

DIN ISO/TS 14778

ICS 85.060

Einsprüche bis 2023-08-02

Entwurf**Papier und Pappe –
Messung des Wasserkontaktwinkels mittels optischer Methoden
(ISO/TS 14778:2021);
Text Deutsch und Englisch**

Paper and board –
Measurement of water contact angle by optical methods (ISO/TS 14778:2021);
Text in German and English

Papier et carton –
Mesurage de l'angle de contact de l'eau par des méthodes optiques (ISO/TS 14778:2021);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-06-02 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 npa@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 Papier, Pappe und Faserstoff (NPa), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Papier, Pappe und Faserstoff (NPa)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien	10
6 Geräte und Hilfsmittel	10
7 Probenahme	13
8 Klimatisierung	13
9 Vorbereitung der Proben	13
10 Durchführung	14
10.1 Allgemeines	14
10.2 Einlegen der Probe	14
10.3 Kalibrierung und Einstellung des Prüfgeräts	14
10.4 Messverfahren	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Wiederhol- und Vergleichpräzision	17
A.1 Allgemeines	17
A.2 Kontaktwinkel	17
Literaturhinweise	20

Bilder

Bild 1 — Messprinzip	10
Bild 2 — Allgemeine schematische Darstellung eines automatischen Kontaktwinkelmessgeräts	11

Tabellen

Tabelle A.1 — Abschätzung der Wiederholpräzision	17
Tabelle A.2 — Abschätzung der Vergleichpräzision	18

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Technischen Spezifikation ISO/TS 14778:2021, die vom Technischen Komitee ISO/TC 6 „Paper, board and pulps“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von SCC (Kanada) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 074-02-03 AA „Physikalisch-technische Prüfverfahren für Papier und Pappe“ im DIN-Normenausschuss Papier, Pappe und Faserstoff (NPa).

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Erfahrungen mit dieser Technischen Spezifikation sind erbeten:

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an npa@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Papier, Pappe und Faserstoff (NPa), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).

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

ISO 186	siehe	DIN EN ISO 186
ISO 187	siehe	DIN EN ISO 187

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 186, *Papier und Pappe — Probenahme zur Bestimmung der Durchschnittsqualität*

DIN EN ISO 187, *Papier, Pappe und Faserstoffe — Normalklima für die Vorbehandlung und Prüfung und Verfahren zur Überwachung des Klimas und der Probenvorbehandlung*

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 6, *Paper, board and pulps*, Unterkomitee SC 2, *Test methods and quality specifications for paper and board*, erarbeitet.

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 Wechselwirkung zwischen den flüssigen und den festen Phasen beeinflusst den Kontaktwinkel. Bei Kontaktwinkeln über 90° ergibt sich eine Situation, in der die Flüssigkeit vom Festkörper abgestoßen wird; bei Winkeln unter 90° ergibt sich eine durch Anziehungskraft geprägte Situation, in der die Flüssigkeit die Oberfläche benetzt. Die Größenordnung des Winkels über bzw. unter 90° zeigt den relativen Grad der Abstoßung oder Anziehung zwischen den beiden Phasen an.

Auf vielen Oberflächen variiert der Kontaktwinkel über die Dauer des Kontakts durch eine Kombination von Spreitung, Absorption (im Fall von porösen Substraten) und Verdampfung. Für die optische Messung des Kontaktwinkels stehen sowohl manuelle als auch automatische Geräte zur Verfügung. Automatische Geräte werden jedoch aus Gründen der Präzision und Schnelligkeit der Messung bevorzugt, und weil sie häufig für breiter gefächerte Kombinationen von Flüssigkeiten und Papier- oder Kartonproben eingesetzt werden können.

Die Kontaktwinkelmessung wird angewendet, um Voraussagen über die Wechselwirkung von Flüssigkeiten mit Papieroberflächen treffen zu können. In diesem Dokument wird die gängigste Form der Prüfung beschrieben, bei der Wasser als Prüfflüssigkeit verwendet wird. Aus den Daten werden häufig Rückschlüsse auf eine wahrscheinliche Wechselwirkung zwischen der Papieroberfläche und einer anderen Flüssigkeit mit vergleichbarer Oberflächenspannung und Viskosität gezogen. Inwieweit diese Rückschlüsse zutreffen, sollte nach Möglichkeit stets geprüft werden.

Dennoch wird die Messung des Kontaktwinkels in vielen Bereichen der Industrie als Voraussageinstrument eingesetzt, zum Beispiel:

- a) zur Beurteilung der Beschriftungs-, Linierungs- oder Druckqualität von Tinten auf Wasser- oder Lösemittebasis (z. B. im Tintenstrahl-, Tief- oder Flexodruck);
- b) bei Klebeanwendungen;
- c) bei Nass-in-Nass-Druck im Offsetverfahren;
- d) bei Folienkaschierungen unter Wärmeentwicklung;
- e) bei Sperr- oder Trennbeschichtungen;
- f) bei Beschichtungsanwendungen.

