

## Prüfung von Kunststoffen

Bestimmung der Korngröße und Kornverteilung von  
härtbaren, körnigen Preßmassen durch SiebanalyseDIN  
53 477

Testing plastics; determination of the particle size and the size distribution of powdered thermosetting moulding materials by sieve analysis

Bei der Verarbeitung von Preßmassen wird vielfach eine bestimmte Kornverteilung gefordert.

Infolge Beschädigung des Siebes in der Mahlanlage des Preßmasse-Erzeugers in die Preßmasse gelangte sehr grobe Teile (Fellstücke) können beim Verarbeiten den gleichmäßigen Massezulauf stören, zu verschiedenen Tablettengewichten führen, Preßteile mit schlechten (narbigen, adrigen, streifigen) Oberflächen ergeben und anderes mehr. Der Rückstand auf dem Grobsieb läßt diese anomal großen Stücke sofort erkennen.

Andererseits kann ein Überschuß an sehr feinen Teilchen übermäßiges Stauben, Brückenbildung in der Tablettiermaschine, ungleichmäßige Schüttdichte und Tablettengewichte und ähnliches zur Folge haben.

## 1. Zweck und Anwendung

Die Siebanalyse dient dazu,

1.1. die Herstellung härtpbarer, körniger Preßmassen<sup>1)</sup> zu überwachen und die Gleichmäßigkeit nacheinanderfolgender Lieferungen der gleichen Preßmasse hinsichtlich der Korngröße und Kornverteilung zu kontrollieren,

1.2. solche Preßmassen nach ihrer Kornverteilung zu unterscheiden und einen Anhaltspunkt über ihr preßtechnisches Verhalten zu gewinnen.

## 2. Begriffe

Unter Korngröße versteht man die Größe der Teilchen eines Korngemenges. Sie wird gekennzeichnet durch die lichte Maschenweite desjenigen Prüfsiebgebewebes, durch das die Teilchen gerade noch durchfallen.

Die Kornklasse (Kornfraktion) ist durch die lichten Maschenweiten zweier aufeinander folgender Prüfsiebe einer Siebreihe gegeben und kennzeichnet den Bereich der Korngrößen der Teilchen eines Korngemenges, die beim Sieben durch das Prüfsieb mit größerer lichter Maschenweite fallen und auf dem Prüfsieb mit kleinerer lichter Maschenweite (oder zuletzt als feinsten Anteil auf dem Bodenteller) verbleiben.

Der Siebrückstand ist der in einer Kornklasse verbleibende Anteil des Korngemenges.

Als Kornverteilung werden die in den einzelnen Kornklassen anfallenden Siebrückstände und der Bodentellerinhalt bezeichnet.

## 3. Probenahme

3.1. Aus der zu prüfenden Preßmasse im Anlieferzustand wird eine Durchschnittsprobe entnommen, die für die Siebanalyse und gegebenenfalls für eine Wiederholung ausreicht (etwa 250 g).

## 4. Prüfgerät

### 4.1. Prüfsiebe, Deckel und Bodenteller

Die Siebe (Prüfsiebe) sind rund, ihre Siebflächen haben einen Durchmesser von 200 mm. Siebwandungen und -gewebe bestehen aus Metall. Deckel, sämtliche Siebtrommeln und Bodenteller passen dicht schließend auf- bzw. ineinander. Sie werden mit Prüfsiebgebewebe nach DIN 4188 bespannt. In den meisten Fällen ist ein Siebsatz mit Prüfsiebgeweben nach Tabelle 1 ausreichend.

Tabelle 1. Übliche Prüfsiebgebewebe

| Prüfsiebgebewebe nach DIN 4188 | Lichte Maschenweite mm | Drahtdurchmesser mm |
|--------------------------------|------------------------|---------------------|
| 2                              | 2                      | 1                   |
| 1                              | 1                      | 0,63                |
| 0,5                            | 0,5                    | 0,315               |
| 0,25                           | 0,25                   | 0,16                |
| 0,125                          | 0,125                  | 0,063               |
| 0,063                          | 0,063                  | 0,04                |

Prüfsiebe mit Prüfsiebgebewebe von größeren lichten Maschenweiten können nach Bedarf hinzugenommen werden, wobei die geometrische Reihe erhalten bleiben soll.

### 4.2. Gummi-Würfel

Würfel von 18 mm Kantenlänge aus Gummi<sup>2)</sup>, Härte (70 ± 3) Shore A DIN 53 505, Rohdichte 1,6 bis 1,7 g/cm<sup>3</sup>. Die Ecken und Kanten der Würfel sind so abzurunden, daß als Seiten der Würfel Flächen mit einem Durchmesser von 15 mm entstehen.

### 4.3. Siebmaschine

Durch richtige Auswahl der Siebmaschine muß dafür gesorgt werden, daß eine dem Korngemenge der Preßmasse entsprechende Aufteilung in Kornklassen nach 10 Minuten beendet ist. Die Aufteilung wird durch eine Kreisschwingung des Siebsatzes in einer Ebene mit einer Frequenz von 300 min<sup>-1</sup> ± 30 min<sup>-1</sup> und einer Amplitude von 15 mm erreicht.

### 4.4. Zeitmesser

Zum Messen der Siebungsdauer dient ein Kurzzeitmesser mit Einteilung des Zifferblattes in Minuten oder feiner.

### 4.5. Waage

Es ist eine Waage mit einer Fehlergrenze von ± 0,1 g zu benutzen.

<sup>1)</sup> Begriff Preßmasse siehe DIN 7708 Blatt 1.

