

ICS 83.080.20

Mit DIN EN ISO 1133-2:2012-03
Ersatz für
DIN EN ISO 1133:2005-09

**Kunststoffe –
Bestimmung der Schmelze-Masseflußrate (MFR) und der
Schmelze-Volumenflußrate (MVR) von Thermoplasten –
Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren (ISO 1133-1:2011);
Deutsche Fassung EN ISO 1133-1:2011**

Plastics –
Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of
thermoplastics –
Part 1: Standard method (ISO 1133-1:2011);
German version EN ISO 1133-1:2011

Plastiques –
Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en
volume (MVR) –
Partie 1: Méthode normale (ISO 1133-1:2011);
Version allemande EN ISO 1133-1:2011



Gesamtumfang 33 Seiten

Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 1133-1:2011) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ (Sekretariat: SAC, China) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ (Sekretariat: NBN, Belgien) erarbeitet.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

DIN EN ISO 1133 besteht aus den folgenden 2 Teilen:

DIN EN ISO 1133-1, *Kunststoffe – Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten – Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren (ISO 1133-1:2011)*

DIN EN ISO 1133-2, *Kunststoffe – Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten – Teil 2: Verfahren für Materialien, die empfindlich gegen eine zeit- bzw. temperaturabhängige Vorgeschichte und/oder Feuchte sind (ISO 1133-2:2011)*

Der neue Teil 2 wurde hinzugefügt, wobei die vorherige Ausgabe (DIN EN ISO 1133:2005-09) den neuen ersten Teil, d. h. DIN EN ISO 1133-1, bildet. In Teil 1 wurden dabei Änderungen vorgenommen, um den neuen Teil 2 anzupassen. Teil 1 ist für die Prüfung der Schmelze-Fließrate anzuwenden, die weitgehend der in DIN EN ISO 1133:2005-09 entspricht. Teil 2 ist für die Prüfung von Polymeren anzuwenden, die rheologisch empfindlich gegen eine zeit- bzw. temperaturabhängige Vorgeschichte sind, die sie während der Prüfung der Schmelze-Fließrate ausgesetzt sind.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 1133:2005-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Normnummer wurde von „DIN EN ISO 1133“ in „DIN EN ISO 1133-1“ geändert;
- b) die Norm wurde redaktionell überarbeitet;
- c) die normativen Verweisungen wurden angepasst;
- d) in Abschnitt 3 „Begriffe“ wurden weitere für Teil 1 und Teil 2 relevante Begriffe aufgenommen;
- e) in Abschnitt 5.1.3 (vorher 5.1.2) „Kolben“ wurden Änderungen vorgenommen, um die untere Kante des Kolbenkopfes festzulegen;
- f) in Abschnitt 5.1.4 (vorher 5.1.3) „Temperatur-Regelsystem“ wurden die zulässigen Abweichungen der Temperatur angepasst;
- g) der Abschnitt 5.2.1.7 „Einrichtung zum Vorformen“ wurde eingefügt;
- h) in Abschnitt 5.2.2.2 „Zeitgeber“ (vorher „Stoppuhr“) wurden die Angaben zur Zeitmessung der Abtrennung angepasst;
- i) der Abschnitt 7.3 „Vertikale Ausrichtung des Gerätes“ wurde eingefügt;

- j) der Abschnitt 8.3 „Auswahl der Probenmasse und Beschicken des Zylinders“ wurde hinsichtlich der Angabe von Zeitintervallen für die Abtrennung, die mit anderen Festlegungen in der Norm im Einklang stehen, angepasst;
- k) die Abschnitte 8.5.3 und 9.6.3 „Auswertung: Extrusionswerkzeug mit halber Größe“ wurden eingefügt;
- l) der Abschnitt 9.2 „Reinigung“ wurde eingefügt;
- m) in Abschnitt 9.3 (vorher 9.2) „Mindestweglängen des Kolbens“ wurden Angaben in Einklang mit anderen Festlegungen in der Norm geändert;
- n) Anhang B „In Internationalen Normen festgelegte Bedingungen für die Bestimmung der Schmelzefließrate von thermoplastischen Materialien“ wurde vereinfacht, um Widersprüche zwischen der Norm und Werkstoffnormen zu vermeiden;
- o) der informative Anhang C „Vorrichtung und Verfahren für die Vorformung einer verdichteten Materialfüllung durch Zusammenpressen“ wurde eingefügt;
- p) der informative Anhang D „Aus dem Ringversuch zur MVR- und MFR-Prüfung ermittelte Präzisionsangaben für Polypropylen“ wurde eingefügt.

Frühere Ausgaben

DIN 53735: 1970-08, 1977-11, 1983-01, 1988-02
DIN ISO 1133: 1993-02
DIN EN ISO 1133: 2000-02, 2005-09

MAHCO

— Leerseite —



Deutsche Fassung

Kunststoffe - Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR)
und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten -
Teil 1: Allgemeines Prüfverfahren (ISO 1133-1:2011)

Plastics - Determination of the melt mass-flow rate (MFR)
and melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics - Part 1:
Standard method (ISO 1133-1:2011)

Plastiques - Détermination de l'indice de fluidité à chaud
des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume
(MVR) - Partie 1: Méthode normale (ISO 1133-1:2011)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. November 2011 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-CENELEC 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 Management-Zentrum 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, Kroatien, 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte.....	7
6 Probe	13
6.1 Form der Probe	13
6.2 Konditionierung	13
7 Verifizierung der Temperatur, Reinigung und Wartung des Gerätes	13
7.1 Verifizierung des Temperatur-Regelsystems	13
7.2 Reinigung der Geräte	14
7.3 Vertikale Ausrichtung des Gerätes	15
8 Verfahren A: Massebestimmungsverfahren	15
8.1 Auswahl von Temperatur und Belastung.....	15
8.2 Reinigung	15
8.3 Auswahl der Probenmasse und Beschicken des Zylinders.....	15
8.4 Messungen	16
8.5 Auswertung der Ergebnisse	17
9 Verfahren B: Weglängenmessverfahren	18
9.1 Auswahl von Temperatur und Belastung.....	18
9.2 Reinigung	18
9.3 Mindestweglängen des Kolbens	19
9.4 Auswahl der Probenmasse und Beschicken des Zylinders.....	19
9.5 Messungen	19
9.6 Auswertung der Ergebnisse	20
10 Fließratenverhältnis (<i>FRR</i> , en: flow rate ratio).....	21
11 Präzision	22
12 Prüfbericht.....	22
Anhang A (normativ) Prüfbedingungen für die MFR- und MVR-Bestimmungen	23
Anhang B (informativ) In Internationalen Normen festgelegte Bedingungen für die Bestimmung der Schmelze-Fließrate von thermoplastischen Materialien	24
Anhang C (informativ) Vorrichtung und Verfahren für die Vorformung einer verdichteten Materialfüllung durch Zusammenpressen	25
C.1 Allgemeines.....	25
C.2 Kurzbeschreibung	25
C.3 Geräte.....	25
C.4 Konditionierung	26
C.5 Verdichtungsverfahren	26
C.6 Behandlung der verdichteten Füllung	26
Anhang D (informativ) Aus dem Ringversuch zur MFR- und MVR-Prüfung ermittelte Präzisionsangaben für Polypropylen	28
Literaturhinweise	29

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 1133-1:2011) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2012 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 1133:2005.

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, Kroatien, 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 1133-1:2011 wurde vom CEN als EN ISO 1133-1:2011 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

MAHCO

Einleitung

Dieser Teil der ISO 1133 wird für beständige Materialien empfohlen, die erfahrungsgemäß rheologisch nicht empfindlich gegen eine zeit- bzw. temperaturabhängige Vorgeschichte während der Prüfung der Schmelze-Fließrate sind.

ISO 1133-2 wird für Materialien empfohlen, deren rheologisches Verhalten empfindlich gegen eine zeit- bzw. temperaturabhängige Vorgeschichte der Prüfung ist, die z. B. während der Prüfung abgebaut werden.

ANMERKUNG Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Norm gibt es keine Beweise die darauf hindeuten, dass die Anwendung der ISO 1133-2 bei beständigen Materialien eine bessere Genauigkeit im Vergleich zu diesem Teil der ISO 1133 ergibt.



WARNUNG — Personen, die dieses Dokument anwenden, sollten gegebenenfalls mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme, wenn überhaupt, angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Einhaltung jeglicher gesetzlicher Bestimmungen sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 1133 legt zwei Verfahren für die Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von thermoplastischen Materialien unter festgelegten Bedingungen für Temperatur und Belastung fest. Verfahren A dient zum Bestimmen der Masse. Verfahren B ist ein Messverfahren für die Weglänge. Üblicherweise sind die Prüfbedingungen für die Messung der Schmelze-Fließrate in der Werkstoffnorm mit einem Verweis auf diesen Teil der ISO 1133 festgelegt. Die üblicherweise für Thermoplaste angewendeten Bedingungen sind im Anhang A aufgelistet.

Die MVR erweist sich beim Vergleichen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Füllstoffgehalten und beim Vergleichen von gefüllten und ungefüllten Thermoplasten als besonders nützlich. Die MFR kann, falls die Dichte der Schmelze bei der Prüftemperatur bekannt ist, aus MVR-Messungen bestimmt werden, oder umgekehrt.

Dieser Teil der ISO 1133 ist auch auf Thermoplaste anwendbar, deren rheologisches Verhalten während der Messung z. B. durch Hydrolyse (Kettenspaltung), Kondensation und Vernetzung beeinflusst wird, jedoch nur dann, wenn diese Beeinflussung begrenzt ist und wenn die Wiederhol- und Vergleichspräzision innerhalb des zulässigen Bereiches liegen. Für Werkstoffe, die bei der Prüfung ein deutlich beeinflusstes rheologisches Verhalten aufweisen, ist dieser Teil der ISO 1133 nicht geeignet. In diesen Fällen gilt ISO 1133-2.

ANMERKUNG Die Schergeschwindigkeiten in diesen Verfahren sind wesentlich kleiner als diejenigen unter normalen Verarbeitungsbedingungen, und daher korrelieren die Ergebnisse, die mit diesen Verfahren für die verschiedenen Thermoplaste erhalten wurden, nicht immer mit ihrem Verhalten bei der Verarbeitung. Beide Verfahren werden in erster Linie zur Qualitätskontrolle verwendet.

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 1133-2, *Plastics — Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-rate (MVR) of thermoplastics — Part 2: Method for materials sensitive to time-temperature history and/or moisture*

ISO 4287, *Geometrical Product Specifications (GPS) — Surface texture: Profile method — Terms, definitions and surface texture parameters*

ISO 6507-1, *Metallic materials — Vickers hardness test — Part 1: Test method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Schmelze-Massefließrate

MFR

(en: melt mass-flow rate)

Geschwindigkeit der Extrusion eines geschmolzenen Kunstharzes durch ein Extrusionswerkzeug von festgelegter Länge und festgelegtem Durchmesser unter vorgeschriebenen Bedingungen hinsichtlich Temperatur, Belastung und Lage des Kolbens im Zylinder eines Extrusionsplastometers, bestimmt durch die in einer festgelegten Zeitdauer extrudierte Masse

ANMERKUNG MFR wird in Einheiten von Gramm je 10 min angegeben. Alternative, vom SI anerkannte Einheiten sind Dezigramm je Minute, 1 g/10 min entspricht dabei 1 dg/min.

