

中华人民共和国国家标准

GB/T 3682.2—2018

塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR) 和熔体体积流动速率(MVR)的测定 第2部分:对时间-温度历史和(或)湿度 敏感的材料的方法

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

(ISO 1133-2:2011, MOD)

2018-03-15 发布

2018-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3682《塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定》由以下两部分组成:

——第1部分:标准方法;

——第2部分:对时间-温度历史和(或)湿度敏感的材料的方法。

本部分为GB/T 3682的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用国际标准ISO 1133-2:2011《塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定 第2部分:对时间-温度历史和(或)湿度敏感的材料的方法》。

本部分与ISO 1133-2:2011的技术性差异及其原因如下:

——关于规范性引用文件,本部分做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用修改采用国际标准的GB/T 1632.1—2008代替ISO 1628-1:1998;
- 用修改采用国际标准的GB/T 3682.1—2018代替ISO 1133-1:2011;
- 用修改采用国际标准的GB/T 12006.1—2009代替ISO 307:2007;
- 用修改采用国际标准的GB/T 12006.2—2009代替ISO 15512:1999。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分主要起草单位:中蓝晨光成都检测技术有限公司、中国蓝星(集团)股份有限公司、承德市金建检测仪器有限公司、山东道恩高分子材料股份有限公司、中国石油天然气股份有限公司大庆化工研究中心、北京华塑晨光科技有限责任公司。

本部分主要起草人:谢鹏、赵磊、张怀志、彭斌、郑宁、任雨峰、陈敏剑、陈宏愿。

引 言

本部分提供的方法适用于在测试过程中流变行为对时间-温度历史和(或)湿度敏感的材料, GB/T 3682.1—2018 没有详细规定这类材料的测试条件, 所得测试数据的精密度不能达到要求(即至少相当于采用 GB/T 3682.1—2018 测稳定材料获得的数据的精密度水平)。本部分与湿度敏感性材料尤为相关。

本部分与 GB/T 3682.1—2018 的主要差别是本部分规定的温度允差、时间线、样品量和预处理更严格, 有更好的重复性和再现性, 测试结果有更好的精密度。

流变行为受水解和冷凝现象影响的热塑性材料的 MVR 测量, 其精密度通常受以下因素影响严重:

- 水分含量和样品调节;
- 样品处理;
- 微弱的温差, 即料筒内温度随位置和时间变化;
- 材料在测试温度下的总时间;
- 样品体积;
- 样品样式(形状和尺寸-粒子、粉末、小片等);
- 仪器的清洗。

为了得到精确的可重复的和可再现的结果, 不仅仪器需要满足本部分的要求, 样品预处理和测试步骤也需满足本部分的说明, 特别是上述提到的对测试结果敏感的细节。设备、测试步骤和(或)样品处理的小偏差, 会严重影响测试数据的可重复性、可再现性和测试精密度。

一般而言, 材料标准中指定 MVR 和 MFR 值测试试验条件的, 在测试之前, 应提出并用于指导测试。流变行为在测试过程中受水解、冷凝或交联影响的材料, 在许多情况下其材料标准中没有指定 MVR 和 MFR 值的测试条件。这些材料的标准有可能在以后被修订或改进。当没有相关材料标准或材料标准中未指定试验条件时, 相关方应沟通确认干燥和试验条件。

注: 出版时, 无证据表明使用本部分测试稳定性材料比使用 GB/T 3682.1—2018 的测试结果精密度更好。

塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR) 和熔体体积流动速率(MVR)的测定

第2部分:对时间-温度历史和(或)湿度 敏感的材料的方法

警示——本部分的使用人员应熟知所采用的实验室规范。本部分不涉及与使用有关的所有安全问题,如有,也仅与其使用有关。本部分的使用者有责任建立适当的保障人身安全的措施,并确定这些规章制度的适用性。

重要提示:仪器需满足本部分的规定,需在规定的温度和负荷条件下进行测试,需注意样品预处理,严格执行本部分和任何适用的材料标准中的试验步骤。

1 范围

GB/T 3682 的本部分规定了一种测试流变性能对时间-温度历史和(或)湿度非常敏感的热塑性材料的熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的方法。

