

Bestimmung der Viskositätszahl und des K -Wertes von Polyvinylchloriden in Lösung

DIN
53726

Testing plastics; determination of viscosity number and K -value of polyvinylchloride resins in solution

Eine sachlich gleiche Fassung für die Bestimmung der Viskositätszahl ist als ISO-Empfehlung¹⁾ angenommen worden.

1. Zweck und Anwendung

Die Prüfung dient dazu, die Viskositätszahl und/oder den K -Wert von Polyvinylchlorid (PVC) oder von Mischpolymerisaten, in denen PVC den Hauptbestandteil darstellt, in Cyclohexanonlösung zu bestimmen.

Die Prüfung ist nur auf solche Erzeugnisse anwendbar, die zwischen Auflösung und Messung beständige Lösungen und reproduzierbare Ergebnisse unter den Bedingungen dieser Norm ergeben.

Die relativen Fließgeschwindigkeiten des Lösungsmittels und einer Lösung, die 0,005 g PVC je ml enthält, werden bei 25°C gemessen. Die Einflüsse der Dichte und kinetischen Energie sind bei diesem Verfahren gering und können deshalb vernachlässigt werden.

2. Begriffe

2.1. Die Viskositätszahl²⁾ ist die relative Viskositätsänderung³⁾, geteilt durch die Konzentration in g/ml der gelösten Substanz.

$$\text{Viskositätszahl} = \left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1 \right) \cdot \frac{1}{C}$$

η = Viskosität der Lösung

η_0 = Viskosität des Lösungsmittels

C = Konzentration in g/ml

2.2. Der K -Wert ist (nach H. Fikentscher⁴⁾) eine von der Konzentration unabhängige, dem Erzeugnis eigentümliche Konstante, die „Eigenviskosität“ des Erzeugnisses. Der K -Wert ist ein Maß für die mittlere Polymerisationsstufe.

K -Wert = 1000 k .

k wird nach H. Fikentscher wie folgt errechnet:

$$\lg z = \left(\frac{75 k^2}{1 + 1,5 k \cdot c} + k \right) \cdot c$$

$$k = \frac{1,5 \lg z - 1 \pm \sqrt{1 + \left(\frac{200}{c} + 2 + 1,5 \lg z \right) \cdot 1,5 \lg z}}{150 + 3 c}$$

$$z = \frac{\eta}{\eta_0} = \text{Viskositätsverhältnis (relative Viskosität)}^3)$$

η und η_0 siehe Abschnitt 2.1.

c = Konzentration in g/100 ml

3. Probenahme

Aus dem Polyvinylchlorid oder Mischpolymerisat wird eine Durchschnittsprobe entnommen.

4. Prüfgerät und Prüfmittel

4.1. Prüfgerät

Ubbelohde-Viskosimeter mit Kapillare I nach DIN 51 562 oder jedes andere Viskosimeter, mit dem gleiche Ergebnisse erzielt werden können.

Stoppuhr, die 0,1 Sekunde abzulesen gestattet. Die Uhr ist von Zeit zu Zeit mit einer hinreichend genau gehenden Normaluhr zu vergleichen. Sie soll bei nicht zu schwach gespannter Feder gebraucht werden. Zweckmäßig werden die Uhren bei einer amtlichen Prüfstelle⁵⁾ geprüft.

Vollpipette, 50 ml

Weithals-Meßkolben NS 50 E DIN 12 666 mit Glasstopfen A NS 12,5/21 DIN 12 252 oder Langhals-Stehkolben NS 100 DIN 12 371 mit Glasstopfen A NS 14,5/23 DIN 12 252

Waage mit einer Meßfehlergrenze von 0,0001 g

Wärmeschrank nach DIN 50 011 für eine Temperatur von 80 bis 90°C

Thermostat (Heizbad) für eine Temperatur von 25°C ± 0,05 grad

Glasfiltertiegel mit 40 bis 90 µm mittlerem Porendurchmesser⁶⁾

4.2. Prüfmittel

Lösungsmittel: Zwischen 153 und 156°C bei 760 Torr abdestillierte Fraktion von Cyclohexanon. Das Lösungsmittel wird bis zur Prüfung in einer braunen Flasche im Dunkeln aufbewahrt.