3.2
Schmelze-Volumenfließrate
MVR

(en: melt volume-flow rate)

Geschwindigkeit der Extrusion eines geschmolzenen Kunstharzes durch ein Extrusionswerkzeug von festgelegter Länge und festgelegtem Durchmesser unter vorgeschriebenen Bedingungen hinsichtlich Temperatur, Belastung und Lage des Kolbens im Zylinder eines Extrusionsplastometers, bestimmt durch das in einer festgelegten Zeitdauer extrudierte Volumen

ANMERKUNG MVR wird in Einheiten von Kubikzentimeter je 10 min angegeben.

3.3
Belastung

Summe der Masse des Kolbens und des hinzugefügten Gewichtsstückes, die durch die Prüfbedingungen festgelegt ist

ANMERKUNG Belastung wird als Masse in Kilogramm angegeben.

3.4
vorgeformte verdichtete Füllung

eine als zusammengepresste Füllung der Polymer-Probe vorbereitete Probe

ANMERKUNG Um die Proben schnell in die Zylinder-Bohrung einzuführen und um ein blasenfreies Extrudat sicherzustellen, kann es notwendig sein, die ursprünglichen Proben in Form von, z. B. Pulver oder Flocken, in eine verdichtete Füllung vorzuformen.

3.5
zeit- bzw. temperaturabhängige Vorgeschichte

Vorgeschichte des temperatur- bzw. zeitabhängigen Verlaufes, denen die Probe während der Prüfung einschließlich der Probenvorbereitung ausgesetzt ist

3.6
Normextrusionswerkzeug

Extrusionswerkzeug mit einer Nennlänge von 8,000 mm und einem Nenndurchmesser der Bohrung von 2,095 mm

3.7
Extrusionswerkzeug mit halber Größe

Extrusionswerkzeug mit einer Nennlänge von 4,000 mm und einem Nenndurchmesser der Bohrung von 1,050 mm

3.8
feuchteempfindliche Kunststoffe

Kunststoffe mit rheologischen Eigenschaften, die leicht auf deren Feuchtegehalt reagieren

ANMERKUNG Kunststoffe, die einer Hydrolyse unterliegen, wenn sie absorbiertes Wasser enthalten und über ihre Glas(übergangs)temperatur (bei amorphen Kunststoffen) oder den Schmelzpunkt (bei teilkristallinen Kunststoffen) hinaus erhitzt werden, die zu einer Reduzierung der Molmasse und somit zu einer Reduzierung der Schmelzviskosität und einer Zunahme der MFR und MVR führt.

4 Kurzbeschreibung

Die Schmelze-Massefließrate (MFR) und die Schmelze-Volumenfließrate (MVR) werden durch Extrudieren eines geschmolzenen Materials aus dem Zylinder eines Plastometers durch ein Extrusionswerkzeug mit festgelegter Länge und festgelegtem Durchmesser unter gegebenen Bedingungen von Temperatur und aufgebrachter Last bestimmt.

Zur Messung der MFR (Verfahren A) werden zeitlich festgelegte Extrudatabschnitte gewogen und für die Berechnung der Extrusionsgeschwindigkeit, in g/10 min, angewendet.

Zur Messung der MVR (Verfahren B) wird die Weglänge, die der Kolben in einer festgelegten Zeit zurücklegt, oder die Zeit, die der Kolben zum Zurücklegen einer festgelegten Weglänge benötigt, aufgezeichnet und für die Berechnung der Extrusionsgeschwindigkeit, in $\text{cm}^3/10 \text{ min}$, angewendet.

Die MVR kann in die MFR umgewandelt werden, oder umgekehrt, wenn die Dichte der Schmelze des Materials bei der Prüftemperatur bekannt ist.

ANMERKUNG Die Dichte der Schmelze ist bei der Prüftemperatur und dem Prüfdruck erforderlich. In der Praxis ist der Druck gering und die bei der Prüftemperatur und Umgebungsdruck ermittelten Werte sind ausreichend.

5 Geräte

5.1 Extrusionsplastometer

5.1.1 Allgemeines. Das Grundgerät basiert auf einem Extrusionsplastometer, das bei einer festgelegten Temperatur betrieben wird. Der allgemeine Aufbau ist in Bild 1 dargestellt. Das thermoplastische Material, das sich in einem vertikalen Zylinder befindet, wird mit einem Kolben, der mit bekannter Masse belastet ist, durch ein Werkzeug extrudiert. Das Gerät besteht aus folgenden wesentlichen Teilen.

5.1.2 Zylinder. Der Zylinder muss eine Länge zwischen 115 mm und 180 mm und einen Innendurchmesser von $(9,550 \pm 0,007)$ mm aufweisen und muss in senkrechter Lage befestigt sein (siehe 5.1.6).

Der Zylinder muss aus einem Werkstoff hergestellt sein, der gegen Abnutzung und Korrosion bis zur Höchsttemperatur des Heizsystems beständig ist. Die Zylinderinnenfläche muss mit geeigneten Verfahren und Werkstoffen hergestellt sein, die eine Vickers-Härte von mindestens 500 (HV 5 bis HV 100) ermöglichen (siehe ISO 6507-1) und muss nach einem Verfahren hergestellt sein, das zu einer Oberflächenrauheit kleiner als R_a (arithmetischer Mittelwert) = $0,25 \mu\text{m}$ führt (siehe ISO 4287). Die Beschaffenheit, Eigenschaften und Maße seiner Oberfläche dürfen nicht durch das geprüfte Material beeinflusst werden.

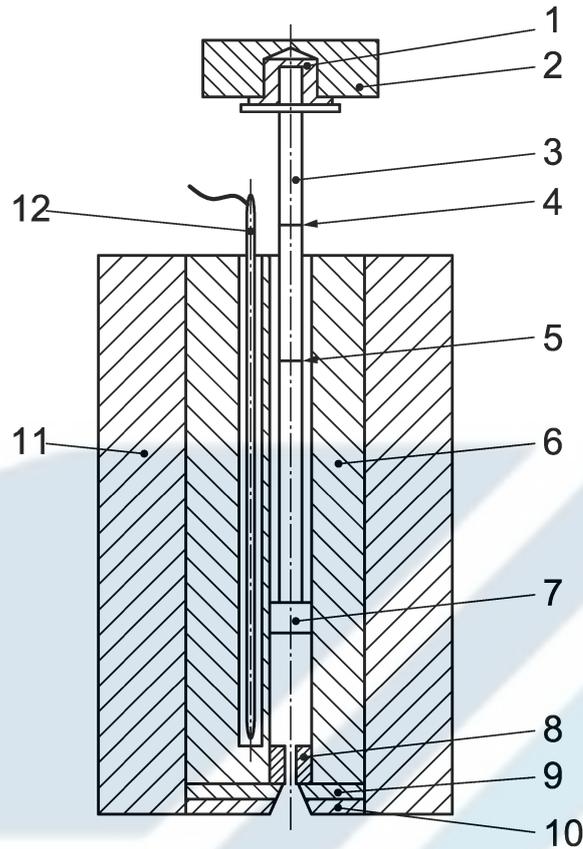
ANMERKUNG 1 Bei bestimmten Materialien sind Messungen bei Temperaturen bis zu $450 \text{ }^\circ\text{C}$ erforderlich.

Die Grundfläche des Zylinders muss so wärmeisoliert sein, dass die freiliegende Metallfläche kleiner als 4 cm^2 ist, und zur Vermeidung des Anklebens des Extrudats wird empfohlen, ein Dämmmaterial, z. B. Al_2O_3 , Keramikfasern oder ein anderes geeignetes Material zu verwenden.

Es ist eine Kolbenführung oder eine andere geeignete Vorrichtung vorzusehen, um Reibung durch fehlerhafte Ausrichtung des Kolbens auf ein Mindestmaß zu beschränken.

ANMERKUNG 2 Übermäßige Abnutzung von Kolbenkopf, Kolben und Zylinder sowie schwankende Ergebnisse können Anzeichen für eine fehlerhafte Ausrichtung des Kolbens sein. Eine regelmäßige Sichtprüfung auf Abnutzung und Änderungen des Erscheinungsbildes der Oberfläche von Kolbenkopf, Kolben und Zylinder wird empfohlen.

5.1.3 Kolben. Der Kolben muss eine Arbeitslänge haben, die mindestens so lang wie der Zylinder ist. Der Kolben muss einen Kopf von $(6,35 \pm 0,10)$ mm Länge haben. Der Durchmesser des Kopfs muss $(9,474 \pm 0,007)$ mm betragen. Die untere Kante des Kolbenkopfes muss einen Radius von $(0,4_{-0,1}^{0,0})$ mm und die obere scharfe Kante des Kolbenkopfes muss gebrochen sein. Über dem Kolbenkopf muss der Kolbenschaft auf $\leq 9,0$ mm Durchmesser verjüngt sein (siehe Bild 2).



Legende

- 1 Wärmedämmung
- 2 Entfernbare Gewichtsstück
- 3 Kolben
- 4 Obere Bezugsmarke
- 5 Untere Bezugsmarke
- 6 Zylinder
- 7 Kolbenkopf
- 8 Extrusionswerkzeug
- 9 Extrusionswerkzeug-Rückhalteplatte
- 10 Dämmplatte
- 11 Wärmedämmung
- 12 Temperaturmessfühler

Bild 1 — Typisches Gerät zur Bestimmung der Schmelze-Fließrate, Darstellung eines möglichen Aufbaus

Der Kolben muss aus einem Werkstoff hergestellt sein, der gegen Abnutzung und Korrosion bis zur Höchsttemperatur des Heizsystems beständig ist, und das geprüfte Material darf keine Auswirkungen auf die Eigenschaften oder Maße haben. Um einen zufriedenstellenden Betrieb des Gerätes zu sichern, müssen der Zylinder und der Kolben aus Werkstoffen mit unterschiedlicher Härte gefertigt sein. Für eine einfache Wartung und Erneuerung ist es zweckmäßig, den Zylinder aus dem härteren Werkstoff zu fertigen.

Am Kolbenschaft müssen im Abstand von $(30 \pm 0,2)$ mm zwei schmale ringförmige Bezugsmarken so angebracht sein, dass sich die obere Marke in Höhe der oberen Zylinderkante befindet, wenn der Abstand zwischen der unteren Kolbenkopfkante und dem oberen Ende des Normextrusionswerkzeuges 20 mm beträgt. Diese am Kolben befindlichen Ringmarken werden als Bezugspunkte während der Messung verwendet (siehe 8.4 und 9.5).

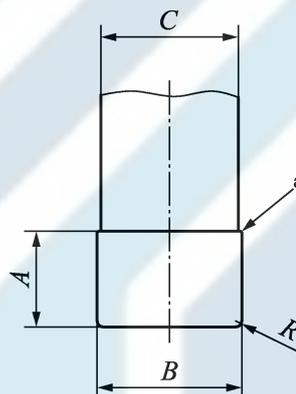
Am oberen Ende des Kolbens darf eine Aufsteckvorrichtung für die abnehmbaren Gewichtsstücke angebracht sein, aber der Kolben muss gegenüber den Gewichtsstücken wärmegeklämt sein.

Der Kolben darf hohl oder massiv sein. Für Prüfungen mit sehr niedrigen Belastungen muss der Kolben möglicherweise hohl sein, da es sonst unmöglich sein kann, die festgelegte niedrigste Belastung zu erreichen.

Tabelle 1 — Maße des Kolbenkopfes

Maße in Millimeter

Kopflänge, A	$6,35 \pm 0,10$
Kopfdurchmesser, B	$9,474 \pm 0,007$
Schaftdurchmesser, C	$\leq 9,0$
Radius der unteren Kante, R	$0,4^{0,0}_{-0,1}$



^a Scharfe Kante entfernen.