In einigen Fällen werden Messungen des Kontaktwinkels eingesetzt, um zwei oder drei Komponenten der Oberflächenenergie des Papiers oder Kartons zu berechnen, wofür die Verwendung von zwei bzw. drei Flüssigkeiten mit bekannter Oberflächenspannung erforderlich ist. In solchen Fällen werden die für die Komponenten der Oberflächenenergie berechneten Werte mit den für die Analyse gewählten Flüssigkeiten in Beziehung gesetzt [1]. Dies wird in diesem Dokument nicht behandelt.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren wird in einigen Fällen auch als Verfahren mit dem „statischen“ oder sogar „liegendem Tropfen“ („sessile drop“) bezeichnet, da der Tropfen auf vielen Oberflächen statisch und im Gleichgewicht mit der Papieroberfläche und der Luft bleibt. Auf Papier- und Kartonoberflächen ändert der Tropfen jedoch aufgrund von Sorptions- und Benetzungserscheinungen häufig seine Größe über die Zeit. Deshalb bezeichnen einige Gerätehersteller und Forscher die in diesem Dokument beschriebene automatische optische Technik als Messung des „dynamischen“ Kontaktwinkels.

In diesem Dokument wird der Begriff „dynamisch“ nicht verwendet, da diese Benennung zur Verwechslung einer Messung, die sich in Bezug auf die Zeit ändert, mit einer Messung führt, die sich aufgrund eines Schergefälles ändert. Zum Beispiel ist das Verfahren zur Messung des Kontaktwinkels mit der Willhelmy-Platte, bei dem die Kraft gemessen wird, die erforderlich ist, um einen Feststoff in einen Flüssigkeitsbehälter zu drücken und wieder herauszuziehen, ein echtes „dynamisches“ Verfahren [2].

Ebenso wird in diesem Dokument nicht die Situation behandelt, in der ein Tropfen auf eine horizontale Fläche gesetzt wird, die anschließend geneigt wird, sodass der Tropfen durch die Schwerkraft eine asymmetrische Form annimmt und sich dann in Bewegung setzt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur optischen Bestimmung des Kontaktwinkels zwischen Wasser und der Oberfläche von Papier und Karton fest, bei dem der Prozess der Tropfenbildung, der Aufbringung auf ebene Substrate oder der Messung der Tropfenform in Kontakt mit dem Festkörper durch ein automatisches Gerät durchgeführt wird.

Die Grenzen der Messung werden durch die Fähigkeiten der eingesetzten Messgeräte bestimmt. Die in diesem Dokument definierten Funktionen der Messgeräte umfassen den Einsatz eines digitalen Bilderfassungssystems, das mit mindestens 50 Bildern je Sekunde arbeitet und in der Lage sein muss, die erste Messung nach höchstens 20 ms bis 40 ms des Kontakts zwischen Tropfen und Substrat durchzuführen.

Das Prüfverfahren ist auf die meisten Papier- und Kartonsorten anwendbar, kann jedoch bei strukturierten Werkstoffen nicht angewendet werden.

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 186, *Paper and board — Sampling to determine average quality*

ISO 187, *Paper, board and pulps — Standard atmosphere for conditioning and testing and procedure for monitoring the atmosphere and conditioning of samples*

ISO 13530, *Water quality — Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Basislinie

Berührungslinie zwischen Wassertropfen und Papier- oder Kartonoberfläche, die mit optischen Mitteln bestimmt wird und als die Ebene gilt, von der aus der Kontaktwinkel gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die genaue Messung des Kontaktwinkels erfordert eine genaue Bestimmung der Basislinie. Für eine möglichst genaue Einschätzung der Basislinie durch das optische System ist es unter Umständen erforderlich, die Kamera so zu neigen, dass sie den Tropfen nicht direkt von der Seite (0°), sondern leicht von oben in einem flachen Winkel (typischerweise 0° bis 3° zur Horizontalen) erfasst. Erfahrungsgemäß hat diese kleine Änderung des Aufsichtswinkels keinen Einfluss auf den gemessenen Kontaktwinkelwert, kann aber die Erkennung der Basislinie verbessern [3].

3.2

Kontaktwinkel

θ

Winkel zu einer *Basislinie* (3.1), der durch eine an der Tropfenkontur anliegende Tangente durch einen der Dreiphasenpunkte bei der angegebenen Kontaktzeit gebildet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Kontaktwinkel wird in Grad (°) angegeben.

