

DIN EN ISO 307

ICS 83.080.20

Ersatz für
DIN EN ISO 307:2013-08**Kunststoffe –
Polyamide –
Bestimmung der Viskositätszahl (ISO 307:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 307:2019**

Plastics –
Polyamides –
Determination of viscosity number (ISO 307:2019);
German version EN ISO 307:2019

Plastiques –
Polyamides –
Détermination de l'indice de viscosité (ISO 307:2019);
Version allemande EN ISO 307:2019

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 307:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-02-10 AA „Thermoplast-Werkstoffe“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 1628-1	siehe	DIN EN ISO 1628-1
ISO 3451-4	siehe	DIN EN ISO 3451-4
ISO 15512	siehe	DIN EN ISO 15512
ISO 16396-1	siehe	DIN EN ISO 16396-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 307:2013-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“ aktualisiert;
- b) Aktualisierung von Abschnitt 9;
- c) Literaturhinweise aktualisiert;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 53727: 1963-04, 1967-11, 1971-06, 1980-01

DIN EN ISO 307: 1998-03, 2003-12, 2007-08, 2013-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 1628-1, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter — Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

DIN EN ISO 3451-4, *Kunststoffe — Bestimmung der Asche — Teil 4: Polyamide*

DIN EN ISO 15512, *Kunststoffe — Bestimmung des Wassergehaltes*

DIN EN ISO 16396-1, *Kunststoffe — Polyamid (PA)-Formmassen für das Spritzgießen und die Extrusion — Teil 1: Bezeichnungssystem, Produktkennzeichnung und Basis für Spezifikationen*

— Leerseite —

Deutsche Fassung
Kunststoffe —
Polyamide —
Bestimmung der Viskositätszahl
(ISO 307:2019)

Plastics —
Polyamides —
Determination of viscosity number
(ISO 307:2019)

Plastiques —
Polyamides —
Détermination de l'indice de viscosité
(ISO 307:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. März 2019 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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 Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien	9
5.1 Lösemittel und Reagenzien	9
5.2 Reinigungsflüssigkeiten	11
6 Prüfeinrichtung	11
7 Probenvorbereitung	12
7.1 Allgemeines	12
7.2 Proben mit weniger als 98 % (Massenanteil) Polyamid	13
8 Berechnung der Analysenmenge	13
9 Auswahl des Lösemittels	14
10 Durchführung	14
10.1 Reinigung des Viskosimeters	14
10.2 Vorbereitung der Prüflösung	15
10.2.1 Allgemeines	15
10.2.2 Volumetrisches Verfahren	15
10.2.3 Volumetrisches Verfahren, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt	15
10.2.4 Gravimetrisches Verfahren, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt	16
10.3 Messung der Durchlaufzeiten	17
11 Angabe der Ergebnisse	18
12 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	19
13 Zusammenhang zwischen der in 96 % (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskosität	19
14 Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Schwefelsäure (95 % bis 98 %) und Einstellung auf 96 % durch Titration	21
Anhang B (informativ) Bestimmung der Konzentration von Schwefelsäure (95 % bis 98 %) und Einstellung auf 96 % durch Messung der Durchlaufzeit in einem kleinen Kapillarviskosimeter	24
Anhang C (informativ) Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Titration	26
Anhang D (informativ) Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Dichtemessung	28

Anhang E (informativ) Zusammenhang zwischen der in 96 % (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskosität.....	31
Literaturhinweise.....	43

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 307:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2019 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 307:2007.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 307:2019 wurde von CEN als EN ISO 307:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 9, *Thermoplastic materials*, erarbeitet.

Diese sechste Ausgabe ersetzt die fünfte Ausgabe (ISO 307:2007), die technisch überarbeitet wurde, um Abschnitt 9 zu aktualisieren. Sie enthält auch die Änderung ISO 307:2007/Amd.1:2013.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Viskositätszahl von verdünnten Polyamidlösungen in bestimmten, festgelegten Lösemitteln fest. Die Bestimmung der Viskositätszahl eines Polyamids ergibt einen Wert, der von der Molekülmasse des Polymers abhängt, jedoch nicht streng mit der Molekülmasse korreliert.

