DIN EN ISO 1628-1

ICS 83.080.01

Einsprüche bis 2024-03-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 1628-1:2021-06

Entwurf

Kunststoffe – Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter – Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO/DIS 1628-1:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 1628-1:2024

Plastics –
Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers –
Part 1: General principles (ISO/DIS 1628-1:2024);
German and English version prEN ISO 1628-1:2024

Plastiques –
Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires –
Partie 1: Principes généraux (ISO/DIS 1628-1:2024);
Version allemande et anglaise prEN ISO 1628-1:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-01-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 1628-1:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

DIN EN ISO 1628 besteht unter dem allgemeinen Titel *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter* aus den folgenden Teilen:

— *Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

— *Teil 2: Vinylchlorid-Polymere*

— *Teil 3: Polyethylen und Polypropylen*

— *Teil 5: Thermoplastische Polyester (TP) Homopolymere und Copolymere*

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

ISO 80000-1	siehe	DIN EN ISO 80000-1
ISO 80000-4	siehe	DIN EN ISO 80000-4

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 1628-1:2021-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Abschnitt „Einleitung“ eingefügt;

b) die Berechnung des *K*-Wertes nach 9.2 verschoben;

c) ein alternatives Verfahren aufgenommen, das Differenzdruckverfahren, das auf dem Vergleich des Differenzialdrucks in Kapillarschläuchen aufgrund des gleichzeitigen Durchflusses von Polymerlösung und reinem Lösemittel beruht;

d) Norm redaktionell überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 80000-1, *Größen und Einheiten — Teil 1: Allgemeines*

DIN EN ISO 80000-4, *Größen und Einheiten — Teil 4: Mechanik*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

– Leerseite –

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

– Entwurf –

Januar 2024

prEN ISO 1628-1

Kunststoffe – Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter – Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO/DIS 1628-1:2024)

Plastics – Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers – Part 1: General principles (ISO/DIS 1628-1:2024)

Plastiques – Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires – Partie 1: Principes généraux (ISO/DIS 1628-1:2024)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
Einleitung 6
1 Anwendungsbereich 7
2 Normative Verweisungen 7
3 Begriffe 7
3.1 Begriffe, die sich auf alle Flüssigkeiten beziehen 7
3.2 Begriffe, die sich auf Polymerlösungen beziehen 8
4 Kurzbeschreibung 9
4.1 Allgemeines 9
4.2 Verfahren A — Durchflusszeitverfahren 9
4.3 Verfahren B — Differenzdruckverfahren 10
5 Prüfeinrichtung 11
5.1 Durchflusszeitverfahren 11
5.2 Differenzdruckverfahren 15
6 Lösungen 16
6.1 Herstellung 16
6.2 Konzentration 16
7 Temperatur der Messung 17
8 Durchführung 17
8.1 Durchflusszeitverfahren 17
8.1.1 Allgemeines 17
8.1.2 Vorbereitung und Füllen des Viskosimeters 17
8.1.3 Messung der Durchflusszeit 17
8.2 Differenzdruckverfahren 18
8.2.1 Allgemeines 18
8.2.2 Erfassung des Inkrementalsignals des Viskositätsverhältnisses 18
9 Auswertung 20
9.1 Reduzierte Viskosität und intrinsische Viskosität 20
9.2 *K*-Wert 21
10 Prüfbericht 21
Anhang A (normativ) Reinigung der Geräte (Durchflusszeitverfahren) 23
Anhang B (informativ) Anmerkungen zu Fehlerquellen (Durchflusszeitverfahren) 24
B.1 Allgemeines 24
B.2 Prinzip der Messungen 24
B.3 Fehlerquellen 24
B.4 Auswahl des Viskosimeters 25
Anhang C (informativ) Anmerkungen zu Fehlerquellen (Differenzdruckverfahren) 28
C.1 Allgemeines 28
C.2 Prinzip der Messungen 28
C.3 Fehlerquellen 28
Literaturhinweise 30

Bilder

Bild 1 — Ubbelohde-Viskosimeter 12
Bild 2 — Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 14
Bild 3 — Zwei-Kapillar-Relativviskosimeter 15
Bild 4 — Plateauhöhe: Profil des Viskositätsverhältnis-Inkrementalsignals 19

