

DIN EN ISO 307

ICS 83.080.20

Einsprüche bis 2018-02-08
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 307:2013-08

Entwurf

**Kunststoffe –
Polyamide –
Bestimmung der Viskositätszahl (ISO/DIS 307:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 307:2017**

Plastics –
Polyamides –
Determination of viscosity number (ISO/DIS 307:2017);
German and English version prEN ISO 307:2017

Plastiques –
Polyamides –
Détermination de l'indice de viscosité (ISO/DIS 307:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 307:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-12-08 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm 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, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 79 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 307:2017) 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).

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

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) technische Änderung vorgenommen;
- c) Literaturhinweise aktualisiert;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

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*

Kunststoffe — Polyamide — Bestimmung der Viskositätszahl (ISO/DIS 307:2017)

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité (ISO/DIS 307:2017)

Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number (ISO/DIS 307:2017)

ICS: 83.080.20

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9a

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort	4
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien.....	9
5.1 Lösemittel und Reagenzien.....	9
5.2 Reinigungsflüssigkeiten.....	10
6 Geräte.....	10
7 Probenvorbereitung.....	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Proben mit weniger als 98 % (Massenanteil) Polyamid.....	11
8 Berechnung der Analysenmenge	12
9 Auswahl des Lösemittels.....	12
10 Durchführung.....	13
10.1 Reinigung des Viskosimeters	13
10.2 Vorbereitung der Prüflösung	13
10.2.1 Allgemeines	13
10.2.2 Volumetrisches Verfahren	13
10.2.3 Volumetrische Bestimmung, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt.....	14
10.2.4 Gravimetrische Bestimmung, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt.....	14
10.3 Messung der Durchlaufzeiten	15
11 Auswertung.....	16
12 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	17
13 Zusammenhang zwischen der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskosität.....	17
14 Prüfbericht.....	18
Anhang A (informativ) Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Schwefelsäure (95%ig bis 98%ig) und die Einstellung auf 96 % durch Titration	20
A.1 Allgemeines	20
A.2 Prüfgeräte und Reagenzien.....	20
A.3 Durchführung.....	20
A.3.1 Überprüfung des Titers von Salzsäure	20
A.3.2 Herstellung der Natriumhydroxidlösung, 1 mol/l	20
A.3.3 Bestimmung des Titers einer Natriumhydroxidlösung.....	21
A.3.4 Bestimmung des Titers der Ausgangs-Schwefelsäurelösung.....	21
A.4 Auswertung.....	21
A.5 Einstellen der Schwefelsäurekonzentration	22

A.5.1	Konzentration der Schwefelsäurelösung unter 96 %	22
A.5.2	Konzentration der Schwefelsäurelösung über 96 %	22
Anhang B (informativ) Bestimmung der Konzentration von Schwefelsäure (95%ig bis 98%ig) und die Einstellung auf 96 % durch Messung der Durchlaufzeit in einem kleinen Kapillarviskosimeter		
B.1	Allgemeines	23
B.2	Prüfgeräte	23
B.3	Ermittlung der Kalibrierkurve	23
B.4	Einstellen der Schwefelsäurekonzentration	24
B.4.1	Konzentration der Schwefelsäurelösung unter 96 %	24
B.4.2	Konzentration der Schwefelsäurelösung über 96 %	24
Anhang C (informativ) Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Titration		
C.1	Allgemeines	25
C.2	Prüfgeräte und Reagenzien	25
C.3	Durchführung	25
C.3.1	Bestimmung des Titors der Natriumhydroxidlösung	25
C.3.2	Bestimmung der Konzentration von Ameisensäure	26
C.4	Einstellen der Ameisensäurekonzentration	26
Anhang D (informativ) Bestimmung der Konzentration handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Dichtemessung		
D.1	Allgemeines	27
D.2	Prüfgeräte	27
D.3	Durchführung	27
Anhang E (informativ) Zusammenhang zwischen der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskositätszahl		
E.1	Zusammenhang zwischen den in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure, 90%iger (Massenanteil) Ameisensäure und <i>m</i> -Kresol bestimmten Viskositätszahlen	30
E.1.1	Viskositätszahlen in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bzw. 90%iger (Massenanteil) Ameisensäure	30
E.1.2	Viskositätszahlen in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bzw. <i>m</i> -Kresol	30
E.1.3	Präzision	30
E.2	Nach ASTM D789 bestimmte relative Viskositäten und in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bestimmte Viskositätszahlen	31
E.3	Wechselseitige Umwandlung der relativen Viskosität (JIS K 6920-2:2009, Anhang JA) und der Viskositätszahl für PA 6 und PA 66 (in dieser Internationalen Norm)	31
E.4	Wechselseitige Umwandlung der relativen Viskosität in 95,7%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bei einer Konzentration von 0,01 g/ml und der Viskositätszahl für PA 6 und PA 66 (in dieser Internationalen Norm)	32
Literaturhinweise		40

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 307:2017) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 307:2007 + A1:2013 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 307:2017 wurde von CEN als prEN ISO 307:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/XXX

Diese sechste Ausgabe ersetzt die fünfte Ausgabe (ISO 307:2007), deren Abschnitt 9 technisch überarbeitet wurde.

Einleitung

Diese Internationale Norm 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 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 sonstigen 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.

Polyamidproben zur Bestimmung der Viskositätszahl müssen in den aufgeführten Lösemitteln vollständig löslich sein. Enthaltene Zusatzstoffe, wie beispielsweise Glas- oder Kohlenstofffasern, müssen von der Lösung getrennt werden.

Wenn es nicht möglich ist, zwischen den extrahierbaren Stoffen zu unterscheiden, wie z. B. Caprolactam, dessen Oligomeren und anderen extrahierbaren Zusatzstoffen, dann 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 die Ergebnisse der Viskositätsmessung beeinflussen könnten.

Wiederhol- und Vergleichpräzision 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 dieser Internationalen Norm 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 dieser Internationalen Norm die Anwendung anderer Viskosimetertypen ausgeschlossen wird.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Viskositätszahl von verdünnten Polyamidlösungen in bestimmten, festgelegten Lösemitteln fest.

Die Polyamidproben müssen in den aufgeführten Lösemitteln vollständig löslich sein. Zusatzstoffe, wie z. B. Flammenschutzmittel und Modifikatoren, wirken sich oft störend auf die Viskositätsmessung aus, wobei sie in Ameisensäure zu einem größeren und in Schwefelsäure zu einem kleineren Wert der Viskositätszahl führen. Der Grad der Auswirkung hängt bei Polyamid-Compounds von dem Zusatzstoff, der Menge an Zusatzstoff, dem Vorliegen weiterer Zusatzstoffe und den Compoundierbedingungen (Aufbereitungsbedingungen) ab.

