Kunststoffe

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimetern

Teil 2: Vinylchlorid-Polymere

(ISO 1628-2 : 1998) Deutsche Fassung EN ISO 1628-2 : 1998

DIN EN ISO 1628-2

ICS 83.080.20

Ersatz für
DIN 53726 : 1983-09

Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers — Part 2: Poly(vinyl chloride) resins (ISO 1628-2 : 1998);
German version EN ISO 1628-2 : 1998

Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide des viscosimetres à capillaires — Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle) (ISO 1628-2 : 1998);
Version allemande EN ISO 1628-2 : 1998

Die Europäische Norm EN ISO 1628-2 : 1997 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 249 „Kunststoffe" wird über den Normenausschuß Kunststoffe (FNK) wahrgenommen.

An der Erstellung dieser Europäischen Norm war seitens des DIN der folgende Arbeitsausschuß beteiligt:

FNK-AA 303.2 „PVC-Formmassen"

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 1042	siehe DIN 12664-1
ISO 1269	siehe DIN ISO 1269
ISO 1628-1	siehe DIN EN ISO 1628-1
ISO 3105	siehe DIN 51562-1, DIN 51366

Änderungen

Gegenüber DIN 53726 : 1983-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

— Inhalt der Europäischen Norm EN ISO 1628-2 : 1998 übernommen.

Frühere Ausgaben

DIN 53726: 1961-06, 1983-09

Fortsetzung Seite 2
und 13 Seiten EN

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 1628-2:1999-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 12664-1
Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 51366
Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Cannon-Fenske-Viskosimeter für undurchsichtige Flüssigkeiten

DIN 51562-1
Viskosimetrie — Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimeter — Normal-Ausführung

DIN EN ISO 1628-1
Kunststoffe — Bestimmung der Viskositätszahl und der Grenzviskositätszahl — Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO 1628-1 : 1997); Deutsche Fassung EN ISO 1628-1 : 1998

DIN ISO 1269
Kunststoffe — Vinylchlorid-Homo- und Copolymerisate — Bestimmung der flüchtigen Bestandteile (einschließlich Wasser); Identisch mit ISO 1269 : 1980

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 1628-2:1999-11

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN ISO 1628-2

Dezember 1998

ICS 83.080.20

Deutsche Fassung

Kunststoffe

Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimetern

Teil 2: Vinylchlorid-Polymere (ISO 1628-2 : 1998)

Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers — Part 2: Poly(vinyl chloride) resins (ISO 1628-2 : 1998)

Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide des viscosimetres à capillaires — Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle) (ISO 1628-2 : 1998)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 13. Dezember 1998 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

© 1998 CEN — Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

Ref. Nr. EN ISO 1628-2 : 1998 D

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 1628-2:1999-11

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 1628-2 : 1998 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 1999 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 1628-2 : 1998 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG: Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 1628 definiert spezielle Bedingungen zur Bestimmung der reduzierten Viskosität (auch bekannt unter dem Begriff Viskositätszahl) und des K-Wertes von VC-Polymeren. Er findet Anwendung für Polymere in pulvriger Form, die aus Homopolymeren des Monomers Vinylchlorid und Co- oder Terpolymeren usw. von Vinylchlorid mit einem oder mehreren anderen Monomeren bestehen, wobei aber Vinylchlorid den Hauptbestandteil darstellt. Die Polymere können kleine Mengen nicht polymerisierter Substanzen (z. B. Emulgatoren oder Suspensionshilfsmittel, Katalysatorreste usw.) sowie anderer Substanzen enthalten, die im Laufe der Polymerisation hinzugegeben werden. Dieser Teil der ISO 1628 ist jedoch nicht anwendbar auf Polymere, die einen höheren Anteil als 0,5 % $\pm$ 0,1 % an flüchtigen Bestandteilen gemäß der Bestimmung nach ISO 1269 aufweisen. Darüber hinaus ist er nicht anwendbar auf Polymere, die nicht vollständig in Cyclohexanon löslich sind.

Die reduzierte Viskosität und der K-Wert eines bestimmten Polymers sind abhängig von seiner molaren Masse, aber diese Abhängigkeit variiert mit der Konzentration und dem Typ anderer anwesender Monomere. Deshalb müssen Homo- und Copolymere mit gleicher reduzierter Viskosität oder gleichem K-Wert nicht unbedingt dieselbe molare Masse aufweisen.

Die Werte für die reduzierte Viskosität und den K-Wert, die man für ein bestimmtes Prüfmuster eines VC-Polymers erhält, hängen von der gewählten Konzentration der für die Messung verwendeten Lösung in unterschiedlicher Weise ab. Deshalb wird die Anwendung des in diesem Teil von ISO 1269 beschriebenen Bestimmungsverfahrens nur dann zu vergleichbaren Werten für die reduzierte Viskosität und den K-Wert führen, wenn die Konzentrationen der benutzten Lösungen identisch sind.