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Bild 5 — Peakfläche: Profil des Viskositätsverhältnis-Inkrementalsignals 19

Tabellen

Tabelle 1 — Zur Viskositätsbestimmung in verdünnten Polymerlösungen empfohlene Ubbelohde-Viskosimeter 15
Tabelle B.1 — Beispiele für die Zuordnung der Verhältnisse Viskosität/Dichte für gängige Polymerlösemittel und die entsprechenden maximalen theoretischen Kapillardurchmesser 27

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 1628-1:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 1628-1:2021 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 1628-1:2024 wurde von CEN als prEN ISO 1628-1:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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 Directives, 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 Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*, erarbeitet.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 1628-1:2021), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

— ein Abschnitt „Einleitung“ wurde eingefügt;

— die Berechnung des *K*-Wertes wurde nach 9.2 verschoben;

— es wurde ein alternatives Verfahren aufgenommen, das Differenzdruckverfahren, das auf dem Vergleich des Differenzialdrucks in Kapillarschläuchen aufgrund des gleichzeitigen Durchflusses von Polymerlösung und reinem Lösemittel beruht.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 1628 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Einleitung

In diesem Dokument werden zwei Verfahren zur Bestimmung der Viskosität von Polymerlösungen beschrieben: das Durchflusszeitverfahren und das Differenzdruckverfahren. Die Ergebnisse beider Verfahren sind gleichwertig. Unterschiede ergeben sich möglicherweise aufgrund unterschiedlicher Bestimmungsbedingungen wie Konzentration, Lösemittel oder Schergeschwindigkeit.

Das Differenzdruckverfahren, das in diese Überarbeitung aufgenommen wurde, hat für die Industrie den wichtigen Vorteil, dass es sich leichter an die Automatisierung anpassen lässt, was zu einer verbesserten Effizienz, einem höheren Durchsatz und einer erhöhten Sicherheit für den Bediener führt. Das neu hinzugefügte Verfahren kann zur Verringerung des Lösemittelverbrauchs beitragen, da die Kapillaren weniger oft gespült werden müssen.

Ein weiterer Vorteil des neuen alternativen Differenzdruckverfahrens besteht darin, dass es als Teil bestehender oder neuer Geräteaufbauten für die Polymeranalyse in bestehende Arbeitsabläufe zur Polymercharakterisierung integriert werden kann.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die allgemeinen Grundlagen für die Bestimmung der reduzierten Viskosität, der intrinsischen Viskosität und des K-Wertes von organischen Polymeren in verdünnter Lösung fest. Es legt die bei Viskositätsmessungen angewendeten genormten Parameter fest.

Dieses Dokument wird für die Erarbeitung von Normen zur Messung der Viskositäten bestimmter Polymere in verdünnter Lösung herangezogen. Dieses Dokument wird auch zur Bestimmung der Viskositäten von Polymeren in verdünnter Lösung angewendet, für die es keine spezielle Norm gibt.

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

ISO 80000-1, *Quantities and units — Part 1: General*

ISO 80000-4, *Quantities and units — Part 4: Mechanics*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 80000-1, ISO 80000-4 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 https://www.electropedia.org/

3.1 Begriffe, die sich auf alle Flüssigkeiten beziehen

3.1.1
Viskosität
Eigenschaft einer Flüssigkeit, die zwischen zwei parallelen Platten geschert wird, von denen sich eine relativ zur anderen gleichförmig, geradlinig in ihrer eigenen Ebene bewegt und die durch die Newtonsche Gleichung festgelegt ist

$$\tau = \eta\dot{\gamma}$$

Dabei ist

τ die Schubspannung;

η die Viskosität;

$\dot{\gamma}$ das Geschwindigkeitsgefälle oder die Schergeschwindigkeit, dargestellt durch $\frac{dV}{dz}$, wobei V die Relativgeschwindigkeit der Platten zueinander und z die Koordinate senkrecht zu den beiden Ebenen ist.

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einheit der Viskosität ist Pa·s.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Viskosität wird im Allgemeinen als „newtonsche Viskosität“ verstanden, bei der das Verhältnis Schubspannung/Geschwindigkeitsgefälle konstant ist. Polymerlösungen mit hohen molaren Massen sind im Allgemeinen nicht-newtonsche Flüssigkeiten, bei denen sich dieses Verhältnis mit der Schergeschwindigkeit ändert. Diese Verhältnisse werden oft als „scheinbare Viskosität“ bei der entsprechenden Schubspannung bezeichnet.