注1:某些材料受到水解反应的影响,如聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)、聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN),以及其他聚酯类聚合物、聚酰胺等;还有的材料受交联反应影响,如热塑性弹性体(TPE)和热塑性硫化橡胶(TPV)。本方法也可能适用于其他材料。

本方法可能不适用于在测试过程中流变行为受到极大影响的材料。

注2:对那些MFR和MVR的变异系数比GB/T 3682.1—2018中精密度还高的材料,用其稀溶液中的黏数(GB/T 12006.1—2009,GB/T 1632.1—2008)来表征可能更为合适。

注3:设备,操作流程和/或样品处理的微小差异可能大幅降低测量结果的重复性、再现性和精度。附录B给出了在理想的条件下采用本部分测试不同材料的MVR结果,这表明了本部分的重复性。

若已知测试温度和压力下材料的密度,或装有切断装置时测量精度至少与测MVR时的精度相同,则可通过MVR计算MFR。

注4:所需熔体密度应在试验温度和负荷下获得。实际上,低压下,在测试温度和环境压力下获得的数据即可使用。

本部分和GB/T 3682.1—2018的主要不同在于本部分在料筒温度和材料在该温度下经历的时间上规定了更严格的允差。因此要更严格的控制材料的时间温度历程,对易受高温影响的材料,与采用GB/T 3682.1—2018时得到的结果相比,采用本部分能减小结果的可变性。

本部分也给出了对湿度敏感的材料制备和处理方法,这与获得可重复、可再现、精确的数据密切相关。

材料标准中一般规定了MVR和MFR的测试条件。然而,对那些在标准中没有规定测试条件的材料,其测试条件应由相关方协商确定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1632.1—2008 塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度 第1部分:通则(ISO 1628-1:1998,MOD)

GB/T 2035—2008 塑料术语及其定义(ISO 472:1999,IDT)

GB/T 3682.1—2018 塑料 热塑性材料的熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)的测定 第1部分:标准方法(ISO 1133-1:2011,MOD)

GB/T 12006.1—2009 塑料 聚酰胺 第1部分:黏数测定(ISO 307:2007,MOD)

GB/T 12006.2—2009 塑料 聚酰胺 第2部分:含水量测定(ISO 15512:1999,MOD)

3 术语和定义

GB/T 2035—2008 和 GB/T 3682.1—2018 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

熔体质量流动速率(MFR)和熔体体积流动速率(MVR)是在预设的温度和负荷下从挤出仪料筒中将熔融材料通过规定长度和直径的口模挤出来测定的。

对 MFR 的测定,称量规定时间内挤出物的质量,计算挤出速率,以 g/10 min 表示。

对 MVR 的测定,记录活塞在规定时间内的位移或活塞移动规定的距离所需的时间,计算挤出速率,以 $\text{cm}^3/10 \text{ min}$ 表示。

若已知材料在试验温度下的熔体密度,则 MVR 可以转化为 MFR,反之亦然。

与 GB/T 3682.1—2018 相比,本部分对温度、时间、样品用量和预处理的要求更严格,以得到对时间温度历程和水敏感的材料更精确的结果。

5 仪器

5.1 挤出式塑化仪

5.1.1 概述

GB/T 3682.1—2018 中给出的仪器和以下的规定都适用本部分,本部分与 GB/T 3682.1—2018 中不同的规定,应按以下规定执行。

5.1.2 料筒

见 GB/T 3682.1—2018。

5.1.3 活塞

见 GB/T 3682.1—2018。

5.1.4 温度控制系统

对于所有使用的温度,绝对温度应该是口模表面以上 0 mm~70 mm 之间的温度,且其与要求的测试温度最大偏差应不超过 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

对料筒所有部分的温度,在试验进行中,口模表面以上 0 mm~70 mm 之间温度分布随距离或时间变化最大偏差应不超过 $\pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

温度控制系统应以 $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ 或更小的幅度调节。

注 1: 因为测试时材料的时间温度历史对其流变行为有显著影响,所以有必要严格控制温度的偏差。为了使测试精度达到稳定材料采用 GB/T 3682.1—2018 的精度,有必要规定比第 1 部分更严格的测试条件。

