

DIN EN ISO 19403-7



ICS 87.040

Entwurf

Einsprüche bis 2019-09-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 55660-7:2014-10

**Beschichtungsstoffe –
Benetzbarkeit –****Teil 7: Messung des Kontaktwinkels bei Neigetischexperimenten
(Abrollwinkel) (ISO 19403-7:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19403-7:2019**

Paints and varnishes –
Wettability –

Part 7: Measurement of the contact angle on a tilt stage (roll-off angle) (ISO 19403-7:2017);
German and English version prEN ISO 19403-7:2019

Peintures et vernis –
Mouillabilité –

Partie 7: Mesurage de l'angle de contact sur un plan incliné (angle d'écroulement)
(ISO 19403-7:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19403-7:2019

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 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 19403-7:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19403-7:2019 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 3270	siehe	DIN EN 23270
ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618

Änderungen

Gegenüber DIN 55660-7:2014-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Status wurde durch Übernahme der Europäischen Norm EN ISO 19403-7 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 7: Messung des Kontaktwinkels bei Neigetischexperimenten (Abrollwinkel) (ISO 19403-7:2017)

Peintures et vernis — Mouillabilité — Partie 7: Mesurage de l'angle de contact sur un plan incliné (angle d'écroulement) (ISO 19403-7:2017)

Paints and varnishes — Wettability — Part 7: Measurement of the contact angle on a tilt stage (roll-off angle) (ISO 19403-7:2017)

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Geräte und Prüfmittel	7
6 Probenahme	9
7 Durchführung	9
7.1 Allgemeines zur Messung des Abrollwinkels	9
7.1.1 Aufstellen des Kontaktwinkelmesssystems	9
7.1.2 Prüfbedingungen	10
7.1.3 Konditionierung der Probenplatten	10
7.2 Messung	10
7.2.1 Allgemeines	10
7.2.2 Aufsetzen des Tropfens	10
7.2.3 Bestimmung des Abrollwinkels	11
8 Präzision	13
9 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Hinweise zur Probenahme und zur Probenbehandlung	15
A.1 Umgebungsbedingungen	15
A.2 Kontaminationsquellen und Reinigung	15
A.3 Elektrostatische Aufladung	15
Anhang B (informativ) Faktoren, die den Abrollwinkel beeinflussen	16
B.1 Neigegeschwindigkeit	16
B.2 Tropfenvolumen	16
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 19403-7:2017 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 19403-7:2019 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 19403-7:2017 wurde von CEN als prEN ISO 19403-7:2019 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.

Einleitung

Dynamische Kontaktwinkel beschreiben die Vorgänge an der Grenzfläche flüssig/fest während der Volumenvergrößerung (Fortschreitwinkel) oder -verkleinerung (Rückzugswinkel) eines liegenden Tropfens. Als Alternative zum statischen Verfahren (siehe ISO 19403-2) wird für den Fortschreitwinkel immer eine zuvor unbenetzte Stelle der Oberfläche benetzt. Für den Rückzugswinkel wird der Kontaktwinkel während der Entnetzung beobachtet. Aus der Differenz zwischen Fortschreitwinkel und Rückzugswinkel lassen sich Rückschlüsse auf die chemische Homogenität und Rauheit ziehen. Für die Bestimmung der Oberflächenenergie ist der Rückzugswinkel nicht geeignet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur dynamischen Messung des Abrollwinkels eines Flüssigkeitstropfens auf einer festen Oberfläche fest. Aus der dynamischen Messung können auch der Fortschreit- und der Rückzugswinkel des abrollenden Tropfens bestimmt werden. Der Abrollwinkel spielt eine Rolle bei der Beurteilung von z. B. „easy-to-clean“-Oberflächen oder Antihaftoberflächen.

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 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

Abrollwinkel

α_s

Neigewinkel der Festkörperoberfläche, bei dem ein auf ihr abgesetzter Flüssigkeitstropfen abrollt/abrutscht

3.2

Fortschreitwinkel

θ_a

Kontaktwinkel, der während des Fortschreitens des Dreiphasenpunktes gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise wird der Fortschreitwinkel für die Bestimmung der Grenzflächenenergie genutzt, wobei die Messung nahe am Zustand des thermodynamischen Gleichgewichtes erfolgen sollte. Dies wird annähernd erreicht, wenn zum Beispiel die Dosierate keinen Einfluss auf den Kontaktwinkel hat.