3.1.2
Verhältnis Viskosität/Dichte
kinematische Viskosität
v
Verhältnis, das durch folgende Gleichung festgelegt ist

$$v = \frac{\eta}{\rho}$$

dabei ist ρ die Dichte der Flüssigkeit bei der Temperatur, bei der die Viskosität gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einheit der kinematischen Viskosität ist $m^2 \cdot s^{-1}$.

3.2 Begriffe, die sich auf Polymerlösungen beziehen

3.2.1
relative Viskosität
Viskositätsverhältnis
η_r
Verhältnis aus der Viskosität der Polymerlösung (bei einer bestimmten Konzentration) η und aus der Viskosität des Lösemittels η_0 bei der gleichen Temperatur

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0}$$

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Verhältnis ist dimensionslos.

3.2.2
relatives Viskositätsinkrement
Zunahme des Viskositätsverhältnisses und spezifische Viskosität
η_{sp}
Viskositätsverhältnis minus eins

$$\eta_{sp} = \left(\frac{\eta}{\eta_0}\right) - 1 = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}$$

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Zunahme des Viskositätsverhältnisses ist dimensionslos.

3.2.3
reduzierte Viskosität
Viskositätszahl
I
Verhältnis des relativen Viskositätsinkrements zur Polymerkonzentration c in der Lösung:

$$I = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c}$$

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einheit der reduzierten Viskosität ist m^3/kg.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die reduzierte Viskosität wird üblicherweise bei geringen Konzentrationen bestimmt (kleiner als 5 kg/m^3, d. h. 0,005 g/cm^3); eine Ausnahme stellen Polymere mit geringer molarer Masse dar, für die höhere Konzentrationen notwendig sein können.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

3.2.4
inhärente Viskosität
logarithmische Viskositätszahl
η_{inh}
Verhältnis des natürlichen Logarithmus des Viskositätsverhältnisses zur Polymerkonzentration in der Lösung

$$\eta_{inh} = \frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c}$$

Anmerkung 1 zum Begriff: Dimensionen und Einheiten entsprechen denen in 3.2.3.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die inhärente Viskosität wird üblicherweise bei geringen Konzentrationen bestimmt (kleiner als 5 kg/m^3, d. h. 0,005 g/cm^3); eine Ausnahme stellen Polymere mit einer geringen molaren Masse dar, für die höhere Konzentrationen notwendig sein können.

3.2.5
intrinsische Viskosität
Grenz-Viskositätszahl
η
Grenzwert der reduzierten Viskosität oder der inhärenten Viskosität (3.2.4) für unendliche Verdünnung:

$$[\eta] = \lim_{c \to 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c}\right)$$

$$[\eta] = \lim_{c \to 0} \frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c}$$

Anmerkung 1 zum Begriff: Dimensionen und Einheiten entsprechen denen in 3.2.3.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Einfluss der Schergeschwindigkeit auf die in 3.2.1 bis 3.2.5 festgelegten Funktionen wurde vernachlässigt, weil dieser Einfluss üblicherweise gering ist, wenn die Werte für die reduzierte Viskosität, die inhärente Viskosität und die intrinsische Viskosität weniger als 0,5 m^3/kg, d. h. weniger als 500 cm^3/g, betragen. Streng genommen können diese Funktionen bei einem (vorzugsweise unendlich kleinen) Grenzwert für die Schergeschwindigkeit festgelegt werden.

3.2.6
***K*-Wert**
empirischer Parameter, der sich auf die relative Viskosität und die Konzentration bezieht und zur Schätzung des Viskositätsmittels der Molekülmasse von Polymeren angewendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei konstanten Messparametern wie Art des Lösemittels, Konzentration und Temperatur hängt der *K*-Wert nur vom Viskositätsmittel der Molmassenverteilung ab.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Die Daten, die für die Berechnung der in 3.2 festgelegten Funktionen benötigt werden, werden durch den Vergleich von Viskositätsmessungen einer Polymerlösung und dem Lösemittel bestimmt.

