

DIN EN ISO 19403-2

ICS 87.040

EntwurfEinsprüche bis 2019-09-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 55660-2:2011-12**Beschichtungsstoffe –
Benetzbarkeit –****Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen
durch Messung des Kontaktwinkels (ISO 19403-2:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19403-2:2019**Paints and varnishes –
Wettability –Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces by measuring the contact
angle (ISO 19403-2:2017);
German and English version prEN ISO 19403-2:2019Peintures et vernis –
Mouillabilité –Partie 2: Détermination de l'énergie libre de surface des surfaces solides par la mesure l'angle
de contact (ISO 19403-2:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19403-2:2019**Anwendungswarnvermerk**Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-07-12 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, 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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19403-2:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19403-2:2019 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Arbeitsgremium ist der Arbeitskreis NA 002-00-07-15 AK „Kontaktwinkel/Benetzbarkeit“ 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 3270	siehe	DIN EN 23270

Änderungen

Gegenüber DIN 55660-2:2011-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Status wurde durch Übernahme der Europäischen Norm EN ISO 19403-2 geändert;
- b) Technische Änderungen wurden nicht vorgenommen.

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 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

Beschichtungsstoffe — Benetzbarkeit — Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels (ISO 19403-2:2017)

Peintures et vernis — Mouillabilité — Partie 2 : Détermination de l'énergie libre de surface des surfaces solides par la mesure de l'angle de contact (ISO 19403-2:2017)

Paints and varnishes — Wettability — Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces by measuring the contact angle (ISO 19403-2:2017)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte und Prüfmittel	7
6 Probenahme	9
7 Durchführung	9
7.1 Allgemeines zur Messung am liegenden Tropfen	9
7.1.1 Aufstellen des Kontaktwinkelmesssystems	9
7.1.2 Prüfbedingungen	9
7.1.3 Konditionierung der Probenplatten	9
7.2 Messung	9
7.2.1 Allgemeines	9
7.2.2 Statisches Verfahren	10
7.2.3 Dynamisches Verfahren (fortschreitender Kontaktwinkel)	10
7.2.4 Bestimmung des Kontaktwinkels	11
8 Auswertung	11
8.1 Allgemeines	11
8.2 Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Verfahren)	12
8.3 Verfahren nach Wu	13
9 Präzision	14
9.1 Allgemeines	14
9.2 Wiederholgrenze r	14
9.3 Vergleichsgrenze R	14
9.4 Berechnung nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Verfahren)	14
10 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Hinweise zur Messpraxis	16
A.1 Probenahme und Probenbehandlung	16
A.1.1 Probenauswahl	16
A.1.2 Umgebungsbedingungen	16
A.1.3 Kontaminationsquellen und Reinigung	16
A.1.4 Elektrostatische Aufladung	16
A.2 Reinhaltung der Prüfflüssigkeiten	17
A.2.1 Allgemeines	17
A.2.2 Wasser	17
A.2.3 Diiodmethan	17
A.2.4 Ethylenglykol und Glycerin	17
A.3 Hinweise zum statischen Verfahren (siehe 7.2.2)	17
A.4 Hinweise zum dynamischen Verfahren (siehe 7.2.3)	17
A.4.1 Dynamisches Verfahren	17

A.4.2	Voraussetzungen für die Verwendung des dynamischen Verfahrens	17
A.5	Bilderzeugung und -auswertung	18
A.5.1	Helligkeit und Kontrast.....	18
A.5.2	Breite des Tropfens	18
A.5.3	Basislinienerkennung.....	18
A.6	Verfahren zur Kontaktwinkelmessung (siehe 7.2.4)	18
	Literaturhinweise.....	20

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19403-2:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19403-2:2019 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 19403-2:2017 wurde von CEN als prEN ISO 19403-2:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: 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* erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 19403 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zum Messen des Kontaktwinkels für die Bestimmung der freien Oberflächenenergie einer festen Oberfläche fest. Das Verfahren kann zur Charakterisierung von Substraten und Beschichtungen eingesetzt werden.

ANMERKUNG 1 Zur Bestimmung der freien Oberflächenenergie von Polymeren und Beschichtungen wird bevorzugt entweder das Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble oder das Verfahren nach Wu angewendet.

ANMERKUNG 2 Die morphologische und die chemische Homogenität haben einen Einfluss auf die Messergebnisse.

ANMERKUNG 3 Die in diesem Dokument dargestellten Vorgehensweisen basieren auf dem Stand der Technik bei der Anwendung des Tropfenprojektionsverfahrens im Halbschattenbild. Andere Verfahren sind nicht ausgeschlossen.

ANMERKUNG 4 Die Messung des Kontaktwinkels an Pulvern ist nicht Bestandteil dieses Dokumentes. Weiterführende Informationen siehe unter Literaturhinweise.

