Applikationsbericht

Applikationsbericht:	AR304
Industrien:	Verpackung, Druck, Oberflächenbehandlung, Druckfarben, Kleben
Autor:	Dr. Andrew Mellor (KRÜSS)
Datum:	11/2026
Methode:	Drop Shape Analyzer – DSA25 mit Stood-up Drop®-Dosiereinheit
Stichwörter:	Digital Dyne®, Testtinten, Dyne-Stifte, PP, PE, Rückzugswinkel, Entnetzung, Qualitätskontrolle, Oberflächenaktivierung, Plasma, Korona, Flammbehandlung

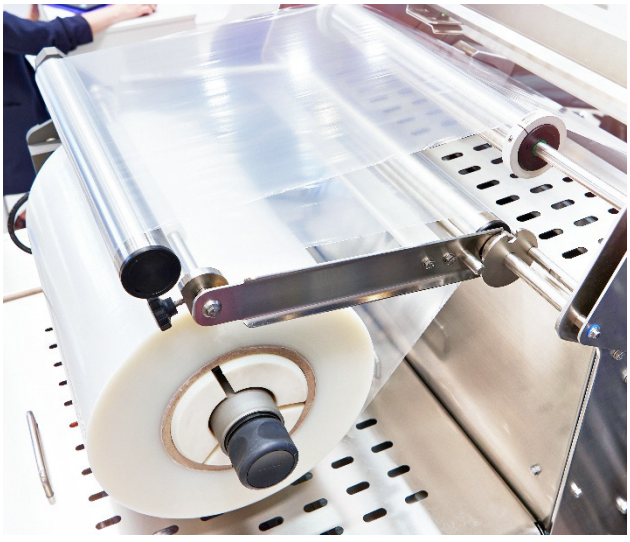




Building Digital Dyne®

Oberflächenprüfung im 21. Jahrhundert

Seit mehr als 70 Jahren gelten Dyne-Stifte und Testtinten als Industriestandard für die Überprüfung des Grades der Oberflächenbehandlung in der Produktion. Die in den 1950er Jahren entwickelten Dyne-Tests sind ein einfaches Hilfsmittel zur Beurteilung der Bedruckbarkeit und der „Surface Readiness“ im Hinblick auf die Verklebung und Beschichtung von Materialien und haben sich weltweit in vielen Branchen durchgesetzt. Trotz ihrer weit verbreiteten Nutzung sind Dyne-Tests mit erheblichen Herausforderungen verbunden, insbesondere mit subjektiver Interpretation, uneinheitlichen Ergebnissen, fehlender digitaler Rückverfolgbarkeit und vor allem mit Toxizität. Bislang war der Ersatz von Dyne-Tests durch moderne Alternativen nur begrenzt möglich, was vor allem auf den Aufwand bei der Einführung neuer Parameter, Arbeitsabläufe und Spezifikationen in bestehende Systeme sowie auf Bedenken hinsichtlich der Erfüllung von Kundenerwartungen zurückzuführen war. Digital Dyne® ist die erste wissenschaftlich fundierte, moderne Alternative zu Dyne-Stiften und bietet einen schnellen, einfachen, objektiven und ungiftigen Weg zu denselben Ergebnissen, d. h. zu sogenannten Digital-Dyne-Werten, die anhand realer Dyne-Tests validiert wurden.



Hintergrund

Sind Stifte und Tinten sicher?

Traditionell werden Dyne-Stifte und Testtinten im Bereich von 30 bis 58 mN/m als eine Reihe von Mischungen aus zwei Komponenten – Formamid und 2-Ethoxyethanol (Ethylcellosolve) – sowie einem Farbstoff formuliert. Tatsächlich schreiben beide aktuellen Normen für Dyne-Prüfungen (ASTM D2578, ISO 8296) diese Mischungen ausdrücklich zur Bestimmung der „Benetzungsspannung“ von PE- und PP-Folien vor [1, 2]. Angesichts dessen wirft der weit verbreitete Einsatz von Dyne-Tests in vielen Labor- und Produktionsumgebungen erhebliche Bedenken hinsichtlich des Arbeitsschutzes auf. Sowohl

Formamid als auch 2-Ethoxyethanol sind als *reproduktionstoxisch* (Kat. 1B) eingestuft. Beide werden leicht über die Haut und die Atemwege in den Körper aufgenommen. Für beide liegen Hinweise darauf vor, dass sie Entwicklungseffekte beim ungeborenen Kind verursachen, wobei für 2-Ethoxyethanol zudem Hinweise auf eine Beeinträchtigung der Fruchtbarkeit vorliegen. Im Jahr 2012 nahm die Europäische Chemikalienagentur Formamid in ihre Liste der „besonders besorgniserregenden Stoffe“ auf [3]. Dennoch ergab eine informelle Umfrage unter 15 Herstellern in ganz Europa, dass 80 + % weiterhin Testtinten auf Formamidbasis verwenden, wobei 58 % täglich mindestens einmal Tests durchführen.

