

DIN EN ISO 17463



ICS 87.040

Entwurf

Einsprüche bis 2021-04-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 17463:2014-11

**Beschichtungsstoffe –
Leitfaden zur Bestimmung der antikorrosiven Eigenschaften organischer
Beschichtungen durch beschleunigte zyklische elektrochemische
Verfahren (ISO/DIS 17463:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17463:2021**

Paints and varnishes –

Guidelines for the determination of anticorrosive properties of organic coatings by
accelerated cyclic electrochemical technique (ISO/DIS 17463:2021);
German and English version prEN ISO 17463:2021

Peintures et vernis –

Lignes directrices pour la détermination des propriétés anticorrosives de revêtements
organiques par une technique électrochimique cyclique accélérée (ISO/DIS 17463:2021);
Version allemande et anglaise prEN ISO 17463:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-02-26 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 nab@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 Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB),
10772 Berlin oder 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 42 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Das Dokument (prEN ISO 17463:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-07-17 AK „Elektrochemische Methoden“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

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.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 2808	siehe	DIN EN ISO 2808
ISO 3270	siehe	DIN EN 23270
ISO 8044:2020	siehe	DIN EN ISO 8044:2020-08
ISO 15711:2003	siehe	DIN EN ISO 15711:2005-03
ISO 16773-1	siehe	DIN EN ISO 16773-1
ISO 16773-2:2016	siehe	DIN EN ISO 16773-2:2016-12
ISO 16773-3	siehe	DIN EN ISO 16773-3
ISO 16773-4	siehe	DIN EN ISO 16773-4

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 17463:2014-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Formelzeichen für das Potenzial wurde von U in E geändert;
- b) die Anforderung an die Geräteanordnung wurde aus der Auflistung im Anwendungsbereich gestrichen;
- c) Bode-Diagramme und Relaxationskurven wurden als Beispiele für die Darstellung von Versuchsergebnissen in den Anwendungsbereich aufgenommen;
- d) in 8.1 wurde die Nyquist-Diagramme als Möglichkeit zur Darstellung der Ergebnisse eingestuft;
- e) in A.2 und A.3 wurde die Schwächung präziser als Änderung beschrieben;
- f) der Text wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 23270, *Lacke, Anstrichstoffe und deren Rohstoffe — Temperaturen und Luftfeuchten für Konditionierung und Prüfung (ISO 3270)*

DIN EN ISO 2808, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Schichtdicke*

DIN EN ISO 8044:2020-08, *Korrosion von Metallen und Legierungen — Grundbegriffe (ISO 8044:2020); Dreisprachige Fassung EN ISO 8044:2020*

DIN EN ISO 15711:2005-03, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Widerstandes gegen kathodische Enthftung von Beschichtungen in Meerwasser (ISO 15711:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15711:2004*

DIN EN ISO 16773-1, *Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) an beschichteten und unbeschichteten metallischen Proben — Teil 1: Begriffe*

DIN EN ISO 16773-2:2016-12, *Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) an beschichteten und unbeschichteten metallischen Proben — Teil 2: Datenerfassung (ISO 16773-2:2016); Deutsche Fassung EN ISO 16773-2:2016*

DIN EN ISO 16773-3, *Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) an beschichteten und unbeschichteten metallischen Proben — Teil 3: Verarbeitung und Analyse von Daten von Testschaltkreisen*

DIN EN ISO 16773-4, *Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) an beschichteten und unbeschichteten metallischen Proben — Teil 4: Beispiele für Spektren von polymerbeschichteten und unbeschichteten Proben*