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 4618, *Paints and varnishes — Terms and definitions*

ISO 19403-1, *Paints and varnishes — Wettability — Part 1: Terminology and general principles*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618 und ISO 19403-1.

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>

4 Kurzbeschreibung

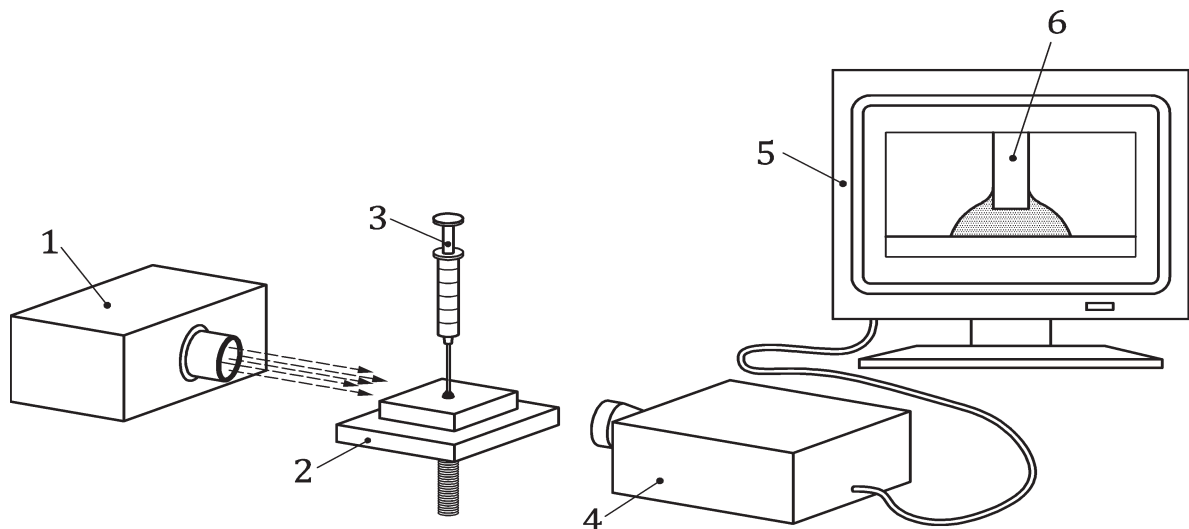
Jeweils mindestens drei Tropfen von mindestens zwei Prüfflüssigkeiten werden auf die ebene Probenkörperoberfläche dosiert. Bei jedem Tropfen wird der Kontaktwinkel gemessen. Aus den gemittelten Kontaktwinkeln jeder Flüssigkeit, ihren Oberflächenspannungen und deren polaren und dispersen Anteilen wird die freie Oberflächenenergie des Festkörpers, aufgeteilt in den polaren und dispersen Anteil, mit einem geeigneten Modell berechnet.

5 Geräte und Prüfmittel

Übliches Laborgerät zusammen mit Folgendem.

5.1 Kontaktwinkelmesssystem

Beliebiges dem Stand der Technik entsprechendes Kontaktwinkelmessgerät, vorzugsweise ein System mit digitaler Bilderfassung und -analyse zur Messung des Kontaktwinkels. Im Bild 1 ist ein Beispiel eines Kontaktwinkelmesssystems schematisch dargestellt.



Legende

- 1 Lichtquelle
- 2 Probenhalter
- 3 skalierte Mikroinjektionsspritze
- 4 optisches System
- 5 Bildschirm

ANMERKUNG 1 Das Bilderfassungssystem ist so ausgerichtet, dass die optimale Bildauflösung (Verhältnis von Breite zu Höhe) genutzt werden kann.

ANMERKUNG 2 Das verwendete Gerät kann sich hinsichtlich des Strahlengangs und der Anordnung der Komponenten von der schematischen Darstellung unterscheiden.

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Kontaktwinkelmesssystems

5.2 Dosiereinrichtung

Die Dosiereinrichtung ermöglicht es, Tropfen im Mikroliterbereich präzise auf die Oberfläche aufzubringen.

5.3 Prüfflüssigkeiten

Mindestens zwei der in Tabelle 1 vorgeschlagenen Prüfflüssigkeiten. Die Prüfflüssigkeiten müssen mindestens den Reinheitsgrad p.a. haben. Wasser muss eine Oberflächenspannung von mindestens 71,5 mN/m aufweisen.

