

DIN EN ISO 4625-1



ICS 87.060.20

Entwurf

Einsprüche bis 2019-10-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 4625-1:2006-04

**Bindemittel für Beschichtungsstoffe –
Bestimmung der Erweichungstemperatur –
Teil 1: Verfahren mit Ring und Kugel (ISO/DIS 4625-1:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4625-1:2019**

Binders for paints and varnishes –
Determination of softening point –
Part 1: Ring-and-ball method (ISO/DIS 4625-1:2019);
German and English version prEN ISO 4625-1:2019

Liants pour peintures et vernis –
Détermination du point de ramollissement –
Partie 1: Méthode de l'anneau et de la bille (ISO/DIS 4625-1:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 4625-1:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-08-30 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 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 4625-1:2019 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 Arbeitsausschuss NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“ 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 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
IEC 60751	siehe	DIN EN 60751

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 4625-1:2006-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das automatisierte Verfahren wurde als Referenzverfahren eingestuft;
- b) eine Einleitung mit Informationen zu den drei Verfahren, die in den drei Teilen von ISO 4625 beschrieben sind, wurde hinzugefügt;
- c) den verwendeten Chemikalien wurden CAS-Nummern hinzugefügt;
- d) der Text wurde redaktionell überarbeitet, und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN 60751, *Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

— Leerseite —

**Bindemittel für Beschichtungsstoffe — Bestimmung der
Erweichungstemperatur — Teil 1: Verfahren mit Ring und Kugel
(ISO/DIS 4625-1:2019)**

Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement — Partie 1 : Méthode de l'anneau et de la bille (ISO/DIS 4625-1:2019)

Binders for paints and varnishes — Determination of softening point — Part 1: Ring-and-ball method (ISO/DIS 4625-1:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: 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	6
5 Probenahme und Herstellen von Probenkörpern	7
5.1 Probenahme	7
5.2 Herstellen von Probenkörpern nach dem Gießverfahren	7
5.2.1 Anwendungsbereich	7
5.2.2 Geräte	7
5.2.3 Durchführung	7
5.3 Herstellen von Probenkörpern aus Proben mit niedriger Erweichungstemperatur (bis zu 35 °C)	7
5.3.1 Geräte	7
5.3.2 Durchführung	8
6 Prüfmittel (Heizbad-Flüssigkeiten)	8
7 Automatisiertes Verfahren mit Ring und Kugel (Referenzverfahren)	9
7.1 Geräte	9
7.2 Kalibrierung	9
7.3 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur von 35 °C bis 80 °C	9
7.4 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur zwischen 80 °C und 150 °C	9
7.5 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur über 150 °C	9
8 Manuelles Verfahren mit Ring und Kugel (alternatives Verfahren)	10
8.1 Geräte	10
8.2 Kalibrierung	12
8.3 Durchführung	12
8.3.1 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur von 35 °C bis 80 °C	12
8.3.2 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur zwischen 80 °C und 150 °C	13
8.3.3 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur über 150 °C	13
8.3.4 Durchführung bei Stoffen mit einer Erweichungstemperatur unter 35 °C	13
9 Auswertung	13
10 Präzision und systematischer Fehler	14
10.1 Präzision des automatisierten Verfahrens	14
10.1.1 Allgemeines	14
10.1.2 Prüfergebnis	14
10.2 Präzision des manuellen Verfahrens	15
10.2.1 Allgemeines	15
10.2.2 Angaben zur Präzision	15
10.3 Systematischer Fehler	15
11 Prüfbericht	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4625-1:2019) 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 4625-1:2006 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4625-1:2019 wurde von CEN als prEN ISO 4625-1:2019 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.

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*, erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 4625-1:2004), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- das automatisierte Verfahren wurde als Referenzverfahren eingestuft;
- eine Einleitung mit Informationen zu den drei Verfahren, die in den drei Teilen von ISO 4625 beschrieben sind, wurde hinzugefügt;
- den verwendeten Chemikalien wurden CAS-Nummern hinzugefügt;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet, und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 4625 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.

Einleitung

Die Normenreihe ISO 4625 beschreibt drei weit verbreitete Durchführungen für die Messung der Erweichungstemperatur von Harzen auf Kolophoniumbasis; dieses Dokument das Verfahren mit Ring-und-Kugel, welches über viele Jahre als Standard akzeptiert war, und ISO 4625-2, das Mettler-Verfahren mit Becher und Kugel. Es wird ergänzt durch ISO 4625-3 ergänzt, das Mettler-Verfahren ohne die Kugel.

Dieses Dokument beschreibt immer noch das einzige genormte Verfahren, welches in Regelwerken wie 21CFR Title Food and Drugs herangezogen wird.

ISO 4625-2 und ISO 4625-3 sind beides sogenannte Mettler-Verfahren mit Becher und Kugel. Auch wenn sich die empfohlenen Prüfbedingungen unterscheiden, liegt der einzige Unterschied darin, dass nach ISO 4625-3 keine Kugel verwendet wird. Studien haben gezeigt, dass ISO 4625-2 das in den USA am weitesten verbreitete Verfahren ist und ISO 4625-3 das meistverbreitete in Europa. Diese Verfahren sind weniger zeitaufwendig als das manuelle Verfahren mit Ring und Kugel, und das die Geräte weniger kostspielig sind als für das automatisierte Verfahren mit Ring und Kugel.