Schwefelsäure, konzentriert

Wäßrige Kaliumdichromat-Lösung, gesättigt

Aceton

¹⁾ ISO = International Organization for Standardization

²⁾ Das Wort Viskositätszahl, früher reduzierte Viskosität, wurde bei der Internationalen Vereinigung für reine und angewandte Chemie (IUPAC) zur Annahme empfohlen. Einzelheiten siehe „Journal of Polymer Science“ Vol. VIII (1952) Nr. 3, Seite 269/270. Es wird jedoch schon lange angewendet, daß das Wort Viskositätszahl nicht ganz befriedigend ist, da der Wert nicht die Einheit 1 besitzt. In dieser Norm wird das Wort wegen des Fehlens eines geeigneteren gebraucht; es ist beabsichtigt, es zu ersetzen, wenn von der IUPAC ein geeigneteres Wort vorgeschlagen wird.

³⁾ Begriff siehe DIN 1342

⁴⁾ Vgl. Cellulosechemie **13** (1932), S. 58

⁵⁾ Z. B. Physikalisch-Technische Bundesanstalt in Braunschweig oder Deutsches Amt für Maß und Gewicht in Berlin

⁶⁾ Z. B. Jenaer Glasfiltertiegel G 2

Fortsetzung Seite 2

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DNA

5. Durchführung

5.1. Das Viskosimeter wird vor dem ersten Gebrauch und später von Zeit zu Zeit mit einer Mischung aus gleichen Teilen konzentrierter Schwefelsäure und gesättigter wässriger Kaliumdichromat-Lösung gereinigt. Es wird danach mit Wasser und anschließend mit Aceton ausgespült und durch Hindurchleiten von staubfreier Luft getrocknet.

Zwischen zwei aufeinanderfolgenden Prüfungen wird das Viskosimeter lediglich mit Aceton gewaschen und wie beschrieben getrocknet.

5.2. Eine Probe von $0,25 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ wird auf $0,0002 \text{ g}$ in den Weithals-Meßkolben eingewogen. Etwa 40 ml Lösungsmittel nach Abschnitt 4.2. werden hinzugegeben, wobei sich keine Klumpen bilden dürfen. Danach wird der Meßkolben mit seinem Glasstopfen lose verschlossen. Die Mischung wird im Wärmeschrank bei einer Temperatur von 80 bis 90°C unter gelegentlichem Schütteln so lange aufbewahrt, bis die Probe aufgelöst ist. Die Lösung wird dann im Thermostaten auf 25°C abgekühlt und bis zur 50-ml-Meßmarke mit Lösungsmittel aufgefüllt, worauf nochmals gut durchgemischt wird.

5.3. An Stelle des Verfahrens nach Abschnitt 5.2. kann nach Vereinbarung die Probe in den Langhals-Stehkolben eingewogen werden. 50 ml $\pm 0,1 \text{ ml}$ des Lösungsmittels werden in den Stehkolben pipettiert. Danach wird dieser mit seinem Glasstopfen fest verschlossen. Die Probe wird, wie im Abschnitt 5.2. beschrieben, aufgelöst. Die Lösung wird auf 25°C abgekühlt.

5.4. Lösung und Lösungsmittel werden durch den Glasfiltertiegel filtriert⁷⁾. Anschließend werden ihre Durchlaufzeiten in demselben Viskosimeter bei $25^\circ\text{C} \pm 0,05 \text{ grad}$ bestimmt. Mit einem Ubbelohde-Viskosimeter wird die Messung nach DIN 51 562 (Ausgabe April 1955), Abschnitt 5.1. bis 5.4. und 7., durchgeführt. Wird ein anderes Viskosimeter benutzt, so ist das Meßverfahren entsprechend abzuändern.