Es wird empfohlen, die Eignung der verwendeten Flüssigkeiten nach ISO 19403-3 oder EN 14370 zu prüfen, bevor ihre Oberflächenspannung gemessen wird. Zur Orientierung sind in Tabelle 1 Literaturwerte für die Oberflächenspannung σ_1 angegeben. Es kann auch ein eigens gemessener Wert der Oberflächenspannung als

Bezugswert herangezogen werden. Erfahrungsgemäß sollte der gemessene Wert nicht mehr als $\pm 2\%$ von dem Literaturwert oder dem eigens gemessenen Wert abweichen.

Die Prüfflüssigkeiten dürfen die Oberfläche nicht physikalisch oder chemisch beeinträchtigen. Die Prüfflüssigkeiten weisen größtmögliche Unterschiede bei den polaren und dispersen Anteilen der Oberflächenspannung auf.

Bei mindestens einer der verwendeten Prüfflüssigkeiten muss der polare Anteil größer als 0 mN/m sein (siehe Tabelle 1).

Bei der Verwendung von lediglich zwei Prüfflüssigkeiten werden Wasser und Diiodmethan empfohlen. Bei der Verwendung von drei Flüssigkeiten sollte zusätzlich Ethylenglykol verwendet werden.

Bei hochviskosen Prüfflüssigkeiten wie Glycerin und Ethylenglykol könnte eine Kanüle mit größerem Innendurchmesser erforderlich sein, um die empfohlene Dosierate zu erreichen.

ANMERKUNG Die Werte in Tabelle 1 beziehen sich auf eine Messtemperatur von 25 °C. Für die Messung bei Normklima (siehe 7.1.2) kann davon ausgegangen werden, dass keine signifikanten Abweichungen auftreten.

Tabelle 1 — Vorgeschlagene Prüfflüssigkeiten

Prüfflüssigkeit	Oberflächen- spannung σ_1 mN/m	Disperser Anteil σ_1^d mN/m	Polarer Anteil σ_1^p mN/m	Quelle (siehe Literaturhinweise)
Wasser	72,8	21,8	51,0	[4]
Diiodmethan ^a	50,8	50,8	0,0	[4]
1,2-Ethandiol (Ethylenglykol)	47,7	30,9	16,8	[4]
1,2,3-Propantriol (Glycerin)	63,4	37,0	26,4	[4]
Hexadecan	27,6	27,6	0,0	[4]
1-Bromnaphthalin ^b	44,6	44,6	0,0	[4]
Benzylalkohol	38,9	29,0	9,9	[5]
Decalin (Isomerengemisch)	30,6	30,6	0,0	[4]
cis-Decalin	32,2	32,2	0,0	[2]
trans-Decalin	29,9	29,9	0,0	[2]
^a Diiodmethan ist relativ instabil und vergilbt nach kurzer Zeit durch die Abspaltung von Iod. Diiodmethan quillt auf und löst viele Kunststoffe und organische Beschichtungen auf. Diiodmethan reagiert mit gängigen Metallen (z. B. Magnesium). ^b 1-Bromnaphthalin reagiert mit gängigen Metallen (z. B. Magnesium). 1-Bromnaphthalin neigt zum Quellen und löst hochmolekulare Verbindungen auf.				

6 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Substrates nehmen. Die Proben dürfen bis zur Messung nicht verunreinigt werden.

Die Probe sollte vorzugsweise eine Mindestgröße von 10 cm × 10 cm haben.

Siehe auch Anhang A.

7 Durchführung

7.1 Allgemeines zur Messung am liegenden Tropfen

7.1.1 Aufstellen des Kontaktwinkelmesssystems

Den Standort des Kontaktwinkelmesssystems so wählen, dass es

- keinen Erschütterungen,
- keinen stärkeren Luftströmungen (z. B. durch Lüftungsanlagen) und
- keiner intensiven Außenlichteinwirkung (z. B. durch Fenster, helle Raumbeleuchtung)

ausgesetzt ist.

Das Kontaktwinkelmesssystem horizontal ausrichten.

7.1.2 Prüfbedingungen

Die Prüfung bei $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchte von $(50 \pm 5) \%$ (siehe ISO 3270) durchführen und sicherstellen, dass alle Prüfmedien diese Temperatur haben.

7.1.3 Konditionierung der Probenplatten

Vor dem Prüfen die Probenplatten bei einer Temperatur von $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchte von $(50 \pm 5) \%$ mindestens 16 h konditionieren. Die Prüfung unmittelbar nach der Konditionierung durchführen.

7.2 Messung

7.2.1 Allgemeines

Eine vorzugsweise ebene Probe mit der zu messenden Oberfläche auf dem Probenhalter platzieren. Den Probenhalter so justieren, dass sich die Probenoberfläche in der unteren Bildhälfte befindet und horizontal ausgerichtet ist.

Das Dosiersystem mit der gewählten Flüssigkeit befüllen. Dabei auf kontaminations- und blasenfreies Befüllen achten.

