



Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 307:2007

Kunststoffe - Polyamide - Bestimmung der Viskositätszahl (ISO 307:2007)

Plastics - Polyamides - Determination of
viscosity number (ISO 307:2007)

Plastiques - Polyamides - Détermination
de l'indice de viscosité (ISO 307:2007)

05/2007



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 307:2007 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 307:2007 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ILNAS-EN ISO 307:2007

EUROPÄISCHE NORM **EN ISO 307**
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

Mai 2007

ICS 83.080.20

Ersatz für EN ISO 307:2003

Deutsche Fassung

Kunststoffe - Polyamide - Bestimmung der Viskositätszahl (ISO 307:2007)

Plastics - Polyamides - Determination of viscosity number
(ISO 307:2007)

Plastiques - Polyamides - Détermination de l'indice de
viscosité (ISO 307:2007)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Mai 2007 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 Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

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

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



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
5.1 Lösemittel und Reagenzien	7
5.2 Reinigungsflüssigkeiten	8
6 Geräte.....	8
7 Probenvorbereitung.....	9
7.1 Allgemeines.....	9
7.2 Proben mit weniger als 98 % (Massenanteil) Polyamid	9
8 Berechnung der Analysenmenge.....	10
9 Auswahl des Lösemittels.....	10
10 Durchführung.....	11
10.1 Reinigung des Viskosimeters.....	11
10.2 Vorbereitung der Prüflösung.....	11
10.3 Messung der Durchlaufzeiten.....	13
11 Auswertung	14
12 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision.....	15
13 Zusammenhang zwischen der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskosität	15
14 Prüfbericht.....	16
Anhang A (informativ) Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Schwefelsäure (95%ig bis 98%ig) und die Einstellung auf 96 % durch Titration	18
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.....	21
Anhang C (informativ) Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Titration	23
Anhang D (informativ) Bestimmung der Konzentration von handelsüblicher Ameisensäure und Einstellung auf 90 % durch Dichtemessung.....	25
Anhang E (informativ) Zusammenhang zwischen der in 96%iger (Massenanteil) Schwefelsäurelösung bestimmten Viskositätszahl und der in unterschiedlichen Lösemitteln bestimmten Viskositätszahl	28
Literaturhinweise	38

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 307:2007) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2007 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 307:2003.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 307:2007 wurde vom CEN als EN ISO 307:2007 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

Die Wiederhol- und die 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 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 1847-1 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 1874-1, *Plastics — Polyamide (PA) moulding and extrusion materials — Part 1: Designation*

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*

ASTM D 789, *Standard test methods for determination of relative viscosity, and moisture content of polyamide (PA)*

JIS K 6920-2:2000, *Plastics — Polyamide (PA) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

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

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

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, bei annähernd gleicher Dichte von Lösemittel und Lösung, ergibt sich das Viskositätsverhältnis

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

aus dem Verhältnis der Durchlaufzeiten bei der Konzentration der Lösung in dieser Norm.

Dabei ist

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

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 Die Durchlaufzeit und die 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.