

MŰANYAGOK TULAJDONSÁGAI, VIZSGÁLATOK

A szabványos ömledékindex-mérés pontosságának feltételei

A hőre lágyuló műanyagok folyási tulajdonságait leggyakrabban az ömledékindex segítségével mérik. Mérését két szabvány írja le. Az első látásra egyszerűnek tűnő mérés számos buktatót rejt, ezért megbízható és reprodukálható eredményekhez hasznos a részletekre odafigyelni.

Tárgyszavak: műanyag-feldolgozás; vizsgálat; folyási tulajdonságok; ömledékindex; Melt-index.

A mérés előkészítése

Az ömledék- vagy más néven folyásindex (melt-flow rate – MFR) ismerete nagyon fontos segítség a műanyag-feldolgozási folyamatok hatékonyságának optimalizálásában és az anyagkiválasztásban. Ahhoz, hogy a folyási index ezt a funkciót betöltsse, a méréseket a legapróbb részletekig bezárólag a vonatkozó szabványok szerint kell végezni. A folyásindex mérésére két szabvány, az *ASTM D1238 (Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer)* és az *ISO 1133 (Determination of the melt mass-flow rate and melt volume-flow rate of thermoplastics)* szolgál. A két szabvány hasonló, de vannak olyan különbségek, mind a berendezésben, mind pedig a mérési paraméterekben, amelyek miatt a kétféle szabvány szerinti tesztek eredményei különbözőek. *A cikk az ASTM szabvány helyes kivitelére koncentrálna.* Az ASTM szabvánnyal kapcsolatban a közelmúltban zajlott egy felülvizsgálat, amelynek eredményeképpen módosításokra is sor került 2020-ra.

A szabvány két mérési eljárást tartalmaz: az A eljárásban kézzel végzik az ömledék elvágását és a mérést, a B eljárás jobban automatizált. A mérőberendezés egy kemence, amelyben egy fűtött henger található, meghatározott méretű és szabványosított felületű furattal. A furat végén van a cserélhető szerszám a meghatározott átmérőjű nyílással. A vizsgálandó anyagot a kemencében felfűtik, majd dugattyúval nyomják át a furaton. A hőmérsékletet 10 mm-rel a furat nyílása felett mérve $\pm 0,2$ °C pontossággal kell tartani.

A dugattyúra ható nyomás a vizsgálandó anyagtól függően változtatható. A legtöbb berendezés beépített óra tartozik, és opcionálisan csatlakoztatható hozzá egy külső mérőegység, amely a B eljáráshoz kell. Ezek segítik a mérés automatizálását, és ezáltal csökkentik a mérést végző személyek által okozott ingadozást. A mérés során stacionárius folyás kialakítására törekednek. A mérés megkezdése előtt az anyagot betöltik a hengerbe és előmelegítik az anyag teljes felmelegedéséig és a granulátumhoz tapadt víz teljes kiűzéséig. Természetesen rögzítik a kezdő magasságot és a dugattyú lökethosszát. Az előfűtési szakasz azután kezdődik, miután az anyagot betöltötték és a dugattyút is behelyezték, és akkor van

vége, amikor a dugattyú vége eléri a szabvány által a mérés indításához megadott magasságot. Ezután indulhat a vizsgálat, amelynél vagy az A, vagy a B eljárást alkalmazzák. A tesztet végző személy felelőssége, hogy a berendezés tiszta legyen, és a beállítások megfeleljenek a vizsgált anyagnál várható folyási sebességnek.

Az A eljárás a kifolyó tömeget méri az idő függvényében és a folyási sebességet g/10 min-ben közvetlenül megadja. A hóbomlás megakadályozása érdekében a mérési időt a tíz perc töredékére, rendszerint 1 perc körülire állítják be. A mérési idő persze változik a vizsgálandó anyag viszkozitásától: a viszkózusabb anyagnál ugyanis rövidebb idő alatt nyerhető egy pontosan mérhető mennyiség

A B eljárásban a dugattyú helyzetét regisztrálják, és ebből a térfogati sebességet számítják $\text{cm}^3/10$ min-ben. Ezt az értéket az ömledék sűrűségével szorozva megkapható az MFR index. Ezt a jellemzőt magyarul leggyakrabban Melt-indexnek nevezik. Adalék nélküli PE vagy PP esetében az ASTM D1238 szabványban megadott sűrűségértékeket lehet használni, más esetben ezeket külön méréssel kell meghatározni.

Nincs egyetértés abban, hogy melyik eljárás a jobb. Az eljárást első sorban azok használják, akik ritkábban, de többféle – közte reciklált anyagot vizsgálnak, főleg az 50g/10 min alatti folyási indexeknél. A B eljárás inkább azon laboratóriumok számára hasznos, amelyek azonos anyagokat vizsgálnak ismételtén. A B eljárás elsősorban a jobban folyó anyagoknál előnyös.