Bei reinen Polyamiden oder von Polyamiden mit Zusatzstoffen, die die Viskositätsmessung nicht stören, ergibt die Bestimmung der Viskositätszahl eines Polyamids ein Maß für die Molekülmasse des Polymers. Die Viskositätszahl von reinen Polyamiden oder von Polyamiden mit Zusatzstoffen, die die Viskositätsmessung nicht stören, kann von einem Lösemittel auf ein anderes umgewandelt werden.

Die Viskositätszahl von Polyamiden mit Zusatzstoffen, die sich störend auf die Viskositätsmessung auswirken, ist spezifisch für das verwendete Lösemittel und die Werkstoffzusammensetzung. In diesem Fall kann die gemessene Viskositätszahl nicht von einem Lösemittel auf ein anderes umgewandelt werden.

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 1874-1 definiert, und Copolyamide, Polyamid-Compounds 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 vorgeschriebenen Lösemitteln unlöslich.

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 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.

3.1 Viskositätszahl eines Polymers
für die in der vorliegenden Norm angeführten Viskosimeter und bei Durchlaufzeiten, die ausreichend lang sind, damit die Anwendung der kinetischen Energie-Korrektur nicht erforderlich wird, ergibt sich die Viskositätszahl aus der Gleichung

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

Dabei ist

- η die Viskosität einer Polymerlösung in einem festgelegten Lösemittel, in Pascalsekunden oder $\text{N/m}^2 \cdot \text{s}$;
- 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 Gramm je Milliliter;
- VN die Viskositätszahl, in Milliliter je Gramm.

ANMERKUNG 1 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

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad (2)$$

Dabei ist

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

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

ANMERKUNG 3 Durchlaufzeit und Viskosität einer Flüssigkeit sind durch folgende Gleichung verknüpft:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = C \times t - \left(\frac{A}{t^2} \right) \quad (3)$$

Dabei ist

- v 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 Quadratmeter je Sekunde.

ANMERKUNG 4 Für ein bestimmtes eingesetztes Viskosimeter, bei annähernd gleicher Dichte von Lösemittel und Lösung, und einem vorgegebenen kinetischen Faktor ergibt sich das Viskositätsverhältnis

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad (4)$$

aus dem Verhältnis der Durchlaufzeiten bei der Konzentration der Lösung in dieser Internationalen Norm, 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; dasselbe Viskosimeter wird für beide Messungen verwendet. Die Viskositätszahl wird aus diesen Messungen und der bekannten Konzentration der Lösung berechnet.

5 Reagenzien

5.1 Lösemittel und Reagenzien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und nur destilliertes Wasser oder Wasser von äquivalenter Reinheit zu verwenden.

WARNUNG — Einige Chemikalien, z. B. 1,1,2,2-Tetrachlorethan, sind in einigen Ländern verboten. Der Anwender muss vor der Verwendung der in dieser Norm angeführten Chemikalien die nationalen Vorschriften überprüfen.

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

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

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

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

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%ig) und Einstellung auf (90,00 ± 0,15) % wird auf die Anhänge C und D 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 kann durch Destillation von chemisch reinem *m*-Kresol, vorzugsweise unter Vakuum, erhalten werden.

Zur Vermeidung von Oxidation muss der Druckausgleich mit Stickstoff vorgenommen werden. Die Reinheit des *m*-Kresols kann durch gaschromatographische Analyse überprüft werden. Das Lösemittel muss in einer braunen Glasflasche aufbewahrt werden.

5.1.4 Phenol, mindestens 99%ig (Massenanteil).

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

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

6 Massenanteile Phenol (5.1.4) sind einzuwägen und in 4 Massenanteilen 1,1,2,2-Tetrachlorethan (5.1.5) zu lösen. Die Wägungen sind mit einer Genauigkeit von mindestens 1 % durchzuführen. Die Mischung ist in ihrem Ausgangsbehälter bei 23 °C zu rühren, um die Bildung von Kristallen zu vermeiden.

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

5.1.8 *m*-Kresol Phosphorsäure.

50 ml *m*-Kresol (5.1.3) sind in einen Wägekolben (6.4) zu überführen, und mit einer Glaspipette (6.5) sind 0,14 ml Phosphorsäure (5.1.7) hinzuzufügen. Der Kolben ist zu verschließen und der Inhalt ist für 30 min bei 100 °C mit einem Magnetrührer zu rühren. Diese Lösung ist unter ständigem Rühren in einen Messkolben mit etwa 800 ml *m*-Kresol zu geben. Der Wägekolben ist mehrmals mit *m*-Kresol zu spülen, und die Spülflüssigkeit ist zu der *m*-Kresol-Lösung hinzuzufügen. Das Magnetrührstäbchen ist zu entfernen und der Messkolben bis zur Marke aufzufüllen. Die Lösung ist für 30 min zu rühren.

5.2 Reinigungsflüssigkeiten

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

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

6 Geräte

6.1 Vakuumtrockenschrank, Druck unter 100 kPa.

6.2 Waage mit Grenzabweichungen von $\pm 0,1$ 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 Glasfilter mit einer Porenweite zwischen 40 μm und 100 μm (Grad P 100) oder ein Sieb aus nicht rostendem 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 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 des vorstehend festgelegten Ubbelohde-Viskosimeters nachweislich gleichwertig. In Schiedsfällen muss jedoch das empfohlene Viskosimeter verwendet werden.

Bei der Auswahl anderer Viskosimetertypen ist nach ISO 1628-1 vorzugehen.

ANMERKUNG In dieser Internationalen Norm 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-Überprüfung nur diese beiden Viskosimeter zugelassen sein werden.

6.9 Thermometer, ein Flüssigkeits-Eintauchthermometer, im anzuwendenden Bereich auf 0,05 °C ablesbar und mit bekanntem Kalibrierzustand ist geeignet. Andere Temperaturmessgeräte mit mindestens der gleichen Präzision dürfen eingesetzt werden.

6.10 Badthermostat, mit dem eine Temperatur von $(25,00 \pm 0,05)$ °C aufrechterhalten und geregelt werden kann.

6.11 Zeitmessgerät, z. B. eine Stoppuhr, mit Grenzabweichungen von $\pm 0,1$ s.

6.12 Zentrifuge.

7 Probenvorbereitung

7.1 Allgemeines

Polyamidproben zur Bestimmung der Viskositätszahl müssen in den aufgeführten Lösemitteln löslich sein, mit Ausnahme vorhandener Zusatzstoffe, wie Verstärkungsfüllstoffe.

