

SCHOTT  
Instruments

# *QS-Kochbuch für Polyamid*



## Glas-Kapillar-Viskosimetrie

Die Kapillarviskosimetrie ist die genaueste Methode zur Bestimmung der kinematischen Viskosität von Flüssigkeiten mit newtonschem Fließverhalten. Aus diesem Grund nutzen sehr viele Standardmethoden auf internationaler, nationaler und betrieblicher Ebene die in der Genauigkeit unübertroffenen Möglichkeiten dieses Verfahrens. Um diese Möglichkeiten vollständig auszuschöpfen, müssen die verwendeten Geräte hohe Qualitätsanforderungen erfüllen.

### Welche Glas-Viskosimeter gibt es?

Die am häufigsten verwendeten Kapillarviskosimeter sind die dreischenkligen Viskosimeter nach Ubbelohde und deren Varianten. Das verwendete Probenvolumen muss bei diesem Viskosimetertyp nicht exakt eingemessen werden. Durch das hängende Kugelniveau, das sich am unteren Ende der Kapillare ausbildet, regelt sich das zur Messung gelangende Flüssigkeitsvolumen und die daraus resultierende mittlere Druckhöhe von selbst. Ubbelohde-Viskosimeter gibt es für alle in der Praxis vorkommenden Applikationen:

- für absolute und relative Messungen
- für manuelle und automatische Erkennung des Meniskusdurchgangs
- für normale und besonders verschmutzte Proben
- für manuelles und automatisches Spülen
- in „normaler“ Größe und in Mikroausführung

Die zweischenkligen Viskosimeter, z.B. die Ostwald-Viskosimeter und deren modifizierte Typen (z.B. Cannon-Fenske-Routine u.a.), werden noch in klassischen Verfahren eingesetzt, wobei der Automatisierungsgrad bei Anwendungen dieser Viskosimetertypen begrenzt ist. Darüberhinaus gibt es noch eine Vielzahl von Viskosimetertypen, die jedoch in Routine und Forschung nur jeweils eine spezielle Bedeutung besitzen. Jedes kalibrierte Viskosimeter trägt eine fortlaufende Seriennummer, die seitens SCHOTT Geräte GmbH nur einmal vergeben wird. Dadurch können einzelne Viskosimeter auch nach Jahren noch eindeutig identifiziert werden.

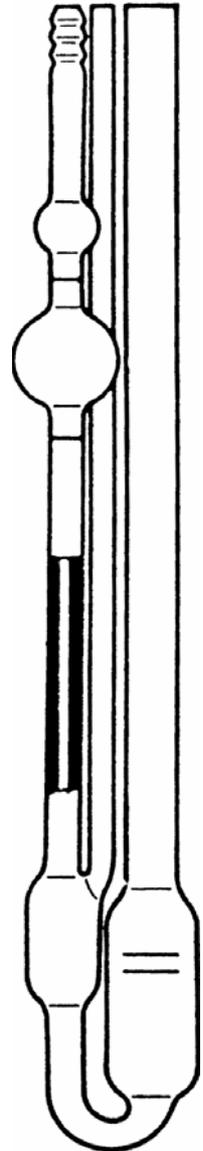
### Die technischen Eigenschaften der Glas-Viskosimeter

Präzisionskapillaren für Viskosimeter aus Borosilicatglas oder anderen technisch hochwertigen Gläsern garantieren gleichbleibende Qualität auf höchstem internationalem Standard.

Industrielle Fertigung von großen Stückzahlen und jahrzentelange schrittmachende Erfahrung ermöglichen die konsequente Erfüllung geforderter Konstruktionsmerkmale bis hin zu den nützlichen Details.

Die Kapillaren sind nach Verfahren hergestellt, die einen besonders gleichmäßigen Verlauf des Innendurchmessers gewährleisten. Der Auslauf der Kapillaren ist in seiner geometrischen Form an die theoretische Hagenbach-Korrektur nach DIN angepasst. Das Zusammenwirken dieser glastechnischen Eigenschaften sichern gleichmäßige Durchflusszeiten, die die Grundlage für richtige Ergebnisse bilden.