3.3

Kontaktzeit

Dauer des Kontakts bzw. der Kontakte zwischen Wassertropfen und Probenoberfläche, die durch die Zeitspanne vom Auslösen des Zeitmessmechanismus bis zum Zeitpunkt der automatischen Messung bestimmt wird

3.4

Tropfenhöhe

H

Abstand der Oberseite des Tropfens, der die Probe berührt, gemessen von der *Basislinie* (3.1) bei der angegebenen *Kontaktzeit* (3.3)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Tropfenhöhe wird in Millimeter angegeben.

3.5

Durchmesser der Tropfengrundfläche

D

größte Breite der Grundfläche des Tropfens im Kontakt zur Probenoberfläche, gemessen entlang der *Basislinie* (3.1) bei der angegebenen *Kontaktzeit* (3.3)

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Durchmesser der Tropfengrundfläche wird in Millimeter angegeben.

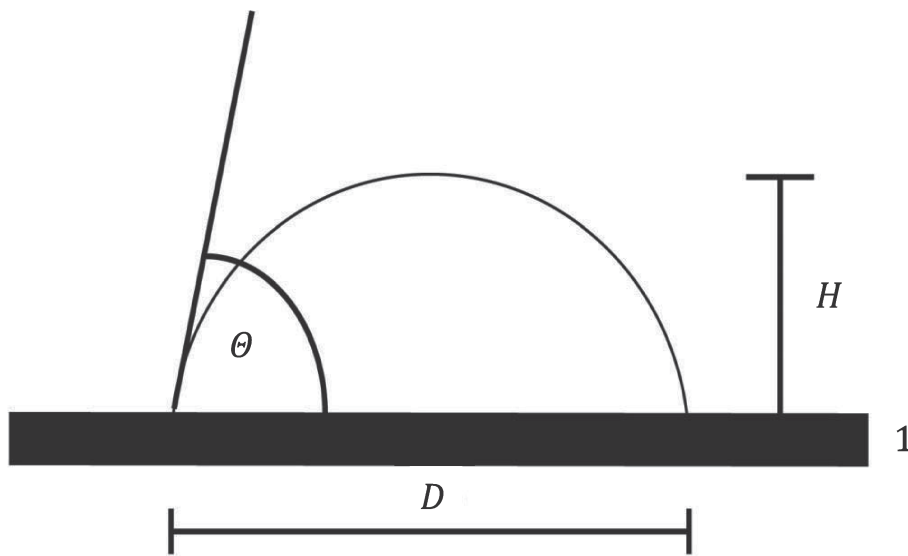
3.6

Dreiphasenpunkt

Schnittpunkt der Grenzlinien von flüssig zu fest, flüssig zu gasförmig und fest zu gasförmig

4 Kurzbeschreibung

Ein Wassertropfen wird auf die horizontale, ebene Oberfläche von Papier oder Karton aufgebracht und der Kontaktwinkel, den der Tropfen zum Probenwerkstoff bildet, wird mithilfe optischer digitaler Bilderfassung ermittelt.



Legende

- 1 Substrat
- D Durchmesser der Tropfengrundfläche
- H Tropfenhöhe
- θ Kontaktwinkel

Bild 1 — Messprinzip

5 Reagenzien

5.1 Destilliertes Wasser, mit einer Oberflächenspannung von mindestens 72 mN/m bei 23 °C, wie in ISO 13530 angegeben.

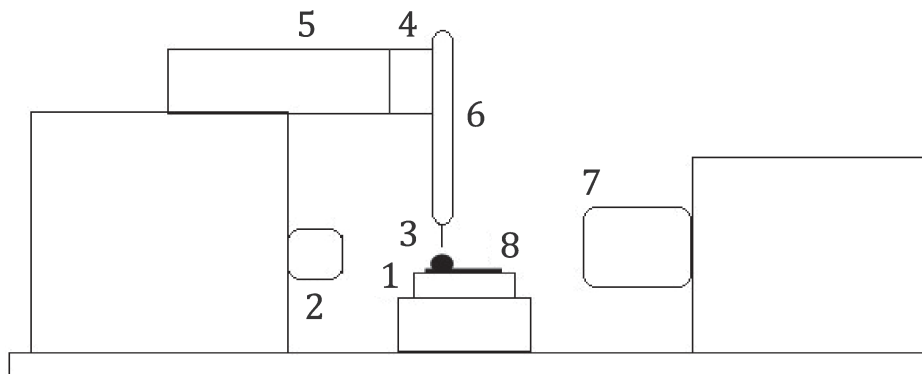
ANMERKUNG 1 Dieses Verfahren kann mit anderen Flüssigkeiten angewendet werden, sofern diese durch das in diesem Dokument beschriebene Flüssigkeitszuführsystem (6.1.3) in Form eines Tropfens aufgebracht werden können und sofern sie nicht zu einer erheblichen Quellung des Substrats während der Messung führen, wodurch die Basislinie nicht mehr bestimmt werden kann. Außerdem kann bei Flüssigkeiten mit hohem Dampfdruck die Verdampfungsgeschwindigkeit zu hoch sein, um diese Technik anwenden zu können, es sei denn, die Prüfung wird in einer dampfgesättigten Atmosphäre durchgeführt (z. B. in einer geschlossenen Glasküvette mit einigen Tropfen Lösemittel). Die mit anderen Flüssigkeiten ermittelten Kontaktwinkelwerte sind nicht mit den mit Wasser ermittelten Werten vergleichbar.