[QUELLE: ISO 19403-6:2017, 3.2]

3.3

Rückzugswinkel

θ_r

Kontaktwinkel, der während des Zurückziehens des Dreiphasenpunktes gemessen wird

[QUELLE: ISO 19403-6:2017, 3.3]

4 Kurzbeschreibung

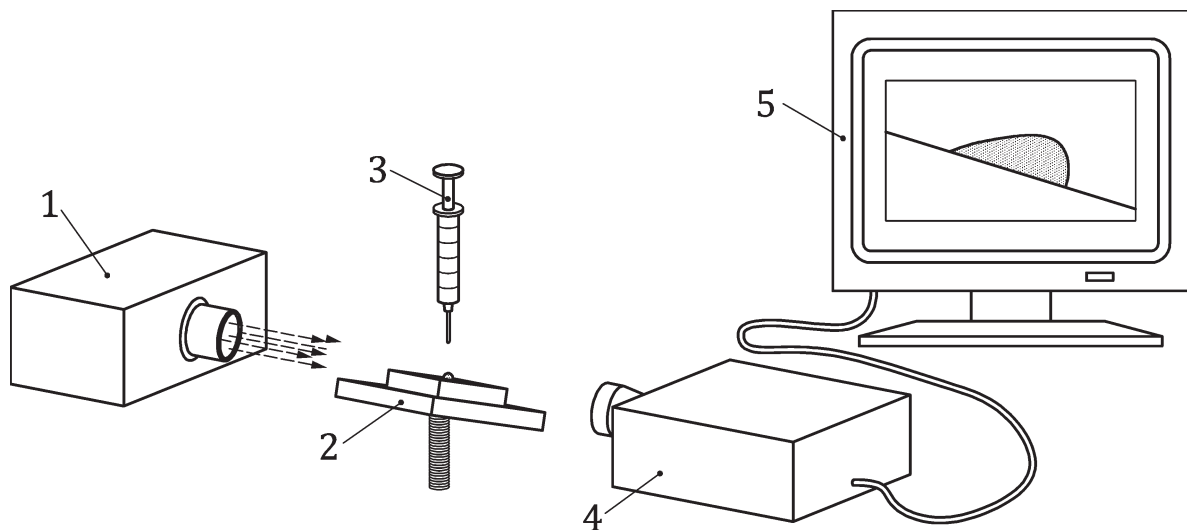
Ein Tropfen wird auf der zu prüfenden Oberfläche abgesetzt. Die Oberfläche wird mit konstanter Geschwindigkeit geneigt, bis der Tropfen abrollt/abrutscht. Der Fortschritt- und der Rückzugswinkel werden aus der zeitlichen Verfolgung des linken und rechten Dreiphasenpunktes bestimmt.

5 Geräte und Prüfmittel

Übliches Laborgerät zusammen mit Folgendem.

5.1 Kontaktwinkelmesssystem

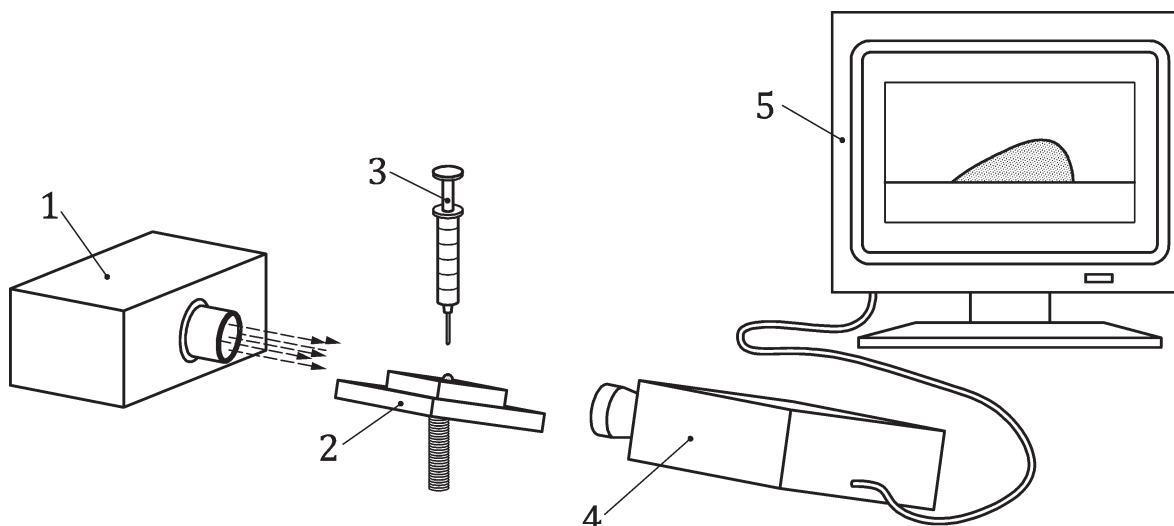
Beliebiges dem Stand der Technik entsprechendes Kontaktwinkelmessgerät mit Neigeeinrichtung, vorzugsweise ein System mit digitaler Bilderfassung und -analyse zur Messung des Kontaktwinkels. Im Bild 1 ist ein Beispiel eines Kontaktwinkelmesssystems schematisch dargestellt, bei dem nur der Probentisch geneigt wird. Bild 2 zeigt ein System, bei dem sowohl die Kamera als auch der Probentisch geneigt werden.