注 2: 如果采用将测温装置嵌入料筒壁的方法来测控温度,有可能测得的温度与熔体温度不同,但是可通过校正温

度控制系统得到“熔体内部温度”。

5.1.5 口模

见 GB/T 3682.1—2018。

GB/T 3682.1—2018 中规定口模长 $8.000\text{ mm} \pm 0.025\text{ mm}$ ，直径为 $2.095\text{ mm} \pm 0.005\text{ mm}$ 。除非相关材料标准有其他规定或当事双方另有约定，本部分也采用上述口模。

有的材料有较低的熔体黏度如瓶级 PET，此时若采用标准口模则在加料过程中就会有挤出物流出，且不易得到无孔隙的挤出段而使测试准确度下降。在这种情况下推荐采用 GB/T 3682.1—2018 中规定的半口模(8.1)。

5.1.6 安装并保持料筒竖直的方法

见 GB/T 3682.1—2018。

5.1.7 负荷

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2 附件

5.2.1 概述

对本部分，GB/T 3682.1—2018 中给出的辅助设备和下述的设备都适用。

5.2.2 装料杆

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3 清洁装置

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3.1 通止规(塞规)

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3.2 温度校准装置

见 GB/T 3682.1—2018。

温度检验装置要有足够的精确度和精密度以检验 MVR/MFR 装置是否达到 5.1.4 中规定的温度允差。

本部分要求以 10 mm 的间隔检验标准口模以上 0 mm~70 mm 的温度，在料筒中未加入材料时校正其温度的设备与 GB/T 3682.1—2018 中使用的不同(相关信息参见附录 A)。

5.2.3.3 口模塞

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3.4 活塞/负荷支架

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3.5 预成型装置

见 GB/T 3682.1—2018。

5.2.3.6 干燥设备

按材料标准要求使用真空干燥箱或烘箱除去样品中的水。

推荐使用真空干燥箱,因为这能使材料的干燥过程用时更少温度更低,因而能减少如水解造成的材料流变性能的变化。

5.2.3.7 水含量的测定

除非材料标准另有规定,一般采用 GB/T 12006.2—2009 测定材料中水含量。

5.2.4 熔体质量流动速率测定装置(方法 A)

见 GB/T 3682.1—2018。

如果仪器没有安装自动切断装置,可采用手动切断,但测量精度至少与 MVR 测量相同。

5.2.5 熔体体积流动速率测定装置(方法 B)

见 GB/T 3682.1—2018。

6 试样

6.1 试样形状

见 GB/T 3682.1—2018。

6.2 试样的预处理和存储

根据相关材料标准规定,在进行测试之前须对测试样品进行处理,如干燥。当测试样品是粉末或片状材料预处理成的预压试验棒时,则在其预成型前须干燥。如果相关材料标准没有规定样品的预处理程序则须当事方协商解决。

对湿度敏感的材料,在测试条件下须尽可能地减小其水含量对材料的 MFR 和 MVR 的影响。在干燥前后,都应该尽量阻止或减小其对水分的吸收,例如防止样品通过与皮肤的接触或从大气中吸潮。

样品干燥过后要立即转入干燥的(宜是热的)、防潮的容器中以阻止水分的吸收,然后让样品冷却到室温,除非材料标准有其他规定或当事方协商同意,须在样品被转移到干燥容器中 4h 以内,或装有干燥剂的容器中 2 d 以内,完成样品的测定。

所有的成型物从预成型装置(GB/T 3682.1—2018)中取出后,在进行测定之前,应用同样的方式处理和储存以提高测定的可重复性,除非有的成型物需要在不冷却的情况下测定,以避免因其变形而妨碍将其置入挤出仪料筒。

为了使测试结果具有可比性,例如不同实验室测定结果的比较,材料应先冷却再测试以防止温度历程的不同带来影响,或当事方协商统一的处理流程。不过在生产控制或实际操作中,可能从烘箱中将材料取出直接加入挤出仪中更好。

材料不应放置在(真空)烘箱中冷却至室温。与将其放在一个容器中冷却相比,烘箱中的冷却时间很长,时间-温度历史有很大不同,可能对结果产生重大影响。

注:可通过对含水量不同的材料的重复试验来测定水含量对材料流变行为的影响。

7 仪器的温度校验、清理和维护

7.1 控温系统的校验

7.1.1 校验程序

校验温度随位置和时间变化时,设定挤出仪温控系统为要求的温度,至少等待仪器说明书中规定的时间,直到料筒的仪器显示温度保持在设定温度。

用一准确的温度测量装置校验从标准口模上表面 0 mm 向上至并包括 70 mm \pm 1 mm 处每间隔 10 mm \pm 1 mm 处的料筒温度变化。测定温度变化时每隔 10 mm 间隔测一个点的温度变化,每个点在出现第一个稳定温度读数后,每隔 1 min 间隔记录一个温度读数,直到 10 min 为止。