Zusatzstoffe, wie z. B. Flammschutzmittel und Modifikatoren, wirken sich oft störend auf die Viskositätsmessung aus und können in einem Lösemittel zu einem größeren und in einem anderen Lösemittel zu einem kleineren Wert der Viskositätszahl führen. Der Grad der Auswirkung hängt unter anderem von dem Zusatzstoff, der Menge an Zusatzstoff, dem Vorhandensein weiterer Zusatzstoffe und Reaktionen ab.

Die in einem bestimmten Lösemittel gemessene Viskositätszahl einer Polyamidprobe mit Zusatzstoffen, die sich störend auf die Viskositätsmessung auswirken, stellt eine spezifische Viskositätszahl für das zu untersuchende Polyamid und die tatsächlichen Messbedingungen dar. Die gemessene Viskositätszahl kann an sich nicht von einem Lösemittel auf ein anderes Lösemittel umgewandelt werden und ist nur für den Vergleich innerhalb von Produkten geeignet.

Die Viskositätszahl von reinen Polyamiden oder von Polyamiden mit Zusatzstoffen, die die Viskositätsmessung nicht stören, kann durch eine allgemeingültige Beziehung für den vorliegenden Polyamidtyp von einem Lösemittel auf ein anderes Lösemittel umgewandelt werden.

Es ist vorgesehen, dass Polyamidproben zur Bestimmung der Viskositätszahl in den aufgeführten Lösemitteln vollständig löslich sind. Darin enthaltene Zusatzstoffe, wie Glas- und Kohlenstofffasern, sind von der Lösung zu trennen.

Da es nicht möglich ist, zwischen den extrahierbaren Stoffen, wie z. B. Caprolactam, dessen Oligomeren und anderen extrahierbaren Zusatzstoffen zu unterscheiden, werden diese als wesentlicher Bestandteil der Probe angesehen und demzufolge in die Probenmasse einbezogen.

Das Prüfverfahren ist für die Produktionskontrolle und für den Vergleich innerhalb von Produkten anwendbar, selbst wenn das Polyamid Zusatzstoffe enthält, die die Viskositätsmessung stören. Es sollte jedoch erkannt werden, dass Abweichungen der Viskositätszahl entweder durch das Polyamid selbst, durch von vorhandenen Zusatzstoffen hervorgerufene Auswirkungen oder durch eine Kombination von diesen bedingt sein können.

Der Störeinfluss von Zusatzstoffen auf die Viskositätsmessung kann durch Vergleich der Ergebnisse der Viskositätsmessung von Trockenmischungen und regelmäßigen Produktionsproben mit verschiedenen Konzentrationen des zu untersuchenden Zusatzstoffes und in den betreffenden Lösemitteln überprüft werden. Es sollte beachtet werden, dass weitere vorhandene Zusatzstoffe ebenfalls das Ergebnis der Viskositätsmessung beeinflussen könnten.

Die Wiederhol- und Vergleichspräzision des Prüfverfahrens werden in hohem Maß von der Richtigkeit der Lösemittelkonzentration, der Anwendung der Hagenbach-Korrektur, falls anwendbar, und der Temperatur des Lösemittels beim Verdünnen der Probenlösung beeinflusst.

In diesem Dokument werden zwei spezifische Viskosimeter empfohlen. Außerdem dürfen auch andere in ISO 3105 angeführte Viskosimetertypen eingesetzt werden, vorausgesetzt, es ist nachgewiesen, dass die Ergebnisse den Ergebnissen, die mit den empfohlenen Viskosimetern ermittelt wurden, gleichwertig sind. Es ist zu erwarten, dass bei der nächsten Überarbeitung dieses Dokuments die Anwendung der anderen Viskosimetertypen ausgeschlossen wird.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Viskositätszahl von verdünnten Polyamidlösungen in bestimmten, festgelegten Lösemitteln fest.

