6

komplexer Schubmodul

G^*

Vektorsumme von Speichermodul G' und Verlustmodul G''

$$G^* = \tau(t)/\gamma(t) = G' + i \cdot G'' \quad (6)$$

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (7)$$

Dabei ist

$\tau(t)$ die Schubspannung zum Zeitpunkt t ;

$\gamma(t)$ die Deformation zum Zeitpunkt t ;

G' der Speichermodul;

G'' der Verlustmodul.

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der Durchführung von Oszillationsversuchen an ideal elastischen Materialien, d. h. vollständig unflexiblen, steifen und starren Festkörpern, gilt das Hookesche Gesetz, wie in Gleichung (6) angegeben.

3.7

Verlustfaktor

$\tan(\delta)$

berechnet als Quotient aus Verlustmodul und Speichermodul

$$\tan(\delta) = G''/G' \quad (8)$$

Dabei ist

G' der Speichermodul;

G'' der Verlustmodul.

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Verlustfaktor entspricht dem Verhältnis zwischen dissipierter und reversibel gespeicherter Deformationsenergie.

3.8 komplexe Viskosität

η^*

Verhältnis zwischen den zeitabhängigen Werten der Spannung und der Deformations- bzw. Schergeschwindigkeit

$$\eta^* = \tau(t) / \dot{\gamma}(t) \quad (9)$$

Dabei ist

$\tau(t)$ die Schubspannung zum Zeitpunkt t ;

$\dot{\gamma}(t)$ die Deformations- bzw. Schergeschwindigkeit zum Zeitpunkt t .

Anmerkung 1 zum Begriff: Die komplexe Viskosität ist mit dem Betrag des komplexen Schubmoduls über eine einfache Beziehung verknüpft:

$$|\eta^*| = |G^*| / \omega \text{ (mit } \omega = 2\pi f) \quad (10)$$

Anmerkung 2 zum Begriff: Ähnlich wie der komplexe Schubmodul umfasst die komplexe Viskosität auch eine elastische und eine viskose Komponente oder besser eine Summe aus Realteil η' und Imaginärteil η'' .

3.9 linear-viskoelastischer Bereich

LVE-Bereich

Bereich niedriger Deformationen, in dem sich die Amplituden τ_A und γ_A proportional zueinander verhalten

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Ruhestuktur der Substanz bleibt in diesem Bereich weitgehend erhalten, und die Verformungen sind reversibel. Die Funktionen von G^* , G' und G'' (und ebenso die damit verknüpften Viskositätsgrößen) sind konstant und bilden einen Plateauwert aus (siehe Bild 3). Bei vielen der hier betrachteten Klebstoffe ist dies bei Deformationswerten kleiner oder gleich 0,1 % der Fall. Der LVE-Bereich hängt neben den stofflichen Gegebenheiten auch von der Temperatur und der Messfrequenz ab. Streng genommen gelten die zuvor gegebenen rheologischen Beziehungen nur in diesem Bereich exakt. Zur Beschreibung des praktischen Verhaltens von Klebstoffen muss der LVE-Bereich jedoch zeitweise verlassen werden.

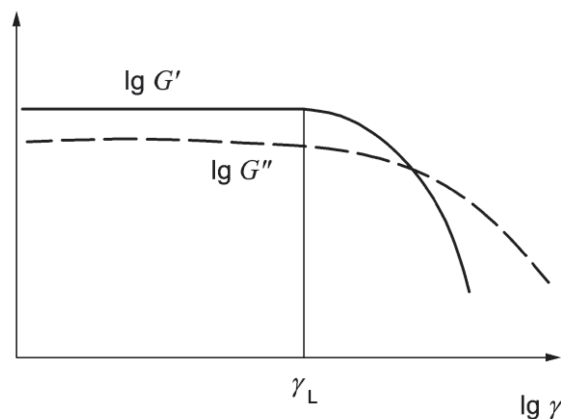


Bild 3 — G' und G'' als Funktion der Deformation mit dem Grenzwert γ_L des linear-viskoelastischen Bereichs [7]

3.10

Standfestigkeit

Strukturstärke

Verformungsstabilität einer Klebstoffraupe gegenüber der Schwerkraft oder anderen äußeren Kräften

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese auch als Strukturstärke bezeichnete Eigenschaft wird in entscheidendem Maße durch den elastischen Materialcharakter bestimmt, der durch seine Rückstellkräfte die Substanz am Fließen hindert. Demgegenüber spielen viskose Eigenschaften eine sekundäre Rolle, da hohe Viskosität das Fließen zwar verlangsamt, jedoch nicht verhindert. Dauerhaftes Standvermögen wird nur bei ausreichend hohem Speichermodul oder bei $G' > G''$ beobachtet.

BEISPIEL Ein Klebstoff mit $G' = 100$ kPa und $G'' = 10$ kPa ist verformungsstabiler als ein Produkt mit $G' = 10$ kPa und $G'' = 100$ kPa. Beide weisen jedoch den gleichen Betrag $|G^*|$ auf und liefern (bei gleicher Deformation und Frequenz) auch die gleichen $|\eta^*|$ - und τ -Werte.