Die Durchlaufzeit jeder Flüssigkeit wird fünfmal hintereinander gemessen. Die ermittelten Zeiten dürfen um nicht mehr als 0,4 Sekunden voneinander abweichen.

6. Auswertung

6.1. Die Viskositätszahl wird berechnet nach der Gleichung

$$\text{Viskositätszahl} = \left(\frac{t}{t_0} - 1 \right) \cdot \frac{1}{C}$$

Hierin bedeuten:

t = Arithmetischer Mittelwert der Durchlaufzeiten der Lösung

t_0 = Arithmetischer Mittelwert der Durchlaufzeiten des Lösungsmittels

C = Konzentration

$$= \frac{\text{Aufgelöste Substanz in g}}{\text{Lösung in ml}} \approx \frac{\text{Aufgelöste Substanz in g}}{\text{Lösungsmittel in ml}} \\ (\approx 0,005 \text{ g/ml})$$

6.2. Der K -Wert wird der folgenden Tabelle entnommen⁸⁾.

t/t_0	K -Wert	t/t_0	K -Wert
1,20	40,3	1,68	72,9
1,205	40,8	1,69	73,3
1,21	41,3	1,70	73,8
1,215	41,8	1,71	74,2
1,22	42,3	1,72	74,7
1,23	43,3	1,73	75,1
1,24	44,3	1,74	75,6
1,25	45,2	1,75	76,0
1,26	46,2	1,76	76,4
1,27	47,1	1,77	76,9
1,28	48,0	1,78	77,3
1,29	48,8	1,79	77,7
1,30	49,6	1,80	78,1
1,31	50,5	1,81	78,5
1,32	51,3	1,82	78,9
1,33	52,1	1,83	79,3
1,34	52,8	1,84	79,7
1,35	53,6	1,85	80,1
1,36	54,3	1,86	80,5
1,37	55,1	1,87	80,9
1,38	55,8	1,88	81,3
1,39	56,5	1,89	81,7
1,40	57,2	1,90	82,0
1,41	57,8	1,91	82,4
1,42	58,5	1,92	82,8
1,43	59,2	1,93	83,2
1,44	59,8	1,94	83,5
1,45	60,4	1,95	83,9
1,46	61,1	1,96	84,2
1,47	61,7	1,97	84,6
1,48	62,3	1,98	84,9
1,49	62,9	1,99	85,3
1,50	63,5	2,00	85,6
1,51	64,1	2,01	86,0
1,52	64,6	2,02	86,3
1,53	65,2	2,03	86,6
1,54	65,8	2,04	87,0
1,55	66,3	2,05	87,3
1,56	66,9	2,06	87,6
1,57	67,4	2,07	87,9
1,58	68,0	2,08	88,2
1,59	68,5	2,09	88,6
1,60	69,0	2,10	88,9
1,61	69,5	2,11	89,2
1,62	70,0	2,12	89,5
1,63	70,5	2,13	89,8
1,64	71,0	2,14	90,1
1,65	71,5	2,15	90,4
1,66	72,0	2,16	90,7
1,67	72,4	2,17	91,0

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Kennzeichnung des untersuchten Stoffes

Etwaige Vorbehandlung der Probe

Angewendetes Viskosimeter

Gegebenenfalls Angabe, daß nach Abschnitt 5.3. geprüft worden ist

Viskositätszahl, auf ganze Zahlen gerundet, und/oder:

K -Wert

Von dieser Norm abweichende Bedingungen

Prüfdatum.

Documents

Document Sharing Hub

Document Sharing Hub

⁷⁾ Die Flüssigkeiten sollen nicht gesogen, sondern mit leichtem Überdruck durch den Glasfiltertiegel gedrückt werden.

⁸⁾ Weitere K -Werte siehe „Viskositätstafel zur Bestimmung der Eigenviskosität“, Verlag Berliner Union, Stuttgart.