

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung der Viskositätszahl von
Polyethylenterephthalat (PETP) oder
Polybutylenterephthalat (PBTP) in verdünnter Lösung

DIN
53 728
Teil 3

Testing of plastics; determination of viscosity number of polyethylene terephthalate (PETP) or polybutylene terephthalate (PBTP) in dilute solution

Ersatz für Ausgabe 08.73

Zusammenhang mit dem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Internationalen Norm-Entwurf ISO/DIS 1228 – 1983, siehe Erläuterungen.

1 Anwendungsbereich und Zweck

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung der Viskositätszahl von PETP oder PBTP in verdünnter Lösung. Als Lösemittel wird eine Mischung bestehend aus gleichen Massenanteilen Phenol und 1,2-Dichlorbenzol verwendet.

Zusätze, z. B. Füllstoffe, beeinflussen die Ergebnisse der Viskositätsmessungen und müssen bei der Einwaage der Probe entsprechend berücksichtigt werden.

Anmerkung: Bei Zusätzen, die selbst zu einer Erhöhung der Viskosität des Lösemittelgemisches beitragen, müssen besondere Vereinbarungen getroffen werden.

2 Begriff

Die Viskositätszahl J in cm^3/g ist die relative Viskositätsänderung, geteilt durch die Massenkonzentration an PETP oder PBTP in der Lösung.

$$J = \left(\frac{\eta}{\eta_s} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\beta} \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

η dynamische Viskosität der Lösung

η_s dynamische Viskosität des Lösemittels

β Massenkonzentration an PETP oder PBTP in der Lösung in g/cm^3

Anmerkung: Da die Dichteunterschiede zwischen Lösemittel und Lösung sehr gering sind, können bei Benutzung desselben Viskosimeters für die Messung von Lösung und Lösemittel in obiger Formel die Viskositäten η und η_s durch die Durchlaufzeiten t und t_s ersetzt werden. In diesem Fall kann die Formel

$$J = \left(\frac{t}{t_s} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\beta} \quad (2)$$

für die Berechnung der konzentrationsbezogenen relativen Viskositätsänderung verwendet werden. t und t_s siehe Abschnitt 7.

3 Probenahme

Aus dem zu prüfenden PETP oder PBTP wird eine Probe entnommen und zerkleinert (siehe DIN 53 733).

4 Vorbehandlung der Probe

Die Probe wird 3 Stunden bei einer Temperatur von 100°C und einem Druck unter 2 mbar in einem Vakuum-Wärmeschrank¹⁾ getrocknet und anschließend in einem Exsikkator abgekühlt, damit der Massenanteil an Wasser auf weniger als 0,05% herabgesetzt wird.

5 Prüfgeräte und Prüfmittel

5.1 Prüfgeräte

- 50-ml-Meßkolben mit Hülsenschliff und Stopfen, z. B. nach DIN 12 664 Teil 1 (Bezugstemperatur von 20°C)
- Badthermostat für eine Temperatur von $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$
- Badthermostat für eine Temperatur von $(25 \pm 0,05)^\circ\text{C}$
- Ubbelohde-Viskosimeter Nr Ic nach DIN 51 562 Teil 1 (Innendurchmesser der Kapillare von 0,84 mm) oder jedes andere Viskosimeter, mit dem gleiche Ergebnisse erzielt werden.

Bei Durchlaufzeiten über 200 s kann das Ubbelohde-Viskosimeter Nr II nach DIN 51 562 Teil 1 (Innendurchmesser der Kapillare von 1,13 mm) verwendet werden.

- Stoppuhr mit einem Skalenteilungswert von 0,1 s
- Vakuum-Wärmeschrank für eine Temperatur von mindestens 100°C
- Wasserbad oder Ölbad gegebenenfalls mit Schüttelvorrichtung
- Exsikkator mit einem Trocknungsmittel, z. B. Phosphor(V)-oxid auf einem Trägermittel
- Glasfiltertiegel mit einer Porenweite von 40 bis $100\ \mu\text{m}$ oder
- Konisches Sieb mit Drahtsiebboden DIN 4188 – 0,08 nr.St
- Analysenwaage mit Skalenteilungswert von 0,1 mg.

1) Begriff siehe DIN 12 880 Teil 1

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

5.2 Prüfmittel

Lösemittel

- Mischung aus 50 Massenanteilen Phenol für Analyse und 50 Massenanteilen 1,2-Dichlorbenzol für Extraktionsanalyse

Das Lösemittel wird hergestellt durch Auflösen von Phenol in 1,2-Dichlorbenzol.

Anmerkung: Das Lösemittel darf nicht mit der Haut, den Augen und der Kleidung in Berührung kommen oder eingeatmet werden. Die Flasche mit dem Lösemittel ist mit dem Gefahrensymbol T (giftig zu versehen²).

Das Lösemittel sollte grundsätzlich nicht länger als etwa 2 Wochen in dunklen Flaschen bei einer Temperatur von 18 bis 28 °C aufbewahrt werden. Dabei sollte der Feuchtigkeitsgehalt (Bestimmung siehe DIN 51 777 Teil 1) 30 mg/100 g nicht übersteigen.

Wird das Lösemittel doch länger aufbewahrt, so muß besonders auf seine Durchflußzeit geachtet werden. Es ist zu verwerfen, wenn Abweichungen vom Normalwert auftreten, die das Ergebnis merklich beeinflussen.