Es gibt zwar ungiftige Alternativen zu Stiften und Tinten, doch haben sie sich kaum durchgesetzt. Die aktuellen Normen ASTM D2578 und ISO 8296 wurden vor 60 bzw. 40 Jahren erstmals veröffentlicht. Seitdem gab es zwar Versuche, alternative Methoden zu fördern, doch diese können die erwarteten Dyne-Werte in der Regel nicht zuverlässig reproduzieren und haben in der Industrie kaum Anklang gefunden.

Dyne-Stifte prüfen nicht die Benetzbarkeit

Betrachten wir das Verfahren zur Durchführung von Dyne-Tests (Abb. 1):

1) Die Tinte wird in einer Linie über eine Oberfläche verteilt.
2) Der Prüfer wartet eine festgelegte Zeit ab.
3) Der Prüfer beurteilt, ob sich die Linie in einzelne Tropfen zurückgezogen hat oder als flacher Film bestehen bleibt.

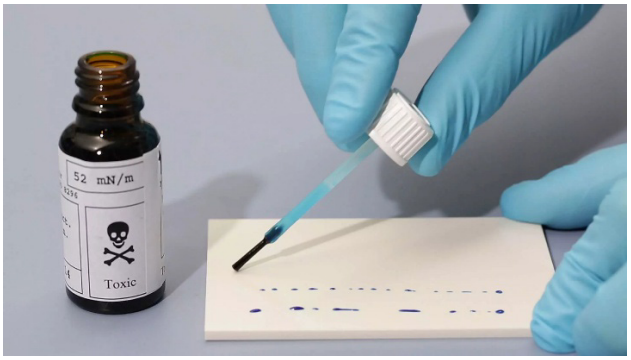


Abb. 1: Typischer Dyne-Test, der auf PTFE mit einer Testtinte von 52 mN/m durchgeführt wird.

Ein weit verbreiteter Irrtum ist, dass Dyne-Tests *die Benetzbarkeit* einer Oberfläche bewerten; tatsächlich beurteilen sie jedoch vielmehr deren *„Entnetzbarkeit“* (Abb. 2) [4]. Der Unterschied zwischen Be- und Entnetzbarkeit mag subtil erscheinen, doch die beiden Begriffe sind nicht austauschbar, insbesondere bei aktivierten Oberflächen (Plasma, Korona, Flamme usw.).

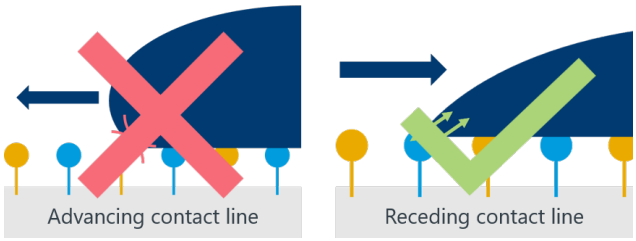


Abb. 2: Wechselwirkung zwischen einem Wassertropfen und der Oberfläche während der Benetzung (links) und der Entnetzung (rechts).

Dieses Missverständnis hat zu vielen erfolglosen Versuchen geführt, den Wasserkontaktwinkel (WCA) mit Dyne-Werten in Zusammenhang zu bringen, wie beispielsweise in den Normen ASTM D5946 (1996) und ISO 15989 (2004). WCA-Prüfungen sind als objektive, ungiftige und quantitative Alternative zu Dyne-Prüfungen besonders attraktiv. Typischerweise wird bei der WCA-Messung die Form eines Tropfens bewertet, nachdem er sich auf einer Oberfläche ausgebreitet hat (*Fortschreitabschlusswinkel*), und stellt somit ein Maß für *die Benetzbarkeit* und nicht für *die Entnetzbarkeit* dar. Dies erklärt wiederum die beobachtete Unzuverlässigkeit der meisten Umrechnungen von WCA in Dyne.