ANMERKUNG Bei der Überwachung der Herstellung (Produktionskontrolle) kann die Auflösungsdauer einiger Proben zu lang für eine angemessene Produktionskontrolle sein. In diesen Fällen darf das Material zur Verkürzung der Auflösungsdauer gemahlen werden, vorausgesetzt es ist nachgewiesen, dass die Ergebnisse gleichwertig sind.

7.2 Proben mit weniger als 98 % (Massenanteil) Polyamid

Bei Proben, die mehr als 2 % Zusatzstoffe enthalten, muss die Menge an Zusatzstoffen entweder nach einem speziell entwickelten Verfahren bestimmt oder der Materialzusammensetzung entnommen werden. Das Bestimmungsverfahren ist im Prüfbericht anzugeben.

Der Wassergehalt der Probe ist nach ISO 15512 zu bestimmen. Der Aschegehalt muss nach ISO 3451-4 bestimmt werden.

Die genaue Menge der einzuwägenden Polyamidprobe wird nach der Gleichung in Abschnitt 8 berechnet.

Einige Zusatzstoffe, z. B. Antimontrioxid und Zinksulfid, verflüchtigen sich vollständig bei der Veraschung nach ISO 3451-4, flammfest eingestelltes und glasfaserverstärktes Material enthält Antimontrioxid und/oder andere flüchtige Bestandteile. Wenn der Gesamtgehalt an Zusatzstoffen mehr als 2 % beträgt, muss das beim Ansatz der Probe zur Berechnung der genauen Analysenmenge berücksichtigt werden.

ANMERKUNG Bei der Produktionskontrolle kann die Antwortzeit des Laboratoriums hinsichtlich der Bestimmung der Zusatzstoffe zu lang für eine angemessene Produktionskontrolle sein. In diesen Fällen kann der Gehalt an Zusatzstoff(en) in der Materialzusammensetzung für die Produktion zur Berechnung der Probenmenge verwendet werden, wenn die Gesamtabweichung des Polymergehalts weniger als 4 % (Massenanteil) beträgt, z. B. 65%iges PA würde sich über den Bereich von 63 % bis 67 % erstrecken.

8 Berechnung der Analysenmenge

Die Masse der Analysenmenge m_c in Milligramm, ist nach Gleichung (5) zu berechnen:

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_1 + w_2 + w_3}{100}} \quad (5)$$

Dabei ist

- w_1 der Wassergehalt der Probe, in Masseprozent, bestimmt nach ISO 15512;
- w_2 der Gehalt der Probe an anorganischen Bestandteilen (z. B. Füllstoffe oder Glasfasern), in Masseprozent, bestimmt nach ISO 3451-4;
- w_3 der Gehalt der Probe an sonstigen Bestandteilen (z. B. andere Polymere, wie z. B. Polyolefine, oder Zusatzstoffe, wie z. B. Flammschutzmittel), in Masseprozent, bestimmt nach geeigneten Verfahren.

Für den Gehalt an Zusatzstoff(en), der nicht bestimmt werden kann, muss der Gehalt nach der Materialzusammensetzung des Produktes verwendet werden.

9 Auswahl des Lösemittels

Der Wert der Viskositätszahl eines Polyamids hängt vom verwendeten Lösemittel ab.

Das oder die für ein bestimmtes Polyamid zu verwendenden Lösemittel sind nachstehend festgelegt.

- a) Für PA 6, PA 46, PA 66, PA 69, PA 610, PA MXD6 und entsprechende Copolyamide muss als Lösemittel Ameisensäurelösung oder Schwefelsäure verwendet werden. Bei Polyamiden mit Zusatzstoffen, die in sauren Lösemitteln Gase freisetzen, muss *m*-Kresol als Lösemittel verwendet werden. In Schiedsfällen muss Ameisensäure als Lösemittel verwendet werden.
- b) Für PA 612 muss Schwefelsäurelösung oder *m*-Kresol als Lösemittel verwendet werden. In Schiedsfällen muss *m*-Kresol verwendet werden.
- c) Für PA 11, PA 12, PA 11/12-Copolymere muss *m*-Kresol als Lösemittel verwendet werden. In Schiedsfällen zu Ammoniumcarboxylat, das die Viskosität aufgrund der Bildung von Endgruppenassoziationen beeinflusst, müssen zusätzliche Messungen mit *m*-Kresol/Phosphorsäurelösung als Lösemittel durchgeführt werden (5.1.8).
- d) Für PA 6T/66, PA 6I/66, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66 muss *m*-Kresol, Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan oder Schwefelsäure als Lösemittel verwendet werden. In Schiedsfällen muss *m*-Kresol verwendet werden.
- e) Bei sonstigen Polyamiden darf jedes der angeführten Lösemittel verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Bei einer späteren Überarbeitung von ISO 307 ist vorgesehen, dass für ein bestimmtes PA nur ein Lösemittel zugelassen wird.

ANMERKUNG 2 Die Viskositätszahlen von Polyamiden, die keine Zusatzstoffe enthalten, die die Viskositätsmessung stören, können mit einer allgemeinen Gleichung zur wechselseitigen Umwandlung von einem Lösemittel auf ein anderes umgewandelt werden. Diagramme für die wechselseitige Umwandlung sind in Abschnitt 13 erwähnt und in Anhang E dargestellt. Die Zuverlässigkeit der Umwandlungen wird in Anhang E diskutiert.

10 Durchführung

10.1 Reinigung des Viskosimeters

Das Viskosimeter (6.8) ist vor dem ersten Gebrauch, erneut nach sich widersprechenden Ablesungen (beispielsweise, wenn zwei aufeinander folgende Bestimmungen der Durchlaufzeit des Lösemittels um mehr als 0,4 s voneinander abweichen) und außerdem von Zeit zu Zeit bei regelmäßiger Anwendung zu reinigen. Dazu ist es für mindestens 12 h mit einer Reinigungsflüssigkeit (5.2), beispielsweise Chromschwefelsäure (5.2.1), gefüllt stehen zu lassen. Die Reinigungsflüssigkeit ist zu entfernen, das Viskosimeter ist mit Wasser, anschließend mit Aceton (5.2.2) zu spülen und, z. B. durch Hindurchleiten eines schwachen Stroms filtrierter Luft oder in einem Vakuumtrockenschrank (6.1), zu trocknen.