Die in neuerer Zeit immer häufiger verwendeten Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter besitzen eine besonders kleine Hagenbach-Korrektur, die auch bei Durchflusszeiten von 10s noch der theoretischen Berechnung nach DIN gehorcht. Aus der absoluten Viskosität können klassische Angaben, wie z.B. SUS (Saybolt Universal Viscosity), SFS (Saybolt Furol Viscosity) und E (Engler Grad) direkt mit einer Gleichung oder mit Hilfe einer Tabelle berechnet werden.



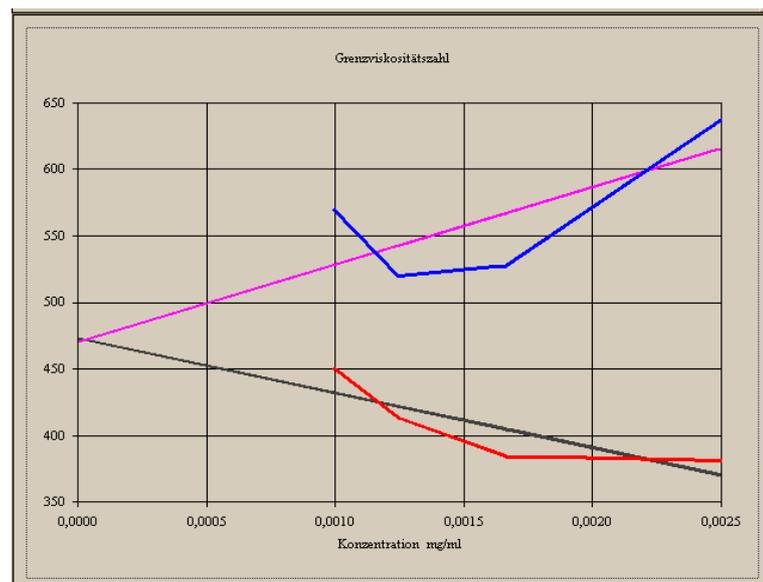
## Viskositätsmessung von Hochpolymeren

Die relative kinematische Viskosität ist der Quotient der Viskositäten einer Lösung und des reinen Lösemittels. Sie hat in der Lebensmittelindustrie, der Pharmazie und vor allem in der Beurteilung von Polymeren große Bedeutung. Seitdem Staudinger die Zusammenhänge zwischen der mittleren Kettenlänge und der Viskosität gefunden hatte, wurden in steigendem Maße Polymere mit Hilfe der Viskositätsbestimmung beurteilt. Aus der relativen Viskosität werden in der Praxis weitere Kenngrößen rechnerisch abgeleitet, wie z.B. spezifische und die inhärente Viskosität sowie Viskositätszahl „J“ und der K-Wert.

Zur Untersuchung von Kunststoffen wird in den Normen (z.B. DIN 53 726, 53 727 und 53 728 Blatt 1 bis 4) die konzentrationsbezogene relative Viskositätsänderung (**VZ**), auch Staudinger Funktion genannt, herangezogen. Hierbei wird als Bezugsgröße die Grenzviskositätszahl (**GVZ** oder **Intrinsic Viscosity**) angegeben.

Das Verfahren wird von J. Schurz [1] pp-33-37 beschrieben. Man erhält eine lineare Abhängigkeit zwischen Konzentration „C“ und der reduzierten Viskosität.

Wird nun die resultierende Gerade auf die Konzentration 0 graphisch extrapoliert, so erhält man die Grenzviskositätszahl GVZ [  $\eta$  ]. Die Steigung der Geraden ist stoffspezifisch und hängt auch vom verwendeten Lösemittel ab.



J. Schurz erklärt auch den Zusammenhang zwischen Grenzviskositätszahl und Molekulargewicht. Dies lässt nun den Schluss über den Molekulargewichtsmittelwert des geprüften Stoffes zu. In den Vorschriften zur Ermittlung der Viskositätszahl geht man davon aus, dass die Bestimmung der GVZ und der Steigung der Geraden als Grundlage für die Methode zumindest einmal im Versuch ermittelt wurde. Bei Einhaltung der Versuchsparameter kann mit einer Einzelmessung auf das mittlere Molekulargewicht rückgeschlossen werden.

