

Bestimmung der Auslaufzeit mit dem DIN-Becher

DIN 53 211

Paints, varnishes and similar coating materials;
determination of the flow time by the DIN cup

Ersatz für Ausgabe 04.74

Peintures, vernis et préparations assimilées;
détermination du temps d'écoulement par la coupe DIN

1 Zweck und Anwendungsbereich

Die Bestimmung der Auslaufzeit von Lacken¹⁾, Anstrichstoffen¹⁾ und ähnlichen Beschichtungsstoffen¹⁾ dient dazu, eine Kennzahl zu erhalten, mit der das Fließen solcher Stoffe einfach und für Betriebszwecke ausreichend beurteilt werden kann.

Der DIN-Becher ist nicht für kürzere Zeiten als 25 Sekunden (entsprechend etwa 90 mm²/s) geeignet. Hierfür soll einer der ISO-Becher nach DIN ISO 2431 verwendet werden. Er soll auch nicht zur Bestimmung der Auslaufzeit von solchen Stoffen verwendet werden, deren Auslaufzeit über 150 Sekunden (entsprechend etwa 700 mm²/s) liegt.

2 Begriff

Auslaufzeit ist die nach dieser Norm ermittelte Zeitdauer in Sekunden, welche die Flüssigkeit braucht, um aus dem DIN-Becher auszulaufen.

Sie wird mit einer Kennzahl, die dem Wert der Auslaufzeit entspricht, und dem Zusatz „DIN-Sekunden“ angegeben, z. B. 53 DIN-Sekunden.

3, Probenahme und Vorbereitung der Prüfung

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird nach DIN 53 225 eine Durchschnittsprobe genommen. Die Probe muß frei von Verunreinigungen sein. Sie wird in ein Probenvorratsgefäß gefüllt, das sofort anschließend luftdicht verschlossen wird. Mit der Bestimmung der Auslaufzeit wird so lange gewartet, bis die Probe keine Luftblasen mehr enthält.

Bezüglich Temperatur von Probe und Auslaufbecher siehe Abschnitt 6.1.

4 Anzahl der Bestimmungen

Die Auslaufzeit wird zweimal bestimmt, und zwar jedesmal mit einer neuen Probe aus dem Probenvorratsgefäß.

5 Prüfgerät

5.1 DIN-Becher²⁾

5.1.1 Der DIN-Becher nach dieser Norm hat ein Volumen von 100 ml ± 1 ml und eine fest eingebaute Auslaufdüse (siehe Bild 1; die in der Darstellung angegebenen Maße sind Richtwerte für den Hersteller des Bechers). Er besteht aus einem gegenüber den zu prüfenden Flüssigkeiten unempfindlichen Werkstoff; falls nichts anderes vereinbart ist, aus einer Aluminiumlegierung mit eloxierter Oberfläche.

5.1.2 Die Auslaufdüse (siehe Bild 1) besteht aus nicht-rostendem Stahl und ist innen poliert. Sie hat einen Innendurchmesser von 4 mm mit ISO-Toleranzfeld JS 9³⁾ und eine Länge von 4 mm ± 0,02 mm. Ihre Einlaufkante soll einen Rundungsradius von mindestens 0,2 mm und höchstens 0,4 mm haben.

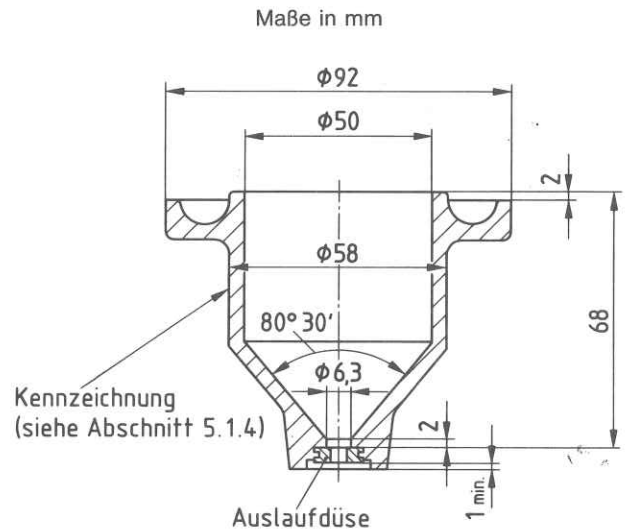


Bild 1. DIN-Becher DIN 53 211-4

Bezeichnung des DIN-Bechers zur Bestimmung der Auslaufzeit, mit einer Düse von 4 mm Innendurchmesser:

DIN-Becher DIN 53 211 - 4

5.1.3 Der DIN-Becher muß mit Mineralölen bekannter kinematischer Viskosität (siehe Anmerkung zu Abschnitt 8) Auslaufzeiten ergeben, die von der Normkurve nach Bild 2 nicht mehr als 3 % abweichen. Hierbei ist die Meßtemperatur auf 0,1 °C einzuhalten.

- 1) Begriffe Lack, Anstrichstoff und Beschichtungsstoff siehe DIN 55 945
- 2) Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30.
- 3) Das ISO-Toleranzfeld JS 9 bedeutet für 4 mm Grenzabmaße von ± 0,015 mm, siehe DIN 7161.

Fortsetzung Seite 2 bis 5

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Der analytische Ausdruck der gezeichneten Normkurve lautet als Zahlenwertgleichung:

$$v = 4,57 t - 452/t; \quad t = \frac{v}{9,14} + \sqrt{98,9 + \left(\frac{v}{9,14}\right)^2}$$

v kinematische Viskosität in mm^2/s
 t Auslaufzeit in s

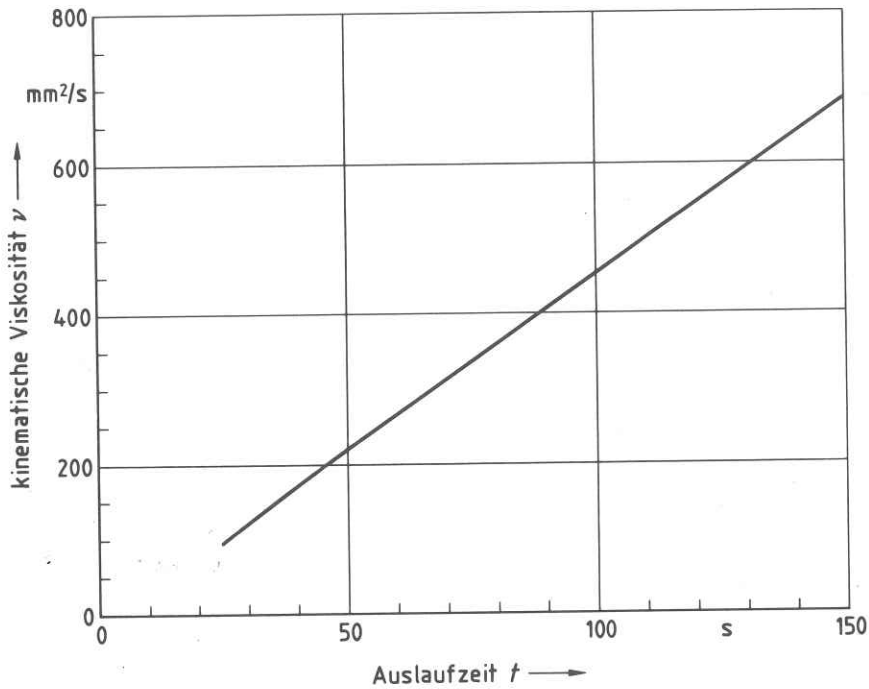


Bild 2. Normkurve für Prüfung der DIN-Becher DIN 53211-4

Die Gleichungen gelten für Temperaturen zwischen 15 °C und 25 °C.

5.1.4 Nur DIN-Becher, die vom Hersteller auf Einhaltung dieser Norm geprüft worden sind, dürfen an einer Stelle (siehe Bild 1) durch die Angabe nach Bild 3 gekennzeichnet sein, wobei Hersteller, Herstellnummer und das Herstelljahr angegeben sein müssen. Diese Beschriftung muß haltbar ausgeführt sein.

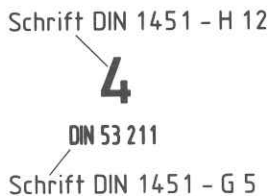


Bild 3. Ausführung der Beschriftung

Der Nachweis der Prüfung ist durch ein Werkzeugezeugnis nach DIN 50 049 zu erbringen.