校验操作方法相关信息参见附录 A。

注:测温装置浸入或放置在挤出仪料筒中后温度计读数稳定的时间取决于所使用的仪器,测温装置响应时间的信息由供应商提供。

7.1.2 校验温度所用材料

见 GB/T 3682.1—2018 和参见附录 A 的规定。

7.2 仪器的清理

见 GB/T 3682.1—2018。

7.3 仪器的竖直调整

见 GB/T 3682.1—2018。

8 程序设置

8.1 概述

为了取得比 GB/T 3682.1—2018,方法 A 中 MFR 方法更好的重复性,在测定对时间温度历程和/或水有高流变敏感性的材料时,优先使用活塞位移距离和时间的自动测量装置(GB/T 3682.1—2018,方法 B)。

如果 MVR 值高于 40 cm³/10 min 时,推荐使用半口模(5.1.5)。

如果知道测试温度下的聚合物的密度,则可以通过 MVR 值算出 MFR 值,反之亦然(见 GB/T 3682.1—2018)。

注:所需熔体密度应在试验温度和负荷下获得。实际上,低压下,在测试温度和环境压力下获得的数据即可使用。

8.2 温度和负荷的选择

查阅相关材料标准得到合适的测试条件。

如果没有材料标准或材料标准没有规定 MVR 或 MFR 的测试条件,应由相关方基于材料的熔点或制造商提供的加工条件协商给出测试温度和负荷。见 GB/T 3682.1—2018 表 A.1。

注:通常,材料标准规定了 MVR 和 MFR 的测定条件。在很多情况下,有的材料的流变行为在测定时受到水解和缩合反应的影响,而材料标准中并没有规定其 MVR 和 MFR 的测定条件。这类材料的标准可能需要完善和修订。

8.3 仪器清理

警示——在测定过程中的材料或清洗仪器所用的任何材料可能会有部分分解并释放出有害的挥发性物质,同时有被烫伤的危险。本部分的使用者有责任建立合适、安全的操作规章和在使用前确立合适的限制规则。

见 GB/T 3682.1—2018。

每次实验前,料筒和所有的部件包括口模都应彻底清洗干净。

重要提示:测试易吸水的材料时,彻底清洗非常重要。污染物或它们的热分解产物是加速易吸水材料水解的主要原因。

8.4 样品用量和装料

根据预期的 MVR 或 MFR 选择样品用量。MVR 或 MFR 值最好高于 $10 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ 低于 $40 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ 。为了比较具有相近 MVR 或 MFR 的不同材料时,试样之间的体积差异应在 $\pm 0.5 \text{ cm}^3$ 以内,见表 1。

实验员不能触摸试样,以避免试样通过皮肤接触吸收水分,且应尽量避免试样暴露在空气中。样品处理,包括打开样品储存箱、转移、加入样品到料筒,都应尽量快。从开始处理样品到样品加入料筒的时间应不超过 1 min 以防止样品吸潮。

样品的用量选取应能保证在测试时任何情况下完成材料的加入后测试能在 5.5 min 到 6.0 min 内开始。

表 1 样品用量指导

预期 MVR/($\text{cm}^3/10\text{min}$) 预期 MFR/($\text{g}/10\text{min}$)	料筒内压实样品体积/ cm^3
10~20	4~5
20~30	5~6
30~40	6~7

注 1:很多对时间温度历程敏感的材料,其 MVR 的测定受料筒内样品体积的影响。分析具有类似 MVR 或 MFR 的材料时,加入相同体积的材料能减小所得数据的变异。可用要求大小的样品杯来量取样品或称取等体积材料换算得的质量的材料。

