



DIN-Fachbericht 143

Moderne rheologische Prüfverfahren –
Teil 1: Bestimmung der Fließgrenze –
Grundlagen und Ringversuch

Modern rheological test methods –
Part 1: Determination of the yield point –
Fundamentals and comparative testing methods

Méthodes d'essai rhéologiques modernes –
Partie 1: Détermination de la limite d'écoulement –
Principes et essais interlaboratoires

ICS 17.060; 87.060.10

Vorwort

Der DIN-Fachbericht 143 wurde im Arbeitskreis „Rheologie“ der Normenausschüsse Pigmente und Füllstoffe (NPF) sowie Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. erarbeitet.

Ziel des Arbeitskreises war es, den Experten der Pigment- und Lackindustrie eine Anleitung zur Probenvorbereitung zu geben. Außerdem werden die erforderlichen Randbedingungen (Stehzeiten usw.) erläutert. Es wird beschrieben, wie zu Kalibrieren und zu Messen ist; darüber hinaus werden Informationen zum Einfluss der jeweiligen zu prüfenden Substanz in Bezug auf die Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse gegeben. Da die rheologischen Eigenschaften stark von den einzelnen Produkten abhängig sind, erschien es dem Arbeitskreis nicht sinnvoll, eine allgemein gültige Norm zur Bestimmung der Fließgrenze zu erstellen, sondern die Ergebnisse umfangreicher Ringversuche in Form eines Fachberichtes zu veröffentlichen.

Dieser Fachbericht wird zweisprachig in Deutsch und Englisch veröffentlicht, um die Arbeitsergebnisse auch für Experten außerhalb des deutschen Sprachraumes zugänglich zu machen.

Berlin, im April 2005

Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF) im DIN

Gesamtumfang 36 Seiten

— Leerseite —

**DIN Fachbericht Nr. 143
des NPF/NAB-AK 21.1 „Rheologie“
(Pigmente und Füllstoffe)**

**Moderne rheologische Prüfverfahren
Teil 1: Bestimmung der Fließgrenze
Grundlagen und Ringversuch**

Zusammenfassung

Um Fließgrenzen verschiedener Produkte eindeutig charakterisieren zu können, müssen für jede Substanzklasse stets eigene detaillierte Verfahrensvorgaben erarbeitet werden. Es ist nicht in jedem Fall möglich, mit einer generalisierten Messvorschrift einen weiten rheologischen Messbereich zu erfassen.

Ziel dieser Arbeit war es, eine Methode zur Bestimmung der Fließgrenze von Lacken bzw. Dispersionen zu finden und ihre Anwendbarkeit erfolgreich zu prüfen. Hierbei zeigte sich als ein Ergebnis, dass die mittlerweile vorhandene Referenzsubstanz der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) sehr gut von allen Labors reproduzierbar gemessen werden konnte.

Die Ergebnisse der Ringversuche wurden von folgenden Mitgliedern des Arbeitskreises „Rheologie“ innerhalb des Normenausschusses „Pigmente und Füllstoffe“ (NPF/NAB-AK 21.1) in diesem Fachbericht zusammengefasst:

Harro Bauer, Elke Fischle, Lothar Gehm, Wolfgang Marquardt, Thomas Mezger und Michael Osterhold

Erste Ideen und Vorversuche wurden hierzu bereits in den Jahren 2000 und 2001 entwickelt, um die bestmöglichen Bedingungen für die eigentlichen Messungen zu erarbeiten und um geeignete Proben zu finden, die einen weiten und für die Industrie interessanten rheologischen Bereich abdecken sollten.

In ersten Vorversuchen wurden unterschiedliche Wasserbasislacke mit kleinen und Dispersionen mit deutlich höheren Fließgrenzen untersucht. Hierbei zeigte sich, dass einzelne Methoden (z. B. dynamische Versuche in Oszillation und Stressrampen) erstaunlich gute qualitative Zusammenhänge aufwiesen. Andererseits wurde von einzelnen Teilnehmern des Ringversuches über Probleme bei der Probenvorbereitung berichtet. Darüber hinaus stießen automatische Auswertemethoden an ihre Grenzen, wenn vom Bediener nicht in vorgegebene Auswerterroutinen eingegriffen werden konnte (z. B. Fließgrenzenbestimmung mit der Tangenten-Schnittpunktmethode). Weiterhin erwiesen sich im Rahmen der Vorversuche bestimmte Messmethoden für die untersuchten Proben als ungeeignet und wurden nicht weiterverfolgt (u. a. Methode der max. Viskosität, Flügeldrehkörper-Methode). So war auch die Fließgrenzenbestimmung über eine Stressrampe mit im linearen Maßstab ansteigenden Schubspannungsschritten nicht hilfreich, da bei diesem Ver-