



SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 307:2018

01-marec-2018

Polimerni materiali - Poliamidi - Določanje števila viskoznosti (ISO/DIS 307:2017)

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

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

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

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 307

ICS:

83.080.20 <http://standards.sist.it> Plastomeri [standards/sist/4f496a3](http://standards.sist.it/4f496a3) Thermoplastic materials [5a91/sist-en-iso-307-2019](http://standards.sist.it/5a91/sist-en-iso-307-2019)

oSIST prEN ISO 307:2018

de

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 307

Dezember 2017

ICS 83.080.20

Vorgesehen als Ersatz für EN ISO 307:2007

Deutsche Fassung

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

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

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

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 249 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

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

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

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

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

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 Titers 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

prEN ISO 307:2017 (D)

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.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[SIST EN ISO 307:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f496a3b-ffc8-4dda-adfe-fd3449435a91/sist-en-iso-307-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f496a3b-ffc8-4dda-adfe-fd3449435a91/sist-en-iso-307-2019>

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/XXX19

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f496a3b-ffc8-4dda-adfe-fd3449435a91/sist-en-iso-307-2019>

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*

prEN ISO 307:2017 (D)

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.

prEN ISO 307:2017 (D)

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 Vakuumentrockenschrank, 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 ± 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 ± 2 % (entsprechend den Anforderungen an Größe Nr. 2 aus ISO 3105) betragen.