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Beschichtungsstoffe — Leitfaden zur Bestimmung der antikorrosiven Eigenschaften organischer Beschichtungen durch beschleunigte zyklische elektrochemische Verfahren (ISO/DIS 17463:2021)
<i>Titel en:</i>	Paints and varnishes — Guidelines for the determination of anticorrosive properties of organic coatings by accelerated cyclic electrochemical technique (ISO/DIS 17463:2021)
<i>Titel fr:</i>	Peintures et vernis — Lignes directrices pour la détermination des propriétés anticorrosives de revêtements organiques par une technique électrochimique cyclique accélérée (ISO/DIS 17463:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 EIS-Messung	7
4.3 Kathodische Polarisation	8
4.4 Potenzialrelaxation	8
5 Geräte	8
6 Proben	8
6.1 Probenvorbereitung	8
6.2 Regelung der Umgebungsbedingungen	8
6.3 Anzahl der Proben und Wiederholbarkeit von Ergebnissen	9
7 Durchführung	9
7.1 EIS-Messung	9
7.2 Kathodische Polarisation	9
7.3 Relaxationsprozess	9
7.4 Anzahl der Zyklen	10
8 Darstellung der Daten	10
8.1 Grafiken für EIS	10
8.2 Grafiken für die Potenzialrelaxation	10
9 Präzision	11
10 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Typisches Beispiel für das Ergebnis von Beschichtungen	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Beispiel 1	12
A.3 Beispiel 2	15
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17463:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN Deutsches Institut für Normung e. V. gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 17463:2014 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 17463:2021 wurde von CEN als prEN ISO 17463:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, *Paints and varnishes*, Unterkomitee SC 9, *General test methods for paints and varnishes*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 139, *Lacke und Anstrichstoffe*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 17463:2014), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- das Formelzeichen für das Potenzial wurde von U in E geändert;
- die Anforderung an die Geräteanordnung wurde aus der Auflistung im Anwendungsbereich gestrichen;
- Bode-Diagramme und Relaxationskurven wurden als Beispiele für die Darstellung von Versuchsergebnissen in den Anwendungsbereich aufgenommen;
- in 8.1 wurde die Nyquist-Diagramme als Möglichkeit zur Darstellung der Ergebnisse eingestuft;
- in A.2 und A.3 wurde die Schwächung präziser als Änderung beschrieben;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dieses Dokument beschreibt die Bestimmung der Korrosionsschutzeigenschaften organischer Beschichtungen durch das beschleunigte zyklische elektrochemische Verfahren (ACET). Das Verfahren basiert auf der sogenannten Wechselstrom-/Gleichstrom-/Wechselstrom-Methode. Dieses Verfahren erlaubt den qualitativen und quantitativen Vergleich der Schutz- und Korrosionsschutzeigenschaften verschiedener Beschichtungssysteme auf Metall innerhalb kurzer Zeit. Das ACET-Verfahren besteht aus der Anwendung zyklischer EIS-Messungen (elektrochemische Impedanzspektroskopie), kathodischer Polarisationen und Potenzialrelaxation. Der Abbau des Beschichtungssystems wird durch die kathodische Polarisation beschleunigt. EIS und Potenzialrelaxation überwachen die durch die kathodische Polarisation hervorgerufene Veränderung des Beschichtungssystems. Das Verfahren beurteilt die Durchlässigkeit der Beschichtung und Eigenschaften, die der Haftfestigkeit auf dem Substrat zugeschrieben werden können.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Leitlinien, wie beschleunigte zyklische elektrochemische Verfahren (ACET) mit organischen Korrosionsschutzbeschichtungen auf Metallen durchgeführt werden.

Dieses Dokument legt die Ausführung einer ACET-Prüfung und die Überlegungen, die die Proben und die elektrochemische Zelle, Prüfparameter und die Durchführung betreffen, fest.

Dieses Dokument Norm gibt auch Leitlinien für die Darstellung von Versuchsergebnissen wie Bode-Diagramme und Relaxationskurven und anderer Arten erhaltener Daten.

Einige typische Beispiele sind im Anhang A aufgeführt.

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).

ISO 2808, *Paints and varnishes — Determination of film thickness*

ISO 3270, *Paints and varnishes and their raw materials — Temperatures and humidities for conditioning and testing*

ISO 16773-1, *Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) on coated and uncoated metallic specimens — Part 1: Terms and definitions*

ISO 16773-2:2016, *Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) on coated and uncoated metallic specimens — Part 2: Collection of data*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 16773-1 und die folgenden Begriffe.

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

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

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

3.1

kathodische Polarisation

durch Stromfluss verursachte Änderung des Elektrodenpotenzials in die negative Richtung

[QUELLE: ISO 8044:2020, 7.1.26]

3.2

Relaxationszeit

t_{relax}

Zeit zwischen kathodischer Polarisation und Beginn der Elektrochemischen Impedanzspektroskopie- (EIS-)Messung

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Wert wird vom Durchführenden festgelegt.