Bild 2 — Schematische Darstellung des Kolbenkopfes

5.1.4 Temperatur-Regelsystem. Für alle einstellbaren Zylindertemperaturen muss die Temperaturregelung so erfolgen, dass die zwischen (10 ± 1) mm und (70 ± 1) mm über dem oberen Ende des Normextrusionswerkzeuges gemessenen Temperaturdifferenzen während der gesamten Prüfung die in Tabelle 2 festgelegten Werte nicht überschreiten.

ANMERKUNG Die Temperatur darf z. B. mit Thermoelementen oder mit in die Wand des Zylinders eingebetteten Platinwiderstands-Messfühlern gemessen werden. Ist das Gerät in dieser Weise ausgerüstet, so ist die Temperatur nicht genau die gleiche wie in der Schmelze, aber das Temperatur-Regelsystem darf so kalibriert (siehe 7.1) werden, dass die Temperatur der Schmelze angezeigt wird.

Das Temperaturregelsystem muss das Einstellen der Prüftemperatur in Schritten von $0,1$ °C oder weniger ermöglichen.

Tabelle 2 — Höchste zulässige Abweichung von der geforderten Prüftemperatur in Abhängigkeit vom Abstand und von der Zeit während der gesamten Prüfdauer

Temperaturen in °C

Prüftemperatur, T	Höchste zulässige Abweichung von der geforderten Prüftemperatur: ^a	
	bei (10 \pm 1) mm über der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges ^b	bei (10 \pm 1) mm bis (70 \pm 1) mm über der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges ^b
$125 \leq T < 250$	$\pm 1,0^c$	$\pm 2,0$
$250 \leq T < 300$	$\pm 1,0^c$	$\pm 2,5$
$300 \leq T$	$\pm 1,0$	$\pm 3,0$

^a Die höchste zulässige Abweichung von der geforderten Prüftemperatur ist die Differenz zwischen dem wahren Wert der Temperatur und der geforderten Prüftemperatur. Sie muss über die übliche Dauer einer Prüfung, gewöhnlich weniger als 25 min, bewertet werden.

^b Bei Anwendung eines Extrusionswerkzeuges halber Größe mit einer Länge von 4 mm (siehe 5.1.5) müssen die Ablesungen zusätzlich 4 mm über der Oberseite des Extrusionswerkzeuges erfolgen.

^c Bei Prüftemperaturen < 300 °C darf die Abweichung der Temperatur bei 10 mm über der Oberseite des Extrusionswerkzeuges in Abhängigkeit von der Zeit nicht größer als im Bereich von 1 °C liegen.

5.1.5 Extrusionswerkzeug. Das Extrusionswerkzeug muss aus Wolframcarbid oder gehärtetem Stahl hergestellt sein. Zur Prüfung von möglicherweise korrosiven Materialien dürfen aus einer Cobalt-Chrom-Wolfram-Legierung, einer Chromlegierung, einem synthetischen Saphir oder anderen geeigneten Werkstoffen hergestellte Extrusionswerkzeuge angewendet werden.

Das Extrusionswerkzeug muss eine Länge von $(8,000 \pm 0,025)$ mm haben. Das Innere der Bohrung muss rund, gerade und gleichmäßig im Durchmesser sein, sodass er an allen Stellen nicht mehr als $\pm 0,005$ mm von einem idealen Zylinder mit dem Nenndurchmesser von 2,095 mm abweicht.

Die Bohrung muss nach einem geeigneten Verfahren gehärtet sein, dass eine Vickers-Härte von mindestens 500 (HV 5 bis HV 100) (siehe ISO 6507-1) ergibt, und muss nach einem geeigneten Verfahren hergestellt sein, das zu einer Oberflächenrauheit kleiner als R_a (arithmetischer Mittelwert) = 0,25 μm führt (siehe ISO 4287).

Der Durchmesser der Bohrung des Extrusionswerkzeuges muss regelmäßig mit einer Lehre mit Gut- und Ausschussseite überprüft werden. Bei Überschreiten der Grenzen der zulässigen Abweichung muss das Extrusionswerkzeug verworfen werden.

Das Extrusionswerkzeug muss plane Enden haben, die senkrecht zur Achse der Bohrung verlaufen und frei von sichtbaren Bearbeitungsspuren sind. Die planen Flächen des Extrusionswerkzeuges müssen überprüft werden, um sicherzustellen, dass die Fläche um die Bohrung keine Abplatzungen aufweist. Jede Abplatzung wird zu Fehlern führen und das angeschlagene Extrusionswerkzeug muss verworfen werden.

Das Extrusionswerkzeug muss einen derartigen Außendurchmesser haben, dass es sich innerhalb des Zylinders frei bewegt, dass aber während der Prüfung kein Material entlang seiner Außenseite fließt, d. h. zwischen dem Extrusionswerkzeug und dem Zylinder.

Das Extrusionswerkzeug darf nicht über die Grundfläche des Zylinders ragen (siehe Bild 1) und muss so angebracht sein, dass dessen Bohrung koaxial mit der Zylinderbohrung ist.

Bei der Prüfung von Materialien mit einer MFR > 75 g/10 min oder MVR > 75 cm³/10 min, darf ein Extrusionswerkzeug mit halber Größe mit einer Länge von $(4,000 \pm 0,025)$ mm und einem Bohrungsdurchmesser von $(1,050 \pm 0,005)$ mm verwendet werden. Im Zylinder unter dem Extrusionswerkzeug darf kein Abstandsblock verwendet werden, um die scheinbare Länge auf 8,000 mm zu erhöhen.

Das Extrusionswerkzeug mit einer Nennlänge von 8,000 mm und mit einer Bohrung von 2,095 mm Nenninnendurchmesser ist als Normextrusionswerkzeug für die Prüfung anzuwenden. Bei der Angabe der MFR- und MVR-Werte, die mit einem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ermittelt wurden, ist es notwendig anzugeben, dass ein Extrusionswerkzeug mit halber Größe angewendet wurde.

5.1.6 Vorrichtung zum vertikalen Positionieren des Zylinders. Für diesen Zweck eignen sich eine Doppelwasserwaage für die beiden Horizontalrichtungen, die senkrecht zur Zylinderachse steht, und höhenverstellbare Füße für das Gerät.

ANMERKUNG Das dient zur Vermeidung unnötiger Reibung, die durch Neigung des Kolbens oder durch Verbiegen bei hohen Belastungen verursacht wird. Ein Blindstopfen mit einer Libelle am oberen Ende ist ebenfalls eine passende Vorrichtung zum Überprüfen der Übereinstimmung mit dieser Anforderung.

5.1.7 Last. Auf dem oberen Kolbenende wird ein Satz entfernbarer Gewichtsstücke angebracht, der so angepasst werden kann, dass die Summe der Massen der Gewichtsstücke und des Kolbens die gewählte Belastung innerhalb einer Fehlergrenze von $\pm 0,5 \%$ ergibt.

Alternativ darf eine mechanische Belastungsvorrichtung kombiniert mit einer Kraftmessdose oder einer pneumatischen Belastungsvorrichtung mit einem Drucksensor verwendet werden, die die gleiche Präzision wie die entfernbareren Gewichtsstücke hat.

5.2 Zusätzliche Ausrüstung

5.2.1 Allgemeines

5.2.1.1 Verdichtungsstab: aus abriebfestem Werkstoff, zum Einfüllen der Proben in den Zylinder und zum Verdichten der Proben im Zylinder.

5.2.1.2 Reinigungsgeräte und -mittel, (siehe 7.2).

5.2.1.3 Lehre mit Gut- und Ausschusseite, so hergestellt, dass ein Ende der Lehre mit einem Stift ausgestattet ist, dessen Durchmesser gleich dem Durchmesser der Bohrung des Extrusionswerkzeuges abzüglich der zulässigen Grenzabweichung ist (Gutlehre), und dass das gegenüberliegende Ende der Lehre einen Stift hat, dessen Durchmesser gleich dem Durchmesser der Bohrung des Extrusionswerkzeuges zuzüglich der zulässigen Grenzabweichung ist (Ausschusslehre). Der Prüfdorn muss bei Verwendung der Gutlehre ausreichend lang sein, um die gesamte Länge des Extrusionswerkzeuges zu überprüfen.

5.2.1.4 Temperatur-Kalibriereinrichtung, (Thermoelement, Platinwiderstandsthermometer oder eine andere Temperaturmessvorrichtung) für die Kalibrierung der Temperatur-Anzeigeeinrichtung des Zylinders.

Es darf eine dünn Drahtige sondenförmige Temperatur-Messeinrichtung mit einer kurzen Messlänge angewendet werden, die bei den Temperaturen und Tauchlängen kalibriert ist, die zur Kalibrierung der Zylinder-temperatur angewendet werden. Die Länge der Temperatur-Kalibriereinrichtung muss ausreichend sein, um die Temperatur (10 ± 1) mm vom oberen Ende des Extrusionswerkzeuges zu messen. Die Temperatur-Kalibriereinrichtung muss eine ausreichende Präzision haben, um die Verifizierung des MVR-/MFR-Gerätes hinsichtlich der Einhaltung der in Tabelle 2 festgelegten Fehlergrenzen für die Temperatur sicherzustellen. Falls ein Thermoelement eingesetzt wird, sollte dieses von einer Metallhülse mit einem Durchmesser von etwa 1,6 mm umgeben sein, deren Messstelle am Ende der Hülse geerdet ist.

Ein alternatives Verfahren zur Verifizierung ist die Anwendung eines ummantelten Thermoelements oder Platinwiderstands-Temperaturmessfühlers, eingesetzt in eine Bronzespitze mit einem Durchmesser von ($9,4 \pm 0,1$) mm zum Einbringen in die Bohrung, wenn kein Material vorhanden ist. Die Spitze muss so ausgelegt sein, dass sich die Messstelle des Thermoelements oder Platinwiderstands-Temperaturmessfühlers (10 ± 1) mm von der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges entfernt befindet, wenn es/er direkt auf dem oberen Ende des Extrusionswerkzeuges aufliegt.

Eine weitere Alternative ist die Anwendung eines mit Thermoelementen ausgerüsteten Stabes, der die gleichzeitige Temperaturbestimmung bei (70 ± 1) mm, (50 ± 1) mm, (30 ± 1) mm und (10 ± 1) mm oberhalb des oberen Endes des Normextrusionswerkzeuges ermöglicht. Der Stab muss einen Durchmesser von ($9,4 \pm 0,1$) mm aufweisen, damit er formschlüssig in die Bohrung passt.

5.2.1.5 Extrusionswerkzeug-Abdichtung: Eine Vorrichtung, die an einem Ende eine Form hat, die den Extrusionswerkzeugausgang wirksam blockiert und Tropfenbildung des geschmolzenen Materials verhindert, jedoch gleichzeitig ein schnelles Entfernen vor Beginn der Prüfung zulässt.

5.2.1.6 Aufnahme für Kolben/Gewichtsstücke, mit einer für die Aufnahme des Kolbens, und falls erforderlich, der Gewichtsstücke, ausreichenden Länge, damit die untere Bezugsmarke des Kolbens 25 mm über dem oberen Ende des Zylinders bleibt.

5.2.1.7 Einrichtung zum Vorformen. Einrichtung zum Vorformen der Proben, z. B. Pulver, Flocken, Folienstreifen oder Bruchstücke, zu einer zusammengepressten Füllung, dadurch wird ein schnelles Einführen der Füllung in den Zylinder ermöglicht und eine blasenfreie Füllung des Zylinders (siehe Anhang C) sichergestellt.

ANMERKUNG Es können auch andere Möglichkeiten vorhanden sein, um eine blasenfreie Füllung des Zylinders zu erreichen.