4.2 Verfahren A — Durchflusszeitverfahren

Die Daten werden mit Hilfe eines Kapillarviskosimeters bestimmt. Die Durchflusszeiten für ein bestimmtes Volumen des Lösemittels t_0 und der Lösung t werden bei einer bestimmten Temperatur und bei Atmosphärendruck mit demselben Viskosimeter gemessen. Durchflusszeit und Viskosität einer Flüssigkeit sind durch die Gleichung von Poiseuille-Hagenbach-Couette wie in Gleichung (1) dargestellt verknüpft:

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

$$v = \frac{\eta}{\rho} = Ct - \left(\frac{A}{t^2}\right) \quad (1)$$

Dabei ist

v das Verhältnis Viskosität/Dichte;

C eine Viskosimeterkonstante;

A ein Parameter der kinetischen Energie-Korrektur;

ρ die Dichte der Flüssigkeit;

η die Viskosität der Flüssigkeit;

t die Durchflusszeit.

Im Rahmen dieses Dokuments muss die kinetische Energie-Korrektur $\left(\frac{A}{t^2}\right)$ als vernachlässigbar betrachtet werden, wenn sie weniger als 3 % der Viskosität des Lösemittels beträgt. Daher kann Gleichung (1) zu Gleichung (2) vereinfacht werden:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = Ct \quad (2)$$

Wenn außerdem die Konzentrationen der Lösung so eingegrenzt werden, dass sich die Dichte des Lösemittels ρ_0 und die Dichte der Lösung ρ um weniger als 0,5 % unterscheiden, entspricht das Viskositätsverhältnis $\frac{\eta}{\eta_0}$ dem sogenannten „Verhältnis der Durchflusszeiten“ $\frac{t}{t_0}$.

Die Notwendigkeit für diese Begrenzungen und die Folgen ihrer Überschreitung werden in Anhang B beschrieben.

4.3 Verfahren B — Differenzdruckverfahren

Die Daten werden mit Hilfe eines Zwei-Kapillar-Relativviskosimeters bestimmt. Der Differenzdruck über jede der beiden in Reihe geschalteten Kapillaren, von denen eine das Lösemittel Δp_0 und die andere die Polymerlösung Δp aufnimmt, wird bei einer bestimmten Temperatur gemessen, während ein erzwungener Durchfluss durch diese erfolgt.

Der Differenzdruck über einen Kapillarschlauch ist mit der Viskosität der strömenden Flüssigkeit bei laminarer Strömung durch die Poiseuille-Gleichung [Gleichung (3)] verbunden:

$$\Delta p = \frac{8 q_v l}{\pi r^4} \eta \quad (3)$$

Dabei ist

Δp der Differenzdruck in einem Kapillarschlauch;

q_v die Durchflussrate der Flüssigkeit;

l die Länge des Kapillarschlauchs;

r der Radius des Kapillarschlauchs;

η die Viskosität der Flüssigkeit;

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Da in einem Viskosimeter mit seriellem 2-Kapillar-Aufbau (siehe 5.2) die gleiche Durchflussrate q_v für das Lösemittel und die Polymerlösung beibehalten wird, ist das Viskositätsverhältnis $\frac{\eta}{\eta_0}$ proportional zum Druckverhältnis $\frac{\Delta p}{\Delta p_0}$. Durch Einführung der Gerätekonstante K_v kann das Viskositätsverhältnis $\frac{\eta}{\eta_0}$ aus dem Druckverhältnis berechnet werden, wie in Gleichung (4) und Gleichung (5) zu sehen ist:

$$\frac{\eta}{\eta_0} = K_V \cdot \frac{\Delta p}{\Delta p_0} \tag{4}$$

Wobei

$$K_V = \frac{r^4 l_0}{r_0{}^4 l} \tag{5}$$

Dabei ist

l die Länge des Kapillarschlauchs der Polymerlösung;

r der Radius des Kapillarschlauchs der Polymerlösung;

l_0 die Länge des Kapillarschlauchs des Lösemittels;

r_0 der Radius des Kapillarschlauchs des Lösemittels.