Nach jeder Bestimmung ist das Viskosimeter zu entleeren, mit dem Lösemittel, dann mit Wasser und anschließend z. B. mit Aceton (5.2.2) zu spülen und wie vorstehend beschrieben zu trocknen.

Falls jedoch die nächste zu bestimmende Lösung eine Polyamidlösung desselben Typs ist und eine ähnliche Viskosität besitzt, ist es erlaubt, das Viskosimeter zu entleeren, es mit der zu bestimmenden Lösung auszuspülen und dann mit dieser Lösung zu füllen.

ANMERKUNG Im Fall z. B. der Produktionskontrolle und automatisierten Messung der Durchlaufzeit darf das Viskosimeter in Erwartung der nächsten Probe mit dem Lösemittel gefüllt werden.

10.2 Vorbereitung der Prüflösung

10.2.1 Allgemeines

In dieser Internationalen Norm sind drei Verfahren zur Herstellung der Prüflösung beschrieben. Das volumetrische Verfahren (10.2.2) ohne Korrektur hinsichtlich des Volumens von unlöslichen Zusatzstoffen in der Analysenmenge ist gleich dem in der vorherigen Ausgabe (von ISO 307:2007) beschriebenen Verfahren. Aus praktischen Gründen sind Analysenmengen von $(m_c \pm 5)$ mg zulässig. Bei reinen Polyamiden ergibt sich daraus ein Konzentrationsbereich von 0,004 9 g/ml bis 0,005 1 g/ml. Die tatsächliche Polymerkonzentration wird bei der Berechnung der Viskositätszahl berücksichtigt. Bei Proben, die unlösliche Zusatzstoffe enthalten, ergibt eine Analysenmenge, die genau der berechneten Masse entspricht, eine Lösung, deren Konzentration annähernd 0,005 g/ml beträgt.

Das volumetrische Verfahren (10.2.3) und das gravimetrische Verfahren (10.2.4) berücksichtigen die unlöslichen Zusatzstoffe und das Polyamid-Volumen. Die letzten beiden Verfahren werden oft in Kombination mit (halb-)automatischen Einrichtungen zur Viskositätsmessung angewendet.

ANMERKUNG Bei Polyamid-Proben, die nur unlösliche Zusatzstoffe enthalten, ist die Konzentration der nach dem volumetrischen oder gravimetrischen Verfahren hergestellten Lösung genau 5 mg/ml.

10.2.2 Volumetrisches Verfahren

Eine Analysenmenge mit einer Masse von m_t in Milligramm ist auf 0,2 mg einzuwägen, wobei m_t im Bereich von $(m_c \pm 5)$ mg liegt, wobei m_c die nach Abschnitt 8 berechnete Masse ist; dabei ist schnell zu arbeiten, um die Feuchtigkeitsaufnahme durch das Polymer zu minimieren. Falls der Wägevorgang mehr als 2 min dauert, ist das Material zu verwerfen und eine erneute Einwaage vorzunehmen.

Die Analysenmenge ist in den 50-ml-Messkolben (6.3) zu überführen, und es sind etwa 40 ml des Lösemittels (siehe Abschnitt 9) hinzuzufügen. Der Messkolben ist zu verschließen und der Inhalt zu schütteln oder mit dem Magnetrührer (6.6) zu rühren, bis das Polymer aufgelöst ist. Das kann in Abhängigkeit vom Polyamidtyp und der Teilchengröße der Analysenmenge von etwa einer halben Stunde bis mehrere Stunden dauern. Wenn als Lösemittel Schwefelsäure oder Ameisensäure verwendet wird, darf die Temperatur 30 °C nicht überschreiten. Wenn als Lösemittel *m*-Kresol oder Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan

verwendet wird, darf die Temperatur auf 95 °C bis 100 °C erhöht werden. Wenn im letzten Fall die Auflösung mehr als 2 h dauert, muss das im Prüfbericht angegeben werden. Für PA 6T/66 haben sich 2 h bei 90 °C als die geeignete Bedingung erwiesen.

Sobald die Auflösung beendet ist, ist die Lösung auf (25 ± 2) °C abzukühlen, der Messkolben ist mit dem Lösemittel bis zur Marke aufzufüllen und gut zu durchmischen. Falls der Magnetrührer (6.6) benutzt wird, ist das Magnetrührstäbchen vor dem Verdünnen aus der Lösung zu entfernen und mit dem Lösemittel abzuspülen, wobei die Spülflüssigkeiten vor dem weiteren Verdünnen zum Inhalt des Messkolbens hinzuzufügen sind.

10.2.3 Volumetrische Bestimmung, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt

Eine Analysenmenge mit einer Masse von m_t in Milligramm ist auf 0,2 mg einzuwägen, wobei m_t im Bereich von $(m_c \pm 10 \%)$ mg liegt, wobei m_c die nach Abschnitt 8 berechnete Masse ist; dabei ist schnell zu arbeiten, um die Feuchtigkeitsaufnahme durch das Polymer zu minimieren. Falls der Wägevorgang mehr als 2 min dauert, ist das Material zu verwerfen und eine erneute Einwaage vorzunehmen.

Die Analysenmenge ist in den 100-ml-Messkolben (6.3) oder das Wägegläschen (6.4) zu überführen, und es ist das Volumen an Lösemittel (siehe Abschnitt 9) hinzuzufügen, das für den Erhalt einer Konzentration von 0,50 g Probe/100 ml Lösung erforderlich ist. Das hinzuzufügende Volumen an Lösemittel ist hinsichtlich des Volumens an löslicher Masse der Probe zu korrigieren. Das Lösemittel muss mit einer geeigneten Dosiereinrichtung, z. B. einer auf 0,01 ml genauen Bürette, hinzugefügt werden. Der Kolben ist zu verschließen und der Inhalt zu schütteln oder mit dem Magnetrührer (6.6) zu rühren, bis das Polymer aufgelöst ist. Das kann in Abhängigkeit vom Polyamidtyp und der Teilchengröße der Analysenmenge von etwa einer halben Stunde bis mehrere Stunden dauern. Wenn als Lösemittel Schwefelsäure oder Ameisensäure verwendet wird, darf die Temperatur 30 °C nicht überschreiten. Wenn als Lösemittel *m*-Kresol oder Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan verwendet wird, darf die Temperatur auf 95 °C bis 100 °C erhöht werden. Wenn im letzten Fall die Auflösung mehr als 2 h dauert, muss das im Prüfbericht angegeben werden. Für PA 6T/66 z. B. haben sich 2 h bei 90 °C als die geeignete Bedingung erwiesen. Sobald die Auflösung beendet ist, ist die Lösung auf (25 ± 2) °C abzukühlen.