5.2.2 Ausrüstung für Verfahren A (siehe Abschnitt 8)

5.2.2.1 Schneidwerkzeug, zum Abschneiden der extrudierten Probe.

ANMERKUNG Ein scharfkantiger Spatel oder ein rotierendes Schneidblatt entweder mit Handbedienung oder mit Motorantrieb hat sich als geeignet erwiesen.

5.2.2.2 Zeitgeber, mit einer ausreichenden Präzision, um das Abschneiden der extrudierten Proben mit einer Fehlergrenze von $\pm 1\%$ des angewendeten Zeitintervalls für die Abtrennung sicherzustellen. Zur Verifizierung sind die Zeitintervalle für die Abtrennung mit einem kalibrierten Zeitgeber über verschiedene Zeitintervalle bis zu 240 s zu vergleichen.

ANMERKUNG MFRs < 5 g/10 min können mit dem größten zulässigen Zeitintervall für die Abtrennung von 240 s gemessen werden. In diesem Fall beträgt die Fehlergrenze der Abtrennzeit $\pm 2,4$ s. Kürzere Intervalle sind zulässig, sie führen aber zu geringeren Fehlergrenzen. MFRs > 10 g/10 min erfordern Abtrennzeiten in der Größenordnung von einigen Sekunden oder weniger. Bei 1 s beträgt die geforderte zulässige Fehlergrenze der Abtrennzeit $\pm 0,01$ s oder besser. Bei MFR-Werten > 10 g/10 min werden automatische Schneidgeräte empfohlen.

Wenn der Zeitgeber in direkten Kontakt mit Kolben oder Gewichtsstück kommt, darf sich die Belastung um nicht mehr als $\pm 0,5\%$ der Nennbelastung verändern.

5.2.2.3 Waage, mit einer Fehlergrenze von ± 1 mg oder besser.

5.2.3 Ausrüstung für Verfahren B (siehe Abschnitt 9): Messwertaufnehmer für die Kolbenbewegung/Zeitgeber

Gerät zur Weg-Zeit-Messung der Kolbenbewegung durch Einzel- oder Mehrfachbestimmungen für eine Beschickung (siehe Tabelle 3).

Tabelle 3 — Anforderungen an die Präzision der Weg-Zeit-Messung der Kolbenbewegung

MFR (g/10 min) MVR (cm ³ /10 min) ^a	Abstand mm	Zeit s
0,1 bis 1,0	$\pm 0,02$	$\pm 0,1$
$> 1,0$ bis 100	$\pm 0,1$	$\pm 0,1$
> 100	$\pm 0,1$	$\pm 0,01$

^a Bei Mehrfachmessungen unter Verwendung einer Beschickung müssen die Anforderungen ungeachtet der MFR- oder MVR-Werte des Materials dieselben wie für MFR > 100 g/10 min oder MVR > 100 cm³/10 min sein.

ANMERKUNG Übereinstimmung mit den Anforderungen an die Abstandsgenauigkeit für $MFR \leq 1 \text{ g}/10 \text{ min}$ und $MVR \leq 1 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$, ebenso für $MFR > 1 \text{ g}/10 \text{ min}$ und $MVR > 1 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ ist sicherzustellen.

Wenn die Vorrichtung zur Messung der Wegelänge für die Messung der Kolbenweglänge in direkten Kontakt mit Kolben oder Gewichtsstück kommt, darf sich die Belastung um nicht mehr als $\pm 0,5 \%$ der Nennbelastung verändern.

Wenn der Zeitgeber in direkten Kontakt mit Kolben oder Gewichtsstück kommt, darf sich die Belastung um nicht mehr als $\pm 0,5 \%$ der Nennbelastung verändern.

6 Probe

6.1 Form der Probe

Die Probe darf in jeder Form vorliegen, die in die Zylinder-Bohrung eingeführt werden kann, z. B. als Granulat, Folienstreifen, Pulver oder Abschnitte von geformten oder extrudierten Teilen.

ANMERKUNG Bei der Prüfung von Pulvern kann es notwendig sein, das Material vorher zu einer Vorform oder zu Pellets (siehe Anhang C) zu verdichten, um blasenfreie Extrudate sicherzustellen.

Die Form der Probe kann von großer Bedeutung bei der Bestimmung der Vergleichspräzision der Ergebnisse sein. Die Form der Probe sollte daher überwacht werden, um die Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Ringversuchen zu verbessern und die Variabilität zwischen den Versuchsreihen zu verringern.

6.2 Konditionierung

Die Probe muss vor der Prüfung in Übereinstimmung mit der entsprechenden Werkstoffnorm konditioniert und, falls notwendig, stabilisiert werden.

7 Verifizierung der Temperatur, Reinigung und Wartung des Gerätes

7.1 Verifizierung des Temperatur-Regelsystems

7.1.1 Verifizierungsverfahren

Es ist notwendig, regelmäßig das Leistungsverhalten des Temperatur-Regelsystems (5.1.4) zu überprüfen. Es ist zu überprüfen, ob die Temperatur sowohl über die Zeit als auch über die Länge den in Tabelle 2 angegebenen Anforderungen entspricht und ob die Vorheizzeit (8.3) hinreichend ist, um eine Stabilisierung zu erreichen.

Das Temperatur-Regelsystem am MFR-/MVR-Gerät ist auf die geforderte Temperatur einzustellen und mindestens 15 min Zeit zum Stabilisieren zulassen.

Vorzugsweise ist die kalibrierte Temperatur-Anzeigeeinrichtung auf die gleiche Temperatur vorzuwärmen wie die vor dem Einsetzen in den Zylinder gemessene Temperatur.

Wenn die Zylindertemperatur mit Material im Zylinder zu überprüfen ist, dann ist der Zylinder innerhalb von 15 s bis auf mindestens 100 mm oberhalb des oberen Endes des Normextrusionswerkzeuges mit dem zu prüfenden Material oder mit einem dafür repräsentativen Material (siehe 7.1.2) zu füllen, wobei dieselbe Technik wie für die Prüfung angewendet wird (siehe 8.3).

Innerhalb von 90 s nach Abschluss des Einfüllens des Materials muss die kalibrierte Temperatur-Anzeigeeinrichtung (5.2.1.4) in den Zylinder und dabei entlang der Zylinderwand eingeführt und in das darin befindliche Material so eingetaucht werden, dass der Messfühler (10 ± 1) mm von der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges entfernt ist. Unmittelbar im Anschluss daran ist mit der Aufzeichnung der Temperatur zu beginnen, die durch die kalibrierte Temperatur-Anzeigeeinrichtung angezeigt wird. Die Zeitdauer vom Abschluss des Einfüllens bis zur Stabilisierung der Temperatur innerhalb der in Tabelle 2 für (10 ± 1) mm oberhalb der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges festgelegten Grenzwerte für die Temperatur ist zu bestimmen. Diese Zeitdauer darf nicht mehr als 5 min betragen.

Das Temperaturprofil längs des Zylinders muss auf gleiche Weise überprüft werden. Dazu ist die Temperatur des Materials auch (30 ± 1) mm, (50 ± 1) mm und (70 ± 1) mm oberhalb der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges zu messen. Die Zeitdauer vom Abschluss des Einfüllens bis zur Stabilisierung der Temperatur innerhalb der in Tabelle 2 für den Bereich zwischen (10 ± 1) mm bis (70 ± 1) mm oberhalb der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges festgelegten Grenzwerte für die Temperatur ist zu bestimmen. Diese Zeitdauer darf nicht mehr als 5 min betragen.

Wenn die Zeitdauer zum Erreichen einer Temperaturstabilisierung innerhalb der in Tabelle 2 festgelegten Grenzwerte für die Temperatur mehr als 5 min für einen beliebigen der festgelegten Abstände oberhalb der Oberseite des Extrusionswerkzeuges beträgt, muss das im Prüfbericht unter Punkt f) „Vorheizzeit“ angegeben werden.

Es wird empfohlen, bei dem Überprüfen des Temperaturprofils längs des Zylinders am höchsten Punkt über dem Extrusionswerkzeug zu beginnen.

Ein anderes Verfahren zur Verifizierung ist die Verwendung eines ummantelten Thermoelements oder eines Platinwiderstands-Messfühlers mit einem Durchmesser der Spitze von $(9,4 \pm 0,1)$ mm zum Einführen in den Zylinder ohne vorliegendes Material. Ein weiteres Verfahren ist die Anwendung eines Kolbens, der mit Thermoelementen in einer Höhe von (70 ± 1) mm, (50 ± 1) mm, (30 ± 1) mm und (10 ± 1) mm über der Oberseite des Normextrusionswerkzeuges ausgestattet ist, wenn er vollständig in die Bohrung eingeführt ist und im Zylinder dicht anliegt. Diese Anordnung ermöglicht eine gleichzeitige Verifizierung der Temperatur in Abhängigkeit sowohl von der Zeit als auch vom Abstand.

Falls das Gerät nicht den Festlegungen (Tabelle 2) entspricht, muss es vor dem Einsatz erneut kalibriert und geprüft werden.

7.1.2 Material für die Verifizierung der Temperatur

Es ist wesentlich, dass das für die Verifizierung verwendete Material ausreichend fließfähig ist, sodass die kalibrierte Temperaturmesseinrichtung ohne übermäßigen Kraftaufwand oder Bruchgefahr eingeführt werden kann. Hierzu ist ein beständiges Material mit einer MFR von > 45 g/10 min (2,16 kg Belastung), gemessen bei der Temperatur der Verifizierung, geeignet.

Wenn ein derartiges Material für die Verifizierung anstelle eines zu prüfenden höher viskosen Materials verwendet wird, muss das Blindmaterial eine ähnliche Temperaturleitfähigkeit wie das zu prüfende Material haben, damit das Aufheizverhalten ähnlich ist. Es ist notwendig, dass die für die Verifizierung verwendete Füllmenge so groß ist, dass bei der anschließenden Einführung des kalibrierten Temperaturmessfühlers in das Probenmaterial ein angemessener Teil der Messfühlerhülse eintaucht, um eine fehlerfreie Temperaturmessung zu ermöglichen. Das kann, erforderlichenfalls nach Entfernen des Messfühlers aus dem Zylinder, durch Ablesen der Höhe, bis zu der der kalibrierte Temperaturmessfühler mit dem Material benetzt wurde, überprüft werden.

7.2 Reinigung der Geräte

WARNUNG — Die Betriebsbedingungen können nicht nur eine teilweise Zersetzung des zu prüfenden Materials bzw. eines zur Reinigung des Gerätes verwendeten Materials verursachen oder zu einer Freisetzung von gefährlichen flüchtigen Substanzen aus diesen Materialien führen, sondern auch eine Verbrennungsgefahr darstellen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Einhaltung jeglicher gesetzlicher Bestimmungen zu sichern.

Das Gerät, einschließlich Zylinder, Kolben und Extrusionswerkzeug, muss nach jeder Bestimmung gründlich gereinigt werden.

Der Zylinder darf mit Lappen gereinigt werden. Der Kolben muss im heißen Zustand mit einem Baumwolltuch gereinigt werden. Das Extrusionswerkzeug darf mit einer eng anliegenden Reibahle aus Messing, einem Schnellstahlbohrer mit einem Durchmesser von 2,08 mm oder einem Holzpflock gereinigt werden. Es darf auch eine pyrolytische Reinigung des Extrusionswerkzeuges in einer Stickstoffatmosphäre bei etwa 550 °C vorgenommen werden. Es ist darauf zu achten, dass die angewendeten Reinigungsverfahren keinen Einfluss auf den Zylinder und auf die Maße oder Oberflächenbeschaffenheit des Extrusionswerkzeuges haben. Keines-

falls dürfen abrasive oder ähnliche die Oberfläche des Kolbens, Zylinders oder Extrusionswerkzeuges schädigende Materialien verwendet werden.