Das Verfahren zur Ermittlung der Grenzviskositätszahl ist nun zum einen für die Einordnung von neuen Kunststoffentwicklungen notwendig und zum anderen aber auch zur Überprüfung der Einzelmessung von Zeit zu Zeit empfehlenswert. Man stellt dabei sicher, dass die Verhältnisse bei der Ermittlung der Viskositätszahl den tatsächlichen Materialparametern entsprechen.

## Ausstattung eines Messplatzes

Das Messgerät in Verbindung mit dem Messstativ und dem Durchsicht-Thermostat bilden die Basis eines Messplatzes, mit dem Einzelmessungen in nahezu beliebiger Wiederholung an Flüssigkeiten aller Art mit einer Viskosität  $>1\text{mm}^2/\text{s}$  (früher cSt) gemessen werden können.

Während der Messung befindet sich das Viskosimeter im Messstativ. Das Viskosimeter ist pneumatisch, das Messstativ elektrisch mit dem Viskositätsmessgerät verbunden.

Der Flüssigkeitsmeniskus wird in den Messebenen optoelektronisch per Lichtleiter erfasst. Die Signale werden zum Messgerät übertragen. Die Durchflusszeiten werden mittels Quarztimer (Auflösung = 0.01s) gemessen und zur Weiterbearbeitung gegeben.

## Einfluss der Temperatur

Als Faustregel kann angenommen werden, dass die Temperaturabweichung in  $^{\circ}\text{C}$  multipliziert mit Faktor 6 - 10 die prozentuale Abweichung vom Ergebnis darstellt. Zum Beispiel würde eine Abweichung von  $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\times 10$ ) einem Fehler von 0,5 % entsprechen.

Die Badtemperatur kann in der Standardausführung von  $0 - 100^{\circ}\text{C}$  (höhere Temperaturen auf Anfrage) eingestellt werden. In der Normal- oder Sonderausführung ist der Thermostat für höhere Temperaturen geeignet.

Die extrem hohe Temperaturkonstanz ist auf die Belange der Viskositätsmessung ausgerichtet und gewährleistet bei einer Maximalabweichung von nur  $0,01^{\circ}\text{C}$  (bei Raumtemperatur und Gegenkühlung) reproduzierbare Messwerte.

## Messablauf

Nach Bestimmung der Durchflusszeit des reinen Lösemittels wird das Ubbelohde-Viskosimeter mit ca. 16 – 18 ml Messflüssigkeit gefüllt und in das Messstativ eingesetzt.

Die Anzahl der Messungen werden am Messgerät oder über die Tastatur des angeschlossenen PCs eingestellt.



Die Berechnungsgrundlage ist:

Absolute kinematische Viskosität:

$$\nu = K \cdot t$$

Relative Viskosität:

$$\eta_{\text{rel}} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0}$$

Inhärente Viskosität (logarithmische Viskosität):

$$\eta_{\text{inh}} = \frac{\ln \cdot \eta_{\text{rel}}}{c}$$

Spezifische Viskosität:

$$\eta_{\text{spez}} = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \frac{t}{t_0} - 1$$

Reduzierte Viskosität (Viskositätszahl J):

$$\eta_{\text{red}} = \frac{\eta_{\text{spez}}}{c}$$

- $\nu$  = absolute kinematische Viskosität
- $K$  = Viskosimeterkonstante
- $\eta$  = dynamische Viskosität der Lösung in [mPa · s]
- $\eta_0$  = dynamische Viskosität des Lösemittels in [mPa · s]
- $t$  = Durchflusszeit der Lösung in [s]
- $t_0$  = Durchflusszeit des Lösemittels in [s]
- $c$  = Konzentration der Lösung in [g/ ml]

## Probenvorbereitung:

In der Praxis werden zwei unterschiedliche Arten der Probenvorbereitung angewandt.