3.3

kathodische Enthaftung

Verlust der Haftfestigkeit zwischen einer Beschichtung und einer metallischen Oberfläche, die kathodisch geschützt ist und durch eine Fehlstelle im Beschichtungssystem ausgelöst wird, z. B. durch eine Beschädigung, mangelhaftes Auftragen oder hohe Durchlässigkeit der Beschichtung

[QUELLE: ISO 15711:2003, 3.1]

3.4

kathodisches Potenzial

E_p

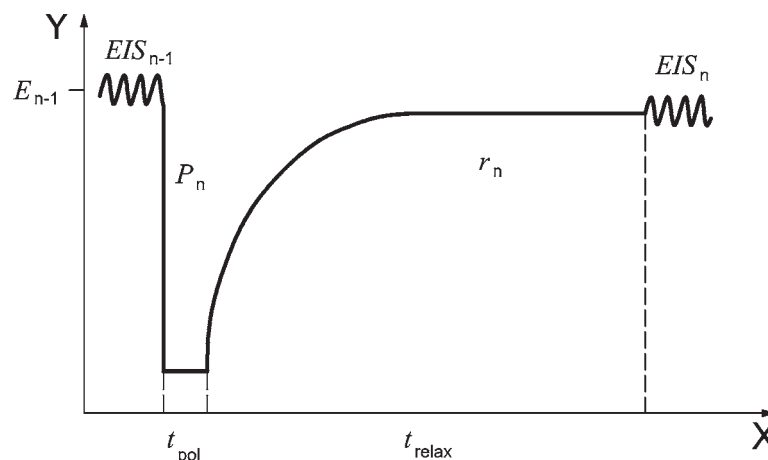
negativ an das Ruhepotenzial E_{ocp} angelegtes Potenzial

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Der Ausgangszustand des Beschichtungssystems wird durch eine Elektrochemische Impedanzspektroskopie- (EIS-)Messung (EIS_{n-1} – siehe Bild 1) charakterisiert. Dann wird eine kathodische Polarisation (P_n) für eine bestimmte Zeitdauer (t_{pol}) angelegt, der sich der Relaxationsprozess (r_n) über die Zeit (t_{relax}) anschließt. Abschließend wird der neue Zustand des Beschichtungssystems durch eine zweite EIS-Messung (EIS_n) charakterisiert. Diese Schritte definieren einen Zyklus, der n -mal wiederholt werden kann (n ist die Anzahl der Zyklen).

ANMERKUNG Üblicherweise werden 6 Zyklen verwendet.



Legende

X Zeit t

Y Potenzial E

Bild 1 — ACET-Zyklus

4.2 EIS-Messung

Ein für EIS speziell vorgesehener Potentiostatentyp wird mit einer elektrochemischen Zelle verbunden. Ein Potenzial mit einer einzigen Sinusschwingung wird angelegt und der resultierende Wechselstrom gemessen. Sowohl die Daten für das Potenzial als auch für den Wechselstrom werden erfasst und bezüglich Amplitude und Phasenverschiebung analysiert. Weitere Angaben zur Durchführung sind in ISO 16773-2 gegeben.

4.3 Kathodische Polarisation

Ein konstantes kathodisches Potenzial, E_{pol} , wird angelegt. Während der Polarisation kann Wasserelektrolyse auftreten, wenn E_{pol} ausreichend negativ ist:



Das Anlegen des kathodischen Potenzials erzeugt eine Belastung der Schutzbeschichtung.

Wenn die Elektrolyse an der Grenzfläche von Beschichtung und metallischem Substrat abläuft, können die Hydroxidionen (OH^-) und/oder Wasserstoff (H_2) die Enthaftung zwischen dem Metall und der Beschichtung verursachen.

4.4 Potenzialrelaxation

Der Zweck des Relaxationsprozesses ist es, die Bildung eines neuen stabilen Gleichgewichts zu ermöglichen, bevor die nächste EIS-Messung durchgeführt wird. Durch die Aufzeichnung des Potenzials während des Relaxationsprozesses können wertvolle zusätzliche Daten über die Beschichtung und die Grenzfläche Beschichtung-Metall gewonnen werden.

5 Geräte

Die in ISO 16773-2 festgelegten elektrochemischen Geräte verwenden.

6 Proben

6.1 Probenvorbereitung

Eine ordnungsgemäße Vorbereitung und Vorkonditionierung beschichteter Proben ist entscheidend für erfolgreiche und verlässliche Versuchsmesswerte.

6.2 Regelung der Umgebungsbedingungen

Falls zwischen den Vertragspartnern nicht anders vereinbart, sollte die Beschichtung den Empfehlungen des Herstellers entsprechend aufgetragen und gehärtet werden. Die Schichtdicke sollte so gleichmäßig wie möglich sein. Die genaue Schichtdicke sollte gemessen und angegeben werden (z. B. nach ISO 2808). Für die richtige Ermittlung des Widerstandes der Beschichtung ist die Regelung der Temperatur und der Luftfeuchte beim Auftragen, Härten, Konditionieren und Messen von organischen Beschichtungen außerordentlich kritisch.