5.2 Thermometer

mit einem Skalenteilungswert von mindestens 0,2 °C, z.B. Feinthermometer nach DIN 12 775.

5.3 Stativ

5.4 Glasplatte

mit gerundeten (geschliffenen) Kanten.

5.5 Zeitmeßgerät

Stoppuhr mit einem Skalenteilungswert von 0,2 Sekunden oder kleiner und einer Fehlergrenze von 0,1 %, bezogen auf 60 Minuten oder elektronisches Zeitmeßgerät mit höchstens gleicher Fehlergrenze.

6 Durchführung

6.1 Die Temperatur der nach Abschnitt 3 vorbereiteten Probe und des DIN-Bechers muß, vor und beim Messen der Auslaufzeit, $(23 \pm 0,5)$ °C betragen (wenn nichts anderes vereinbart ist, z. B. 20 °C). Werden (z. B. in Liefervereinbarungen und Abnahmebedingungen) andere Temperaturen und Grenzabweichungen vereinbart, so sind sie zusammen mit dem Meßergebnis anzugeben (siehe Abschnitt 7).

Anmerkung: In der Verordnung über brennbare Flüssigkeiten (VbF) ist als Meßtemperatur $(20 \pm 0,5)$ °C für die dort genannten Auslaufzeiten festgelegt. Halten Proben die geforderten Mindestauslaufzeiten bei 23 °C ein, so erfüllen sie diese Bedingung auch bei 20 °C. Eine Umrechnung von bei 23 °C gemessenen Auslaufzeiten auf 20 °C ist nur möglich, wenn die Abhängigkeit der Auslaufzeit des zu prüfenden Stoffes von der Temperatur bekannt ist. Da die Auslaufzeit in hohem Maße von der Temperatur der Probe abhängt, ist größte Sorgfalt darauf zu legen, daß die vorgeschriebene Temperatur während der ganzen Dauer der Messung eingehalten wird. Die Temperatur des DIN-Bechers kann durch Ummantelung mit einem Thermostaten besser konstant gehalten werden.

6.2 Der DIN-Becher wird an dem Stativ so befestigt, daß seine Oberkante waagrecht ausgerichtet ist. Die Auslaufdüse wird mit einem Finger verschlossen, und die blasenfreie Probe wird so in den DIN-Becher gefüllt, daß die Flüssigkeit über die Innenkante des Becherrandes läuft. Beim Füllen dürfen keine Luftblasen in die Probe gelangen. Dann wird die Glasplatte so über den Becherrand geschoben, daß dabei keine Luftblasen zwischen Glasplatte und Probenoberfläche auftreten. Die Glasplatte wird danach waagrecht über den Becherrand weggezogen, wobei anhaftende Flüssigkeit am Becherrand abgestrichen wird.

6.3 Gleichzeitig mit der Freigabe der unteren Öffnung der Auslaufdüse beginnt die Messung der Auslaufzeit; sie wird beendet, sobald der Flüssigkeitsfaden unter der Auslaufdüse zum erstenmal abreißt.

Anmerkung: Sofort nach dem Messen (vor Antrocknen der Probe) wird der DIN-Becher sorgfältig gereinigt (Reinigung nicht mit metallischen oder anderen harten Gegenständen, sondern z. B. mit Putzlappen oder weicher Bürste und Lösemittel). Besonders sorgfältig und schonend ist die Auslaufdüse zu reinigen. Nur tadellos saubere und unbeschädigte DIN-Becher mit einwandfreier Auslaufdüse lassen eine normgerechte Prüfung zu.

7 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- Art und Bezeichnung der untersuchten Flüssigkeit;
- einen Hinweis auf diese Norm;
- Meßtemperatur auf 0,2 °C;
- Auslaufzeit
Mittelwert (auf ganze Zahlen gerundet), z. B. „53 DIN-Sekunden“, in Schiedsfällen auch Einzelwerte (auf 0,2 Sekunden gerundet);