### Zum Beispiel – Polyester (PETP / PBTP):

1. Eine Probe von  $(0,25 \pm 0,002)$  g des zu untersuchenden PETP oder PBTP wird auf 0,1 mg gewogen und quantitativ in einen 50-ml-Messkolben eingefüllt. Anschließend werden 25 ml Lösemittel hinzugefügt und die Probe darin auf dem Wasserbad mit einer Wassertemperatur von etwa  $80^{\circ}\text{C}$  unter Erwärmen und Schütteln vollständig gelöst. 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 Ölbades etwas heraufgesetzt werden. Jedoch ist von Fall zu Fall durch Versuchsreihen festzustellen, welche Kombination von Lösetemperatur und /-zeit – möglichst ohne thermischen Abbau zu verursachen – anzuwenden ist.  
Für Schiedsfälle ist die Lösezeit und /-temperatur zu vereinbaren.  
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.
2. In jüngerer Zeit werden zur Probenvorbereitung immer häufiger Kolbenbüretten zur Dosierung des Lösemittels verwendet (siehe unsere in Kürze verfügbare T 110 *plus*).  
Hierbei wird die Probe meist in ein beliebiges Gefäß eingewogen und entsprechend der Einwaage die erforderliche Lösemittelmenge zudosiert.  
Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass hier zum Lösen der Probe ein beheizbarer Magnetrührer oder ein Thermoblock verwendet werden kann.  
Für die weitere Bearbeitung der Probe gilt das Gleiche wie unter 1. beschrieben.



### Messung der Durchflusszeiten der Lösung und des Lösemittels

Lösung und Lösemittel werden durch einen Glasfalteriegel oder ein konisches 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.

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.

## Praktisches Beispiel:

### Bestimmung der Viskositätszahl von Polyamid (PA) in konzentrierter Schwefelsäure

#### Sicherheitshinweis!

Beim Arbeiten mit Schwefelsäure ist darauf zu achten, dass entsprechende Schutzkleidung (Kittel, Schutzbrille und Handschuhe) getragen wird.

Soll konzentrierte Schwefelsäure verdünnt werden, so **muss immer** die Säure in eine größere Menge Wasser gegossen werden, **niemals** umgekehrt.

Beim Neutralisieren mit Laugen ist zu beachten, dass eine große Neutralisationswärme entsteht, die durch Kühlung abgeführt werden muss.

#### Probenvorbereitung:

Die Grundlage zur Bestimmung der Viskositätszahl von Polyamid in konzentrierter Schwefelsäure ist die DIN 53 727. Schwefelsäure ist lt. Norm ein geeignetes Lösemittel für die folgenden Polyamide: PA 6, PA 66, PA 69, PA 612, PA 6-3-T und Copolyamide.

Vom Granulat und dem daraus hergestellten Spritzteil werden jeweils eine Durchschnittsprobe genommen. Die Proben werden zerkleinert (siehe DIN 53 733).

Der Massegehalt an Wasser in den Proben darf 0,5% nicht überschreiten. Gewöhnlich wird das Granulat in einem Umluftofen getrocknet.

Um die Viskositätszahl ermitteln zu können, werden Polyamidlösungen hergestellt, die eine Polymerkonzentration von 0,5 g Polymer pro 100 ml Lösung aufweisen.

Zur Herstellung von 100 ml Lösung werden von jeder Probe 0,5 g Substanz auf 1 mg genau auf einer Analysenwaage z.B. in einem Wägeschälchen eingewogen. Enthält der Kunststoff Glasfasern oder andere organische Füllstoffe, so muss dieser Massegehalt bei der Einwaage berücksichtigt werden.

$$m_{\text{korr}} = m / (1 - \omega/100)$$

mit  $m$  = erforderliche Masse an reinem Polyamid in der Einwaage in g,

$\omega$  = Massegehalt an unlöslichen Bestandteilen im Polyamid in %.

Beispiel: Ein Polyamid enthält 13,6 % Glasfasern.

$$m_{\text{korr}} = 0,5 \text{ g} / (1 - 13,6 / 100) = 0,579 \text{ g}$$

0,579 g müssen eingewogen werden, damit der Masseanteil des reinen Polyamids 0,5 g beträgt.

Die eingewogene Probenmenge wird vollständig in einen 100 ml Messkolben überführt (ev. Trichter benutzen). In den Kolben werden etwa 50 bis 75 ml konzentrierte Schwefelsäure gegeben und der Kolben mit einem Stopfen verschlossen.

Durch 5 – 10-stündiges Schütteln oder durch Rühren auf einem Magnetrührer wird die Probe bei Raumtemperatur gelöst. Wird ein Magnetrührer verwendet, so muss ein PTFE-beschichtetes Magnetrührstäbchen in den Kolben eingebracht werden. Nach dem Schütteln oder Rühren muss das Polyamid vollständig gelöst sein. Das Magnetrührstäbchen wird mit Hilfe eines Stabmagneten entfernt und der Messkolben bei Raumtemperatur mit Schwefelsäure bis zur Messmarke aufgefüllt. Der Kolben wird wieder verschlossen und die Lösung durch Schütteln gut durchmischt.