Az eljárás kiválasztása után a következő eldöntendő kérdés a mérésnél felhasználandó anyagmennyiség megválasztása. A szabvány ad ugyan néhány útmutatást erre vonatkozóan, de néhány kísérletet is el kell végezni, hogy a dugattyú az előfűtés után a megfelelő helyzetből induljon. A hengerbe betöltendő anyagmennyiség annál kisebb, minél kisebb a folyási sebesség. Fontos, hogy ne kelljen pótlólagosan anyagot betölteni az előfűtés utolsó két percében, mert ez bizonytalanságot okozhat.

Az előfűtési szakasz hosszát az *ASTM D1238* szabvány a kilencvenes évek közepe óta $7 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$ -ben határozza meg. Célja az anyag teljes megolvasztása és a víz teljes eltávolítása. A mérést végző személynek kell meghatározni, hogy mikor terheli meg a dugattyút. Ha a terhelést túl korán alkalmazzák, az anyagból annyi kifolyhat, hogy nem marad elég a mérés kivitelezéséhez. Ez nyilván a nagy folyóképességű anyagoknál igényel nagy figyelmet. Ilyen esetekben az előfűtés alatt a szerszám elzárására is szükség lehet a folyás megakadályozása érdekében.

A mérés kivitelezése

A tapasztalat azt mutatta, hogy a dugattyú helyzete a mérés indulásakor nagyon befolyásolja az eredményt. Emiatt a szabvány ezt meghatározza: a mérés indulásakor a dugattyú alsó végének a szerszám felső szélétől 46 mm-re kell lennie. A szabványos dugattyú botján (1. ábra) két párhuzamos gravírozott vonal található. Az A eljárásnál a kezelőnek ezen vonalak helyzetét kell figyelnie. Ha az alsó jel eltűnik a hengerben, akkor kell elvégezni az első vágást befejezve az előfűtési szakaszt és indítani a mérést magát. Az első vágásnak feltétlenül meg kell történnie, mielőtt a felső jel is eltűnik. A vágáskor indítani kell a stoppert is. Az idő hosszát úgy kell megválasztani a szabvány szerint, hogy a két vágás között 60 s teljen el. A vágási technikának olyannak kell lenni, hogy az anyag ne ragadjon a szerszámhoz.



1. ábra A nyíl a két jel között a szabvány szerinti kezdő pontot jelzi

A mérés pontos kivitele kifejezetten nehéz, gyakorlatot kíván. Automata vágót is lehet használni, de nem minden anyagnál.

A B eljárásnál először is dönteni kell a mérési hosszról. A szabvány kétféle hosszat enged: 6,35 mm, illetve 25,4 mm. A kisebb hosszat a kisebb folyási indexű (<10g/min) anyagoknál használják. A B eljárás előnye, hogy a műszer megfelelő beállításánál az eredmény nem függ a kezelőtől, mert a jól kalibrált műszer pontosan érzékeli a dugattyú aljának a szerszámfelső szélétől való távolságát. A modern berendezéseknél az adott mérési hossz több diszkrét mérésre osztható. Az eredményt mindig az egyes mérések átlagaként kell megadni.

A műszer tisztítása

Nem lehet túlhangsúlyozni a műszer alapos kitisztításának fontosságát. A vizsgálatok befejezése után a furatból el kell távolítani a maradék anyagot, ami néhány anyagnál kifejezetten nagy kihívást jelent. A tisztítás során el kell távolítani a dugattyút és a szerszámot, és mindkettőt fémtisztára kell törölni egy pamut ronggyal. A szerszám nyílását speciális eszközzel kell tisztítani. A makacsabb szennyeződés eltávolításához rézhálót, vagy más ipari tisztítóeszközt kell használni. Különösen hatásos a bronzkefe egy fúróval kombinálva. Oldószerek, illetve más vegyszerek használata kerülendő, mert esetlegesen visszamaradt maradékaik befolyásolhatják a méréseket.

A mérésnél szükség lehet bizonyos kiegészítőkre, például szárításra a mérés előtt. Mivel gyakran bonyolultabb adatgyűjtésre, esetleg az adatok tárolására van szükség, a plaztométerekhez általában külső szoftver tartozik, amely korlátlanul tárolja a mérési beállításokat, képes riportokat és statisztikai folyamatszabályozó (SPC) diagramokat készíteni.

Végül: A Melt-index mérések pontossága nagymértékben a műszer gondos kezelésétől és karbantartásától függ. Különösen fontos, hogy minden teszt után alaposan tisztítsák meg az anyaggal érintkező felületeket. A kritikus komponenseket rendszeresen ellenőrizni kell, nem keletkeztek-e mechanikai sérülések a felületen. A műszert rendszeresen kalibráltatni kell erre felhatalmazott szakemberrel.

Összeállította: Máthé Csabáné dr.

Yohn, H., Olsen, T.: Take these steps to optimize your MFR data – [Testing](https://www.plastics-technology.com/articles/take-these-steps-to-optimize-your-mfr-data) 2/19/2021 |Plastics Technology 2021. márc. [ptonline.com/articles/take-these-steps-to-optimize-your-mfr-data](https://www.plastics-technology.com/articles/take-these-steps-to-optimize-your-mfr-data)