Als Folge der thermoplastischen Eigenschaft der geprüften Harze sind die nach allen drei empfohlenen Verfahren erhaltenen Erweichungstemperaturen im allgemeinen nicht dieselben. Folglich sollten das Prüfverfahren und die Prüfbedingungen im Abschlussbericht angegeben werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zum Bestimmen der Erweichungstemperatur von Harzen (einschließlich Kolophonium) und ähnlichen Stoffen mit dem Ring-und-Kugel-Gerät fest.

Das Verfahren umfasst sowohl manuelle als auch automatisierte Arbeitsweisen zum Messen von Erweichungstemperaturen, wobei das automatisierte Verfahren das Referenzverfahren ist.

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 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

IEC 60751, *Industrial platinum resistance thermometer sensors*

ASTM E691, *Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618 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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Erweichungstemperatur

Temperatur, bei der eine Scheibe der Probe, die sich in einem waagerechten Ring befindet, unter dem Gewicht einer Stahlkugel um 25 mm durchgedrückt ist, nachdem die Probe mit einer festgelegten Aufheizgeschwindigkeit in einem Wasser-, Glycerin-, Siliconöl-, Ethylenglykol/Wasser- oder Glycerin/Wasser-Bad erhitzt wurde

4 Kurzbeschreibung

Im Allgemeinen erweichen Stoffe der im Abschnitt 1 erwähnten Art nicht bei einer bestimmten Temperatur. Mit steigender Temperatur verändern sich diese Stoffe allmählich von spröden oder ausgesprochen dickflüssigen und langsam fließenden Stoffen zu weicheeren Stoffen und Flüssigkeiten mit niedrigerer Viskosität. Aus diesem Grund muss die Erweichungstemperatur nach einem festgelegten und genau definierten Schiedsverfahren bestimmt werden, wenn die Ergebnisse vergleichbar sein sollen.

In diesem Prüfverfahren ist die Erweichungstemperatur als diejenige Temperatur definiert, bei der eine Scheibe der Probe, die sich in einem waagerechten Ring befindet, unter dem Gewicht einer Stahlkugel um 25 mm durchgedrückt ist, nachdem die Probe mit einer Geschwindigkeit von 5 °C/min in einem Wasser-, Glycerin-, Siliconöl-, Ethylenglykol/Wasser- oder Glycerin/Wasser-Bad erhitzt wurde.

5 Probenahme und Herstellen von Probenkörpern

5.1 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Produkt eine repräsentative Probe nehmen, wie in ISO 15528 beschrieben.

Die Probe muss aus frisch gebrochenen Stücken bestehen, die frei von oxidierten Oberflächen sind. Von Proben, die als kleine Stücke erhalten werden, die Oberflächenschicht der Stücke kurz vor ihrer Verwendung abkratzen, wobei zu vermeiden ist, dass feinteiliges Material oder Staub miterfasst werden.

5.2 Herstellen von Probenkörpern nach dem Gießverfahren

5.2.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren zum Herstellen von Probenkörpern ist für Harze (einschließlich Kolophonium) und andere Stoffe geeignet, die erhitzt und gegossen werden können, ohne dass sich ihre Erweichungstemperatur ändert.

5.2.2 Geräte

5.2.2.1 Behälter, in dem die Probe geschmolzen werden kann.

5.2.2.2 Messer oder Spatel.

5.2.2.3 Wärmeschrank, Heizplatte, Sandbad oder Ölbad.

5.2.3 Durchführung

Eine Menge der Probe (siehe 5.1), die mindestens doppelt so groß ist, wie zum Füllen der vorgesehenen Anzahl von Ringen (7.1.1) erforderlich ist, jedoch in keinem Fall weniger als 40 g, nehmen und unmittelbar in einem sauberen Behälter (5.2.2.1) unter Verwendung eines Wärmeschranks, einer Heizplatte, eines Sandbades oder eines Ölbad (5.2.2.3) unter Vermeidung örtlicher Überhitzungen schmelzen. Darauf achten, dass keine Luft in der Probe eingeschlossen wird. Die Probe vollständig schmelzen, aber nicht über die Mindesttemperatur hinaus erhitzen, die notwendig ist, um sie leicht gießen zu können. Die Zeitdauer vom Beginn des Erhitzens bis zum Gießen der Probe darf 15 min nicht überschreiten.

Bei Stoffen, die möglicherweise hitzeempfindlich sind, den Behälter mit der Probe beim Aufschmelzen ständig mit Stickstoff (N₂) überlagern.

Bei Stoffen, die zum Zersetzen oder Schrumpfen im Ring beim Abkühlen neigen, den Ring unmittelbar vor dem Füllen auf etwa die Temperatur vorheizen, bei der das Material gegossen werden soll. Der Ring muss beim Füllen auf einer geeigneten Metalloberfläche liegen. Eine ausreichende Menge der Probe so in den Ring gießen, dass nach dem Abkühlen ein Überschuss vorhanden ist. Mindestens 30 min abkühlen lassen und überschüssiges Material vom Rand des Ringes entfernen. Überschüssiges Material von der Oberseite des Ringes mit einem leicht erwärmten Messer oder Spatel (5.2.2.2) sauber abschneiden oder den Ring mit einer Zange fassen und die Oberseite des Probenstücks schnell und fest über eine erhitzte Metalloberfläche ziehen. Wenn die Bestimmung wiederholt wird, einen sauberen Behälter und eine frische Probenmenge verwenden.

5.3 Herstellen von Probenkörpern aus Proben mit niedriger Erweichungstemperatur (bis zu 35 °C)

5.3.1 Geräte

5.3.1.1 Aluminiumfolie.

5.3.1.2 CO₂ (fest) (Trockeneis) oder Tiefkühlfach.

5.3.1.3 Messer oder Spatel.