

DIN EN ISO 19403-2



ICS 87.040

Entwurf

Einsprüche bis 2023-11-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 19403-2:2020-04

**Beschichtungsstoffe –
Benetzbarkeit –****Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen
durch Messung des Kontaktwinkels (ISO/DIS 19403-2:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19403-2:2023**

Paints and varnishes –

Wettability –

Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces by measuring the contact angle (ISO/DIS 19403-2:2023);

German and English version prEN ISO 19403-2:2023

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/DIS 19403-2:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 19403-2:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-09-15 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 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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 19403-2:2023 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 nationale Normungsgremium 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.

DIN EN ISO 19403 besteht unter dem allgemeinen Titel *Beschichtungsstoffe — Benetzbarkeit* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Begriffe und allgemeine Grundlagen*
- Teil 2: *Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels*
- Teil 3: *Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten mit der Methode des hängenden Tropfens*
- Teil 4: *Bestimmung des polaren und dispersen Anteils der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten aus einer Grenzflächenspannung*
- Teil 5: *Bestimmung des polaren und dispersen Anteils der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten aus Kontaktwinkelmessungen auf einem Festkörper mit rein dispersem Anteil der Oberflächenenergie*
- Teil 6: *Messung des dynamischen Kontaktwinkels*
- Teil 7: *Messung des Kontaktwinkels bei Neigetischexperimenten (Abrollwinkel)*

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

ISO 3270	siehe	DIN EN 23270
ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 19403-1	siehe	DIN EN ISO 19403-1
ISO 19403-3	siehe	DIN EN ISO 19403-3

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 19403-2:2020-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Mindestgröße der Proben wurde auf 4 cm × 4 cm geändert;
- b) in 5.3 wurde die Verwendung von Ethylenglykol als Prüfflüssigkeit gestrichen;
- c) in 7.2.1 wurde die Angabe zum Kameraneigungswinkel hinzugefügt;
- d) 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*

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 19403-1, *Beschichtungsstoffe — Benetzbarkeit — Teil 1: Begriffe und allgemeine Grundlagen*

DIN EN ISO 19403-3, *Beschichtungsstoffe — Benetzbarkeit — Teil 3: Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten mit der Methode des hängenden Tropfens*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 19403-2:2023-10

– Leerseite –

**Beschichtungsstoffe – Benetzbarkeit – Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels
(ISO/DIS 19403-2:2023)**

Paints and varnishes – Wettability – Part 2: Determination of the surface free energy of solid surfaces by measuring the contact angle (ISO/DIS 19403-2:2023)

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/DIS 19403-2:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte und Prüfmittel	6
6 Probenahme	8
7 Durchführung	8
7.1 Allgemeines zur Messung am liegenden Tropfen	8
7.1.1 Aufstellen des Kontaktwinkelmesssystems	8
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	9
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	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Wiederholgrenze r	13
9.3 Vergleichsgrenze R	13
9.4 Berechnung nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Verfahren)	14
10 Prüfbericht	14
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	16
A.2.1 Allgemeines	16
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

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Kontaktwinkelmesssystems	7
Bild 2 — Absetzen oder Abholen des Tropfens	10

Tabellen

Tabelle 1 — Vorgeschlagene Prüfflüssigkeiten	8
Tabelle 2 — Berechnete Werte zum Einfügen in die lineare Gleichung	12
Tabelle 3 — Berechnungen nach dem OWRK-Verfahren	14
Tabelle A.1 — Anwendbare Messverfahren	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19403-2:2023) 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 gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 19403-2:2020 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 19403-2:2023 wurde von CEN als prEN ISO 19403-2:2023 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-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumententypen beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, 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 19403-2:2017), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- die Mindestgröße der Proben wurde auf 4 cm × 4 cm geändert;
- in 5.3 wurde die Verwendung von Ethylenglykol als Prüfflüssigkeit gestrichen;
- in 7.2.1 wurde die Angabe zum Kameraneigungswinkel hinzugefügt;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

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

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.

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 — Vocabulary*

ISO 19403-1, *Paints and varnishes — Wettability — Part 1: Vocabulary 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:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

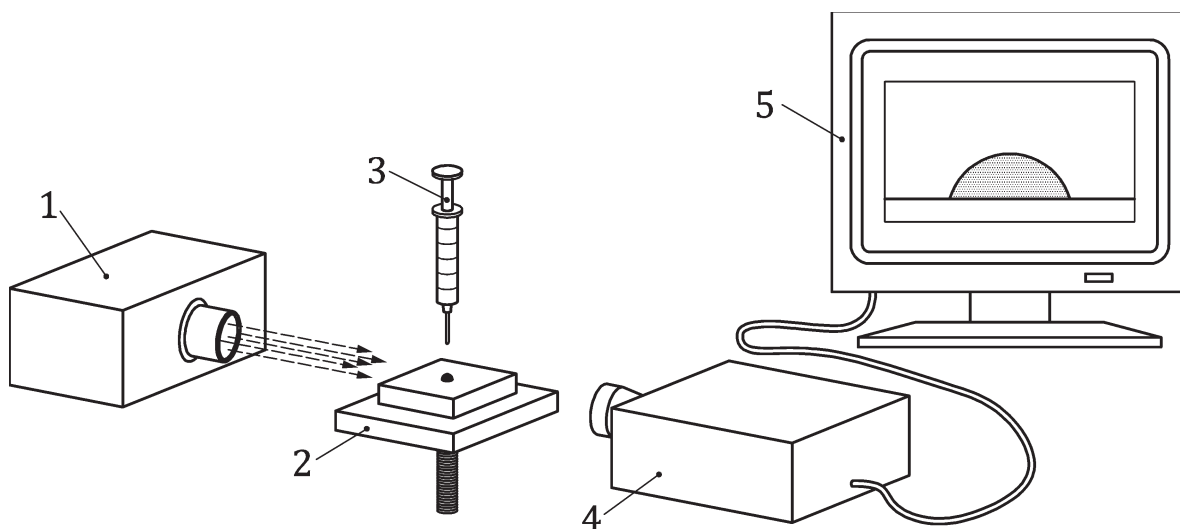
Jeweils mindestens drei Tropfen von mindestens zwei Prüfflüssigkeiten werden auf die ebene Probenkörperoberfläche dosiert. Bei jedem Tropfen wird der Kontaktwinkel gemessen. Aus den gemittelten Kontaktwinkeln jeder Flüssigkeit, ihren Oberflächenspannungen und deren polaren und dispersen Anteilen wird 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 bei Normklima, d. h. $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und $(50 \pm 5)\%$ relativer Luftfeuchte, eine Oberflächenspannung von mindestens $71,5\text{ mN/m}$ 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 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	Oberflächenspannung σ_l mN/m	Disperser Anteil σ_l^d mN/m	Polarer Anteil σ_l^p mN/m	Quelle
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 4 cm × 4 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