Die Gerätekonstante K_v kann leicht gemessen werden, indem das Lösemittel durch beide Kapillaren fließt, da das Viskositätsverhältnis $\frac{\eta}{\eta_0}$ für das Lösemittel 1,0 ist, und daher in (4) gelöst wird:

$$K_V = \frac{\Delta p_0}{\Delta p}$$

Mögliche Fehlerquellen für dieses Verfahren sind in Anhang C beschrieben.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Durchflusszeitverfahren

5.1.1 Kapillarviskosimeter, mit hängendem Niveau nach Ubbelohde

Die Anwendung eines Viskosimeters mit den in Bild 1 oder Bild 2 angegebenen Maßen wird dringend empfohlen. Zudem wird dringend empfohlen, dass die Größe des Viskosimeters aus den in Tabelle 1 aufgeführten Größen ausgewählt wird. Die Auswahl wird durch das Verhältnis Viskosität/Dichte des Lösemittels bei der Messtemperatur nach Tabelle 1 bestimmt. Das nächstkleinere Viskosimeter darf ebenfalls angewendet werden.

Andere Viskosimeterausführungen nach ISO 3105 dürfen unter der Voraussetzung verwendet werden, dass sie vergleichbare Ergebnisse liefern wie das Ubbelohde-Viskosimeter, das nach den oben festgelegten Kriterien ausgewählt wurde. In Streitfällen muss jedoch das Ubbelohde-Viskosimeter angewendet werden.

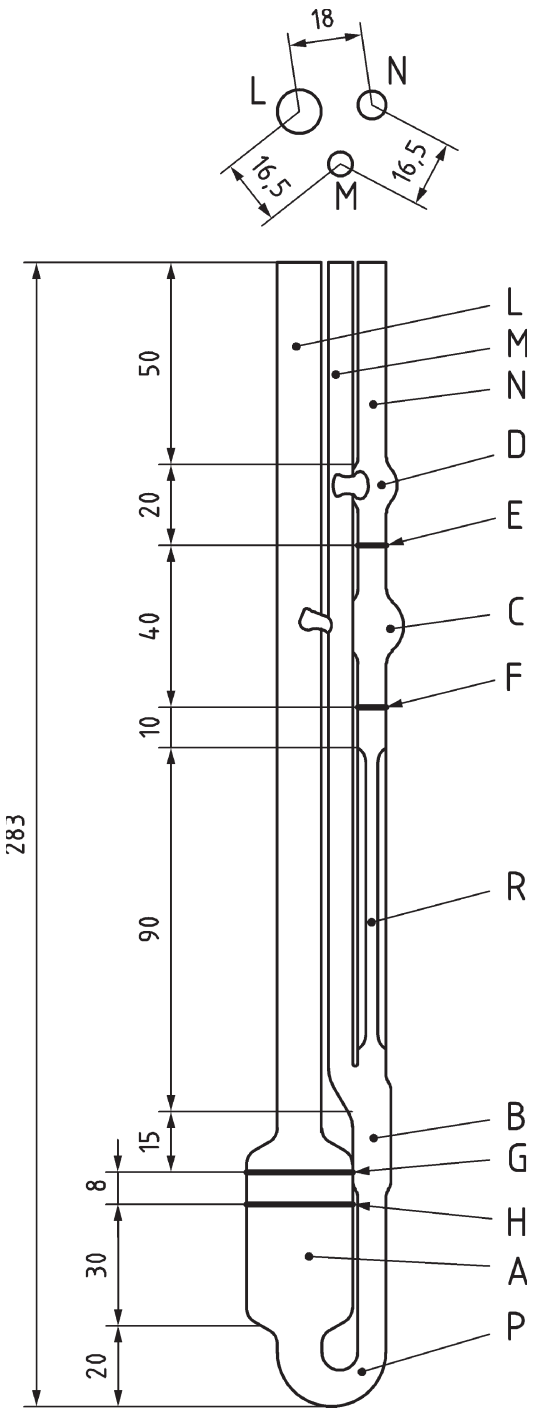
Bei automatischen Prüfeinrichtungen, die mit besonderen Zeitmessgeräten ausgestattet sind, können vergleichbare Ergebnisse auch dann erhalten werden, wenn größere Kapillardurchmesser angewendet werden als sie in Tabelle 1 für das jeweilige Verhältnis Viskosität/Dichte angegeben sind. Einige modifizierte Viskosimeter ohne die Teile P und L können verwendet werden, und der Messteil des Viskosimeters erfüllt die Anforderungen von Tabelle 1.