推荐在加入样品前使用干燥氮气吹扫料筒,并在测试过程中保持料筒的氮气氛围以避免样品氧化分解和吸潮。

称取适当量的样品,加入料筒。在加料过程中,手工操作压料杆压实材料,但应尽量避免压力大幅变化。对易受氧化或水解分解的材料,加料过程中应尽量不与空气接触。应在 0.5 min~1 min 内完成加料过程。立即将活塞放入料筒。加料完成后应立即预热 5 min。

注 2:压实样品的压力的变化会降低结果的重复性。

注 3:有些材料可能需要较短的预热时间,以防止材料降解。对于高熔点,高玻璃化转变温度,低导热系数的材料,为获得测试结果的重复性,则要较长的预热时间。

对高流动速率的材料,活塞可在预热过程中空负荷或少加负荷。如果体积流动速率较大,材料在预热过程中的损失就比较大。此时可在预热时活塞不加负荷或加小负荷。如果材料流动速率非常高,则须要用到负荷支架和口模塞以阻止材料从口模处流涎。

预热过程中应检查温度是否回到了设定温度。

9 操作步骤

9.1 温度和负荷的选择

见 8.2。

9.2 活塞最小移动距离

活塞移动距离规定在 20 mm~30 mm。

9.3 计时装置

见 GB/T 3682.1—2018。

9.4 测试准备

见第 8 章。

9.5 测试

9.5.1 概述

完成向料筒加入测试样品 5 min 后向活塞上装载选择的负荷。如果用到了口模塞且没加足预定的负荷,应加足预定的负荷,并使材料稳定几秒钟后移开口模塞。如果同时用到了负荷支架和口模塞,应先移去负荷支架。让加了负荷的活塞在重力的作用下下降,确保挤出的是没气泡的料条。样品正式测试前应避免有其他力加到样品上,如人力或其他重物。

预运行时间(加上负荷和正式测定之间的时间)应有 0.5 min 到 1 min。

应在完成加料后的 5.5 min~6 min 之间开始测试。

为了减少被快速流出的热材料烫伤的危险,在移走口模塞时应戴上隔热手套。

9.5.2 位移测量方法(MVR)

在下标线到达料筒上边缘时开始测试。

测定活塞移动 20 mm~30 mm 范围内规定的距离的时间。测试应在上标线到达料筒顶部时或之前结束。

注:加料时间,预热时间和预运行时间的变化可能降低结果的重复性。

9.5.3 质量测量方法(MFR)

当下标线到达料筒上边缘时,开始计时并同时切断挤出物,弃去,宜使用自动切断装置。如果使用手动切断须在测试报告中注明。

为了测得给定时间间隔的挤出速率,应收集连续的样条段。根据材料的熔体质量流动速率来选择所用的时间间隔以使单个样条段不短于 10 mm。

在活塞杆上标线到达料筒上边缘时应停止切断。丢弃所有有明显气泡的样条段。将剩下的样条段(最好有三根或以上)冷却,单独称重(精确到 1 mg),并计算平均质量。

如果样条质量最大值和最小值的差别超过了平均值的 10%,则要舍弃测试结果,并以新的样品重新测定。

样条质量最大值和最小值的差别最好不超过单次测量 MFR 值计算得出的标准偏差的三倍。

推荐按挤出顺序称重样条。如果观察到连续的质量变化应作为不寻常行为记入测试报告(见 12 章)。

9.6 结果表示

见 GB/T 3682.1—2018。

10 流动速率比

见 GB/T 3682.1—2018。

11 精密度

因未获得实验室间的数据,所以本部分的精密度尚不可知。

同一实验员在同一实验室使用同一仪器和本部分规定的方法在理想测量条件下得出的几种材料的 MVR 测量结果参见附录 B。附录 B 中的 MVR 值为 5~9 次测量结果的平均值。

应考虑到可能使得重复性降低或影响测定结果的因素,包括:

- a) 水含量会影响熔体流动性;须使用合适的干燥步骤和干燥条件以及样品预处理操作来降低结果的变化性。
- b) 易吸水材料在预热或测定过程中的水解会引起流动速率改变;须使用合适的样品处理操作干燥步骤,干燥条件和样品处理操作来降低结果的变化性。
- c) 料筒污染物和它们的热解产物会加速样品的降解。一旦样品水解发生,降解就会自动催化且熔体黏度会下降。须使用合适的清洁程序以降低结果的变化性。