Eine bezüglich Helligkeit und Kontrast ausreichende Bilddarstellung einstellen (Angaben des Herstellers beachten).

ANMERKUNG 1 Falls möglich, die Beleuchtungsquelle des Kontaktwinkelmessgerätes so einstellen, dass die Grauwerte innerhalb eines Tropfens in der Nähe der Phasengrenze den Wert 40 (bezogen auf 256 Grauwertstufen) nicht übersteigen und an der Außenseite eines Tropfens mindestens bei 170 liegen.

ANMERKUNG 2 Es kann sinnvoll sein, die Arbeitsweisen der optischen Komponenten durch zweidimensionale Abbildungen von Tropfen zu prüfen. Entsprechende Referenzabbildungen sind im Handel erhältlich.

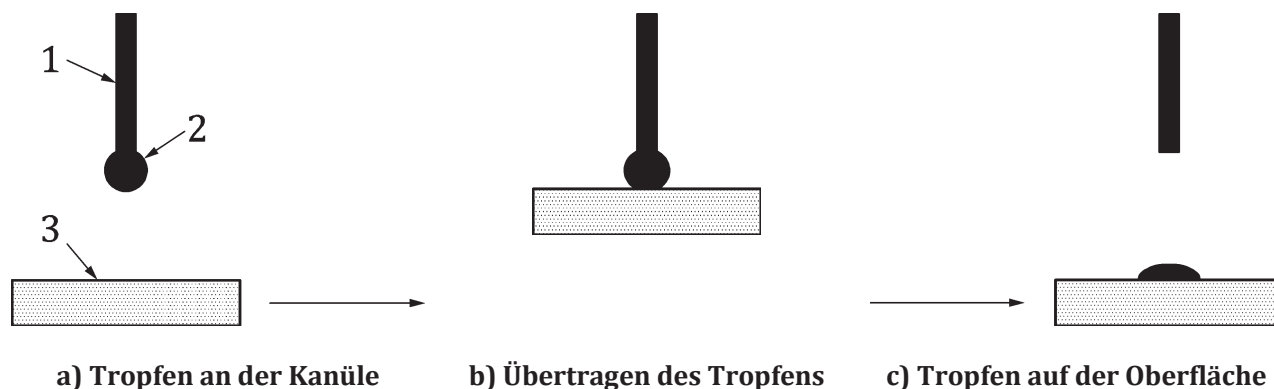
Die Kanüle an den oberen Bildrand bewegen und auf sie fokussieren. Den Bildausschnitt des Kontaktwinkelmessgerätes so einstellen, dass die Konturbreite des Tropfens zwei Drittel der Bildbreite einnimmt.

7.2.2 Statisches Verfahren

Die Dosierkanüle etwa 3 mm bis 6 mm oberhalb der Probenoberfläche positionieren. Den Tropfen so dosieren, dass das Tropfenvolumen abhängig von der gewählten Flüssigkeit zwischen 2 µl und 6 µl (bei Diiodmethan zwischen 1 µl und 3 µl) beträgt.

Einen Tropfen der Prüfflüssigkeit auf die Oberfläche aufbringen (siehe Bild 2).

ANMERKUNG 1 Der Kontakt zwischen dem Tropfen und der Festkörperoberfläche kann durch Absetzen mit Hilfe der Kanüle oder Abholen mit Hilfe des Probentisches herbeigeführt werden.



Legende

- 1 Kanüle
- 2 Prüfflüssigkeit
- 3 Probenoberfläche

Bild 2 — Absetzen oder Abholen des Tropfens

Die Basislinie so ausrichten, dass sie durch die Dreiphasenpunkte des Tropfens verläuft.

ANMERKUNG 2 Ein Aufsichtswinkel kann eingestellt werden, um das Auffinden der Dreiphasenpunkte zu erleichtern

Die Messung des Kontaktwinkels unmittelbar nach dem Beenden der Dosierung starten. Vor und während der Messung sollte keine wechselseitige Stoffumwandlung zwischen der Prüfflüssigkeit und der Oberfläche erfolgen.

7.2.3 Dynamisches Verfahren (fortschreitender Kontaktwinkel)

Den Abstand der Dosierkanüle zur Oberfläche so wählen, dass der Einfluss auf die erwartete Tropfenkontur so gering wie möglich ist.

ANMERKUNG 1 Als erste Orientierung für den Abstand zwischen der Kanüle und der Probenoberfläche kann der anderthalbfache Durchmesser der Kanüle angenommen werden.

Besonders bei kleinen Kontaktwinkeln das Hochziehen der Flüssigkeit an der Kanüle minimieren, gegebenenfalls durch Verwendung einer Kanüle aus einem schlecht benetzbaren Werkstoff.