Zitierte Normen und andere Unterlagen

| | |
|-------------------|---|
| DIN 1451 Teil 4 | (z. Z. Entwurf) Schriften; Serifenlose Linear-Antiqua; Schablonenschrift für Gravieren und Schreiben |
| DIN 7161 | ISO-Abmaße für Innenmaße (Bohrungen), für Nennmaße von 1 bis 500 mm |
| DIN 12 775 | Laborgeräte aus Glas; Laborthermometer; Skalenwerte 0,1 °C, 0,2 °C und 0,5 °C |
| DIN 50 049 | Bescheinigungen über Materialprüfungen |
| DIN 51 848 Teil 1 | Prüfung von Mineralölen; Präzision von Prüfverfahren; Allgemeines, Begriffe und ihre Anwendung auf Mineralölnormen, die Anforderungen enthalten |
| DIN 53 225 | Prüfung von Anstrichstoffen; Probenahme |
| DIN 55 945 | Lacke, Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe; Begriffe |
| DIN ISO 2431 | Lacke, Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe; Bestimmung der Auslaufzeit mit ISO-Bechern; Identisch mit ISO 2431, Ausgabe 1984 |

Verordnung über Anlagen zur Lagerung, Abfüllung und Beförderung brennbarer Flüssigkeiten zu Lande (Verordnung über brennbare Flüssigkeiten – VbF) vom 3. 5. 1982 – BGBl. I, S. 569

Weitere Unterlagen

Internationale Ordnung für die Beförderung gefährlicher Güter mit der Eisenbahn (RID) – Anlage I

Europäisches Übereinkommen über die internationale Beförderung gefährlicher Güter auf der Straße (ADR) – Anlagen A und B
International Maritime Dangerous Goods Code (IMDG), Recommendations of the Intergovernmental Maritime Consultative Organizations

Transport of Dangerous Goods Recommendation prepared by United Nations (UN)

Verordnung über die innerstaatliche und grenzüberschreitende Beförderung gefährlicher Güter auf Straßen (Gefahrgutverordnung Straße – GGVS) vom 22. 7. 1985 – BGBl. I, S. 1550

Verordnung über die innerstaatliche und grenzüberschreitende Beförderung gefährlicher Güter mit Eisenbahnen (Gefahrgutverordnung Eisenbahn – GGVE) vom 22. 7. 1985 – BGBl. I, S. 1560

Verordnung über die Beförderung gefährlicher Güter mit Seeschiffen (GGVSee) vom 27. 6. 1986 – BGBl. I, S. 961

- Abweichungen vom Mittelwert, wenn diese größer als 2 % sind;
- jede vereinbarte oder sonstige Abweichung von dem festgelegten Verfahren;
- Prüfdatum.

8 Präzision

(Nach DIN 51 848 Teil 1)

Wiederholbarkeit: 4 %

Vergleichbarkeit: 10 %

Anmerkung: Die Wiederholbarkeit ist aufgrund der für die Temperatur in Abschnitt 6.1 gegebenen Grenzabweichungen von $\pm 0,5$ °C und der Temperaturabhängigkeit der Viskosität auf 4 % begrenzt worden. Die Grenze ist ohne weiteres einzuhalten, wenn die zu prüfenden Stoffe normales Fließverhalten besitzen. Für die Vergleichbarkeit wurden 10 % festgelegt in Anbetracht der zugelassenen Grenzabweichung der DIN-Becher von der Normkurve (± 3 %). Die Ursache für größere Schwankungen der Meßergebnisse kann im Verdunsten leichtflüchtiger Anteile liegen. Sie kann ferner in nichtnormalem Fließen (nichtnewtonsches Verhalten, Thixotropie) begründet sein (siehe auch Hinweise in den Erläuterungen). Wenn die Auslaufzeit nicht im Zusammenhang mit einer Gefährklasse ermittelt wird, wird das Fließverhalten thixotroper Flüssigkeiten zweckmäßig mit einem Rotationsviskosimeter bestimmt.

9 Schiedsuntersuchungen

Für Schiedsuntersuchungen dürfen nur amtlich geprüfte DIN-Becher DIN 53 211 – 4, zusammen mit geeichten Thermometern, verwendet werden.