BEISPIEL

Masse von Polyamid in der Probe:	275 mg;
Polyamid-Dichte:	1,130 kg/dm ³ ;
Volumen der Polyamidmasse:	0,275 g/1,130 g/ml = 0,243 4 ml;
hinzuzufügendes Volumen an Lösemittel:	$(275/250) \times 50 - 0,243 4 = 54,76$ ml.

10.2.4 Gravimetrische Bestimmung, im richtigen Verhältnis zum Polymergehalt

Eine Analysenmenge mit einer Masse von m_t in Milligramm ist auf 0,2 mg einzuwägen, wobei m_t im Bereich von $(m_c \pm 10 \%)$ mg liegt, wobei m_c die nach Abschnitt 8 berechnete Masse ist; dabei ist schnell zu arbeiten, um die Feuchtigkeitsaufnahme durch das Polymer zu minimieren. Falls der Wägevorgang mehr als 2 min dauert, ist das Material zu verwerfen und eine erneute Einwaage vorzunehmen.

Die Analysenmenge ist in einen 100-ml-Messkolben (6.3) oder ein Wägegläschen (6.4) zu überführen, und es ist die Masse an Lösemittel (siehe Abschnitt 9) hinzuzufügen, das für den Erhalt einer Konzentration von 0,50 g Probe je 100 ml Lösung erforderlich ist. Die hinzuzufügende Masse an Lösemittel ist hinsichtlich des Volumens an löslicher Masse der Probe zu korrigieren. Der Kolben ist zu verschließen und der Inhalt zu schütteln oder mit dem Magnetrührer (6.6) zu rühren, bis das Polymer aufgelöst ist. Das kann in Abhängigkeit vom Polyamidtyp und der Teilchengröße der Analysenmenge von etwa einer halben Stunde bis mehrere Stunden dauern. Wenn als Lösemittel Schwefelsäure oder Ameisensäure verwendet wird, darf die Temperatur 30 °C nicht überschreiten. Wenn als Lösemittel *m*-Kresol oder Phenol/1,1,2,2-Tetrachlorethan verwendet wird, darf die Temperatur bis auf 95 °C bis 100 °C erhöht werden. Wenn im letzten Fall die

Auflösung mehr als 2 h dauert, muss das im Prüfbericht angegeben werden. Für PA 6T/66 z. B. haben sich 2 h bei 90 °C als die geeignete Bedingung erwiesen. Sobald die Auflösung beendet ist, ist die Lösung auf (25 ± 2) °C abzukühlen.

BEISPIEL

Masse von Polyamid in der Probe:	275 mg;
Polyamid-Dichte:	1,130 kg/dm ³ ;
Lösemittel-Dichte:	1,204 4 kg/dm ³ ;
Volumen der Polyamidmasse:	0,275 g/1,130 g/ml = 0,243 4 ml;
hinzuzufügendes Volumen an Lösemittel:	$(275/250) \times 50 - 0,243 4 = 54,76$ ml;
hinzuzufügende Masse an Lösemittel:	54,76 ml $\times$ 1,204 4 = 65,95 g.

ANMERKUNG 1 Bei der Produktionskontrolle wird häufig ein automatisches Wägesystem für die Herstellung der Prüflösung angewendet.

ANMERKUNG 2 Bei extrem hochmolekularen Polyamiden können trotz verlängerter Schüttel- oder Rührzeiten nicht immer schlierenfreie Lösungen erhalten werden. Derartige Prüflösungen dürfen nur verwendet werden, um ähnliche Produkte miteinander zu vergleichen.

10.3 Messung der Durchlaufzeiten

Die mittlere Durchlaufzeit des Lösemittels ist in demselben Viskosimeter und auf dieselbe Art und Weise zu bestimmen wie die der Lösung. Die Durchlaufzeiten der Lösemittel müssen mindestens einmal an jedem Tag bestimmt werden, an dem sie verwendet werden, oder mit einer anderen Häufigkeit, wenn diese vom Laboratorium statistisch validiert ist. Wenn sich die Durchlaufzeit eines Lösemittels um mehr als 0,5 % vom Ausgangswert zum Zeitpunkt der Herstellung unterscheidet, muss das Lösemittel verworfen und frisches Lösemittel bereitgestellt werden.

Die Lösung ist durch den Glasfilter (6.7) oder das Metallsieb in Rohr L des Viskosimeters (siehe Bild 1) zu filtrieren. Als Alternative ist die Lösung mit einer Drehzahl von etwa 50 s^{-1} zu zentrifugieren und die klare überstehende Flüssigkeit in das Viskosimeter (6.8) zu gießen. Das Flüssigkeitsvolumen muss so groß sein, dass nach dem Ablassen der Flüssigkeitsstand zwischen den Füllstrichen liegt. Vorzugsweise sollte bei von Hand zu füllenden Viskosimetern das Füllen des Viskosimeters außerhalb des Wasserbades (6.10) vorgenommen werden, um eine Verschmutzung des Bades durch zufälliges Verspritzen zu vermeiden.

Das Viskosimeter ist in dem auf eine Temperatur von $(25,00 \pm 0,05)$ °C eingestellten Wasserbad anzuordnen, wobei sicherzustellen ist, dass Rohr N vertikal steht und sich der obere Teilstrich E mindestens 30 mm unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche des Bades befindet. Das gefüllte Viskosimeter ist mindestens 15 min stehen zu lassen, damit es die Temperatur des Bades annehmen kann.

Rohr M ist zu verschließen, und mit einem Gummiball oder einer ähnlichen Vorrichtung ist in das obere Kölbchen des Rohres N Flüssigkeit zu blasen oder anzusaugen. Rohr N ist zu verschließen. Rohr M ist zu öffnen, damit die Flüssigkeit aus dem unteren Ende der Kapillare tropfen kann. Rohr N ist zu öffnen, und die Durchlaufzeit ist auf $\pm 0,2$ s zu messen, wobei der Durchgang des untersten Teiles des Meniskus von Marke E nach Marke F zur Zeitnahme herangezogen wird. Bei trüben Lösungen ist der obere Teil des Meniskus zu betrachten. Die Messung der Durchlaufzeit ist zu wiederholen, bis zwei aufeinander folgende Werte innerhalb 0,25 % übereinstimmen. Der Mittelwert dieser beiden Werte ist als Durchlaufzeit der Lösung zu nehmen.