<sup>2)</sup> z. B. BET, dunkel der Continental Gummi-Werke AG., Hannover.

Fortsetzung Seite 2

Erläuterungen siehe Originalfassung der Norm

## 5. Durchführung

**5.1.** Die Probe wird, falls nichts anderes vereinbart ist, ohne Vorbehandlung (im Anlieferzustand) geprüft. Wird die Probe nicht am Tage der Probenahme geprüft, so ist sie feuchtigkeitsdicht verschlossen aufzubewahren.

**5.2.** Die in Abschnitt 4.1 aufgeführten Siebe werden in der Reihenfolge ihrer lichten Maschenweite (Sieb mit der größten lichten Maschenweite oben) aufeinander und dann auf den Bodenteller dicht schließend gesetzt. Auf die unteren drei Siebe werden je zwei Gummi-Würfel nach Abschnitt 4.2 gelegt.

*Anmerkung:* Es hat sich gezeigt, daß das Korn der Preßmasse im allgemeinen nicht von den Gummiwürfeln zerschlagen wird. Es gibt aber handelsüblich auch Preßmassen mit geringer Kornfestigkeit, bei denen das Korn während der Siebanalyse z.T. zerschlagen werden kann. In solchen Fällen ist die Prüfung mit derselben, wieder sorgfältig durchgemischten Probe zu wiederholen. Voneinander abweichende Ergebnisse deuten dann auf ein Zerschlagen des Korns durch die Gummiwürfel hin. Die Siebanalyse einer solchen Preßmasse hat dann keinen eindeutigen Aussagewert mehr im Sinne von Abschnitt 1.

**5.3.** Es werden 100 g Preßmasse auf 0,1 g eingewogen und quantitativ auf das oberste Sieb des Siebsatzes gegeben. Anschließend wird dieses Sieb mit dem Deckel dicht verschlossen.

**5.4.** Der Siebsatz wird auf die Siebmaschine aufgespannt und geerdet, damit elektrostatische Aufladungen vermieden werden. Der Siebsatz wird 10 Minuten  $\pm$  15 Sekunden lang geschüttelt. Nach dem Schütteln werden die einzelnen Siebe vorsichtig aus ihrem Verband gelöst und die auf den Sieben und auf dem Bodenteller verbleibenden Mengen auf 0,1 g gewogen. Dies geschieht entweder durch Überführen der einzelnen Kornklassen in vorher ebenfalls auf 0,1 g gewogene Wägebehälter (z. B. Porzellan-, Kunststoff- oder Metallschalen, Wägegläser, feuchtigkeitsunempfindliche Papierunterlagen oder direkt in die Waagschalen) oder durch Auswägen der einzelnen Prüfsiebe und des Bodentellers mit Inhalt und Subtrahieren der einmal festgelegten Taragewichte für die Siebe und den Bodenteller. Im ersten Falle müssen die an den Siebwandungen und -geweben haftenden Preßmasse-Teilchen vor dem Wägen mit einem weichen Pinsel restlos der Menge der dazu gehörenden Kornklasse zugefügt werden.

## 6. Auswertung<sup>3)</sup>

Die bei der Prüfung nach Abschnitt 5 auf den Prüfsieben und auf dem Bodenteller verbliebenen Anteile des Korngemenges werden bei Verwendung von Prüfsiebgeweben

nach Tabelle 1 und gemäß den Kornklassen nach Tabelle 2 geordnet<sup>4)</sup> und als Siebrückstände in Gew.-%, bezogen auf die Einwaage nach Abschnitt 5.3, auf 0,1 Gew.-% errechnet. Im Prüfbericht sind die einzelnen Siebrückstände als Kornverteilung anzugeben.

Wenn infolge von Substanzverlusten die Summe der ermittelten Siebrückstände geringer als 100 % ist, wird wie folgt verfahren: Verluste  $\leq$  1 Gew.-% werden der feinsten Kornklasse hinzugezählt. Bei Verlusten  $>$  1 Gew.-% ist die Prüfung zu wiederholen.

Tabelle 2. Kornklassen<sup>5)</sup>

| Kornmenge auf<br>Prüfsiebgebe nach<br>DIN 4188 | Kornklasse              |
|------------------------------------------------|-------------------------|
| 2                                              | über 2                  |
| 1                                              | über 1 bis 2            |
| 0,5                                            | über 0,5 bis 1          |
| 0,25                                           | über 0,25 bis 0,5       |
| 0,125                                          | über 0,125 bis 0,25     |
| 0,063                                          | über 0,063 bis 0,125    |
| Bodenteller                                    | bis 0,063 <sup>6)</sup> |

## 7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung der Preßmasse

Typ und Hersteller der Siebmaschine

Kornverteilung

Beobachtungen über Größe und Aussehen des auf dem größten Sieb verbliebenen Siebrückstandes

Prüfdatum

<sup>3)</sup> Auswertblätter für die Kornverteilung können bezogen werden vom Beuth-Vertrieb GmbH, 1 Berlin 15, Uhlandstraße 175, und 5 Köln, Friesenplatz 16.

<sup>4)</sup> Siehe auch H. Rupprecht: „Graphische Auswertung von Siebanalysen“. Kunststoffe Bd. 52 (1962) H. 3, S. 131.

<sup>5)</sup> Bei Verwendung anderer Prüfsiebgebe werden die Kornklassen sinngemäß angegeben.

<sup>6)</sup> Die auf dem Bodenteller verbleibende Kornklasse 0 bis 0,063 ist nach dieser Norm nicht mit Sicherheit feststellbar.