Eine Erleichterung bei der Probenvorbereitung stellen automatische Büretten dar. Diese Büretten sind nach entsprechender Parametrierung in der Lage die Lösemittelmenge zu berechnen, die erforderlich ist um eine bestimmte Konzentration herzustellen. Die eingewogene Probenmenge muss daher nicht mehr exakt 0,5 g betragen.

Eventuell vorhandene unlösliche Bestandteile (z.B. Glasfasern) können bei der Viskositätsbestimmung zu Problemen führen und müssen deshalb über einen Glasfiltertiegel (z.B. der Porosität 2) abfiltriert werden. Papierfilter dürfen nicht verwendet werden, da diese bei Kontakt mit konzentrierter Schwefelsäure verkohlen.

Ein Glasfaltertiegel wird mit dem entsprechenden Filtriervorstoß auf eine saubere 250 ml Saugflasche mit passendem Gummikonus gesetzt. Die Polyamidlösung wird über den Filtertiegel in die Saugflasche filtriert. Anlegen eines leichten Vakuums (z.B. von einer Wasserstrahlpumpe) beschleunigt den Filtriervorgang.

Vor dem Abschalten der Pumpe sollte immer zuerst die Saugflasche belüftet werden!

Die filtrierte Lösung wird in eine saubere und staubfreie Glasflasche gefüllt ( z.B. 100 ml-Flasche mit Schraubverschluss).

Filtertiegel lassen sich durch „umgekehrtes“ Durchsaugen von Lösemittel oder durch Kochen in konzentrierter Schwefelsäure reinigen.

### **Viskositätsbestimmung:**

Die Viskositätsbestimmung der fertigen Polyamidlösung sollte so bald wie möglich erfolgen, da durch längeres Stehen der Lösung ein Polymerabbau erfolgen kann und damit die gemessenen Werte ihre Aussagekraft verlieren.

Für die Viskositätsmessung von Polyamid in Schwefelsäure wird ein Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51 562, Teil 1 mit der Kapillare II verwendet. Es ist darauf zu achten, dass das Viskosimeter immer sauber und staubfrei ist. Die Messungen werden bei  $25^{\circ}\text{C} \pm 0,02^{\circ}\text{C}$  durchgeführt. Die Temperatur muss regelmäßig überprüft werden. Ein Thermometer mit 1/100 Grad-Einteilung erleichtert dabei die Temperaturkontrolle. Da die Viskosität eine stark temperaturabhängige physikalische Messgröße darstellt, ist darauf zu achten, dass keine Temperaturschwankungen im Thermostatenbad auftreten, da sonst die Messwerte verfälscht werden. Um die geforderte Temperaturkonstanz von  $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$  einhalten zu können, sollte ein großvolumiges Temperierbad mit einem Fassungsvermögen von ca. 20 l verwendet werden.

Eine präzise Thermostatisierung lässt sich mit Hilfe einer ständigen Gegenkühlung mittels Kühlwasser oder wesentlich besser mit einem Durchflusskühler mit konstanter Kühlleistung realisieren, wobei ein Durchflusskühler nicht nur aus Umweltschutzgründen vorzuziehen ist.

Weiterhin ist zu vermeiden, dass das Temperierbad größeren Aussentemperaturschwankungen ausgesetzt (z.B. direkte Sonneneinstrahlung, offenes Fenster im Winter o.ä.).

Im ersten Schritt wird die Viskosität bzw. die Durchflusszeit des reinen Lösemittels bestimmt. Hierzu werden etwa 16 ml Schwefelsäure aus der gleichen Vorratsflasche aus der auch die Schwefelsäure zum Ansetzen der Polyamidlösung genommen wurde, in das Viskosimeter entsprechend der Viskosimeter-Gebrauchsanleitung eingefüllt (z.B. mit einer Pipette).