Um *die Entnetzbarkeit* mittels WCA zu untersuchen, müssen Tropfen gemessen werden, die von einer Oberfläche entnetzt wurden („Rückzugsabschlusswinkel“). Techniken zur Erzeugung solcher Tropfen sind in der Literatur gut beschrieben, doch sind solche Methoden in der Regel wesentlich komplexer und zeitaufwendiger als herkömmliche WCA-Prüfungen. Tatsächlich wurde festgestellt, dass ein typisches Fortschreit-/Rückzugs-Prüfverfahren etwa 1–2 Stunden je Probe in Anspruch nehmen kann [5, 6, 7]. Nach unserem Kenntnisstand wurde bisher kein Versuch unternommen, die WCA-Werte kurz nach dem Zurückziehen direkt mit den Dyne-Werten für PP- und PE-Folien zu korrelieren.

Der kürzlich entwickelte KRÜSS Stood-up Drop® überwindet die Schwierigkeit, zurückgezogene Tropfen zu erzeugen. Das System bringt mithilfe einer patentierten Dosiertechnik Wassertropfen so auf, dass sie sich spontan auf der Oberfläche zusammenziehen und „aufrichten“. Diese Innovation reduziert die üblichen Messzeiten von Stunden auf weniger als zwei Sekunden und ermöglicht

gleichzeitig vollautomatische, bedienerunabhängige Tests.

In diesem Bericht weisen wir die Übereinstimmung zwischen „Digital Dyne“ Messungen unter Verwendung des KRÜSS Stood-up Drop und herkömmlichen Dyne-Werten nach, wie sie von Anwendern in realen Arbeitsumgebungen erfasst werden.

Experimenteller Teil

Digitale Dyne Messungen

Zur Erfassung der Digital Dyne Testergebnisse wurde ein Stood-up Drop System eingesetzt, um die Rückzugsabschlusswinkel von Wassertropfen auf PP- und PE-Folien zu erfassen. Jedes Digital Dyne Ergebnis stellt den Durchschnitt aus zwei unabhängigen Messungen dar, wobei insgesamt 2.244 Einzelmessungen aufgezeichnet wurden. Jeder Digital Dyne Wert wurde als exakter Wert angegeben, gerundet auf eine Dezimalstelle.

Auswertung der Dyne-Tests

In dieser Studie wurden Dyne-Tests von mehreren Anwendern aus der Praxis unter Verwendung etablierter Testverfahren aus verschiedenen Produktionsstätten durchgeführt. Alle Anwender verfügten über umfangreiche Erfahrung mit Dyne-Tests. Gemäß der Standardpraxis wurden die Tests mit einer Reihe von Testtinten auf Basis von Formamid und 2-ethoxyethanol im Bereich von 30 bis 58 mN/m durchgeführt, wobei die Abstufungen jeweils 2 mN/m betrugen. Ergebnisse außerhalb des angegebenen Bereichs wurden je nachdem, auf welcher Seite der Skala sie lagen, entweder als < 32 oder > 58 mN/m erfasst. Es wurden sowohl Dyne-Stifte als auch Pinsel/Flaschen-Applikatoren verwendet. Da jeder Dyne-Test eine Bewertung nach „bestanden“ oder „nicht bestanden“ mit einem Spielraum von 2 mN/m darstellt, wurden die Ergebnisse als Intervalle interpretiert, die sich vom angegebenen Wert bis zu 2 mN/m darüber erstreckten. Beispielsweise entspricht ein Dyne-Ergebnis von 38 mN/m einem erwarteten Dyne-Bereich von 38–40 mN/m für diese Probe.

Für jede Probe in dieser Studie wurden die Dyne- und Digital Dyne Ergebnisse vom selben Bediener unter denselben Bedingungen und in etwa zu derselben Zeit erfasst.

Ergebnisse und Diskussion

Praxisnahe Bewertung des Digital Dyne

1.138 einzelne PP- und PE-Folienproben wurden von drei unabhängigen Unternehmen der Verpackungsindustrie hergestellt und getestet. Die Messungen wurden über einen Zeitraum von 1–3 Monaten unter normalen Produktionsbedingungen durchgeführt. Um ein breites Spektrum an industriellen PP-/PE-Folien abzudecken, wurden verschiedene Mischungen und Orientierungen sowie unterschiedliche Methoden der Oberflächenaktivierung in die Studie einbezogen.