Die „limiting viscosity number“ findet für VC-Polymere keine Anwendung.

Die in diesem Teil von ISO 1628 beschriebenen Bestimmungsverfahren können auch zur Charakterisierung der Polymerfraktion benutzt werden, die man im Rahmen einer chemischen Analyse einer PVC-Formmasse erhält. Jedoch können die so berechneten Werte für die reduzierte Viskosität oder den K-Wert in diesem Fall von dem tatsächlichen Wert für das in der Formmasse enthaltene Polymer abweichen, weil die erhaltene Polymerfraktion im allgemeinen verunreinigt ist.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die aufgrund von Verweisungen in diesem Text auch für diesen Teil von ISO 1628 gelten. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung, und die Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf diesen Teil von ISO 1628 basieren, sind gehalten, nach Möglichkeit die neuesten Ausgaben der nachfolgend aufgeführten Ausgaben anzuwenden. IEC- und ISO-Mitglieder verfügen über Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 1042 : 1998
Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 1269 : 1980
Plastics — Homopolymer and copolymer resins of vinyl chloride — Determination of volatile matter (including water)

ISO 1628-1 : 1998
Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscosimeters — Part 1: General principles

ISO 3105 : 1994
Glass capillary kinematic viscometers — Specification and operating instructions

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die in diesem Teil der ISO 1628 benutzten Begriffe sind in ISO 1628-1 : 1998, Abschnitt 3, und speziell in den Unterabschnitten 3.3.3 (reduzierte Viskosität) und 3.3.6 (K-Wert) definiert.

4 Grundlagen

Ein Prüfmuster wird in einem Lösemittel aufgelöst. Die reduzierte Viskosität und der K-Wert werden aus den Durchlaufzeiten für das Lösemittel und die Lösung in einem Kapillar-Viskosimeter ermittelt.

5 Reagentien

Cyclohexanon mit einem Verhältnis von Viskosität/Dichte (kinematische Viskosität) zwischen 2,06 $\times$ 10^{-6} m^2s^{-1} und 2,33 $\times$ 10^{-6} m^2s^{-1} (2,06 mm^2s^{-1} und 2,33 mm^2s^{-1}) bei

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 1628-2:1999-11

25 °C. Der spezifizierte Siedepunkt muß bei 155 °C liegen. Lagerung des Lösemittels im Dunkeln in einer dunkelgefärbten Flasche, die mit einem Schliffstopfen verschlossen ist. Prüfung der kinematischen Viskosität vor Gebrauch.

6 Geräte

Die Beschreibung der für die Viskositätsmessungen von Polymeren in verdünnter Lösung benötigten Geräte findet sich in ISO 1628-1 : 1998, Abschnitt 5. Zusätzlich werden folgende spezielle Ausrüstungen für die in diesem Teil der ISO 1628 beschriebenen Bestimmungsverfahren benötigt:

6.1 Viskosimeter: Von den im Abschnitt 5.1 der ISO 1628-1 : 1998 beschriebenen Viskosimetern ist das Modell 1C mit einem Kapillardurchmesser von 0,77 mm ± 2 % gemäß Tabelle B4 von ISO 3105 : 1994 als Referenzviskosimeter zu benutzen.

Andere als in ISO 1628-1 beschriebene Viskosimeter dürfen unter der Voraussetzung benutzt werden, daß die Korrelation zwischen dem gewählten Viskosimeter und dem Referenzviskosimeter über den Meßbereich der reduzierten Viskositäten und K-Werte sichergestellt ist und die Meßwerte entsprechend korrigiert werden.

6.2 Kalibrierter Kolben (Meßkolben mit Ringmarke, Klasse A, wie in ISO 1042 spezifiziert) mit einem Volumen von 50 ml).

ANMERKUNG: Die Verwendung eines bei 20 °C kalibrierten Meßkolbens — wie in ISO 1042 spezifiziert — verursacht einen vernachlässigbaren systematischen Fehler.

6.3 Filtertrichter mit einer Glasfritte mittlerer Porosität (Porengröße zwischen 40 µm und 50 µm) oder Glastrichter mit Filtrierpapier.

6.4 Mechanischer Rührer, ausgestattet mit einer Heizquelle zur Beheizung des Meßkolbens (siehe Abschnitt 6.2) und seines Inhalts im Bereich von 80 °C bis 85 °C. Alternativ kann ein Rührer oder Schüttler in einen Ofen mit einer Temperatur zwischen 80 °C und 85 °C gestellt werden.

6.5 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.6 Thermostatenbad, welches auf 25 °C ± 0,5 °C in ganzzahligen Vielfachen von 0,1 °C eingestellt werden kann und welches die eingestellte Temperatur mit einer Fehlergrenze von ± 0,05 °C aufrechterhält.