Je Polyamidprobe sind mindestens zwei Bestimmungen der Viskositätszahl durchzuführen, wobei jedes Mal eine frische Lösung zu verwenden ist, bis zwei aufeinander folgende Werte die Anforderungen an die Wiederholpräzision entsprechend dem verwendeten Lösemittel erfüllen (siehe Abschnitt 12). Der Mittelwert dieser beiden Werte, gerundet auf die nächste ganze Zahl, ist im Prüfbericht als Viskositätszahl

der Probe aufzuzeichnen. Wenn die mittlere Durchlaufzeit zweier aufeinander folgender Bestimmungen um mehr als 0,5 % voneinander abweicht, ist das Viskosimeter zu reinigen (siehe 10.1).

ANMERKUNG 1 Bei Bedarf ist die Lösung der Probe vor der Durchführung der Messung durch einen Filter (6.7) zu filtrieren. Sämtliche in der Probe enthaltenen Gasfasern haben sich nach 3 h bis 4 h vollständig abgesetzt. In diesem Fall kann die Prüflösung für die Messung dekantiert und braucht nicht filtriert werden.

Bei automatischen Einrichtungen zur Viskositätsmessung von Lösungen kann sich die Verfahrensweise vom beschriebenen Verfahren unterscheiden. Die Anforderungen in Bezug auf die Messlösung, die Einrichtung, die Temperatur des Bades und die Durchlaufzeiten müssen jedoch in jeder Hinsicht eingehalten werden.

Zum Zweck der Produktionskontrolle ist eine Einfachbestimmung der Viskositätszahl prinzipiell zulässig, unter der Bedingung, dass die Präzision des Prüfverfahrens bekannt ist und die Bestimmung der Prozessvariation (Präzision von < 30 % der Prozessvariation, vorzugsweise < 10 %) ermöglicht, die Prozesskontrollgrenzen und Prozesswarngrenzen auf der Grundlage eines bekannten Präzisionsintervalls bestimmt und statistisch validiert werden. Es wird dringend empfohlen, dass die Organisation das statistische Modell in das Qualitätsmanagementhandbuch aufnimmt, einschließlich der schriftlichen Verfahren zur Handhabung des Produktes und der Maßnahmen, die eingeleitet werden sollten, wenn das Ergebnis der Einfachbestimmung außerhalb der Warngrenzen, jedoch innerhalb der Eingriffsgrenzen oder außerhalb der Eingriffsgrenzen liegen. Diese Verfahren können Tätigkeiten einschließen, wie

- Wiederholen der Messung, z. B. zweifach;
- im Fall der Produktionskontrolle nach dem Zufallsprinzip Messung der homogenisierten Charge;
- Annahme des Produktes auf der Grundlage weiter gefasster Prozessgrenzen.

ANMERKUNG 2 Ein allgemein anwendbares statistisches Modell zur Anwendung von Einfachbestimmungen für die Produktionskontrolle wird im ISO TC 61 erarbeitet und im ISO TC 61 Plastics Guide veröffentlicht.

11 Auswertung

Die Konzentration des Polymers, in Gramm je Milliliter, ist nach Gleichung (6) zu berechnen.

$$C = \frac{m_t}{1\,000 \times 50 \times \left(\frac{100}{100 - (w_1 + w_2 + w_3)} \right)} \quad (6)$$

Dabei ist

- | | |
|-------|--|
| C | die Konzentration des Polymers, in Gramm je Milliliter Lösung; |
| m_t | die Masse der Messprobe erhalten in 10.2.2, 10.2.3 oder 10.2.4, in Milligramm; |
| w_1 | der Wassergehalt der Probe, in Masseprozent, bestimmt nach ISO 15512; |
| w_2 | der Gehalt der Probe an anorganischen Bestandteilen (z. B. Füllstoffe oder Glasfasern), in Masseprozent, bestimmt nach ISO 3451-4; |
| w_3 | der Gehalt der Probe an sonstigen Bestandteilen (z. B. andere Polymere, wie z. B. Polyolefine, oder Zusatzstoffe, wie z. B. Flammschutzmittel), in Masseprozent, bestimmt nach geeigneten Verfahren. Für den Gehalt an Zusatzstoff(en), der nicht bestimmt werden kann, muss der Gehalt nach der Materialzusammensetzung des Produktes verwendet werden. |

Die Viskositätszahl VN, in Milliliter je Gramm, ist nach Gleichung (7) zu berechnen.

Bei Berechnungen der Viskositätszahl des Polymers wird davon ausgegangen, dass das Verhältnis der Viskositäten von Lösung und Lösemittel durch das Verhältnis der entsprechenden Durchlaufzeiten ersetzt werden kann. Außerdem darf die Konzentration des Polymers in Gramm je Milliliter Lösemittel anstelle Gramm je Milliliter Lösung ausgedrückt werden, ohne einen nennenswerten Fehler herbeizuführen.

Mit kinetischer Energie-Korrektur:

$$VN = \left(\frac{t - t_c}{t_0 - t_{0c}} - 1 \right) \frac{1}{C} \quad (7)$$

Dabei ist

- t die Durchlaufzeit der Lösung, in Sekunden;
- t_c die Hagenbach-Korrektur der Lösung, in Sekunden, falls anwendbar;
- t_0 die Durchlaufzeit des Lösemittels, in Sekunden;
- t_{0c} die Hagenbach-Korrektur des Lösemittels, in Sekunden, falls anwendbar;
- C die Konzentration des Polymers, in Gramm je Milliliter Lösung.

ANMERKUNG Im Fall einer (automatisierten) Probenvorbereitung mit dem richtigen Verhältnis zum Polymergehalt ist für die Produktionskontrolle auch die relative Viskosität geeignet.

12 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision

Die Präzision dieses überarbeiteten Prüfverfahrens ist nicht bekannt, da keine Daten aus Ringversuchen zur Verfügung stehen.

Es ist jedoch zu erwarten, dass die Vergleichpräzision nicht wesentlich von der in ISO 307:2007 und der in Tabelle E.1 dieser Internationalen Norm angeführten Vergleichpräzision abweicht.

Die Ringversuchsdaten werden ermittelt, und diese Internationale Norm wird damit in Form einer Änderung oder bei der nächsten Überarbeitung ergänzt.

13 Zusammenhang zwischen der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskosität

Die Folgenden in Anhang E angeführten wechselseitigen Umwandlungen von in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskositätszahlen sind nur als Orientierung für reine Polyamide (PA) gedacht. Es ist vorgesehen, die wechselseitigen Umwandlungen bei der nächsten Überarbeitung dieser Norm auszuschließen.