Die Bohrung des Extrusionswerkzeuges muss nach der Reinigung mit einer Lehre mit Gut- und Ausschussseite überprüft werden.

Bei der Reinigung des Zylinders, Kolbens und Extrusionswerkzeuges ist dafür zu sorgen, dass der Einfluss, den der Reinigungsprozess und die Reinigungsmaterialien, z. B. Lösemittel und Bürsten, auf die nachfolgenden Bestimmung haben könnten, z. B. können diese den Abbau des Polymers beschleunigen, vernachlässigbar gering ist.

7.3 Vertikale Ausrichtung des Gerätes

Es ist sicherzustellen, dass die Bohrung der Ausrüstung genau vertikal ausgerichtet ist.

8 Verfahren A: Massebestimmungsverfahren

8.1 Auswahl von Temperatur und Belastung

Hinsichtlich der Prüfbedingungen ist auf die Werkstoffnorm Bezug zu nehmen. Besteht keine Werkstoffnorm oder sind in ihr die MVR- oder MFR-Prüfbedingungen nicht festgelegt, sind geeignete Bedingungen aus Tabelle A.1 zu verwenden, die sich auf die Kenntnis des Schmelzpunktes des Materials oder die vom Hersteller empfohlenen Verarbeitungsbedingungen stützen.

8.2 Reinigung

Das Gerät ist zu reinigen (siehe 7.2). Vor Beginn einer Versuchsreihe ist sicherzustellen, dass der Zylinder und der Kolben mindestens 15 min die ausgewählte Temperatur aufweisen.

8.3 Auswahl der Probenmasse und Beschicken des Zylinders

Der Zylinder ist mit 3 g bis 8 g der Probe entsprechend der zu erwartenden MFR oder MVR (Tabelle 4) zu beschicken. Während des Füllens ist das Material mit dem Verdichtungsstab (5.2.1.1) mit manuellem Druck zusammenzupressen. Es ist eine möglichst luftfreie Füllung sicherzustellen. Der Füllvorgang ist in weniger als 1 min zu beenden. Die Vorheizzeit von 5 min beginnt sofort nachdem die Beschickung des Zylinders abgeschlossen ist.

ANMERKUNG 1 Schwankungen des Verdichtungsdruckes während des Verdichtens des Materials im Zylinder können zu einer mangelhaften Wiederholpräzision der Ergebnisse führen. Die Verwendung derselben Probenmasse zur Analyse von Materialien, deren MFR oder MVR vergleichbar sind, verringert die Variabilität der Daten.

ANMERKUNG 2 Bei oxidationsempfindlichen Materialien kann der Einfluss von eingeschlossener Luft auf die Ergebnisse von besonderer Bedeutung sein.

Der Kolben ist unverzüglich in den Zylinder einzuführen. Der Kolben kann entweder unbelastet oder mit der Prüfmasse bzw., bei Materialien mit hoher Fließrate, einer kleineren Masse vorbelastet sein. Bei Materialien mit hoher MFR oder MVR, d. h. $> 10 \text{ g}/10 \text{ min}$ oder $> 10 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$, ist der Probenverlust während des Aufheizens deutlich. In diesem Fall ist ein unbelasteter oder gering belasteter Kolben während der Vorheizphase einzusetzen. Bei sehr hohen Schmelze-Fließraten sollte eine Aufnahme der Gewichtsstücke Anwendung finden und eine Extrusionswerkzeug-Abdichtung kann nötig sein.

Während der Vorheizzeit ist zu überprüfen, ob die Temperatur wieder auf die ausgewählte Temperatur innerhalb der in Tabelle 2 festgelegten Grenzwerte angestiegen ist.

Um das Verbrennungsrisiko durch das heiße Material, das schnell aus dem Extrusionswerkzeug austritt, auf ein Mindestmaß zu verringern, wird empfohlen, dass bei der Entfernung der Extrusionswerkzeug-Abdichtung hitzebeständige Handschuhe getragen werden.

Tabelle 4 — Leitlinien für die Auswahl der Versuchsparameter

MFR (g/10 min) MVR (cm ³ /10 min) ^a	Masse der Probe im Zylinder ^{b, c, e} g	Zeitintervall für die Abtrennung des Extrudats ^f s
> 0,1 aber ≤ 0,15	3 bis 5	240
> 0,15 aber ≤ 0,4	3 bis 5	120
> 0,4 aber ≤ 1	4 bis 6	40
> 1 aber ≤ 2	4 bis 6	20
> 2 aber ≤ 5	4 bis 8	10
> 5 ^d	4 bis 8	5

^a Es wird empfohlen, dass eine Schmelze-Fließrate nicht gemessen werden sollte, wenn der bei dieser Prüfung erhaltene Wert < 0,1 g/10 min (MFR) oder 0,1 cm³/10 min (MVR) ist. MFRs mit Werten > 100 g/10 min sollten nur mit einem Normextrusionswerkzeug gemessen werden, wenn die Auflösung des Zeitgebers 0,01 s ist und Verfahren B angewendet wird. Alternativ darf für Verfahren A das Extrusionswerkzeug mit halber Größe verwendet werden (siehe 5.1.5).

^b Wenn die Dichte des Materials > 1,0 g/cm³ ist, kann es notwendig sein, die Masse der Probe zu vergrößern. Die geringen Werte der Masse sind bei Materialien mit geringer Dichte anzuwenden.

^c Die Masse der Probe ist von großer Bedeutung bei der Bestimmung der Wiederholpräzision dieser Prüfung und muss möglicherweise auf 0,1 g bestimmt werden, um die Variabilität zwischen den Versuchsreihen zu verringern.

^d Um eine ausreichende Präzision für MFR > 10 g/10 min zu erzielen, können entweder eine höhere Präzision bei der Zeitmessung, längere Zeitintervalle für die Abtrennung oder das Verfahren B erforderlich sein.

^e Bei Anwendung des Extrusionswerkzeuges mit halber Größe ist eine größere Materialmenge erforderlich, um das reduzierte Volumen des Extrusionswerkzeuges auszugleichen. Das erforderliche zusätzliche Materialvolumen beträgt 0,3 cm³.

^f Diese Zeiten entsprechen der Herstellung eines Extrudats mit einer Länge von 10 mm bis 20 mm (siehe 8.4). Bei Bearbeitung innerhalb dieser Begrenzungen können die Fehler signifikant sein, besonders bei Materialien mit hoher MFR, die kurze Abtrennungszeiten des Extrudats aufweisen. Eine Reduzierung der Messfehler könnte möglicherweise durch Anwendung längerer Abtrennungszeiten des Extrudats erreicht werden. Der Einfluss der Auflösung der Geräte auf die Fehler ist geräteabhängig und kann durch die Durchführung einer Analyse des Unsicherheitsbudgets abgeschätzt werden.

8.4 Messungen

Am Ende der Vorheizzeit, d. h. 5 min nach Abschluss des Beschickens des Zylinders, falls der Kolben während der Vorheizzeit un- oder unterbelastet war, ist die erforderliche Last auf den Kolben aufzubringen. Bei Anwendung einer Extrusionswerkzeug-Abdichtung und wenn der Kolben während der Vorheizzeit un- oder unterbelastet war, ist die erforderliche Last auf den Kolben aufzubringen und es ist dem Material zu ermöglichen, sich vor dem Entfernen der Extrusionswerkzeug-Abdichtung für einige Sekunden zu stabilisieren. Falls sowohl eine Aufnahme für Gewichtsstücke als auch eine Extrusionswerkzeug-Abdichtung eingesetzt wurden, ist die Aufnahme für Gewichtsstücke zuerst zu entfernen.

ANMERKUNG Bei einigen Materialien sind möglicherweise kürzere Vorheizzeiten erforderlich, um einen Abbau zu verhindern. Bei Materialien mit hohem Schmelzpunkt, hoher T_g (Glastemperatur) und geringer Wärmeleitfähigkeit können zum Erreichen reproduzierbarer Ergebnisse längere Vorheizzeiten erforderlich sein.

In Abhängigkeit von der tatsächlichen Viskosität des Materials ist der Kolben vor oder nach der Lastaufbringung unter der Schwerkraft absinken zu lassen, bis ein blasenfreier Strang extrudiert wird. Es wird nachdrücklich empfohlen, ein erzwungenes Durchstoßen der Probe auf manuelle Weise oder mit zusätzlichen Gewichtsstücken vor Beginn der Prüfung zu vermeiden. Falls ein erzwungenes Durchstoßen notwendig ist (d. h., um die Prüfung innerhalb einer festgelegten Zeitgrenze abzuschließen), muss es mindestens 2 min vor Beginn der Prüfung beendet sein. Das erzwungene Durchstoßen muss in einem Zeitraum von 1 min durchgeführt werden. Das Extrudat ist mit dem Schneidwerkzeug (5.2.2.1) abzutrennen und zu verwerfen. Dann ist der belastete Kolben unter der Schwerkraft weiter absinken zu lassen.

Wenn die untere Bezugsmarke auf dem Kolben die Oberkante des Zylinders erreicht hat, ist der Zeitmesser (5.2.2.2) einzuschalten und gleichzeitig der extrudierte Strang mit dem Schneidwerkzeug abzutrennen und zu verwerfen.

Es sind aufeinanderfolgende Strangabschnitte zu sammeln, um die Extrusionsgeschwindigkeit in einem festgelegten Zeitintervall zu messen. Das Zeitintervall ist in Abhängigkeit von der MFR so zu wählen, dass die Länge eines einzelnen Strangabschnittes nicht < 10 mm ist und vorzugsweise zwischen 10 mm und 20 mm beträgt (siehe die Zeitintervalle für das Abtrennen in Tabelle 4 und ihrer Fußnote f als Leitlinie).

Bei kleinen Werten von MFR (und MVR) und/oder Materialien mit starker Extrudatquellung ist es gegebenenfalls nicht möglich, Strangabschnitte mit einer Länge von 10 mm oder mehr innerhalb des maximalen Zeitintervalls von 240 s zu erhalten. In diesen Fällen darf Verfahren A angewendet werden, jedoch nur, wenn die Masse jedes in 240 s erhaltenen Strangabschnittes mehr als 0,04 g beträgt. Anderenfalls ist Verfahren B anzuwenden.

Das Abschneiden ist zu beenden, wenn die obere Marke auf dem Kolbenschaft die Oberkante des Zylinders erreicht. Jeder Abschnitt, der sichtbare Luftblasen enthält, ist zu verwerfen. Nach dem Abkühlen ist jeder der verbleibenden Strangabschnitte, vorzugsweise drei oder mehr, auf 1 mg zu wägen und der Mittelwert der Massen zu berechnen. Wenn die Differenz zwischen den größten und kleinsten Werten dieser einzelnen Wägungen mehr als 15 % des Mittelwertes beträgt, sind die Ergebnisse zu verwerfen und die Prüfung ist mit einer neuen Probenmenge zu wiederholen.

Es wird empfohlen, die Abschnitte in der Reihenfolge der Extrusion zu wägen. Falls eine stetige Änderung der Masse beobachtet wird, muss das als ungewöhnliches Verhalten im Prüfbericht angegeben werden (siehe Abschnitt 12).

Die Zeit zwischen dem Abschluss des Beschickens des Zylinders und dem Ende der letzten Messung darf 25 min nicht überschreiten. Bei einigen Materialien kann es notwendig sein, diese Zeit zu verkürzen, um Abbau oder Vernetzung des Materials während der Prüfung zu verhindern. In diesen Fällen sollte die Anwendung von ISO 1133-2 in Erwägung gezogen werden.