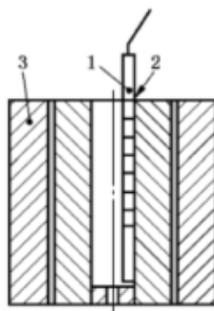
12 测试报告

见 GB/T 3682.1—2018,包括:

- a) 注明采用了 GB/T 3682 的本部分;
- b) 是否用到了手动或自动切断装置应在报告中注明。

附录 A
(资料性附录)
料筒温度的校验

将测温装置插入空的冷的 MVR/MFR 料筒并使温度计感应点位于口模顶部。在温度测量装置位于料筒顶部的位置作一称之为“基准”的标记(示于图 A.1)。这个表明了口模上部 0 mm 处的测量点。



说明:

- 1——温度计;
- 2——标记;
- 3——MVR/MFR 料筒。

图 A.1 MVR/MFR 料筒

从料筒移去温度测量装置。从“口模上部 0 mm 处”的标记朝温度测量装置感应端以 10 mm ± 1 mm 的间隔在温度测量装置上划分 70 mm ± 1 mm 的长度,并作标记(如图 A.2)。



说明:

- 1——口模上部 0 mm;
- 2——标记。

图 A.2 温度测量装置标记

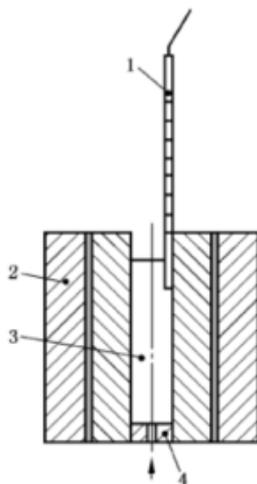
可用口模塞塞住口模孔。塞入和移去口模塞时都应戴上隔热手套以防被热的料筒和/或材料烫伤。将温控系统设置为需要的温度并等待至少规定的时间长度(设备说明书规定的等待时间)直至料筒达到温度平衡。

用与测定 MVR/MFR 相同的加料方法(见 8.4)向料筒内加入材料。材料的用量要能至少达到料筒的口模顶部以上 100 mm 位置。

注 1: 测定聚丙烯(PP)时料筒温度适于升至 250 °C;测聚碳酸酯料筒温度适于升至 320 °C,比 250 °C 更高。

加料高度可用活塞来检查。在接触到熔体时,活塞杆下标线应至少高于料筒顶 40 mm。

加料完成 5 min 后将温度测量装置插入料筒浸没在熔融材料中,并使其下部第一个标线与料筒顶部在同一高度,且其感应端靠紧料筒壁(如图 A.3)。温度测量装置的感应点此时应在口模顶部以上 70 mm 处。



说明:

- 1——温度测量装置;
- 2——MVR/MFR 料筒;
- 3——材料熔体;
- 4——口模塞。

图 A.3 MVR/MFR 料筒的温度曲线的测定

记录温度测量装置感应点在口模顶部以上的高度(70 mm)和温度稳定后的读数。第一个稳定的温度读取后每隔 1 min 读取一个温度数,总共读 10 min,以此来测定温度随时间的变化。

注 2: 温度计从浸入料筒中至温度读数稳定时所需的时间取决于所用的仪器。而温度测量装置的响应时间则由供应商提供。

温度测量装置由于其外壳的散热读数可能会下降。温度测量装置的设计和制造所用的材料应尽量不影响测量。

将温度计向材料熔体浸入 10 mm 使温度测量装置上下一个标记与料筒顶部在同一水平上。记录温度计的感应点在口模以上的高度(60 mm)和稳定后的温度读数。按 1 min 间隔一次总共 10 min(第一个稳定温度值读取后)记录温度计读数,以此来测定温度随时间的变化情况。

像上面介绍的一样,按每 10 mm 间隔一点沿料筒的长度方向测量材料熔体温度。温度计感应点位于口模顶部(0 mm)时,得到最后一个测量点。

如果材料在整个测量时间内不稳定并且会影响到整个测试过程或材料难以清洁,则需要分段测定料筒温度随时间的稳定性,如果有必要料筒每个测试点都得分别测定。

注 3: 有一可供选择的技術是使用非金属制成的活塞。该活塞从口模向上 0 mm~70 mm 内每隔 10 mm 装有温度测量装置,当料筒中无料时,能完全插入料筒且贴合紧密。装有单个温度测量装置的非金属活塞也能被类似地使用。使用非金属制的活塞是为了减少对料筒温度分布的干扰。