6.7 Thermometer mit einer Fehlergrenze von 0,05 °C.

6.8 Zeitmeßeinrichtung mit einer Fehlergrenze von 0,1 s.

7 Probe

Die Probe muß einen repräsentativen Teil des Polymers darstellen, dessen Eigenschaften bestimmt werden sollen. Ihre Menge muß für zwei Prüfmuster ausreichen.

8 Anzahl der Bestimmungen

Durchführung von zwei vollständigen Prüfungen mit jeweils einem neuen Prüfmuster.

9 Durchführung

9.1 Herstellung der Lösung

Allgemeine Anforderungen für das Auflösen von Polymeren in Lösemitteln werden in ISO 1628-1 : 1998, Abschnitt 6, beschrieben.

Es muß eine Lösung mit einer Konzentration von (5 ± 0,1) g/l bei (25 ± 1) °C hergestellt werden.

(0,250 ± 0,005) g des Polymers sind mit einer Fehlergrenze von 0,2 mg einzuwiegen und anschließend quantitativ in den 50-ml-Meßkolben (6.2) zu überführen. Danach sind in den Meßkolben ungefähr 40 ml Cyclohexanon (5.1) hinzuzufügen, während der Meßkolben mit der Hand leicht geschwenkt wird, um Coagulationen oder die Bildung von Klumpen zu vermeiden. Die Auflösung wird durch Rühren für eine Stunde zwischen 80 °C und 85 °C unter Benutzung des Rührers (6.4) fortgesetzt (visuelle Prüfung, ob der Auflösevorgang abgeschlossen ist). Falls dann noch immer gelierte Partikel sichtbar sind, ist der Vorgang mit einer neuen Menge des Polymers zu wiederholen. Anschließend ist die Lösung auf (25 ± 1) °C abzukühlen und bis zur Marke des 50-ml-Meßkolbens mit Cyclohexanon der gleichen Temperatur aufzufüllen. Dabei ist die Lösung gründlich durch Schütteln zu mischen.

Die tatsächliche Konzentration ist mit einer Fehlergrenze von ± 0,1 % zu bestimmen.

Wurde eine Menge von (0,250 ± 0,000 25) g eingewogen und auf 50 ml Lösung wie oben beschrieben aufgefüllt, so können aus dem Verhältnis der Durchlaufzeiten (dem sog. Viskositätsverhältnis) die reduzierte Viskosität und der K-Wert direkt aus Tabelle 1 abgelesen werden.

Alternative Verfahren zur Herstellung der Lösung dürfen benutzt werden, z. B. durch Hinzufügen eines genau definierten Volumens des Lösemittels zu einer genau definierten Masse des Prüfmusters, vorausgesetzt, daß die so erhaltenen Werte für die reduzierte Viskosität und den K-Wert äquivalent zu denjenigen sind, die unter Anwendung des oben beschriebenen Verfahrens der Lösungsherstellung erhalten werden. Solche alternativen Verfahren zur Lösungsherstellung erfordern einerseits die genaue experimentelle Bestimmung der Menge an Lösemittel sowie der Masse an Prüfmuster und andererseits eine Kompensierung für den Verlust an Lösemittel durch Verdampfen während des Auflöseprozesses.

Falls die Polymere einen größeren K-Wert als 85 haben, wird das Verhältnis der Durchlaufzeiten von Lösung zu Lösemittel den maximalen Wert von 2,0 überschreiten, was im Gegensatz zu der in ISO 1628-1 : 1998 festgelegten Vorgabe steht. Um die Gleichheit der Bestimmungsverfahren bei allen PVC-Typen zu gewährleisten, wird diese Abweichung von den Vorgaben ignoriert. Alle zur Zeit verfügbaren Polymere sind mit der gleichen Masse an Prüfmuster zu testen.

9.2 Bestimmung der Durchlaufzeiten

Die Durchführung wird in ISO 1628-1 : 1998, Abschnitt 8, beschrieben.

Die Temperatur des Thermostaten (6.6) muß so eingestellt werden, daß die mit Hilfe des Thermometers (6.7) gemessene tatsächlich vorherrschende Temperatur im Temperaturbereich (25 ± 0,5) °C liegt. Der Thermostat muß diese Temperatur mit einer Stabilität von ± 0,05 °C erhalten.

Beim Befüllen des Viskosimeters sind das Lösemittel und die Lösung unter Benutzung des Filtertrichters oder des Glastrichters mit Filtrierpapier (6.3) zu filtrieren.

Besondere Aufmerksamkeit sollte dem Reinigen des Viskosimeters gewidmet werden, wobei die Reinigung in Anlehnung an das in ISO 1628-1 : 1998, Anhang A, beschriebene Verfahren durchgeführt werden soll. Die Durchlaufzeiten mit dem Kontrollösemittel Cyclohexanon müssen für ein vorgegebenes Viskosimeter im Rahmen von 0,2 s konstant sein. Die Messungen mit der Lösung

AVA Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 1628-2:1999-11