Reinigungsmittel

- Chromschwefelsäure (Mischung aus gleichen Volumenanteilen Schwefelsäure mit einem Massenanteil zwischen 95 und 97% und gesättigter wäßriger Kaliumdichromat-Lösung)

Anmerkung: Die stark giftige Chromschwefelsäure darf nicht mit der Haut, den Augen und der Kleidung in Berührung kommen; Unfallverhütungsvorschriften beachten!

- Aceton
- Wasser, destilliert oder entionisiert.

6 Durchführung

6.1 Reinigung des Viskosimeters

Das Viskosimeter wird vor dem ersten Gebrauch und später von Zeit zu Zeit mit Chromschwefelsäure gereinigt. Danach wird nacheinander mit Wasser und Aceton gespült und durch Hindurchleiten von trockener staub- und ölfreier Luft getrocknet.

Zwischen zwei aufeinanderfolgenden Bestimmungen wird das Viskosimeter mehrmals mit dem Lösemittel und danach mit Aceton gespült und wie beschrieben getrocknet. Statt dessen kann das Viskosimeter auch mit der nächsten Meßlösung gespült werden.

Weichen die Ergebnisse der am Lösemittel gemessenen Durchlaufzeiten erheblich voneinander ab (siehe Abschnitt 6.3, letzter Absatz), so wird das Viskosimeter wie beschrieben gereinigt.

6.2 Herstellung der Lösung

Eine Probe von $(0,25 \pm 0,002)$ g des zu untersuchenden PETP oder PBTP wird auf 0,1 mg gewogen und quantitativ in den 50-ml-Meßkolben eingefüllt. Anschließend werden 25 ml Lösemittel hinzugefügt und die Probe darin auf dem Wasserbad mit einer Wassertemperatur von etwa 80 °C unter Erwärmen und Schütteln vollständig ge-

löst. Dabei ist zu beachten, daß langes Erwärmen einen thermischen Abbau des PETP oder PBTP verursachen kann. Um extrem lange Lösezeiten zu vermeiden, kann die Lösetemperatur unter Verwendung eines Ölbadetes etwas heraufgesetzt werden. Jedoch ist von Fall zu Fall durch Versuchsreihen festzustellen, welche Kombination von Lösezeit und -temperatur – möglichst ohne thermischen Abbau zu verursachen – anzuwenden ist.

Für Schiedsfälle ist die Lösezeit und -temperatur zu vereinbaren.

Anmerkung: Kurze Lösezeiten sind nicht immer einzuhalten. Während bei hochkristallinem PETP bei kurzer Lösezeit eine Lösetemperatur von 130 °C angebracht sein kann, genügt bei PBTP eine Lösetemperatur von 80 °C bei einer Lösezeit von etwa 3 Stunden.

Nach Abkühlen der Lösung auf $(20 \pm 0,1)$ °C wird der 50-ml-Meßkolben bis zur Meßmarke mit Lösemittel der gleichen Temperatur aufgefüllt und die fertige Lösung durch Schütteln gut gemischt.

6.3 Messung der Durchflußzeiten der Lösung und des Lösemittels

Lösung und Lösemittel werden durch den Glasfiltertiegel oder das konische Sieb filtriert. Zur Beschleunigung dieses Arbeitsganges kann auch Druckfiltration angewendet werden. Anschließend werden die Durchflußzeiten der Lösung und des Lösemittels in demselben Ubbelohde-Viskosimeter bei $(25 \pm 0,05)$ °C bestimmt. Durchgeführt wird die Messung nach DIN 51 562 Teil 1. Wird ein anderes Viskosimeter benutzt, so ist das Meßverfahren entsprechend zu ändern.

Bei einer Viskositätszahl über 300 cm³/g wird das Ergebnis durch die Strukturviskosität³ der Lösung verfälscht, d. h. es werden zu kleine Meßwerte gefunden. In einem solchen Fall erhält man richtige Ergebnisse mit einem Viskosimeter mit einer wesentlich längeren oder engeren Kapillare.

Die Durchflußzeit jeder Flüssigkeit wird dreimal hintereinander bestimmt, wobei die erste Messung als Vorversuch gilt; aus den anderen beiden Durchflußzeiten wird der Mittelwert gebildet. Unterscheiden sich die beiden Durchflußzeiten um mehr als 0,2%, so sind Fremdeinflüsse zu vermuten. In diesem Fall ist die Messung nach Reinigen des Viskosimeters an einem neuen Teil der filtrierten Probe zu wiederholen.

7 Auswertung

Die Viskositätszahl J in cm³/g wird bei Verwendung des Ubbelohde-Viskosimeters Nr 1c nach folgenden Gleichungen berechnet:

- a) für Durchflußzeiten über 200 s (siehe DIN 51 562 Teil 1, Ausgabe Januar 1983, Tabelle 2)

$$J = \left(\frac{t}{t_s} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\beta} \quad (3)$$

- b) für Durchflußzeiten über 100 s bis 200 s

$$J = \left(\frac{t - \Delta t}{t_s - \Delta t_s} - 1 \right) \cdot \frac{1}{\beta} \quad (4)$$

²) Siehe Verordnung über gefährliche Arbeitsstoffe (ArbStoffV) in der Neufassung vom 11.02.1982.

³) Begriff siehe DIN 1342 Teil 1