Das Verfahren ist auf Polyamide mit den Bezeichnungen PA 46, PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 11, PA 12, PA 6T/66, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66 und PA MXD6, wie in ISO 16396-1 definiert, und Copolyamide, Polyamid-Mischungen und sonstige Polyamide anwendbar, die unter den festgelegten Bedingungen in einem der festgelegten Lösemittel löslich sind.

Das Verfahren ist nicht auf Polyamide anwendbar, die durch anionische Polymerisation von Laktamen oder mit Vernetzungsmitteln hergestellt wurden; derartige Polyamide sind normalerweise in den festgelegten Lösemitteln unlöslich.

Die Viskositätszahl wird nach dem in ISO 1628-1 festgelegten allgemeinen Verfahren unter Beachtung der in diesem Dokument festgelegten besonderen Bedingungen bestimmt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

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

ISO 3105, *Glass capillary kinematic viscometers — Specifications and operating instructions*

ISO 3451-4, *Plastics — Determination of ash — Part 4: Polyamides*

ISO 15512, *Plastics — Determination of water content*

ISO 16396-1, *Plastics — Polyamide (PA) moulding and extrusion materials — Part 1: Designation system, marking of products and basis for specifications*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 1628-1 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Viskositätszahl

<Polymer> Zahl, die nach der folgenden Gleichung für Durchlaufzeiten berechnet wird, die ausreichend lang sind, damit die Anwendung der kinetischen Energie-Korrektur nicht erforderlich wird:

$$VN = \left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1 \right) \times \frac{1}{c}$$

Dabei ist

η die Viskosität einer Polymerlösung in einem festgelegten Lösemittel, in Pa/s^{N1)} oder N/m²·s;

η_0 die Viskosität des Lösemittels, angegeben in den identischen Einheiten wie η ;

$\frac{\eta}{\eta_0}$ die relative Viskosität einer Polymerlösung in einem festgelegten Lösemittel;

c die Konzentration des Polymers in der Lösung, in g/ml;

VN die Viskositätszahl, angegeben in ml/g.

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Gleichung gilt für die Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Niveau, die den Anforderungen von ISO 3105 entsprechen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für ein bestimmtes eingesetztes Viskosimeter ergibt sich das Viskositätsverhältnis bei annähernd gleicher Dichte von Lösemittel und Lösung aus dem Verhältnis der Durchlaufzeiten bei der Konzentration der Lösung:

$$\frac{\eta}{\eta_0}$$

Dabei ist

$\frac{\eta}{\eta_0}$ die relative Viskosität einer Polymerlösung in einem festgelegten Lösemittel.

Anmerkung 3 zum Begriff: Wie in ISO 3105 angegeben, ist bei Durchlaufzeiten unter 200 s bzw. 60 s für die Ubbelohde-Viskosimeter vom Typ 1 bzw. Typ 2 eine kinetische Korrektur anzuwenden: die so genannte Hagenbach-Korrektur. Bei anderen Viskosimetertypen ist die kinetische Energie-Korrektur anzuwenden, wenn die Korrektur $\geq 0,15$ % ist.

Anmerkung 4 zum Begriff: Die Durchlaufzeit und Viskosität einer Flüssigkeit sind durch folgende Gleichung verknüpft:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = C \times t - \left(\frac{A}{t^2} \right)$$

N1) Nationale Fußnote: Fehler in der englischen Referenzfassung: Gemeint ist „Pa·s“. Dieser Fehler wird voraussichtlich bei der nächsten Überarbeitung der ISO 307 korrigiert.

Dabei ist

- η die Viskosität einer Polymerlösung in einem festgelegten Lösemittel, in Pa/s^{N2)} oder N/m²·s;
- ν das Verhältnis Viskosität/Dichte, in Quadratmeter je Sekunde;
- ρ die Dichte der Flüssigkeit, in Kilogramm je Kubikmeter;
- C die Viskosimeterkonstante, in Quadratmeter je Quadratsekunde;
- t die Durchlaufzeit, in Sekunden;
- A der Parameter der kinetischen Korrektur, in Quadratmetersekunden.