Bei allen Proben standen niedrigere Rückzugs-Kontaktwinkel durchweg in Zusammenhang mit höheren Dyne-Testwerten. Mithilfe einer Regression nach der Methode der kleinsten Quadrate wurde ein quantitativer Zusammenhang zwischen den Rückzugswinkeln im Stood-up Drop Test und den Dyne-Testergebnissen hergestellt, was eine direkte Umrechnung zwischen den beiden Messskalen ermöglichte (Abb. 3). Die sich daraus ergebende Korrelation blieb über Unternehmen, Bediener, Polymertypen sowie Oberflächenbehandlungsmethoden hinweg stabil. Das zeigt, dass dieser Zusammenhang in industriellen Folienproduktionsumgebungen weitgehend anwendbar ist.

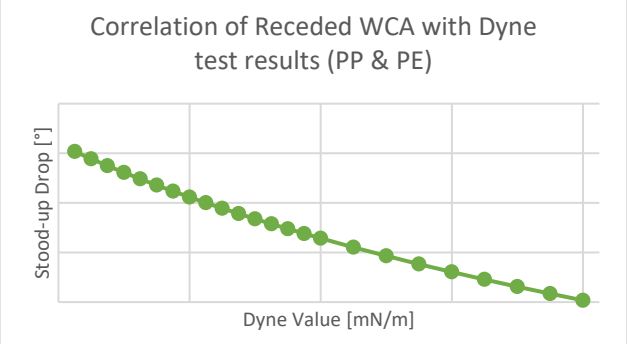
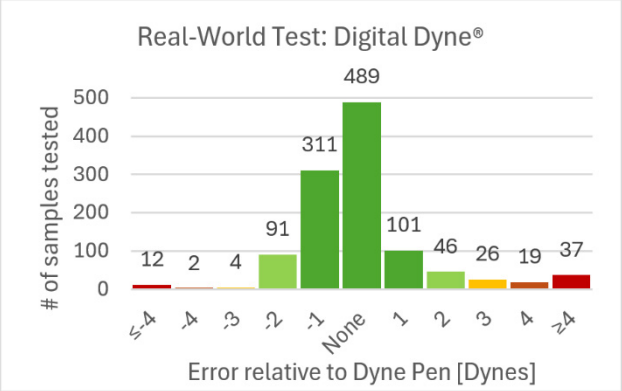


Abb. 3: Korrelation zwischen den anhand des Stood-up-Drop-Verfahrens ermittelten Rückzugsabschlusswinkeln den entsprechenden Dyne-Testergebnissen für PP- und PE-Folien.

Übereinstimmung mit industriellen Referenzergebnissen

Die Ergebnisse des Digital Dyne Verfahrens zeigten eine hervorragende Übereinstimmung mit herkömmlichen Dyne-Messungen. Während 43 % der Messwerte direkt innerhalb des nominalen Dyne-Messbereichs lagen, stieg die Übereinstimmung innerhalb von ± 1 mN/m deutlich auf 79 % und

innerhalb von ± 2 mN/m des angegebenen Dyne-Werts auf etwa 91 % an (Abb. 4).



Error (mN/m)	< ± 1 Dyne	± 2 Dyne	± 3 Dyne	> ± 4 Dyne
# of Tests	901	137	30	70
%	79 %	12 %	3 %	6 %

Abb. 4: Übereinstimmung zwischen Digital Dyne und herkömmlichen Dyne-Messungen. Das Histogramm zeigt die Verteilung der Fehler auf Probenebene, während die dazugehörige Tabelle den prozentualen Anteil der Messwerte innerhalb definierter Fehlerbereiche zusammenfasst.

Abweichungen von den Nennwerten der Dyne-Messung sind auf die Einschränkungen der Messung selbst zurückzuführen, die stark von der Anwendungstechnik, den Umgebungsbedingungen, Verunreinigungen und der Beurteilung durch den Bediener beeinflusst wird. Branchenberichten zufolge liegt die Reproduzierbarkeit der Dyne-Messung in Produktionsumgebungen bei etwa ± 4 mN/m [8]. Mit anderen Worten: Die Unsicherheit der Dyne-Messung selbst ist höchstwahrscheinlich der größte limitierende Faktor in dieser Studie. Somit bietet Digital Dyne einen Weg zu deutlich zuverlässigeren Prüfungen von Polymerfolien in der Produktion.

Die festgestellte Übereinstimmung zwischen den Dyne-Tests und den Digital Dyne Werten (> 90 % im Bereich von 1-2 mN/m) wurde von allen an dieser Studie teilnehmenden Unternehmen als innerhalb einer akzeptablen Toleranz liegend angesehen.