5.1.2 Viskosimeterhalter, Einrichtung, die das Viskosimeter im Thermostatbad (5.1.3) in einer senkrechten Lage fixieren kann.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Maße in Millimeter



Legende

A	Vorratsgefäß, Innendurchmesser 26 mm	L	Befüllrohr, Innendurchmesser 11 mm
B	Niveaugefäß	M	Belüftungsrohr, Innendurchmesser 6 mm
C	Messgefäß	N	Kapillarrohr, Innendurchmesser 7 mm
D	Vorlaufkugel	P	Verbindungsrohr
E und F	Skalenmarkierungen	R	Kapillare
G und H	Füllstandsmarkierungen		

Bild 1 — Ubbelohde-Viskosimeter

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

5.1.3 Thermostatbad, transparentes Flüssigkeits- oder Dampfbad mit einer Größe, bei der sich während der Messung alle Abschnitte, die Prüfflüssigkeit enthalten, mindestens 20 mm unterhalb der Oberfläche des Badmediums und mindestens 20 mm von allen Rändern des Badbehälters entfernt befinden.

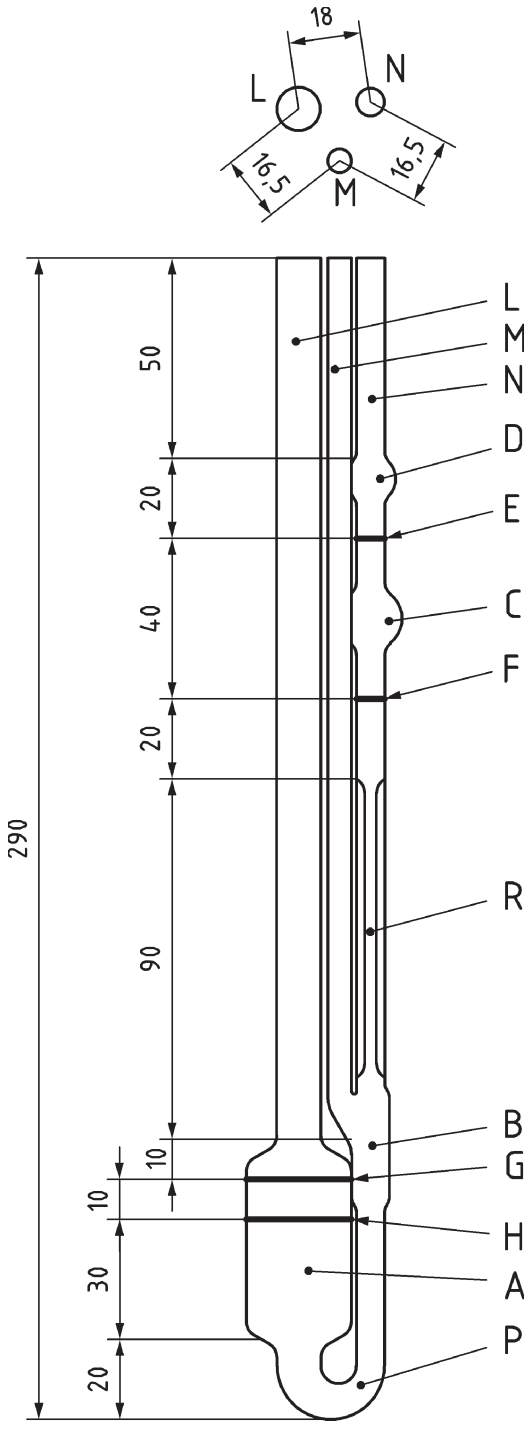
Die Temperatur des Thermostatbades muss von 25 °C bis 100 °C regelbar sein, so dass die Temperatur des Bades über die gesamte Länge eines Viskosimeters oder zwischen mehreren Viskosimetern, falls mehrere Messungen gleichzeitig durchgeführt werden, nicht um mehr als 0,05 K von der festgelegten Temperatur abweicht.

Bei Temperaturen über 100 °C darf die Abweichung höchstens ±0,2 K betragen.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

Maße in Millimeter



ANMERKUNG Legende siehe Bild 1.

Bild 2 — Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN

5.1.4 Temperaturmessgerät, Thermometer, mit dem eine Ablesung auf 0,02 °C in dem Bereich, in dem es verwendet wird und bei einem bekannten Kalibrierzustand möglich ist.