ANMERKUNG 2 Einige Kontaktwinkelmessgeräte (6.1) bieten die Möglichkeit, Flüssigkeiten vor der Tropfenbildung zu erwärmen. Das Erwärmen verändert sowohl die Oberflächenspannung als auch die Viskosität, die beide den Kontaktwinkel beeinflussen können. Das Erwärmen der Flüssigkeit stellt eine Abweichung von der Norm dar.

ANMERKUNG 3 Viele Kontaktwinkelmessgeräte (6.1) sind auch in der Lage, die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten zu messen, und können zur Untersuchung der Oberflächenspannung von Wasser verwendet werden. Es wird empfohlen, das Wasser regelmäßig auf Verunreinigungen zu prüfen, da diese gegebenenfalls unmittelbare Auswirkungen auf die Kontaktwinkelmesswerte haben.

6 Geräte und Hilfsmittel

6.1 Kontaktwinkelmessgerät.



Legende

- 1 Auflageplatte
- 2 Lichtquelle
- 3 Tropfen
- 4 Pumpe
- 5 Flüssigkeitsbehälter
- 6 Tropfendosiersystem
- 7 Videokamera
- 8 Substrat

Bild 2 — Allgemeine schematische Darstellung eines automatischen Kontaktwinkelmessgeräts

Für die optische Bestimmung von Kontaktwinkeln auf einem horizontalen, ebenen Substrat wird jeder Gerätetyp verwendet, der die in Bild 2 dargestellte allgemeine Geometrie aufweist und darüber hinaus den Anforderungen der folgenden Unterabschnitte entspricht.

ANMERKUNG Diese schematische Darstellung ist nicht dazu gedacht, alle möglichen Prüfanordnungen zu beschreiben. Dementsprechend sind auch Geräte ohne Auflageplatte, mit separatem Flüssigkeitsbehälter, Geräte einer anderen Bauart oder mit anderer Anordnung der Bilderfassung zulässig.

6.1.1 Auflageplatte mit Haltemechanismus (Legende Punkt 1), zur Sicherung der Probe und Aufrechterhaltung der flachen Lage der Probe während der gesamten Dauer der Prüfung. Die Auflageplatte muss horizontal angeordnet sein.

ANMERKUNG Die „Auflageplatte“ kann eine Tischplatte und der Halter kann das Gehäuse des Geräts sein.

6.1.2 Lichtquelle (Legende Punkt 2), die in der Lage ist, den Tropfen zu beleuchten, gegebenenfalls mit geeigneten Wärmefiltern, um ein Erwärmen der Probe oder des Wassertropfens auszuschließen. Die Beleuchtung muss das gesamte Sichtfeld gleichmäßig ausleuchten.

6.1.3 Flüssigkeitszuführsystem (Legende Punkt 5), bestehend aus einem Wasserbehälter und einem Dosiermechanismus, der in der Lage ist, einen Wassertropfen mit bekanntem Volumen mit einer Grenzabweichung von $\pm 10\%$ zu erzeugen. Wenn das Volumen des Tropfens durch die Dosierung bestimmt wird, muss darauf geachtet werden, dass keine Luftblasen vorhanden sind, da diese zu erheblichen Fehlern bei der Volumenbestimmung führen.

ANMERKUNG 1 Das Volumen bezieht sich auf den am Ende einer Kapillare erzeugten Tropfen, nicht unbedingt auf das auf die Oberfläche der Probe aufgebrachte Volumen. Nach der Abgabe des Tropfens verbleibt immer ein kleiner Teil des Wassers an der Kapillare, dessen Menge vom verwendeten Wasser, dem Kapillardurchmesser, dem Kapillartyp und -werkstoff sowie der Technik der Tropfendosierung abhängt.

ANMERKUNG 2 Das Dosiervolumen und die Vergleichpräzision des Dosiersystems können mithilfe einer undurchlässigen Referenzoberfläche überprüft werden.