附录 B

(资料性附录)

对不同材料采用本部分进行重复测定

附录中的结果是采用本部分指定的测试条件,是由同一实验员在同一实验室使用同一 MVR 挤出仪采用本部分提到的方法获得的。该值不能代表本方法的真实可重复性。

表中报道的 MVR 值是 5 次~9 次测试所得结果的平均值。

表 B.1 不同材料 MVR 的测定

聚酰胺 6(PA6)					
MVR 类型	水含量/ $\times 10^{-4}$	试验条件	MVR 平均值/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	标准偏差/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	变异系数/ %
高	308	275 °C/5 kg/标准口模	103	0.8	0.8
中	295	275 °C/5 kg/标准口模	64.3	0.9	1.4
低	412	275 °C/5 kg/标准口模	34.0	0.5	1.5

聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)					
MVR 类型	水含量/ $\times 10^{-4}$	试验条件	MVR 平均值/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	标准偏差/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	变异系数/ %
很高	118	250 °C/2.16 kg/标准口模	63.4	0.3	0.5
高	143	250 °C/2.16 kg/标准口模	35.0	0.2	0.6
中	166	250 °C/2.16 kg/标准口模	22.3	0.1	0.4
低	83	250 °C/2.16 kg/标准口模	2.4	0.2	8.2

聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)					
MVR 类型	水含量/ $\times 10^{-4}$	试验条件	MVR 平均值/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	标准偏差/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	变异系数/ %
很高	133	250 °C/5 kg/半标准口模	32.7	0.1	0.3
		250 °C/2.16 kg/半标准口模	13.5	0.1	0.4
		250 °C/5 kg/标准口模	251	3	1.2
		250 °C/2.16 kg/标准口模	106	3	2.8

聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)					
MVR 类型	水含量/ $\times 10^{-4}$	试验条件	MVR 平均值/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	标准偏差/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	变异系数/ %
很高	45	280 °C/5 kg/半标准口模	36.1	0.1	0.3
高	44	280 °C/5 kg/半标准口模	15.9	0.2	1.3
中等	26	280 °C/5 kg/半标准口模	10.5	0.1	1.0
中等	37	280 °C/5 kg/半标准口模	6.6	0.1	1.2
低	49	280 °C/5 kg/标准口模	16.3	0.4	2.5
高(30% 质量分 数玻纤)	15	280 °C/5 kg/标准口模	74.2	3.0	4.0

表 B.1 (续)

聚(醚-酯)					
MVR 类型	水含量/ $\times 10^{-6}$	试验条件	MVR 平均值/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	标准偏差/ ($\text{cm}^3/10 \text{ min}$)	变异系数/ %
低	240	230 °C /10 kg/标准口模	2.5	0.1	2.3
高	320	230 °C /2.16 kg/标准口模	33.2	0.3	0.9

注：这些报告的测试工作是在相关材料的熔体流动速率测试条件标准出台之前进行的。表 B.1 中的测试条件只适用于研究目的，因此不必服从材料标准规定。

PET, PBT, PA6 和 PA66 的熔体体积流动速率与标准等级的 PP 的比较研究表明可以通过对温度、时间线和样品用量和样品状态调节规定更严格的公差来提高测定的重复性和再现性，例如 GB/T 3682.2 和 GB/T 3682.1—2018 的比较。更多信息参见参考文献[5]。

参 考 文 献

- [1] ISO 307, Plastics—Polyamides—Determination of viscosity number
- [2] ISO 1628 (all parts), Plastics—Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers
- [3] ISO 7391-2, Plastics—Polycarbonate (PC) moulding and extrusion materials—Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties
- [4] ISO 14910-2, Plastics—Thermoplastic polyester/ester and polyether/ester elastomers for moulding and extrusion—Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties
- [5] Rides, M., Allen, C., OM100, H., nAkAyAMA, k., CAnCelli, G. Interlaboratory comparison of melt flow rate testing of moisture sensitive plastics. *Polym. Test.* 2009, 28, pp.572-591
-