8.5 Auswertung der Ergebnisse

8.5.1 Allgemeines

Bei Prüfung mit dem Normextrusionswerkzeug ist 8.5.2 anzuwenden. Bei Prüfung mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe siehe auch 8.5.3.

8.5.2 Auswertung der Ergebnisse: Normextrusionswerkzeug

Die Schmelze-Massefließrate (MFR), angegeben in g/10 min, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{MFR}(T, m_{\text{nom}}) = \frac{600 \cdot m}{t}$$

Dabei ist

- T die Prüftemperatur, in Grad Celsius;
- m_{nom} die Masse, in Kilogramm, welche die Nennlast ausdrückt;
- 600 der Faktor für die Umwandlung von Gramm je Sekunde in Gramm je 10 min (600 s);
- m der Mittelwert der Masse der Abschnitte, in Gramm;
- t das Zeitintervall für das Abschneiden, in Sekunden.

Die Schmelze-Volumenfließrate (MVR) kann nach folgender Gleichung auch aus der MFR berechnet werden:

$$\text{MVR}(T, m_{\text{nom}}) = \frac{\text{MFR}(T, m_{\text{nom}})}{\rho}$$

Dabei ist

ρ die Dichte der Schmelze, in Gramm je Kubikzentimeter, und in der Werkstoffnorm festgelegt, oder falls sie dort nicht festgelegt ist, bei der Prüftemperatur (9.6.2) ermittelt.

ANMERKUNG Die Dichte der Schmelze ist für die Prüftemperatur und den Prüfdruck erforderlich. In der Praxis ist der Druck gering und die bei der Prüftemperatur und Umgebungsdruck ermittelten Werte werden ausreichend sein.

Für die Fließeigenschaften ist MVR das bevorzugte Maß, da es von der Dichte der Schmelze unabhängig ist (Abschnitt 9).

Das Ergebnis ist auf drei signifikante Ziffern anzugeben, jedoch mit höchstens zwei Dezimalstellen, und die angewendete Prüftemperatur und -belastung sind aufzuzeichnen, z. B. MFR = 10,6 g/10 min (190 °C/2,16 kg), MFR = 0,15 g/10 min (190 °C/2,16 kg).

8.5.3 Auswertung: Extrusionswerkzeug mit halber Größe

Wenn die mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ermittelten Ergebnisse im Prüfbericht angegeben werden, muss der Index h angewendet werden (siehe 5.1.5).

Die MFR und/oder die MVR werden nach den Gleichungen in 8.5.2 berechnet.

Das Ergebnis ist auf drei wertanzeigende Ziffern anzugeben, jedoch mit höchstens zwei Dezimalstellen, und die angewendete Prüftemperatur und -belastung sind aufzuzeichnen, z. B. MFR_h = 0,15 g/10 min (190 °C/2,16 kg), MVR_h = 15,3 cm³/10 min (190 °C/2,16 kg).

9 Verfahren B: Weglängenmessverfahren

9.1 Auswahl von Temperatur und Belastung

Siehe 8.1.

9.2 Reinigung

Das Gerät ist zu reinigen (siehe 7.2). Vor Beginn einer Versuchsreihe ist sicherzustellen, dass der Zylinder und der Kolben mindestens 15 min die ausgewählte Temperatur aufweisen.

MAHCO

9.3 Mindestweglängen des Kolbens

Für eine höhere Genauigkeit und Wiederholpräzision werden die in Tabelle 5 angeführten Mindestweglängen des Kolbens vorgeschlagen.

Tabelle 5 — Leitlinien für die Auswahl der Versuchsparameter

MVR (cm ³ /10 min) MFR (g/10 min)	Mindestweglänge des Kolbens mm
> 0,1 aber ≤ 0,15	0,5
> 0,15 aber ≤ 0,4	1
> 0,4 aber ≤ 1	2
> 1 aber ≤ 20	5
> 20	10

ANMERKUNG 1 Diese Werte ermöglichen mindestens drei Messungen von jeder Zylinderfüllung. Der Einsatz des Gerätes unter Anwendung dieser Werte als Mindestweglänge des Kolbens sollte auch zu einer Reduzierung der Messfehler hauptsächlich infolge der Auflösung der Weglänge des Gerätes führen. Bei MVR-Werten < 0,4 cm³/10 min kann eine maximale Zeitdauer von 240 s zu einer weiteren Reduzierung der Fehler führen, aber noch mindestens drei Messungen zulassen. Der Einfluss der Auflösung der Geräte auf die Fehler ist geräteabhängig und kann durch die Durchführung einer Analyse des Unsicherheitsbudgets abgeschätzt werden.

ANMERKUNG 2 Bei einigen Materialien können die Ergebnisse in Abhängigkeit von der vom Kolben zurückgelegten Weglänge schwanken. Für eine bessere Wiederholpräzision ist es entscheidend, zwischen den einzelnen Messreihen dieselben Weglängen beizubehalten.

9.4 Auswahl der Probenmasse und Beschicken des Zylinders

Siehe 8.3.

9.5 Messungen

Am Ende der Vorheizzeit, d. h. 5 min nach Abschluss des Beschickens des Zylinders, falls der Kolben während der Vorheizzeit un- oder unterbelastet war, ist die erforderliche Last auf den Kolben aufzubringen. Bei Anwendung einer Extrusionswerkzeug-Abdichtung und wenn der Kolben während der Vorheizzeit un- oder unterbelastet war, ist die erforderliche Last auf den Kolben aufzubringen und es ist dem Material zu ermöglichen, sich vor dem Entfernen der Extrusionswerkzeug-Abdichtung für einige Sekunden zu stabilisieren. Falls sowohl eine Aufnahme für Gewichtsstücke als auch eine Extrusionswerkzeug-Abdichtung eingesetzt wurden, ist die Aufnahme für Gewichtsstücke zuerst zu entfernen.

ANMERKUNG Bei einigen Materialien können zur Vermeidung von Abbau kürzere Vorheizzeiten notwendig sein. Bei Materialien mit hohem Schmelzpunkt, hoher T_g (Glastemperatur) und geringer Wärmeleitfähigkeit können zum Erreichen reproduzierbarer Ergebnisse längere Vorheizzeiten erforderlich sein.

In Abhängigkeit von der tatsächlichen Viskosität des Materials ist der Kolben vor oder nach der Lastaufbringung unter der Schwerkraft absinken zu lassen, bis ein blasenfreier Strang extrudiert wird. Es wird nachdrücklich empfohlen, ein erzwungenes Durchstoßen der Probe vor Beginn der Prüfung zu vermeiden. Falls ein erzwungenes Durchstoßen notwendig ist, d. h., um die Prüfung innerhalb einer festgelegten Zeitgrenze abzuschließen, wie in der angewendeten Kompressionsbelastung definiert ist. Das erzwungene Durchstoßen muss in einem Zeitraum von 1 min durchgeführt werden und muss mindestens 2 min vor Beginn der Prüfung abgeschlossen sein. Falls ein erzwungenes Durchstoßen verwendet wird, muss die Kompressionsbelastung und –dauer im Prüfbericht aufgezeichnet werden. Das Extrudat ist mit dem Schneidwerkzeug (5.2.2.1) abzutrennen und zu verwerfen. Dann ist der belastete Kolben unter der Schwerkraft weiter absinken zu lassen.

Wenn die untere Bezugsmarke auf dem Kolben die Oberkante des Zylinders erreicht hat, ist der Zeitmesser (5.2.2.2) einzuschalten und gleichzeitig der extrudierte Strang mit dem Schneidwerkzeug abzutrennen und erneut zu verwerfen.

Die Messung darf nicht gestartet werden, bevor die untere Bezugsmarke auf dem Kolben die Oberkante des Zylinders erreicht hat.

Folgendes ist zu messen:

- a) die Weglänge des Kolbens über eine vorgegebene Zeitdauer;
- b) die Zeiten, die vom Kolben für das Zurücklegen einer bestimmten Weglänge benötigt werden.

Bei einigen Materialien können die Ergebnisse in Abhängigkeit von der vom Kolben zurückgelegten Weglänge schwanken. Für eine bessere Wiederholpräzision ist es entscheidend, zwischen den einzelnen Messreihen dieselben Weglängen beizubehalten.

Die Messungen sind zu beenden, wenn die obere Bezugsmarke auf dem Kolbenschaft die Oberkante des Zylinders erreicht.

Die Zeit zwischen dem Abschluss des Beschickens des Zylinders und der letzten Messung darf 25 min nicht überschreiten. Bei einigen Materialien kann es notwendig sein, diese Zeit zu verkürzen, um Abbau oder Vernetzung des Materials während der Prüfung zu verhindern. In diesen Fällen sollte die Anwendung von ISO 1133-2 in Erwägung gezogen werden.

9.6 Auswertung der Ergebnisse

9.6.1 Allgemeines

Bei Prüfung mit dem Normextrusionswerkzeug ist 9.6.2 anzuwenden. Bei Prüfung mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ist 9.6.3 anzuwenden.

9.6.2 Auswertung der Ergebnisse: Normextrusionswerkzeug

Die Schmelze-Volumenfließrate (MVR), angegeben in Kubikzentimeter je 10 min, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$MVR(T, m_{\text{nom}}) = \frac{A \cdot 600 \cdot l}{t}$$

Dabei ist

- T die Prüftemperatur, in Grad Celsius;
- m_{nom} die Masse, in Kilogramm, welche die Nennlast ausdrückt;
- A der Mittelwert der Nennquerschnittsflächen des Zylinders und Kolbenkopfes, in Quadrat-zentimeter und ist gleich $0,711 \text{ cm}^2$ (siehe Anmerkung 1);
- 600 der Faktor für die Umwandlung von Kubikzentimeter je Sekunde in Kubikzentimeter je 10 min (600 s);
- l die vorgegebene, zurückgelegte Kolbenweglänge oder der Mittelwert der Einzelmessungen der Weglänge, in Zentimeter (siehe 9.3, 9.5);
- t die vorgegebene Messzeit oder der Mittelwert der Einzelmessungen der Zeit, in Sekunden (siehe 9.3, 9.5).

ANMERKUNG 1 Infolge der zulässigen Grenzabweichungen von Zylinder- und Kolbendurchmesser schwankt der Mittelwert der tatsächlichen Querschnittsflächen des Zylinders und des Kolbenkopfes um weniger als $\pm 0,5 \%$. Dieser Einfluss ist als vernachlässigbar zu betrachten und zur Vereinfachung des Verfahrens wird der Nennwert $0,711 \text{ cm}^2$ angewendet.

Die Schmelze-Massefließrate (MFR), in Gramm je 10 min, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\text{MFR}(T, m_{\text{nom}}) = \frac{A \cdot 600 \cdot l \cdot \rho}{t}$$

Dabei gelten die vorstehend angegeben Symbole und ρ ist die Dichte, in Gramm je Kubikzentimeter, der Schmelze bei der Prüftemperatur kann nach der folgenden Gleichung berechnet werden:

$$\rho = \frac{m}{A \cdot l};$$

Dabei ist m die durch Wägen bestimmte Masse des durch eine Kolbenbewegung von l cm herausgedrückten Extrudats, in Gramm.

ANMERKUNG 2 Der Wert für die Dichte kann in der Werkstoffnorm festgelegt sein.

ANMERKUNG 3 Die Dichte der Schmelze ist für die Prüftemperatur und den Prüfdruck erforderlich. In der Praxis ist der Druck gering und die bei der Prüftemperatur und Umgebungsdruck ermittelten Werte sind ausreichend.

Das Ergebnis ist auf drei signifikante Ziffern anzugeben, jedoch mit höchstens zwei Dezimalstellen und die angewendete Prüftemperatur und -belastung sind aufzuzeichnen, z. B. $\text{MVR} = 10,6 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ ($190 \text{ °C}/2,16 \text{ kg}$), $\text{MVR} = 0,15 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ ($190 \text{ °C}/2,16 \text{ kg}$).

