

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung der Viskositätszahl von Thermoplasten
 in verdünnter Lösung
 Polyamide (PA)

DIN
53 727

Testing of plastics; determination of viscosity number of thermoplastics in dilute solution; polyamides (PA)

1 Zweck und Anwendung

Die Prüfung dient der Bestimmung der Viskositätszahl von PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 6-3-T, Copolyamiden und anderen leicht löslichen Polyamiden, gelöst in Schwefelsäure, sowie von PA 11, PA 12 und anderen in Schwefelsäure weniger löslichen Polyamiden, gelöst in m-Kresol.

Weil für Schwefelsäure auch noch Ameisensäure in der Praxis verwendet wird, ist dieses Lösemittel ebenfalls alternativ aufgeführt.

Die kinematischen Viskositäten des Lösemittels und der Lösung, die 0,5 g Polyamid in 100 cm³ enthält, werden bei (25 ± 0,1) °C gemessen.

Gußpolyamide, die nach dem Verfahren der aktivierten anionischen Polymerisation von Lactamen hergestellt werden, wie PA 6 G¹⁾ und PA 12 G, sind in den angegebenen Lösemitteln unter den Bedingungen der Norm in der Regel nicht löslich.

Über die Viskositätszahl ist eine Aussage über die molare Masse eines Polyamids möglich.

2 Mitgeltende Normen

DIN EN 60	Glasfaserverstärkte Kunststoffe; Bestimmung des Glühverlustes
DIN 51 562 Teil 1	Viskosimetrie; Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter; Normal-Ausführung
DIN 53 738	Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung des Gehaltes an extrahierbaren Bestandteilen

3 Begriff

Die Viskositätszahl J in cm³/g ist der Quotient aus der kinematischen Viskosität der Lösung und der des Lösemittels, geteilt durch die Massenkonzentration an PA der Lösung:

$$J = \left(\frac{\nu}{\nu_0} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\rho(\text{PA})}$$

Hierin bedeuten:

- ν Kinematische Viskosität der Lösung in mm² · s⁻¹
 ν_0 Kinematische Viskosität des Lösemittels in mm² · s⁻¹
 $\rho(\text{PA})$ Massenkonzentration an Polyamid in der Lösung in g/cm³.

Anmerkung: Sofern ein und dasselbe Viskosimeter verwendet wird, können die kinematischen Viskositäten durch die Durchflußzeiten ersetzt werden (siehe Abschnitt 9).

4 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung für die Bestimmung der Viskositätszahl bei Anwendung des Verfahrens A (A) für die Extraktion der extrahierbaren Bestandteile von Polyamiden (PA) in verdünnter Lösung:

Viskositätszahl DIN 53 727 – A – PA

5 Prüfgeräte und Prüfmittel²⁾

5.1 Prüfgeräte

- Ubbelohde-Viskosimeter
Nr II (Innendurchmesser der Kapillare: 1,13 mm) bei Verwendung der Lösemittel Schwefelsäure und m-Kresol
und
Nr I (Innendurchmesser der Kapillare: 0,63 mm) bei Verwendung des Lösemittels Ameisensäure nach DIN 51 562 Teil 1
- Stoppuhr mit einem Skalenwert von 0,1 s
- 50-ml- oder 100-ml-Meßkolben mit Kegelschliffhülse und Stopfen, z. B. nach DIN 12 664 (justiert bei einer Bezugstemperatur von 20 °C).
- Schüttel- oder Magnetrührgerät
- Wärmeschrank, z. B. nach DIN 50 001 Teil 1, für Temperaturen zwischen 40 und 100 °C
- Vakuum-Trockenschrank
- Glasfiltertiegel mit einer maximalen Porenweite von 1,0 bis 90 µm³⁾
oder
- Laboratoriumszentrifuge mit einer Drehzahl von 3000 min⁻¹
- Durchsicht-Wasserbadthermostat für eine Temperatur von (25,0 ± 0,05) °C
- Wasserbadthermostat für eine Temperatur von (20 ± 0,1) °C
- Waage mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder 2 mg

5.2 Prüfmittel

Lösemittel:

- a) Schwefelsäure mit einem Massengehalt von (96 ± 0,15) %
 Richtwert für die kinematische Viskosität: 10,8 mm² · s⁻¹

- 1) G = gegossen
 2) Über Bezugsquellen erteilt der Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN, Burggrafenstraße 4-10, 1000 Berlin 30, Auskunft.
 3) Glasfiltertiegel G 2, G 3, G 4 oder G 5

Fortsetzung Seite 2 und 3
 Erläuterungen Seite 4

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
 Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN



Documents

Document Sharing Hub

Anwendung: PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 6-3-T und Copolyamide

- b) Ameisensäure mit einem Massengehalt von $(90 \pm 0,15) \%$,

Richtwert für die kinematische Viskosität: $1,35 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Anwendung: PA 6, PA 66, PA 69, PA 610 und Copolyamide

Anmerkung 1: Die festgelegten Gehalte der Schwefelsäure und Ameisensäure sind genau einzuhalten.

Anmerkung 2: Vorzugsweise ist Schwefelsäure anzuwenden.

- c) m-Kresol, destilliert bei einem Druck von etwa 4 mbar. Um Oxidation zu vermeiden, wird der Druckausgleich mit Stickstoff vorgenommen. Aufbewahrt wird es im Dunkeln in braunen Glasflaschen.

