

DIN EN ISO 1133-1



ICS 83.080.20

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

**Kunststoffe –
Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der
Schmelze-Volumenfließrate (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, der 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 Schmelze-Fließrate 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

— 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.

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.