9.6.3 Auswertung der Ergebnisse: Extrusionswerkzeug mit halber Größe

Wenn die mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ermittelten Ergebnisse im Prüfbericht angegeben werden, muss der Index h angewendet werden (siehe 5.1.5).

Die MFR und/oder MVR werden nach den Gleichungen in 9.6.2 berechnet.

Das Ergebnis ist auf drei signifikante Ziffern anzugeben, jedoch mit höchstens zwei Dezimalstellen, und die angewendete Prüftemperatur und -belastung sind aufzuzeichnen, z. B. $\text{MVR}_h = 0,15 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ ($190 \text{ °C}/2,16 \text{ kg}$) oder $\text{MFR}_h = 15,0 \text{ g}/10 \text{ min}$ ($190 \text{ °C}/2,16 \text{ kg}$).

10 Fließratenverhältnis (FRR, en: flow rate ratio)

Die Beziehung zwischen zwei Werten von MFR (oder MVR), erhalten für ein bei derselben Temperatur mit unterschiedlichen Belastungen geprüftes Material, wird als Fließratenverhältnis (FRR) bezeichnet, z. B.

$$\text{FRR} = \frac{\text{MFR}(190 \text{ °C}/10,0 \text{ kg})}{\text{MFR}(190 \text{ °C}/2,16 \text{ kg})}$$

ANMERKUNG Das Fließratenverhältnis wird gewöhnlich angewendet, um anzuzeigen, inwieweit das rheologische Verhalten eines Thermoplastes durch die Molekülmassenverteilung des Materials beeinflusst wird.

Die Bedingungen für die Bestimmung des Fließratenverhältnisses sind in den entsprechenden Werkstoffnormen festgelegt. Falls keine Werkstoffnorm vorhanden ist, oder wenn keine Prüfbedingungen für das FRR in der Werkstoffnorm festgelegt sind, sollten die Prüfbedingungen zwischen den beteiligten Parteien vereinbart werden.

Die Ergebnisse sind auf zwei signifikante Stellen anzugeben, oder auf drei, falls beide, die MFR- und MVR-Werte auf drei Stellen angegeben sind.

Für das mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ermittelte Fließratenverhältnis muss das Symbol FRR_h angewendet werden.

11 Präzision

Beachtung muss den Faktoren, die die Größenordnung der Messwerte beeinflussen und zu einer Verringerung der Wiederholpräzision führen können, gegeben werden. Zu derartigen Faktoren gehören:

- a) thermischer Abbau oder Vernetzung des Materials, der bzw. die eine Veränderung der Schmelze-Fließrate während des Vorheizens oder der Prüfzeit verursacht (pulverförmige Erzeugnisse, die eine lange Vorheizzeit benötigen, sind diesbezüglich empfindlich und in gewissen Fällen ist die Zugabe von Stabilisatoren notwendig, um diese Veränderung zu reduzieren);
- b) die Länge, Verteilung und Orientierung des Füllstoffes in gefüllten oder verstärkten Materialien können die Schmelze-Fließrate beeinflussen.

Die Präzision der Verfahren ist nicht bekannt, da keine Ringversuchsergebnisse vorliegen. Eine einzige Präzisionsangabe wäre wegen der Anzahl der Materialien und der großen Auswahl der Prüfparameter nicht geeignet. Jedoch deuten frühere Angaben auf einen Variationskoeffizient von etwa $\pm 10\%$ zwischen den Laboratorien und $\pm 5\%$ innerhalb eines Laboratoriums hin. Neuere Angaben zu einem Polypropylen mit einem hohen Fließratenverhältnis sind in Anhang D enthalten.

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Informationen enthalten:

- a) eine Verweisung auf diesen Teil der ISO 1133 (ISO 1133-1:2011);
- b) alle erforderlichen Einzelheiten zur vollständigen Identifizierung der Probe, einschließlich der Probenform des Materials, die in den Zylinder eingefüllt wurde;
- c) die Einzelheiten der Bedingungen der Vorbehandlung, einschließlich Bedingungen der Trocknung und Vorformung;
- d) die Einzelheiten über eine Stabilisierung (siehe 6.2);
- e) die Angabe der Temperatur und Belastung, die für die Prüfung verwendet wurden;
- f) die angewendete Vorheizzeit (falls ein Wert abweichend von 5 min angewendet wurde);
- g) für Verfahren A, die Massen der Strangabschnitte und Zeitintervalle des Abtrennens
oder
für Verfahren B, die vorgegebene Messzeit oder der vorgegebene Kolbenweg und die entsprechenden Messwerte für den zurückgelegten Kolbenweg oder die Zeitdauer der Messung;
- h) die Angabe der Schmelze-Massefließrate (MFR), in Gramm je 10 min;
oder
die Schmelze-Volumenfließrate (MVR), in Kubikzentimeter je 10 min, auf drei signifikante Ziffern, aber mit höchstens zwei Dezimalstellen.
Wenn mehr als ein Wert der Schmelze-Fließrate von einer einzelnen Zylinderfüllung erhalten wurde, muss der Mittelwert als Schmelze-Fließrate aufgezeichnet werden. Alle Einzelwerte müssen ebenfalls angegeben und als solche gekennzeichnet werden;
- i) falls zutreffend, wurde ein MFR- oder MVR-Wert unter Anwendung der Dichte der Schmelze nach 8.5.2 oder 9.6.2 berechnet und im Prüfbericht angegeben, muss auch ausgewiesen werden, dass dieser Wert berechnet wurde. Der für die Umrechnung angewendete Dichtewert ist anzugeben;
- j) wenn die mit dem Extrusionswerkzeug mit halber Größe ermittelten MFR- und/oder MVR-Werte im Prüfbericht angegeben werden, muss der Index h angewendet werden, und die Tatsache, dass ein Extrusionswerkzeug mit halber Größe angewendet wurde, muss angegeben werden;
- k) falls zutreffend, das Fließratenverhältnis (*FRR*);
- l) einen Bericht über jedes ungewöhnliche Verhalten der geprüften Probe, wie Verfärbung, Kleben und Verformung des extrudierten Strangs (Haifischhaut) oder unerwartete Änderung in der Schmelze-Fließrate;
- m) das Datum der Prüfung.

Anhang A (normativ)

Prüfbedingungen für die MFR- und MVR-Bestimmungen

Die angewendeten Bedingungen müssen den Angaben in der zutreffenden Werkstoffnorm entsprechen.

Tabelle A.1 führt die Prüftemperaturen und -lasten auf, die sich als geeignet erwiesen haben. Andere, hier nicht aufgeführte Bedingungen, dürfen, falls erforderlich, für besonderes Material angewendet werden.

Tabelle A.1 — Prüfbedingungen für die MFR- und MVR-Bestimmungen

Prüftemperatur T °C
100
125
150
190
200
220
230
235
240
250
260
265
275
280
300
Nennlast (gesamt) m_{nom} kg
0,325
1,20
2,16
3,80
5,00
10,00
21,60
Es wird empfohlen, dass die Temperaturen und Lasten aus dieser Tabelle bei neuen Thermoplasten angewendet werden, bei denen entweder keine Werkstoffnormen vorhanden sind oder bei denen diese Prüfbedingungen nicht festgelegt sind. Alle Kombinationen von Temperatur und Last dürfen angewendet werden. Jedoch sollte die Wahl der Temperatur- und Lastkombination(en) auf der Grundlage der rheologischen Eigenschaften des Materials erfolgen.
ANMERKUNG In Bezug auf die Code-Buchstaben, die in den früheren Versionen von ISO 1133:2005 zur Beschreibung spezifischer Temperatur- und Lastkombinationen für die Prüfung dienten und als Kennzeichnungs-codes des Werkstoffs angewendet wurden, wird der Anwender auf die Ausgabe ISO 1133:1997 der vorliegenden Norm verwiesen.

Anhang B (informativ)

In Internationalen Normen festgelegte Bedingungen für die Bestimmung der Schmelze-Fließrate von thermoplastischen Materialien

Die Prüfbedingungen für Materialien können den entsprechenden Werkstoffnormen entnommen werden, z. B. die in Tabelle B.1 gelistet sind.

Tabelle B.1 — In Internationalen Normen festgelegte Bedingungen für die Bestimmung der Schmelze-Fließrate von thermoplastischen Materialien

Materialien	Internationale Norm (siehe Literaturhinweise)
ABS	ISO 2580
ASA, ACS, AEDPS	ISO 6402
E/VAC	ISO 4613
MABS	ISO 10366
PB ^a	ISO 8986 ISO 15494 ISO 15876
PC	ISO 7391
PE ^a	ISO 1872 ISO 4427 ISO 4437 ISO 15494 ISO 22391
PMMA	ISO 8257
POM	ISO 9988
PP ^a	ISO 1873 ISO 15494 ISO 15874
PS	ISO 1622
PS-I	ISO 2897
SAN	ISO 4894

^a Schmelzdichtewerte für dieses Material können in der Werkstoffnorm enthalten sein.

Anhang C (informativ)

Vorrichtung und Verfahren für die Vorformung einer verdichteten Materialfüllung durch Zusammenpressen

C.1 Allgemeines

Dieser Anhang gibt eine Information zu einem Verfahren, das als geeignet für die Vorformung einer verdichteten Materialfüllung angesehen wird. Diese Vorformung der Proben wird vorzugsweise angewendet, wenn die MFR und MVR bei Materialien, wie z. B. Pulver, Flocken, Folienstreifen oder Bruchstücken, bestimmt wird. Die Vorformung dieser Proben in verdichtete Füllungen verringert die mit Lufteinschluss und Hohlräumen verbundenen Probleme, die zu einer ungenügenden Wiederholpräzision der Ergebnisse führen, und ermöglicht ein schnelles Einführen der Proben in den MFR-/MVR-Zylinder. Andere Verfahren zur Vorformung einer Materialfüllung können geeignet sein.

C.2 Kurzbeschreibung

Pulver, Flocken, Folienstreifen oder Bruchstücken von geformten Erzeugnissen werden durch Zusammenpressen bei Unterdruck in eine verdichtete Füllung vorgeformt, deren Durchmesser dicht bei, aber nicht größer, als der Innendurchmesser des Zylinders des Gerätes für die Bestimmung der Schmelze-Fließrate ist. Die Temperatur, bei der das Material zusammengepresst wird, sollte bei teilkristallinen Polymeren unter der Schmelztemperatur, T_m , und bei amorphen Polymeren nahe der Glasübergangstemperatur, T_g , liegen, um einen Lufteinschluss auf ein Mindestmaß zu verringern, ohne dass ein übermäßiger thermischer Abbau stattfindet.

C.3 Geräte

C.3.1 Allgemeines. Das Gerät sollte aus einem beheizbaren Zylinder bestehen, der am Boden durch eine Endabdichtung verschlossen ist. Der Druck sollte durch einen Kolben auf das Material im Zylinder aufgebracht werden. Bild C.1 stellt ein Beispiel dieser Ausrüstung dar. Das Gerät besteht aus den grundlegenden Teilen, die in C.3.2 bis C.3.6 detailliert beschrieben sind.

ANMERKUNG Die Anwendung von Geräten mit anderem Aufbau ist zulässig, z. B. ein modifiziertes Gerät für die Bestimmung der Schmelze-Fließrate.

C.3.2 Stahlzylinder. Der Stahlzylinder sollte in einer vertikalen Stellung befestigt sein und für den Einsatz bis zu 300 °C ausreichend gedämmt sein. Die Zylinderlänge sollte zwischen 115 mm und 180 mm liegen und der Innendurchmesser ($9,550 \pm 0,025$) mm aufweisen. Eine Endabdichtung verschließt den Zylinderboden durch Anwendung einer Sicherungsmutter der Abdichtung.