3.11

Nachgebegrenze

τ_y

Spannung, die am Ende des linear-viskoelastischen Bereichs gemessen wird (siehe Bild 4)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Nachgebegrenze τ_y kann als minimale Schubspannung betrachtet werden, bei der die Struktur einer Substanz erstmals geschwächt wird (en: „yield point“). Auch dieser Wert wird häufig zur Charakterisierung der Standfestigkeit herangezogen. Da der LVE-Bereich nicht in einem scharfen Punkt endet, muss seine Grenze per Näherungsverfahren extrapoliert werden, z. B. mittels Tangentenmethode. Viele Rheometer erlauben eine automatische Kurvenauswertung und die Bestimmung von τ_y mit Hilfe der Software.

3.12

Fließgrenze oder Fließspannung

τ_f

Spannung am Schnittpunkt der Kurven von G' und G'' (siehe Bild 4)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Fließgrenze τ_f steht näherungsweise für die Spannung, durch die eine Substanz fließen kann. Dieser Wert kann zur Einschätzung des Kraftaufwands bzw. Drucks dienen, um ein Material am Beginn eines Förderprozesses in Bewegung zu setzen („Anpumpen“).

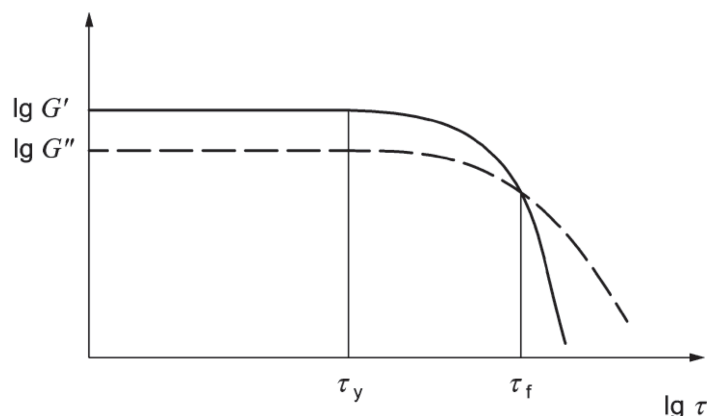


Bild 4 — G' und G'' als Funktion der Schubspannung, gemessen im Amplitudentest [7]. Die Fließgrenzen τ_y und τ_f sind hervorgehoben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der LVE-Bereich endet beim Wert τ_y (entsprechend Punkt γ_L in Bild 3).

3.13

Fadenzug

Rissverzögerung und Bildung einer sich in die Länge ziehenden Einschnürung beim Auseinanderziehen eines Klebstoffstrangs, z. B. beim Wegziehen eines Auftragsgeräts

Anmerkung 1 zum Begriff: Fadenzug ist aus rheologischer Sicht ein Phänomen des Gegenspiels von elastischen und viskosen Materialeigenschaften. Elastische Rückstellkräfte verhindern das Fließen, führen durch Spannungsaufbau zu schnellem Riss, und wirken so gegen eine Fadenbildung. Eine geeignete rheologische Größe zur Beschreibung der Fadenbildungsneigung ist der Verlustfaktor $\tan \delta$ [7]. Er spiegelt das Verhältnis von viskosen zu elastischen Materialeigenschaften unmittelbar wider.

Anmerkung 2 zum Begriff: In der Regel nimmt bei scherverdünnenden Substanzen G' bei steigender Scherrate stärker ab als G'' , was zu einem ansteigenden $\tan \delta$ -Wert führt. Dies korreliert mit einem verstärkten Fadenzug bei steigender Abzugsgeschwindigkeit des Auftragsgeräts. Um einen kurzen Fadenzug zu erreichen, sollte in der Praxis die Abzugsgeschwindigkeit so gering wie möglich gehalten werden.

4 Symbole und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in Tabelle 1 angegebenen Symbole.

Tabelle 1 — Formelzeichen

Symbole	Bezeichnung	Einheit
H	Messspalthöhe, Spaltweite	mm
M	Drehmoment	Nm
t	Zeitpunkt	s
T	Temperatur	°C
f	Frequenz	Hz, s^{-1}
ω	Kreisfrequenz	rad/s, s^{-1}
γ	Deformation oder Verformung	—
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit, Verformungsgeschwindigkeit ($d\gamma/dt$)	s^{-1}
φ	Auslenkwinkel	rad
δ	Phasenverschiebungswinkel, Verlustwinkel	° (Grad)
$\tan \delta$	Verlustfaktor	—
τ	Schubspannung	Pa
G'	Speichermodul	Pa
G''	Verlustmodul	Pa
G^*	komplexer Schubmodul	Pa
η^*	komplexe Viskosität	Pa · s
η	(Scher-)Viskosität	Pa · s