Das Viskosimeter wird in das Fixiergestell eingehängt und diese in das Messstativ, das sich im Thermostatenbad befindet, hineingestellt. Über die Schlauch-Kabel-Kombination werden Viskosimeter und Stativ mit dem Messgerät verbunden.

Vortemperierzeit und Anzahl der Messungen werden am Messgerät vorgewählt. Als günstige Werte haben sich eine Vortemperierzeit von 10 Minuten und 3 Messungen der Durchflusszeit bewährt.

Sollten die Messwerte stark schwanken, so ist davon auszugehen, dass sich Schmutzpartikel im Viskosimeter befinden, die die Kapillare zeitweise verstopfen. Das Viskosimeter muss dann entleert, gereinigt und getrocknet werden. Anschließend wird das Viskosimeter neu gefüllt (evtl. sollte die verwendete Schwefelsäure durch einen Glasfaltertiegel filtriert werden). Nachdem die Durchflusszeit der reinen Schwefelsäure bestimmt worden ist, wird das Viskosimeter entleert und mit destilliertem oder entionisiertem Wasser und anschließend mit Aceton gespült und getrocknet. In das trockene Viskosimeter wird die zu messende Kunststofflösung eingefüllt und deren Durchflusszeit bestimmt. Nach der Benutzung sollte das Viskosimeter mit konzentrierter Schwefelsäure, Wasser und Aceton gespült und anschließend getrocknet werden.

Sowohl für die reine Schwefelsäure als auch für die Polyamidlösung werden die Mittelwerte der 3 Durchflusszeiten berechnet. Die Viskositätszahl (VZ) wird dann wie folgt ermittelt:

$$VZ = (t / t_0 - 1) / c$$

mit  $t$  = Mittelwert der Durchflusszeit der Lösung in Sekunden (s),  $t_0$  = Mittelwert der reinen Schwefelsäure in Sekunden (s),  $c$  = Polymerkonzentration in der Lösung in g/100 ml.

$$\text{z.B.: } t = 182,70 \text{ s, } t_0 = 110,23 \text{ s, } c = 0,5 \text{ g/100 ml} \Rightarrow VZ = 132 .$$

Die Viskositätszahl wird lt. DIN 53 727 als ganze Zahl angegeben.

Eine umweltfreundliche Alternative zum Ubbelohde-Viskosimeter in der Normalausführung stellt das Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51 562, Teil 2 dar. Das Füllvolumen beträgt nur ca. 4 ml. Es braucht deshalb eine geringere Menge an Lösung (z.B. 25 oder 50 ml) hergestellt und entsorgt zu werden. Außerdem verringert sich die Menge an Lösemittel zum Reinigen.

Um die Reinigungszeiten zwischen dem Messen der verschiedenen Proben zu verkürzen, kann das Viskosimeter auch mit der nächsten Probe „gespült“ werden. Hierzu wird die gemessene Probe mit einer Pumpe über einen Teflonschlauch in eine Abfallflasche abgesaugt. Die nächste Probe wird in das Viskosimeter eingefüllt, einmal in die Kapillare gesaugt und anschließend in die Abfallflasche abgesaugt. Dies wird zweimal wiederholt um eine gute Reinigungswirkung zu erzielen. Die dritte Viskosimeterfüllung wird zur Bestimmung der Durchflusszeit benutzt. Zur Entsorgung der verwendeten Säuren und Lösemittel empfehlen wir Kontakt zu einem örtlichen Entsorgungsunternehmen aufzunehmen.

#### Anzuwendende Normen:

DIN 51 562, Teil 1	Viskosimetrie; Messung der kinematischen mit dem Ubbelohde-Viskosimeter, Normalausführung
DIN 51 562, Teil 2	Viskosimetrie, Messung der kinematischen mit dem Ubbelohde-Viskosimeter, Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter
DIN 53 727	Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung der Viskositätszahl von Thermoplasten in verdünnter Lösung; Polyamide (PA)
DIN 53 733	Prüfung von Kunststoffen; Zerkleinerung von Kunststoffergezeugnissen für Prüfzwecke