Anmerkung 5 zum Begriff: Für ein bestimmtes eingesetztes Viskosimeter, bei annähernd gleicher Dichte von Lösemittel und Lösung, und einem vorgegebenen kinetischen Faktor ergibt sich das Viskositätsverhältnis

$$\frac{\eta}{\eta_0}$$

aus dem Verhältnis der Durchlaufzeiten bei der Konzentration der Lösung in diesem Dokument, wobei jede Durchlaufzeit um die so genannte Hagenbach-Korrektur (in Sekunden) verringert wurde, die vom Hersteller des Viskosimeters als Funktion der Durchlaufzeit angegeben wird.

4 Kurzbeschreibung

Die Durchlaufzeiten eines Lösemittels und einer Polyamidlösung mit einer Konzentration von 0,005 g/ml im Lösemittel werden bei 25 °C gemessen, wobei dasselbe Viskosimeter für beide Messungen verwendet wird. Die Viskositätszahl wird aus diesen Messungen und der bekannten Konzentration der Lösung berechnet.

5 Reagenzien

5.1 Lösemittel und Reagenzien

Es dürfen ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und nur destilliertes Wasser oder Wasser von äquivalenter Reinheit verwendet werden.

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Die Anwender dieses Dokumentes sollten mit der Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument beansprucht nicht, sämtliche mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Einige Chemikalien, z. B. 1,1,2,2-Tetrachlorethan, sind in einigen Ländern verboten. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Maßnahmen zum Arbeits- und Gesundheitsschutz zu ergreifen und die Einhaltung aller nationalen gesetzlichen Rahmenbedingungen sicherzustellen.

WARNUNG — Berührung mit der Haut und das Einatmen von Dämpfen der Lösemittel und Reinigungsflüssigkeiten sind zu vermeiden.

5.1.1 Schwefelsäure, (96,00 ± 0,20) % Lösung (Massenanteil).

Zur Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Schwefelsäure (95 % bis 98 %) und Einstellung auf 96,00 % wird auf die Anhänge A und B verwiesen.

N2) Nationale Fußnote: Fehler in der englischen Referenzfassung: Gemeint ist „Pa·s“. Dieser Fehler wird voraussichtlich bei der nächsten Überarbeitung der ISO 307 korrigiert.

5.1.2 Ameisensäure, (90,00 ± 0,15) % Lösung (Massenanteil).

Das Lösemittel muss in einer braunen Glasflasche aufbewahrt werden. Die Konzentration des Lösemittels muss mindestens im Abstand von 2 Wochen überprüft werden. Es darf nicht mehr als 0,2 % Essigsäure oder Methylformiat enthalten.

Zur Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Ameisensäure (90 %) und Einstellung auf (90,00 ± 0,15) % wird auf die Anhänge A und B verwiesen.

5.1.3 *m*-Kresol, das folgende Anforderungen erfüllt:

- Aussehen: klar und farblos;
- *m*-Kresolgehalt: mindestens 99 % (Massenanteil);
- *o*-Kresolgehalt: höchstens 0,3 % (Massenanteil);
- Wassergehalt: höchstens 0,13 % (Massenanteil).

m-Kresol mit der erforderlichen Reinheit darf durch Destillation von chemisch reinem *m*-Kresol, vorzugsweise unter Vakuum, erhalten werden. Falls Destillation angewendet wird, muss zur Vermeidung von Oxidation Stickstoff für den Druckausgleich verwendet werden. Die Reinheit des *m*-Kresols darf mittels Gaschromatographie überprüft werden. Das Lösemittel muss in einer braunen Glasflasche aufbewahrt werden.

5.1.4 Phenol, mindestens 99 % (Massenanteil).

5.1.5 1,1,2,2-Tetrachlorethan, mindestens 99,5 % (Massenanteil).

5.1.6 Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan.

6 Massenteile Phenol (5.1.4) einwiegen und in 4 Massenteilen 1,1,2,2-Tetrachlorethan (5.1.5) lösen. Die Wägungen mit einer Messunsicherheit von 1 % oder besser durchführen. Die Mischung in ihrem Ausgangsbehälter bei 23 °C rühren, um die Bildung von Kristallen zu verhindern.