Für zuverlässige Messungen sollte die Temperatur auf $\pm 1^\circ\text{C}$ oder enger geregelt werden. Zum Konditionieren vor der Messung reicht eine Genauigkeit auf $\pm 2^\circ\text{C}$ in den meisten Fällen aus. Jede Probe sollte unter geregelten Bedingungen gehalten werden, um Nachhärten, Abbau oder unbeabsichtigte irreversible Veränderungen der Beschichtung zu vermeiden.

Die Temperatur der Proben sollte während der Messungen konstant auf $\pm 2^\circ\text{C}$, vorzugsweise auf $\pm 1^\circ\text{C}$, bei 23°C gehalten werden, falls nicht anders festgelegt. Relative Werte für einen Vergleich von Proben außerhalb dieser Richtlinien sind annehmbar, wenn alle Proben den gleichen Bedingungen unterworfen sind. Wenn das Hauptinteresse an der Kapazität der Beschichtung liegt, ist die Regelung der relativen Luftfeuchte beim Konditionieren der Probe sehr wichtig. Zum genauen Konditionieren sollte die relative Luftfeuchte (50 ± 5) % entsprechend ISO 3270 betragen, falls nicht anders vereinbart.

6.3 Anzahl der Proben und Wiederholbarkeit von Ergebnissen

Beschichtungen sind Stoffe mit bestimmten vorgegebenen Eigenschaften: Fehlstellen, ungleichmäßigen Schichtdicken und ungleichmäßigen Verteilungen von Pigmenten, Füllstoffen und anderen Bestandteilen. Deshalb ist es notwendig, mehr als eine Platte zu prüfen. Um zuverlässige Ergebnisse zu erhalten, sind in den meisten Fällen mindestens drei Wiederholproben notwendig. Es sollte geprüft werden, ob die Gleichmäßigkeit verschiedener Probenplatten ausreichend ist. Es ist durchaus üblich, bei der Kapazität von Wiederholproben eine bessere Wiederholbarkeit als 10 % zu finden, jedoch hängt dies vom Beschichtungstyp und den Messbedingungen ab. Um Probleme in Bezug auf die Gleichmäßigkeit zu lösen, können mehr Wiederholproben notwendig sein.

Solche Prüfungen sollten in der Verantwortlichkeit des Durchführenden liegen und auch zwischen den entsprechenden Vertragspartnern vereinbart werden.

Proben, die sich durch Bewitterung oder andere abbauende Belastungen schnell verändern, können eine größere Streuung und deshalb eine schlechtere Wiederholbarkeit der Ergebnisse zeigen.

7 Durchführung

7.1 EIS-Messung

Die EIS-Messung durchführen, wie in ISO 16773-2 festgelegt.

7.2 Kathodische Polarisation

Ein negativeres Gleichstrompotenzial (siehe Bild 1) einstellen, das die Hydrolyse des Wassers beim pH-Wert des Elektrolyts (z. B. etwa -1 V [SCE, Kalomelelektrode] bei pH 7) ermöglicht. Weiterhin sollte dieses Potenzial in Abhängigkeit von der Impedanz der Beschichtung eingestellt werden. Je größer diese ist, desto größer sollte die Stärke des angelegten kathodischen Potenzials sein. Im Allgemeinen werden Potenziale im Bereich von -2 V bis -4 V angelegt.

Die Zeit der kathodischen Polarisation schwankt in Abhängigkeit von der Qualität der Beschichtung. Bei Beschichtungen hoher Qualität mit Langzeitkorrosionsschutzeigenschaften liegt die Polarisationszeit üblicherweise zwischen 20 min und 60 min.

7.3 Relaxationsprozess

Die Verbindung zum Potentiostaten trennen und das Relaxationspotenzial über die Zeit messen. Die Zeit liegt üblicherweise zwischen 160 min und 180 min.

Ist die Relaxationszeit zu kurz, wird das Gleichgewicht nicht erreicht, und die EIS-Messung ist daher ungültig. Ist diese Zeit zu lang, wird sich das System durch Ionenwanderung und elektrochemische Reaktionen am Metallsubstrat entwickeln.

Die Untersuchung der Potenzialrelaxation über die Zeit kann hilfreiche Angaben über die Qualität des Beschichtungssystems liefern, z. B. Wissen darüber, ob die Wasserstoff (H_2) erzeugende kathodische Reaktion während der Polarisation abgelaufen ist. Wasserstoffherzeugung kann ein Hinweis auf eine geringe Qualität der Beschichtung sein.

Zur Interpretation der Diagramme siehe Literaturhinweis [3] und Literaturhinweis [6].