#### Gerätevorschlag:



ViscoSystem AVS 350/ AVS 360 mit Durchsicht-Thermostat Typ: CT 54

## Gerätevorschlag

Durchsichtthermostat	Typ: CT 53/ CT 54
Durchflusskühler	Typ: CK 300
eichfähiges Kontrollthermometer	Typ: VZ 7101
ViscoSystem	Typ: AVS 360
Messstativ	Typ: AVS/SK (PVDF)
PTFE-Schlauch-Kabel-Kombination	Typ: VZ 5622
Überlaufsicherung	Typ: VZ 6245
Ubbelohde-Viskosimeter (Normalausführung)	Typ: 530 20 oder
Mikro-Ubbelohde-Viskosimeter	Typ: 538 23
Software	Typ: WinVisco
Datenkabel	Typ: TZ 1589 (oder vergleichbar)
als Option:	halbautomatische Absaugung

## Benötigte Laborgeräte:

(angegebene Bestellnummern lt. SCHOTT Laborglas-Katalog)

**Analysenwaage** (Auflösung min. 1 mg)

**Magnetrührer** und/oder **Schüttelgerät**

**Wasserstrahl-** oder eine andere **Vakuumpumpe** mit Anschluss an eine Saugflasche

**Wägegläschen** (Nr.: 24 210 ..)

**Glastrichter**, versch. Durchmesser (Nr.: 21 331 ..)

**Spatel, Pinzetten**

**Messkolben** 50 ml, 100 ml (Nr.: 21 678 17, 21 678 24)

**Saugflaschen** (250 ml) mit passenden Gummikonus (Nr.: 21 201 36, 29 202 27)

**Filtertiegel** 30 oder 50 ml, z.B. der Porosität 2 (Nr.: 25 851 22, 25 851 32) mit passenden Vorstößen (Nr.: 24 316 26, 24 316 32) und Gummimanschetten (29 201 26, 29 201 31)

**Flaschen** aus Glas mit Gewinde 100 ml (Nr.: 21 801 24)

**Pasteur-Pipetten**

verschiedene **Magnetrührstäbchen**

**pH-Papier/ pH-Stäbchen**

verschiedene **Bechergläser** (Nr.: 21 106 .. oder 21 116 ..)

**Abfallbehälter** für Säuren

## Benötigte Chemikalien:

konzentrierte Schwefelsäure (p.a.)

destilliertes oder entionisiertes Wasser

Aceton (p.a.)

(kein Anspruch auf Vollständigkeit; keine Gewähr für die Angabe von Bestellnummern)

## Viskosimeter innerhalb von Qualitätssicherungssystemen

Empfehlungen für Unternehmen, die ein Qualitätssicherungssystem (QS - System) nach den Normen DIN/ISO 9000 ff bzw. EN 29 000 ff eingeführt haben. In diesem QS - System ist eine Überprüfung der Messmittel vorgesehen. Die Intervalle und die geforderte Genauigkeit können von jedem Unternehmen für seine Anforderungen festgelegt werden. Als Richtlinie hierzu dient die Norm DIN/ISO 10 012, Teil 1. Wir empfehlen die Konstanten der Viskosimeter regelmäßig in definierten Intervallen zu überprüfen.

### Prüfung der Viskosimeter - Konstanten:

#### 1. Kalibrierung durch Vergleichsmessungen mit Referenz - Meßnormalen

Vergleichsmessungen sollten mit einem Viskosimeter (Referenz - Messnormal) durchgeführt werden, das bei der PTB (Physikalisch - Technischen Bundesanstalt) geprüft und mit einer Konstante versehen wurde. Bei dieser Vergleichsmessung werden das zu prüfende Viskosimeter und das PTB- geprüfte Viskosimeter gleichzeitig in dasselbe Thermostatenbad eingesetzt. Die verwendete Prüflüssigkeit, deren Viskosität nicht genau bekannt sein muss, wird in beide Viskosimeter eingefüllt, temperiert und die Durchflusszeit gemessen. Die Berechnung der Konstanten der zu prüfenden Viskosimeter erfolgt nach der Gleichung:

$$K = K_{PTB} t_{PTB} / t$$

K = Konstante des geprüften,  
t = Durchflußzeit (HC) des geprüften,  
(Hagenbach-Couette korrigiert)

$K_{PTB}$  = Konstante des bei der PTB geprüften Viskosimeters  
 $t_{PTB}$  = Durchflußzeit (HC) des bei der PTB gepr. Visk.  
(Hagenbach-Couette korrigiert)

Innerhalb des QS - Systems nach DIN EN ISO 9000 ff ist die Rückführbarkeit der Messmittel auf nationale Messnormale gefordert. Diese Rückführbarkeit kann erzielt werden, indem die Vergleichsviskosimeter (Referenz - Messnormale) in regelmäßigen Abständen bei der PTB geprüft werden. Die Zeitabstände richten sich nach den Festlegungen im QS - System des Anwenders.