Frühere Ausgaben

DIN 53 211: 07.41, 06.62x, 12.70, 04.74

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe April 1974 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Für die Messung der Auslaufzeit von Stoffen außerhalb des Bereiches von 25 bis 150 Sekunden wurde auf die ISO-Becher nach DIN ISO 2431 verwiesen.
- Zum Vergleich der Meßbereiche der verschiedenen Auslaufbecher nach DIN 53 211 und DIN ISO 2431 wurde ein Diagramm aufgenommen.
- Es wurde eine Angabe über den für die Normkurve gültigen Temperaturbereich aufgenommen.
- Der Inhalt wurde redaktionell überarbeitet und auf den neuesten Stand gebracht.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FA-Arbeitsausschuß 7 „Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe“ ausgearbeitet.

Allgemeines

Neben dem DIN-Becher mit 4-mm-Auslaufdüse nach dieser Norm sind in DIN ISO 2431 drei weitere Auslaufbecher – die ISO-Becher mit 3-, 4- und 6-mm-Auslaufdüse – festgelegt (siehe Bild 4). Für Lacke und Anstrichstoffe mit höherer Viskosität setzt sich allmählich die Auffassung durch, daß diese am zweckmäßigsten mit Rotationsviskosimetern untersucht werden sollten.

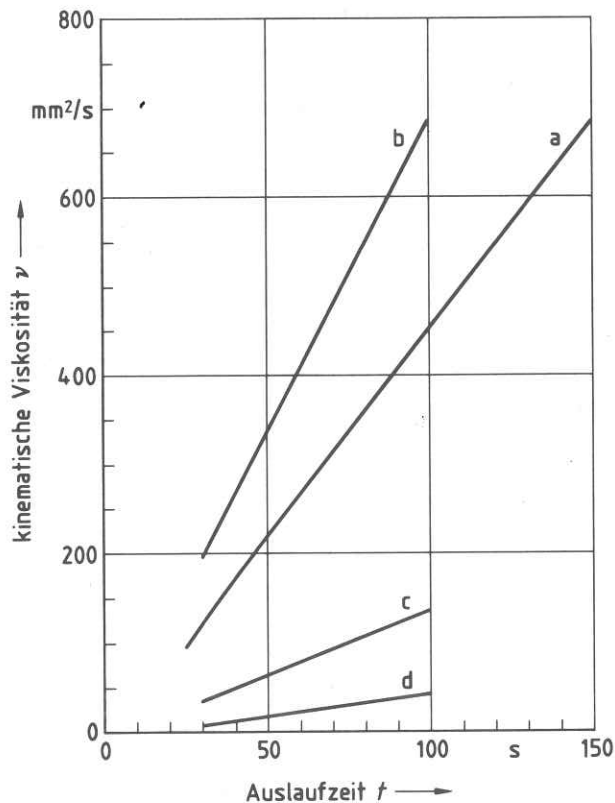


Bild 4. Vergleich der mit verschiedenen Auslaufbechern gemessenen Auslaufzeiten

- a = DIN-Becher nach DIN 53 211
 b = ISO-Becher mit 6-mm-Auslaufdüse nach DIN ISO 2431
 c = ISO-Becher mit 4-mm-Auslaufdüse nach DIN ISO 2431
 d = ISO-Becher mit 3-mm-Auslaufdüse nach DIN ISO 2431

Internationale Empfehlungen, Richtlinien und Vorschriften für die Lagerung und den Transport gefährlicher Güter sehen Prüfungen mit Auslaufbechern vor, wobei ausschließlich ISO-Becher zugelassen sind. Auch die entsprechenden deutschen Vorschriften sind inzwischen auf die Anwendung der ISO-Becher nach ISO 2431 umgestellt.

Sowohl in DIN ISO 2431 als auch in DIN 53 211 sind für die gemessenen Auslaufzeiten Abweichungen von höchstens 3% von den durch die jeweilige Normkurve festgelegten Werten zugelassen. Es ist jedoch zu beachten, daß einer relativen Änderung der Auslaufzeit um 3% eine relative Änderung der Viskosität entspricht, die bei allen Bechern über 3% liegt und mit abnehmender Auslaufzeit zunimmt⁴⁾.

Auslaufdüsen mit anderen Durchmessern beim DIN-Becher

Die oft erörterte Frage, ob die Düsen von Auslaufbechern nach dieser Norm auswechselbar sein dürfen, ist dadurch geklärt, daß für DIN-Becher DIN 53 211-4 ein Werkszeugnis nach DIN 50 049 vorliegen muß. Wegen der Verwechselbarkeit der Düsen würde ein Werkszeugnis seinen Sinn verlieren. Damit entsprechen Auslaufbecher mit auswechselbaren Düsen nicht den Bedingungen von DIN 53 211.