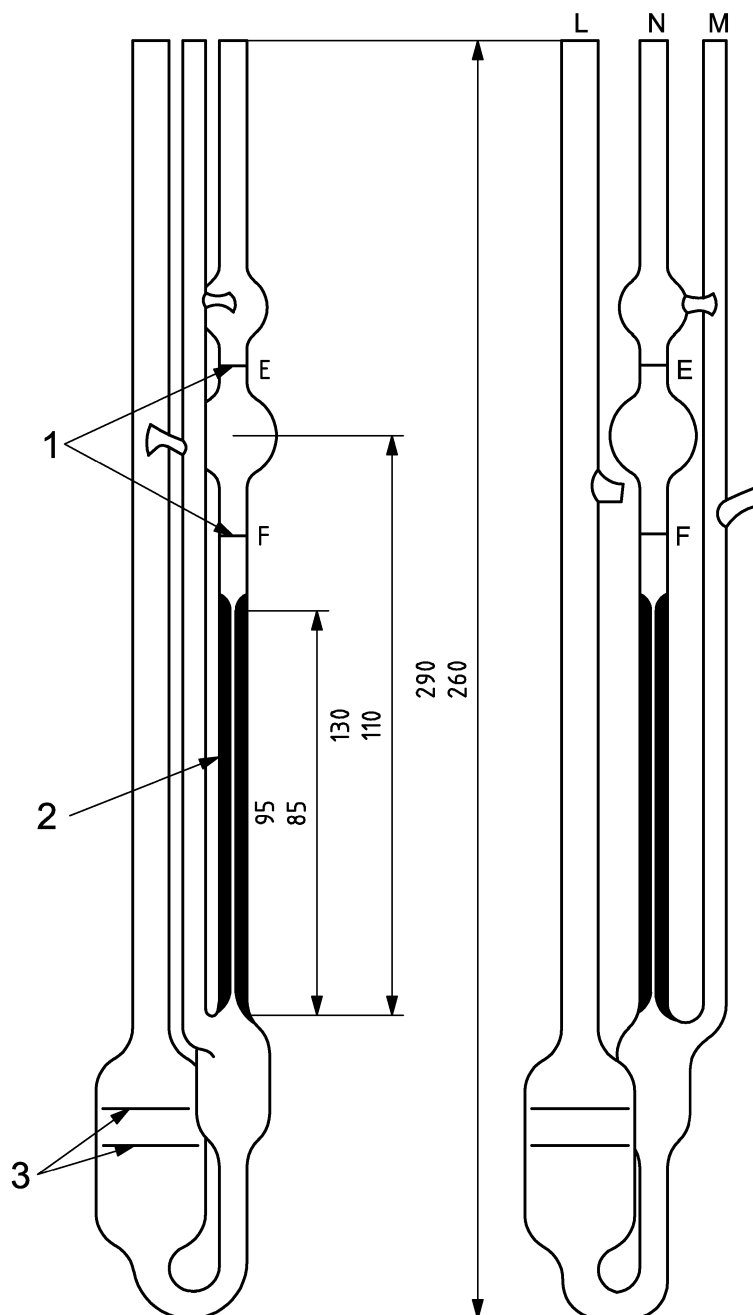
- Wechselseitige Umwandlung der Viskositätszahl in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure und 90%iger (Massenanteil) Ameisensäure für PA 6, PA 66, PA 69 und PA 610;
- wechselseitige Umwandlung der Viskositätszahl in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure und *m*-Kresol für PA 612;
- wechselseitige Umwandlung der nach ASTM D789 bestimmten relativen Viskosität und der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bestimmten Viskositätszahl (nach ISO 307) für PA 6 und PA 66;

- wechselseitige Umwandlung der nach JIS K 6920-2:2009, Anhang JA in 98%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten relativen Viskosität und der Viskositätszahl in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure (nach ISO 307) für PA 6 und PA 66;
- wechselseitige Umwandlung der relativen Viskosität in 95,7%iger (Massenanteil) Schwefelsäure bei einer Konzentration von 0,01 g/ml und der Viskositätszahl in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäure (nach ISO 307) für PA 6 und PA 66.

14 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Angaben enthalten:

- a) Verweisung auf diese Internationale Norm;
- b) die vollständigen Identifizierung des geprüften Materials, einschließlich der vorbereitenden Schritte;
- c) das verwendete Lösemittel;
- d) die Zeit, die zum Auflösen einer Probe bei 95 °C bis 100 °C in *m*-Kresol erforderlich ist, wenn sie mehr als 2 h beträgt;
- e) die Viskositätszahl (einzelne Werte und der arithmetische Mittelwert der beiden Bestimmungen);
- f) falls vorhanden, das Verfahren zur Bestimmung der Zusatzstoffe;
- g) sämtliche Abweichungen von dieser Internationalen Norm.



Legende

- 1 Teilstriche für ein Volumen von $4 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$
- 2 Kapillare: $\varnothing 0,58 \text{ mm} \pm 2 \%$ für Ameisensäure; $\varnothing 1,03 \text{ mm} \pm 2 \%$ für Schwefelsäure und *m*-Kresol
- 3 Füllstriche

Bild 1 — Ubbelohde-Viskosimeter

Anhang A (informativ)

Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Schwefelsäure (95%ig bis 98%ig) und die Einstellung auf 96 % durch Titration

A.1 Allgemeines

Die Konzentration handelsüblicher Schwefelsäure liegt zwischen 95 % und 98 %. Die Konzentration der Schwefelsäure wird auf $96 \% \pm 0,20 \%$ eingestellt. Die Konzentration der Schwefelsäure wird durch Titration bestimmt.

A.2 Prüfgeräte und Reagenzien

A.2.1 Kalibrierte Bürette, 50 ml oder vorzugsweise 100 ml, Messgenauigkeit 0,1 % oder genauer.

A.2.2 Natriumhydroxid, wässrige Maßlösung, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, vorzugsweise handelsübliche gebrauchsfertige Lösungen oder aus einer Ampulle angesetzte Lösungen.

A.2.3 Salzsäure, wässrige Maßlösung, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, vorzugsweise handelsübliche gebrauchsfertige Lösungen oder aus einer Ampulle angesetzte Lösungen.

A.2.4 Tris(hydroxymethyl)aminomethan, $\geq 99,5 \%$ (Massenanteil), zertifizierte maßanalytische Standard-Vergleichsubstanz.

A.2.5 Wasserfreies Natriumcarbonat, $\geq 99,5 \%$ (Massenanteil), zertifizierte maßanalytische Standard-Vergleichsubstanz, Alternative für Tris(hydroxymethyl)aminomethan, $\geq 99,5 \%$ (Massenanteil).