#### 2. Kalibrierung des Kapillarviskosimeters mit Normalölen der PTB

Bei dieser Kalibrierung dient ein Normalöl von der PTB mit bekannter Viskosität als Referenz - Messnormale. Die Messung erfolgt mittels Durchflussmessung des PTB - Normalöls in dem zu überprüfenden Viskosimeter in einem Thermostatenbad, dessen Temperatur exakt der Prüftemperatur der PTB entsprechen muss. Auf die Richtigkeit der Temperatur ist in diesem Fall größter Wert zu legen. Im Falle einer Temperaturabweichung ergibt sich für das Viskosimeter eine Konstante, die von der aufgebrauchten Konstante abweicht.

Eine Temperaturabweichung von z. B. 0,01 K verursacht bereits einen Messfehler von bis zu 0,1 %.

Eine "Einkalibrierung" der abweichenden Temperatur in die Viskosimeter - Konstante ist nicht zulässig.

#### 3. Prüfung durch SCHOTT-GERÄTE mit Qualitäts- Zertifikat nach DIN 55 350-18-4.2.2

Die Prüfung bei SCHOTT-GERÄTE erfolgt durch Vergleichsmessungen mit Viskosimetern als Referenz - Messnormale, die bei der PTB geprüft wurden (entspricht Punkt 1).

#### Hinweise zur Stabilität der Viskosimeter - Konstanten

Jede Prüfung (auch mit Zertifikat) kann die messtechnische Richtung nur für einen zeitlich begrenzten Zeitraum garantieren. Die Konstanten von Viskosimetern aus Borosilicatglas DURAN® , können jedoch für längere Zeit unverändert sein, wenn die Viskosimeter von veränderten Einflüssen ferngehalten werden. Besonders starke Veränderungen sind z. B. bei der Verwendung von Flüssigkeiten zu erwarten, die Glas angreifen oder aber bei glasbläserischen Reparaturen (auch bei scheinbar geringfügigen). Auch Flüssigkeiten, deren Bestandteile an der Glaswand anhaften, verursachen Fehler. In solchen Fällen ist eine regelmäßige Reinigung erforderlich, wobei der Glasangriff des Reinigungsmittels wiederum auszuschalten ist.

Aus diesem Grunde empfehlen wir dem Anwender, für alle wichtigen Messungen eine besondere Verfahrensvorschrift zu erstellen und diese Vorschrift in sein QS - Handbuch nach DIN EN ISO 9000 ff einzubinden.

In allen Fällen ist der Anwender für die Richtigkeit seiner Mess- und Prüfmittel zuständig und wird durch ein Prüfzertifikat von seiner Qualitätsverantwortung nicht entbunden (vergl. DIN 55 350, Teil 18).

**Bezugsquelle für Normen:**

Die in dieser Beschreibung genannten Normen können Sie beim Beuth Verlag über das Internet beziehen.

Die Internetadresse ist folgende:

**[www2.beuth.de](http://www2.beuth.de)**

Quellennachweis: DIN 51 562, Teil 1; DIN 51 562, Teil 2; DIN 53 727;  
DIN 53 728, Teil 3; DIN 53 733; ISO 3105; ASTM D 445;  
div. Dokumentationen von SCHOTT Geräte GmbH

Möchten Sie mehr über unser gesamtes Laborprogramm wissen, dann besuchen Sie unsere Internetseiten. Dort finden Sie ausführliche Beschreibungen über unsere Viskositäts-, Titrations- und pH-Messgeräte und dessen Zubehör.

**SCHOTT Instruments GmbH**

Hattenbergstr. 10

**55122 Mainz**

Fax: +49 – (0)6131 – 66 5001

e-mail : [ottmar.hofbeck@schottinstruments.com](mailto:ottmar.hofbeck@schottinstruments.com)

[www.schottinstruments.com](http://www.schottinstruments.com)