Legende

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

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Kontaktwinkelmesssystems, bei dem nur der Probentisch geneigt wird



Legende

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

Bild 2 — Schematische Darstellung eines Kontaktwinkelmesssystems, bei dem sowohl die Kamera als auch der Probentisch geneigt werden

Das Bilderfassungssystem sollte so ausgerichtet werden, dass sich der Tropfen im linken Drittel des Bildes befindet (wenn der Tisch nach rechts geneigt wird).

ANMERKUNG Das eingesetzte Gerät kann sich hinsichtlich des Lichtwegs und der Anordnung der Komponenten von der schematischen Darstellung unterscheiden.

5.2 Dosiereinheit

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

5.3 Prüfflüssigkeiten

Falls nicht anders vereinbart, mindestens eine der in Tabelle 1 vorgeschlagenen Prüfflüssigkeiten verwenden. 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 die Literaturwerte für die Oberflächenspannung σ_1 in Tabelle 1 angegeben. Es kann auch ein selbst gemessener Wert der Oberflächenspannung als Bezugswert herangezogen werden. Erfahrungsgemäß sollte der Messwert nicht mehr als ± 2 % vom Literaturwert oder dem selbst gemessenen Wert abweichen.

Die Prüfflüssigkeiten dürfen die Oberfläche nicht physikalisch oder chemisch beeinträchtigen. Sie dürfen keine merkliche Fließgrenze aufweisen.

ANMERKUNG 1 Eine merkliche Fließgrenze liegt vor, wenn sich die mit einer Kanüle herausgezogene Flüssigkeitslamelle nicht innerhalb einer vorgegebenen Zeit (z. B. 30 s) nivelliert.

Die Prüfflüssigkeiten dürfen während der Messung nicht vernetzen, keine Haut bilden und sich nicht verflüchtigen.

Flüssigkeiten mit einem Dampfdruck, der bei 30 °C höher als der von Wasser ist, müssen in der gesättigten Dampfphase gemessen werden.

Die verwendeten Prüfflüssigkeiten sollten größtmögliche Unterschiede bei den polaren und dispersen Anteilen der Oberflächenspannung aufweisen.

ANMERKUNG 2 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_l mN/m	Disperser Anteil σ_l^d mN/m	Polarer Anteil σ_l^p mN/m	Quelle (siehe Literaturhinweise)
Wasser	72,8	21,8	51,0	[6]
Diiodmethan	50,8	50,8	0,0	[6]
1,2-Ethandiol (Ethylenglykol)	47,7	30,9	16,8	[6]
1,2,3-Propantriol (Glycerin)	63,4	37,0	26,4	[6]
Hexadecan	27,6	27,6	0,0	[6]
1-Bromnaphtalin	44,6	44,6	0,0	[6]
Benzylalkohol	38,9	29,0	9,9	[7]
Decalin (Isomerengemisch)	30,6	30,6	0,0	[6]
cis-Decalin	32,2	32,2	0,0	[8]
trans-Decalin	29,9	29,9	0,0	[8]

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.

Hinweise zur Probenahme und Probenvorbereitung siehe Anhang A.

7 Durchführung

7.1 Allgemeines zur Messung des Abrollwinkels

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

Die Probenplatten vor dem Prüfen 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).

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 Es kann sinnvoll sein, die Funktion 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.

7.2.2 Aufsetzen des Tropfens

Die Dosierkanüle etwa 3 mm bis 6 mm oberhalb der Probenoberfläche positionieren. Das Tropfenvolumen richtet sich nach der verwendeten Flüssigkeit, der Probe und der Neigegeschwindigkeit und muss im Prüfbericht angegeben werden.

Einen Tropfen der Prüfflüssigkeit auf die Oberfläche aufbringen (siehe Bild 3).

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