A.2.6 Phenolphthalein, 0,1 %ige (Massenvolumenkonzentration) Lösung in Methanol.

A.3 Durchführung

A.3.1 Überprüfung des Titers von Salzsäure

Der Titer von Salzsäure sollte durch Titration vorzugsweise von Tris(hydroxymethyl)aminomethan oder von wasserfreiem Natriumcarbonat überprüft werden. Das verbrauchte Volumen an Salzsäure muss etwa 20 ml bis 25 ml betragen.

A.3.2 Herstellung der Natriumhydroxidlösung, 1 mol/l

Destilliertes Wasser wird entkarbonisiert, indem man in einem Kolben mit einem Rückflusskühler mindestens 2 h Stickstoff durch kochendes Wasser hindurchperlt. Die aus einer 1-mol/l-Ampulle hergestellte Natriumhydroxidlösung muss mit entkarbonisiertem destilliertem Wasser verdünnt und in einer Flasche vor Kohlendioxid geschützt aufbewahrt werden.

Bei der Herstellung der Natriumhydroxidlösung aus festem Natriumhydroxid ist die Natriumhydroxidlösung zu entkarbonisieren, z. B. durch Entfernen des Carbonats durch Ausfällen mit einem geringen Überschuss an Bariumchlorid mit anschließender Filtration. Ein Teil der klaren Lösung kann auf das gewünschte Volumen verdünnt werden (siehe ANMERKUNG).

ANMERKUNG Natriumhydroxid darf vom Carbonat befreit werden, indem z. B. eine wässrige 1 : 1(Massenanteil)-Lösung hergestellt und filtriert wird, in der Natriumcarbonat fast unlöslich ist. Die Natriumhydroxidlösungen mit einer Konzentration von 1 N können hergestellt werden, indem die wässrige 1 : 1(Massenanteil)-Lösung mit entkarbonisiertem destilliertem Wasser verdünnt wird. In Bezug auf weitere Verfahren wird der Anwender auf Bücher zur quantitativen Analyse verwiesen, wie z. B. in den Literaturhinweisen [1] und [2].

A.3.3 Bestimmung des Titers einer Natriumhydroxidlösung

Der Titer der Natriumhydroxidlösung muss mit Salzsäure bestimmt werden. Die Titer der Natriumhydroxidlösung von drei aufeinander folgenden Bestimmungen dürfen nicht mehr als 0,02 % voneinander abweichen. Der Titer der Natriumhydroxidlösung ist durch Berechnung des Mittelwertes von drei Bestimmungen zu ermitteln.

Die Verwendung von Kaliumhydrogenphthalat $C_6H_4COOH(COOK)$ als Standard für die Bestimmung des Titers von Natriumhydroxid ist nicht zulässig.

A.3.4 Bestimmung des Titers der Ausgangs-Schwefelsäurelösung

Etwa 2 g Schwefelsäure sind auf 0,1 mg in ein trockenes Wägegläschen mit einem Glasdeckel mit Schliß einzuwägen. Die Säure ist vorsichtig und sehr langsam in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben zu gießen, in dem sich etwa 50 ml destilliertes Wasser befinden. Das Wägegläschen ist mit destilliertem Wasser zu spülen, und die Spülflüssigkeiten sind zu der im Erlenmeyerkolben befindlichen Lösung hinzuzufügen, bis sich ein Gesamtvolumen von etwa 100 ml ergibt. Dann ist gegen die Natriumhydroxidlösung (A.2.2) mit Phenolphthalein (A.2.6) als Indikator zu titrieren, bis die erste erkennbare, bleibende rosa Färbung festgestellt wird (das Volumen an Natriumhydroxidlösung beträgt etwa 40 ml).

Es sind mindestens drei Bestimmungen durchzuführen. Der arithmetische Mittelwert der Ergebnisse ist zu berechnen. Die einzelnen Prüfergebnisse dürfen nicht mehr als 0,15 % vom zugehörigen Mittelwert abweichen.

Zum Wasser sind einige Tropfen Phenolphthalein hinzuzufügen, um das Spülen des Wägegläschens und die Überführung der gesamten Schwefelsäure in den Erlenmeyerkolben zu kontrollieren.

Eine potentiometrische Titration darf auch angewendet werden. Die Titration sollte vorzugsweise unter N_2 durchgeführt werden, um den Einfluss von CO_2 zu vermeiden.

A.4 Auswertung

Der Titer der Schwefelsäure, in Masseprozent, ist nach der folgenden Gleichung (A.1) zu berechnen:

$$n = \frac{m_s \times V}{m} \quad (A.1)$$

Dabei ist

V das Volumen der verbrauchten Natriumhydroxidlösung, in Milliliter;

m die Masse der Analysenmenge der Schwefelsäure, in Gramm;

m_s die Masse der Schwefelsäure, 4,903 9 mg, die 0,10 ml einer Natriumhydroxidlösung mit einer Konzentration von 1 mol/l entspricht, in Milligramm;

n der Titer der Lösung, in mol/l.

A.5 Einstellen der Schwefelsäurekonzentration

A.5.1 Konzentration der Schwefelsäurelösung unter 96 %

Die Ausgangs-Schwefelsäure ist mit einer höher konzentrierten Schwefelsäure, deren Konzentration im Voraus bestimmt wurde, in einem Verhältnis, das aus dem Wert der Konzentration der beiden Lösungen berechnet wurde, zu den geforderten $(96,00 \pm 0,20)$ % zu mischen. Die Konzentration der gemischten Schwefelsäure ist zu bestimmen.

A.5.2 Konzentration der Schwefelsäurelösung über 96 %

Die Ausgangs-Schwefelsäure ist mit einer geringer konzentrierten Schwefelsäure, deren Konzentration im Voraus bestimmt wurde, in einem Verhältnis, das aus dem Wert der Konzentration der beiden Lösungen berechnet wurde, zu den geforderten $(96,00 \pm 0,20)$ % zu mischen. Die Konzentration der gemischten Schwefelsäure ist zu bestimmen.

WARNUNG — Vom Verdünnen von konzentrierter Schwefelsäure mit Wasser wird aus folgenden Gründen abgeraten. Die benötigte Menge an Wasser ist sehr gering und führt oft zu Verdünnungsfehlern. Aus Sicherheitsgründen sollte konzentrierte Schwefelsäure nie durch Hinzufügen von Wasser verdünnt werden, sondern immer durch Hinzufügen von Schwefelsäure zu Wasser. Letzteres ist für das Verdünnen von konzentrierter Schwefelsäure zu einer etwas geringer konzentrierten Schwefelsäure unpraktisch.