Anforderungen:

Aussehen des m-Kresols vor der Verwendung: klar und farblos

Massengehalt an m-Kresol min. 99 %

Massengehalt an o-Kresol max. 0,3 %

Massengehalt an Wasser max. 0,13 %

Anmerkung: Die Bestimmung dieser Gehalte wird gaschromatographisch durchgeführt.

Richtwert für die kinematische Viskosität: $13,0 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Anwendung: PA 11, PA 12 und auch die für Schwefelsäure angegebenen Polyamide.

Anmerkung: Die Viskositätszahlen, bestimmt an einer Probe, können bei Verwendung verschiedener Lösemittel zum Teil erheblich voneinander abweichen. So steigen die Viskositätszahlen einer Probe, gelöst in den angegebenen Lösemitteln, in der Reihenfolge Ameisensäure, Schwefelsäure, m-Kresol an. Besonders ausgeprägt ist der Anstieg bei den Polyamiden PA 610, PA 612, PA 11 und PA 12.

In bestimmten Fällen kann es zweckmäßig sein, anstelle von Schwefelsäure, m-Kresol oder Ameisensäure ein anderes Lösemittel oder Lösemittel-Gemisch zu verwenden. Diese Arbeitsweise ist zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Reinigungsmittel:

- Chromschwefelsäure (konzentrierte Schwefelsäure, gesättigt mit Kaliumdichromat)

Beim Arbeiten mit Chromschwefelsäure sind die Sicherheitsvorschriften in den einschlägigen Merkblättern der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie zu berücksichtigen.

- Aceton, chemisch rein

6 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird eine Durchschnittsprobe entnommen und, wenn erforderlich, zerkleinert (siehe DIN 53 733).

7 Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens 2 Bestimmungen je Probe durchzuführen.

8 Vorbehandlung der Probe

8.1 Allgemeines

Enthält die zu prüfende Probe noch andere Stoffe, so muß, wie folgt, verfahren werden:

- a) Bei einem Massengehalt von mehr als 2 % — in Schiedsfällen 1 % — extrahierbarer Bestandteile, z. B. Weichmacher, Caprolactam, ist nach Abschnitt 8.3 eine der festgelegten Extraktionen durchzuführen.

- b) Bei einem Massengehalt von mehr als 0,5 % an Glasfasern, Glaskugeln oder anderen Füllstoffen ist nach Abschnitt 8.4 der Glühverlust quantitativ zu bestimmen und die Einwaage entsprechend zu korrigieren.

Sofern die Polyamide andere Polymere, beispielsweise Polyolefine, oder Zuschlagstoffe für den Brandschutz enthalten, müssen besondere Verfahren für deren Bestimmung vereinbart und die Einwaage ebenfalls entsprechend korrigiert werden.

8.2 Trocknung

Der Massengehalt an Wasser in den Proben darf 0,5 % nicht überschreiten. Bei unbekanntem Wassergehalt werden die zerkleinerten Proben in einem Vakuum-Trockenschrank etwa 16 Stunden bei einem Druck von etwa 20 mbar und einer Temperatur von etwa 80 °C getrocknet.

8.3 Extraktion der extrahierbaren Bestandteile

8.3.1 Verfahren A

Die Extraktion der extrahierbaren Bestandteile wird mit einer Probenmenge von etwa 1,5 g nach DIN 53 738 durchgeführt. Als Extraktionsflüssigkeit wird Methanol verwendet. Als Extraktionsgefäß wird vorzugsweise ein Extraktor nach Twisselmann (Heißextraktion) angewendet. Die Extraktionsdauer beträgt 5 bis 10 Stunden.

Bei Copolyamiden, die in Methanol löslich sind, können monomere Anteile ebenfalls nach DIN 53 738 extrahiert werden, jedoch mit Methylenchlorid als Lösemittel.

8.3.2 Verfahren B

Die Probe wird zweimal jeweils etwa 6 Stunden in 50 bis 100 cm^3 Methanol unter Rückfluß gekocht, wobei das Methanol nach dem ersten Kochen erneuert wird.

8.3.3 Trocknung nach der Extraktion

Nach der Extraktion nach Verfahren A oder B wird die Probe mindestens 3 Stunden im Wärmeschrank bei 45 bis 65 °C getrocknet. Sie wird dann, sofern keine weiteren unlöslichen Zuschlagstoffe enthalten sind, ohne Korrektur der Einwaage (siehe Abschnitt 9) zur Bestimmung der Viskosität verwendet.

8.4 Bestimmung der unlöslichen Bestandteile wie Glasfasern und andere nicht flüchtige Füllstoffe für die Festlegung der Einwaage der Probe

8.4.1 Durchführung

Der Massengehalt an Glasfasern und anderen nicht flüchtigen anorganischen Füllstoffen, wie beispielsweise mineralische Stoffe, in der Probe wird durch die Bestimmung des Glühverlustes nach DIN EN 60 ermittelt.

8.4.2 Berechnung der Einwaage

Die Masse der korrigierten Einwaage m_k in g wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$m_k = \frac{m}{1 - \frac{\omega}{100}}$$

Hierin bedeuten:

m erforderliche Masse an reinem Polyamid in der Einwaage in g

ω Massengehalt an unlöslichen Bestandteilen im Polyamid in %

9 Durchführung

9.1 Reinigung des Viskosimeters

Das Ubbelohde-Viskosimeter wird vor dem ersten Gebrauch und später von Zeit zu Zeit mit Chromschwefelsäure