5.1.7 Orthophosphorsäure, 85 % (Massenanteil), Dichte 1,71 g/ml.

5.1.8 *m*-Kresol/Phosphorsäure.

50 ml *m*-Kresol (5.1.3) in einen Wägekolben (6.4) überführen, und mit einer Glaspipette (6.5) 0,14 ml Orthophosphorsäure (5.1.7) hinzufügen. Den Kolben verschließen und den Inhalt für 30 min bei 100 °C mit einem Magnetrührer rühren. Die Lösung unter ständigem Rühren in einen Messkolben^{N3)} mit etwa 800 ml *m*-Kresol geben. Den Wägekolben mehrmals mit *m*-Kresol spülen, und die Spülflüssigkeit zu der *m*-Kresol-Lösung hinzufügen. Das Magnetrührstäbchen entfernen und den Messkolben bis zur Marke auffüllen. Die Lösung für 30 min rühren.

^{N3)} Nationale Fußnote: In der englischen Referenzfassung wird nicht auf das Fassungsvermögen dieses Messkolbens hingewiesen, es beträgt 1 000 ml. Dieser Fehler wird voraussichtlich bei der nächsten Überarbeitung der ISO 307 korrigiert.

5.2 Reinigungsflüssigkeiten

5.2.1 Chromschwefelsäurelösung, hergestellt durch Mischen gleicher Volumina Schwefelsäure (96 %, $\rho_0 = 1,84$ g/ml, technische Qualität) und gesättigter Kaliumdichromatlösung (99,5 %, technische Qualität). Die Chromschwefelsäurelösung darf, falls erforderlich, durch andere, ebenso wirksame Reinigungsflüssigkeiten ersetzt werden.

5.2.2 Aceton, (99,5 %, technische Qualität) oder ein anderes wasserlösliches Lösemittel mit niedrigem Siedepunkt (technische Qualität).

6 Prüfeinrichtung

6.1 Vakuumtrockenschrank, Druck unter 100 kPa.

6.2 Waage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.3 Messkolben, Fassungsvermögen 50 ml oder 100 ml, nach den Anforderungen von ISO 1042, mit Schliffstopfen.

6.4 Wägekolben, Fassungsvermögen 100 ml, mit Schliffstopfen.

6.5 Pipette, Fassungsvermögen 0,2 ml, ablesbar auf 0,01 ml.

6.6 Schüttelmaschine oder Magnetrührer.

6.7 Sinter-Glasfilter, mit einer Porenweite zwischen 40 μm und 100 μm (Grad P 100) oder ein Sieb aus nichtrostendem Stahl mit einer Maschenweite von etwa 0,075 mm².

6.8 Ubbelohde-Viskosimeter mit hängendem Niveau nach den Anforderungen von ISO 3105. Die wesentlichen Maße des Viskosimeters sind in Bild 1 angegeben. Bei Gebrauch mit der Ameisensäurelösung (5.1.2) muss der Innendurchmesser der Kapillare 0,58 mm $\pm$ 2 % (entsprechend den Anforderungen an Größe Nr. 1 aus ISO 3105) betragen. Bei Gebrauch mit der Schwefelsäurelösung (5.1.1) oder *m*-Kresol (5.1.3) muss der Innendurchmesser der Kapillare 1,03 mm $\pm$ 2 % (entsprechend den Anforderungen an Größe Nr. 2 aus ISO 3105) betragen.

Angewendet werden dürfen weitere in ISO 3105 aufgeführte Viskosimetertypen, vorausgesetzt, die Ergebnisse sind denen der vorstehend festgelegten Ubbelohde-Viskosimeter nachweislich gleichwertig. In Schiedsfällen muss jedoch das empfohlene Viskosimeter verwendet werden.

Bei der Auswahl eines anderen/anderer Viskosimetertyps/-typen ist nach ISO 1628-1 vorzugehen.

In diesem Dokument werden die Ubbelohde-Viskosimeter der Größen Nr. 1 und Nr. 2 nach ISO 3105 empfohlen. Es ist zu erwarten, dass im Ergebnis der nächsten 5-Jahres-Überarbeitung nur diese beiden Viskosimeter zugelassen sein werden.