Über Dyne-Tests hinaus

Bei mehreren Proben lagen die Digital Dyne Werte unterhalb der Untergrenze herkömmlicher Dyne-Tests (32 mN/m). Die entsprechenden Dyne-Ergebnisse für diese Materialien wurden als „< 32 mN/m“ erfasst, was verdeutlicht, dass Digital Dyne in der Lage ist, Oberflächen mit niedriger Energie auch jenseits der Grenzen des Dyne-Tests korrekt zu identifizieren. Dies unterstreicht den praktischen Vorteil einer kontinuierlichen Messskala gegenüber den festen Abstufungen herkömmlicher Dyne-Tests.

Ein weiterer Beleg für die Robustheit des Digital Dyne Ansatzes ergab sich während der Validierung, als festgestellt wurde, dass ein Datensatz systematisch von der etablierten Korrelation abwich. Die Untersuchung ergab, dass alle fraglichen Messungen von einem bestimmten Unternehmen stammten, das eine einzige Charge von Testtinten verwendete. Diese Charge wurde anschließend erneut getestet und als verunreinigt bestätigt, was zu den fehlerhaften Ergebnissen geführt hatte. Die Daten dieser Charge wurden aus der endgültigen Analyse ausgeschlossen und sind nicht Teil des vollständigen Datensatzes mit 1.138 Proben. Die Tatsache, dass Digital Dyne falsche Dyne-Ergebnisse korrekt identifizieren konnte, zeigt, dass die Methode mehr leistet als nur Dyne-Tests zu reproduzieren. Sie kann auch fragwürdige Messwerte erkennen, die andernfalls möglicherweise unbemerkt geblieben wären.

Zusammenfassung

Digital Dyne® hat sich bei der zuverlässigen Reproduktion von Dyne-Tests für behandelte PP- und PE-Folien bewährt und ersetzt damit die subjektive Auswertung toxischer Testflüssigkeiten durch eine automatisierte Messung auf Wasserbasis. Die Rückzugs-Kontaktwinkel liefern die entscheidenden Informationen zur Entnetzung, die für eine genaue Simulation von Dyne-Tests erforderlich sind, wobei das KRÜSS Stood-up Drop® System Messungen über einen schnellen Ein-Klick-Workflow ermöglicht. Die Validierung anhand von 1.138 realen Proben zeigte eine hervorragende Übereinstimmung mit herkömmlichen Dyne-Tests, wobei etwa 92 % der Ergebnisse innerhalb von ± 2 mN/m des angegebenen Testtintenwerts lagen. Dies entspricht einer praktischen Auflösung von etwa 1–2 mN/m und bestätigt einen soliden Zusammenhang zwischen objektiven Kontaktwinkelmessungen und etablierten Dyne-Tests. Digital Dyne bietet einen praktischen Weg zu rückverfolgbaren, bedienerunabhängigen Messungen, ohne dass Änderungen an bestehenden Spezifikationen erforderlich sind. Die Methode bietet Unternehmen somit einen zuverlässigen Weg, um von Dyne-Stiften und Testtinten wegzukommen.

Literatur

[1] ASTM International: ASTM D2578-23, Standard Test Method for Wetting Tension of Polyethylene and Polypropylene Films, 2023.

[2] International Organization for Standardization: ISO 8296:2003, Plastics - Film and sheeting - Determination of wetting tension, confirmed 2023.

[3] European Chemicals Agency: Support document for identification of formamide as a substance of very high concern because of its CMR properties.

[4] D. Diaz, A. Bhargava, F. Walz, A. Sharifi, S. Summaly, R. Berger, M. Kappl, H.-J. Butt, D. Lohse, T. Willers, V. Sanjay, D. Vollmer: Stood-up Drop to Determine Receding Contact Angles. In: Soft Matter, 2025. DOI: 10.1039/d5sm00985e.
→ Frei zugänglich

[5] H.-J. Butt et al.: Contact angle hysteresis. Current Opinion in Colloid & Interface Science, 59, 2022, 101574.

[6] KRÜSS: Stood-up Drop - optical determination of the recently receded contact angle.
https://www.kruss-scientific.com/de-DE/know-how/glossar/stood-up-drop

[7] T. Huhtamäki, X. Tian, J. T. Korhonen, and R. H. A. Ras: Surface-wetting characterization using contact-angle measurements. Nature Protocols, 13, 2018, 1521–1538.

[8] Vetaphone A/S: Guide to Dyne Testing and Surface Energy Measurement. Technical article, Vetaphone Knowledge Centre, accessed November 2026.

Viele weitere interessante Applikationsberichte finden Sie auf unserer Website unter
https://www.kruss-scientific.com/de-DE/know-how/applikationsberichte