5.1.5 Zeitmessgerät. Es dürfen beliebige Zeitmessgeräte angewendet werden, wenn sie eine Ablesung auf 0,1 s ermöglichen und die Zeitanzeige über eine Dauer von 15 min auf 0,1 % konstant ist.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02

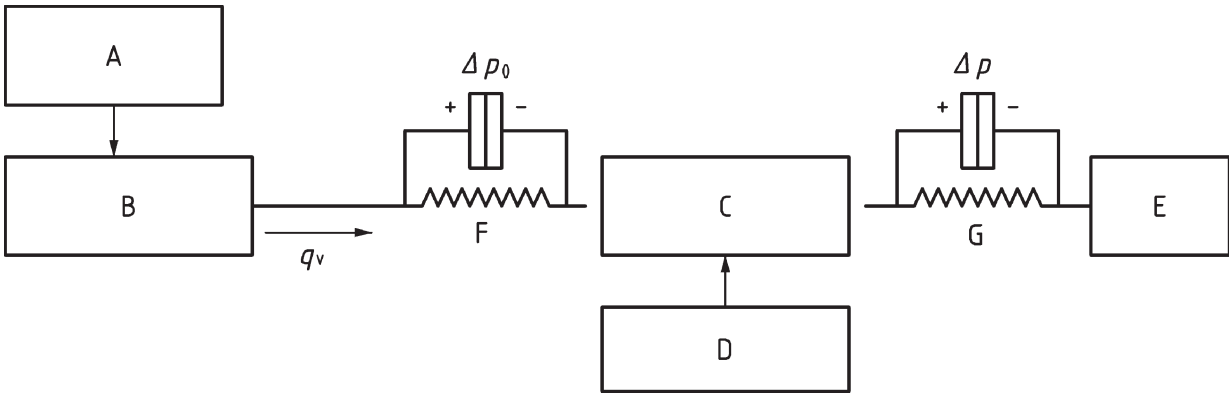
Tabelle 1 — Zur Viskositätsbestimmung in verdünnten Polymerlösungen empfohlene Ubbelohde-Viskosimeter

Verhältnis Viskosität/Dichte des Lösemittels bei Messtemperatur	Viskosimeterkonstante	Ubbelohde-Viskosimeter nach ISO 3105		DIN-Ubbelohde-Viskosimeter nach ISO 3105	
		Größe Nr.	Innerer Durchmesser der Kapillare R[a]	Größe Nr.	Innerer Durchmesser der Kapillare R[a]
$mm^2 \cdot s^{-1}$	$mm^2 \cdot s^{-2}$		mm		mm
0,15 bis 0,30	0,001	0	0,24	0	0,36
0,31 bis 0,50	0,003	0C	0,36	0c	0,47
0,51 bis 0,75	0,005	0B	0,46	0a	0,53
0,76 bis 1,50	0,01	1	0,58	I	0,63
1,51 bis 2,50	0,03	1C	0,77	Ic	0,84
2,51 bis 5,00	0,05	1B	0,88	Ia	0,95
5,01 bis 15,00	0,1	2	1,03	II	1,13

[a] Die Abweichung des inneren Durchmessers der Kapillare R beträgt ±2 %.

5.2 Differenzdruckverfahren

In Bild 3 ist eine schematische Darstellung eines in diesem Verfahren verwendeten relativen Viskosimeters enthalten, das die jeweiligen Komponenten angibt. Es wird dringend empfohlen, automatisierte Geräte zu verwenden, die dazu in der Lage sind, Polymerlösungen in die Mess-/Polymerlösungskapillare zu injizieren und gleichzeitig einen konstanten Lösemittelfluss (q_v) durch das System aufrechtzuerhalten.



Legende

A Lösemittel-Vorratsgefäß
B Lösemittelübertragungssystem
C Polymerlösung-Injektionssystem
D Polymerlösung
E Lösemittelabfallbehälter
F Referenz-/Lösemittelkapillare
G Mess-/Polymerlösungkapillare
q_v Durchflussrate der Flüssigkeit
Δp_0 Differenzdruck über die Referenzkapillare
Δp Differenzdruck über die Messkapillare

Bild 3 — Zwei-Kapillar-Relativviskosimeter

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 1628-1:2024-02