C.3.3 Kolben. Ein Kolben, dessen Arbeitslänge mindesten so lang wie die des Zylinders ist. Der Kolben sollte einen Kopf von ($6,35 \pm 0,1$) mm Länge haben. Der Durchmesser des Kolbenkopfes sollte ($9,474 \pm 0,007$) mm betragen.

C.3.4 Aufheiz- und thermostatische Vorrichtungen. Aufheiz- und thermostatische Vorrichtungen sollten angewendet werden, damit die ausgewählte Temperatur des Materials im Zylinder innerhalb von $\pm 3,0$ °C der geforderten Temperatur gehalten werden kann.

C.3.5 Last. Die auf das obere Ende des Kolbens aufzubringende Belastungskraft sollte ($2 \pm 0,5$) kN betragen und kann auf jegliche geeignete Weise, z. B. mechanisch, pneumatisch, aufgebracht werden. Diese Kraft wird aufgebracht, um die Probe in eine verdichtete Füllung vorzuformen, und auch um die Füllung nach dem Entfernen der Abschluss-Abdichtung aus dem Zylinder herauszupressen.

C.3.6 Vakuumpumpe. Eine Vakuumpumpe sollte angewendet werden, um im Material eingeschlossene Feuchte und Gase vor, während und nach der Vorformung zu entfernen oder zu vermindern, um weitere Verunreinigungen zu vermeiden.

C.4 Konditionierung

Falls erforderlich, müssen die Materialien vor dem Formen zur verdichteten Füllung nach der zutreffenden Werkstoffnorm konditioniert werden. Siehe dazu auch die geeigneten Abschnitte über die Konditionierung des Materials (6.2 und ISO 1133-2).

C.5 Verdichtungsverfahren

Die Zylindertemperatur ist bei einer teilkristallinen Probe auf 10 °C bis 20 °C unterhalb der Schmelztemperatur, T_m , und bei amorphen Proben auf 10 °C bis 20 °C unterhalb der Glasübergangstemperatur, T_g , einzustellen. Wenn diese Temperaturen als nicht geeignet angesehen werden, dürfen andere Temperaturbereiche angewendet werden, aber diese sollten unter T_m bei teilkristallinen Materialien oder unter T_g bei amorphen Materialien liegen.

ANMERKUNG 1 Die festgelegten Temperaturbereiche haben sich für eine Anzahl von Materialien als geeignet erwiesen. Pulver und Flocken sind nur teilweise unter Vakuum in eine verdichtete Füllung zu erweichen und zu verdichten.

Der Zylinder und der Kolben sind mit Lappen zu reinigen.

Der Zylinderboden ist mit der Abschluss-Abdichtung zu verschließen.

Der Zylinder ist mit der konditionierten Probe zu beschicken. Die verwendete Menge sollte nicht kleiner als die für die MVR-/MFR-Prüfung des Materials geforderte Menge sein: für die Leitlinien über die für die Prüfung geforderte Mindestmenge siehe Tabelle 4. Während des Beschickens ist das Material mit dem Verdichtungsstab zusammenzupressen. Im Fall von Materialien mit geringer Schüttdichte ist der Zylinder mit einer kleineren Menge zu füllen, diese ist zu verdichten, und das ist zu wiederholen, bis der Zylinder mit der geforderten Menge beschickt ist.

Vorausgesetzt, dass es nicht in der Werkstoffnorm untersagt ist, sollte ein Vakuum auf die Materialfüllung aufgebracht werden.

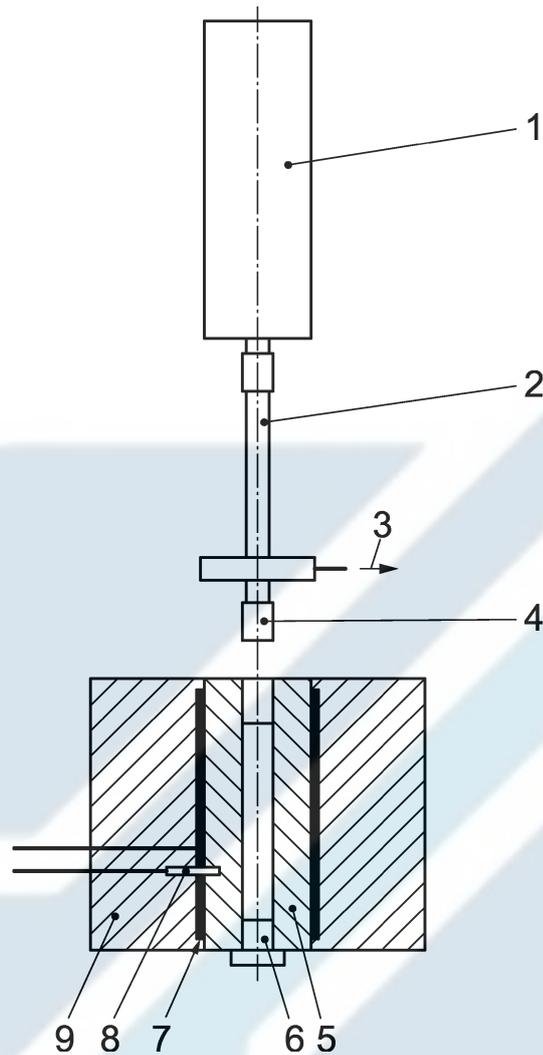
ANMERKUNG 2 Die Vakuumanwendung kann zur Verbesserung der Verdichtung des Materials und zur Verringerung der Feuchtaufnahme durch das Material angewendet werden.

Sofort nach dem Beschicken des Zylinders ist eine Kraft von $(2,0 \pm 0,5)$ kN auf den Kolben aufzubringen und für 2 min zu belassen.

Die Kolbenbelastung ist zu entfernen. Nach dem Entfernen der Abschluss-Abdichtung ist die Füllung durch Herablassen des Kolbens aus dem Zylinder zu extrudieren.

C.6 Behandlung der verdichteten Füllung

Die verdichtete Füllung muss vor der MFR- oder MVR-Prüfung abgekühlt werden, außer es ist anders in der entsprechenden Werkstoffnorm festgelegt.



Legende

- 1 Luftzylinder
- 2 Kolben
- 3 Vakuurvorrichtung mit Dichtung zum Zylinder
- 4 Kolbenkopf
- 5 Zylinder
- 6 Abschluss-Abdichtung
- 7 Heizgerät
- 8 Temperaturmessfühler
- 9 Dämmung

Bild C.1 — Beispiel eines Gerätes zur Vorformung einer verdichteten Füllung durch Zusammenpressen

Anhang D
 (informativ)

**Aus dem Ringversuch zur MFR- und MVR-Prüfung ermittelte
 Präzisionsangaben für Polypropylen**

Die Ergebnisse eines 2007 [Referenz 21] durchgeführten Ringversuches zu Messungen der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) und der Schmelze-Massefließrate (MFR) an einem Polypropylen mit hoher Schmelze-Fließrate bei Prüfbedingungen von 2,16 kg und 230 °C sind in Tabelle D.1 angegeben. Es wird nachdrücklich bemerkt, dass die Materialien, die geprüft wurden, Materialien mit einer hohen Schmelze-Fließrate waren und dass es unwahrscheinlich ist, dass die an ihnen ermittelte Präzision repräsentativ für das Verfahren bei allen Schmelze-Fließraten ist. Die Präzision des Verfahrens ist auch sehr materialabhängig. Die Ergebnisse für MVR wurden nur bei einem Laboratorium als Ausreißer angesehen und verworfen.

Tabelle D.1 — Ringversuchsergebnisse von einem Polypropylen mit hoher Schmelzfließrate

Verfahren	Anzahl der teilnehmenden Laboratorien	Mittelwert der MFR oder MVR	Innerhalb des Laboratoriums		Zwischen den Laboratorien	
			Standardabweichung, s_r %	Wiederholgrenze, r ($2,8 \cdot s_r$) %	Standardabweichung, s_R %	Vergleichsgrenze R ($2,8 \cdot s_R$) %
MFR	8	43,4 g/10 min	2,2	6,2	7,4	20,8
MVR	16	59,3 cm ³ /10 min	1,6	4,5	3,7	10,5

Es ist anzumerken, dass diese Werte ein Verhältnis der MFR zur MVR von 731,8 kg/m³ ergeben, im Vergleich zum in ISO 1873-2 festgelegten Wert von 738,6 kg/m³ für die Berechnung der Massefließrate aus der Volumenfließrate; eine Differenz in den Werten von 1 %.



Literaturhinweise

- [1] ISO 1133:1997, *Plastics — Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-rate (MVR) of thermoplastics¹⁾*
- [2] ISO 1622 (alle Teile), *Plastics — Polystyrene (PS) moulding and extrusion materials*
- [3] ISO 1872 (alle Teile), *Plastics — Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials*
- [4] ISO 1873 (alle Teile), *Plastics — Polypropylene (PP) moulding and extrusion materials*
- [5] ISO 2580 (alle Teile), *Plastics — Acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) moulding and extrusion materials*
- [6] ISO 2897 (alle Teile), *Plastics — Impact-resistant polystyrene (PS-I) moulding and extrusion materials*
- [7] ISO 4427 (alle Teile), *Plastics piping systems — Polyethylene (PE) pipes and fittings for water supply*
- [8] ISO 4437, *Buried polyethylene (PE) pipes for the supply of gaseous fuels — Metric series — Specifications*
- [9] ISO 4613 (alle Teile), *Plastics — Ethylene/vinyl acetate (E/VAC) moulding and extrusion materials*
- [10] ISO 4894 (alle Teile), *Plastics — Styrene/acrylonitrile (SAN) moulding and extrusion materials*
- [11] ISO 6402 (alle Teile), *Plastics — Acrylonitrile-styrene-acrylate (ASA), acrylonitrile-(ethylene-propylene-diene)-styrene (AEPDS) and acrylonitrile-(chlorinated polyethylene)-styrene (ACS) moulding and extrusion materials*
- [12] ISO 7391 (alle Teile), *Plastics — Polycarbonate (PC) moulding and extrusion materials*
- [13] ISO 8257 (alle Teile), *Plastics — Poly(methyl methacrylate) (PMMA) moulding and extrusion materials*
- [14] ISO 8986 (alle Teile), *Plastics — Polybutene-1 (PB-1) moulding and extrusion materials*
- [15] ISO 9988 (alle Teile), *Plastics — Polyoxymethylene (POM) moulding and extrusion materials*
- [16] ISO 10366 (alle Teile), *Plastics — Methyl methacrylate-acrylonitrile-butadiene-styrene (MABS) moulding and extrusion materials*
- [17] ISO 15494, *Plastics piping systems for industrial applications — Polybutene (PB), polyethylene (PE) and polypropylene (PP) — Specifications for components and the system — Metric series*
- [18] ISO 15874 (alle Teile), *Plastics piping systems for hot and cold water installations — Polypropylene (PP)*
- [19] ISO 15876 (alle Teile), *Plastics piping systems for hot and cold water installations — Polybutylene (PB)*
- [20] ISO 22391 (alle Teile), *Plastics piping systems for hot and cold water installations — Polyethylene of raised temperature resistance (PE-RT)*
- [21] RIDES, M., ALLEN, C., OMLoo, H., NAKAYAMA, K., CANCELLI, G. Interlaboratory comparison of melt flow rate testing of moisture sensitive plastics. *Polym. Test.* 2009, **28**, pp. 572-591

1) Ersetzt.