Störungen des Fließverhaltens

Bei Störungen des Fließverhaltens durch Thixotropie oder Strukturviskosität muß immer mit größeren Streuungen in den Meßergebnissen gerechnet werden. In solchen Fällen bleibt nur der Weg, durch Angabe der erreichten Wiederholbarkeit im Prüfbericht auf das gestörte Fließverhalten der gemessenen Flüssigkeit hinzuweisen.

Auslaufbecher sollen möglichst nicht bei thixotropen Flüssigkeiten verwendet werden (siehe Anmerkung zu Abschnitt 8). Thixotrope Flüssigkeiten sind charakterisiert durch einen reversiblen Gel-Sol-Übergang. Kleine Unterschiede in der Handhabung bei der Ausführung der Bestimmung können deshalb zu Schwankungen der Meßwerte führen, die das zugelassene Maß dieser Norm überschreiten. Soweit Stoffe mit stark ausgeprägtem thixotropen Fließverhalten vorliegen, wird man dies leicht vor einer Bestimmung erkennen. Falls möglich, sollte dann von vornherein auf eine Bestimmung im Sinne dieser Norm verzichtet werden. Es gibt aber sehr viele Stoffe, bei denen das thixotrope Fließverhalten weniger deutlich ausgeprägt ist, so daß es ohne Hilfsmittel nicht erkannt werden kann. Besteht der Verdacht, daß solche Stoffe vorliegen, so kann man dies durch Bestimmungen überprüfen, bei denen man die Wartezeiten vor dem Auslaufen der Substanz variiert. Prinzipiell kann man dabei wie folgt vorgehen:

Der Stoff wird mit einem Schnellrührer oder einer anderen intensiven, mechanischen Rührereinrichtung mehrere Minuten lang gerührt. Hierbei ist darauf zu achten, daß so wenige Luft-

⁴⁾ H. Bauer, U. Krämer: Farbe und Lack, 89 (1983); S. 518

blasen wie möglich eingerührt werden. Weiterhin muß dafür Sorge getragen werden, daß sich der Stoff während des Rührens nicht erwärmt. Bei allen Bestimmungen soll der zeitliche Ablauf des Einfüllens etwa gleich gehalten werden (etwa 1 Minute). Entsprechend Abschnitt 6.2 wird nun eine Glasplatte über den oberen Becherrand geschoben.

Bei den ersten Bestimmungen wird sofort anschließend die Auslaufdüse freigegeben und die Glasplatte vom oberen Becherrand abgeschoben. Man bestimmt den Mittelwert von mindestens 3 Auslaufzeiten. Für die späteren Bestimmungen variiert man das Verfahren insofern, daß man nach dem Ein-

füllen vor dem Auslaufen eine Wartezeit von 3 Minuten einschleibt, d.h. der Stoff muß 3 Minuten lang ruhig im Becher verbleiben, bevor die Düse zur Bestimmung der Auslaufzeit freigegeben wird. Auch nach diesem Verfahren wird der Mittelwert von mindestens 3 Auslaufzeiten bestimmt.

Weichen die Mittelwerte der Auslaufzeiten mit und ohne Wartezeit mehr als 4% voneinander ab, so bedeutet dies, daß der vorliegende Stoff thixotrop ist und eine einwandfreie Bestimmung der Auslaufzeit nicht durchgeführt werden kann⁵⁾.

Internationale Patentklassifikation

C 09 D 5/00
C 09 D 7/00
G 01 N 33/32
G 01 N 11/02

⁵⁾ Zorll, U.: Messung thixotroper Substanzen mit dem Auslaufbecher, Industrie-Lackier-Betrieb Bd. 33 (1965), S. 231-235



TQC B.V.
Nijverheidscentrum 14
2761 JP Zevenhuizen
The Netherlands

T +31 180 631344
F +31 180 632917
E info@tqc.eu
W www.tqc.eu

TQC GmbH
Nikolaus-Otto-Strasse 2
D-40721 Hilden
Germany

T +49 (0)2103-25326-0
F +49 (0)2103-25326-29
E info.de@tqc.eu
W www.tqc.eu