

Műanyagok viszkozitásának mérése eltérő módszerekkel

A műanyagok feldolgozásának különböző technológiáinál fontos információ az ömledék viszkozitásának hőmérséklettől és nyírási sebességtől függő értéke. Ilyen adatokat különböző reométerekkel, de laborextruderekre szerelhető résszerszám viszkozitásmérőkkel is kimérhetünk. Az Anton Paar GmbH új komplex mérő berendezésével a reológiai adatok mellett meghatározhatjuk a műanyagok mechanikai jellemzőit is.

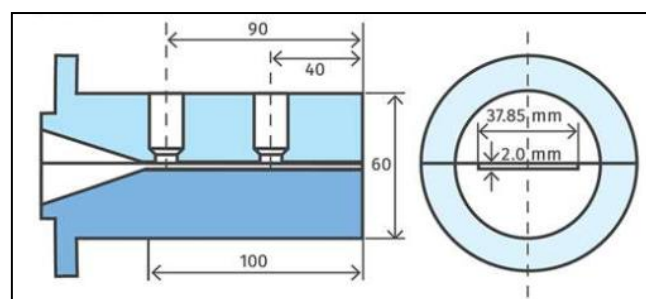
Tárgyszavak: műanyagok vizsgálata; viszkozitásmérés; mechanikai tulajdonságok.

A különböző nyírási sebességekhez tartozó ömledékviszkozitás-adatok ismerete hasznos a legtöbb extrudereres műveletnél, értékes minőségellenőrzési eszközt kínálva. Viszkozitás adatokra, és ezek nyírásfüggésére van szükség a csigák és szerszámok tervezéséhez, illetve az extrúziós folyamatok szimulálásához. Továbbá, az olyan instabilitások számszerűsíthetők, mint az ömledéktörés, és előre jelezhetők a kapillárreométerek vagy a résszerszám viszkozitásmérők adatai alapján.

Viszkozitásmérés laborextruderrel

Egy laboratóriumi extruderhez csatlakoztatott résszerszám-viszkozitásmérővel különböző hőmérsékleteken és nyírási sebességeknél mérhetjük ki a pontos viszkozitás értékeket. *Ez az elrendezés viszonylag olcsó módszer a reológiai adatok meghatározására, összehasonlítva a kapillárviszkozimetriával.*

Egy résszerszám erősen lapított téglalap keresztmetszetű (1. ábra) és közvetlenül, vagy egy fogaskerék ömledékszivattyú közbeiktatásával csatlakoztatható az extruderhez. A nyírási sebesség a résszerszám falánál az áramlási sebesség függvénye. A látszólagos nyírási sebességet a következő egyenletből lehet kiszámítani:



1. ábra A résszerszám sematikus rajza

$$\text{látszólagos nyírási sebesség a falnál} = (\text{áramlási sebesség}) \times 6H^2W$$

ahol H a rés magassága és W a szélessége. A tényleges nyírási sebesség a hatványtörvény szerinti megfelelő folyadékra a hatványtörvény n indexével:

$$\text{tényleges nyírási sebesség a falnál} = (\text{látszólagos nyírási sebesség a falnál}) \times (0,667 + 0,333/n)$$

A nyírási feszültséget a falnál a mért nyomás profilnyomás gradienséből lehet meghatározni:

$$\text{nyírási feszültség} = 0,5H \times (\text{nyomás gradiens})$$

A nyírási feszültség és a nyírási sebesség segítségével meghatározhatjuk a nyírási viszkozitást:

$$\text{nyírási viszkozitás} = (\text{nyírási feszültség}) / (\text{nyírási sebesség})$$

A viszkozitásadatok széles nyírási sebességtartományban történő meghatározásához az extrudert különböző fordulatszámokon üzemeltették, amelyek mindegyike egy bizonyos áramlási sebességnek, és így egy bizonyos nyírási sebességnek felel meg. Az áramlási sebesség megállapításához az időegység alatti kihozatali mennyiséget kellett megmérni. Fogaskerék ömledékszivattyú használata esetén ennek adataiból is meg lehet kapni az áramlási sebességet.

Adatgyűjtés és viszkozitás kalkuláció

A mérésekhez egy egycsigás extrudert használtak *Navigator XC300* szabályozó rendszerrel és adatgyűjtő rendszerrel. Az adatokat Excel fájlként, CSV formátumban (vesszővel elválasztott értékek) továbbították a számítógéphez. Az 1. táblázat mutatja az alkalmazott csiga fordulatszámokat (rpm) és nyomásokat, az áramlási sebességeket. Az extruder és a szerzőszám hőmérséklete az egyik kísérlet sorozatnál 204 °C (400 °F), a másikonál 216 °C (420 °F) volt. Az Excel fájlból automatikusan lehetett kalkulálni a nyomásgradienst, a nyírási feszültséget, a nyírási sebességet és a nyírási viszkozitást (2. táblázat).

1. táblázat

Alkalmazott kísérleti paraméterek: csiga fordulatszáma, áramlási sebesség és nyomásértékek

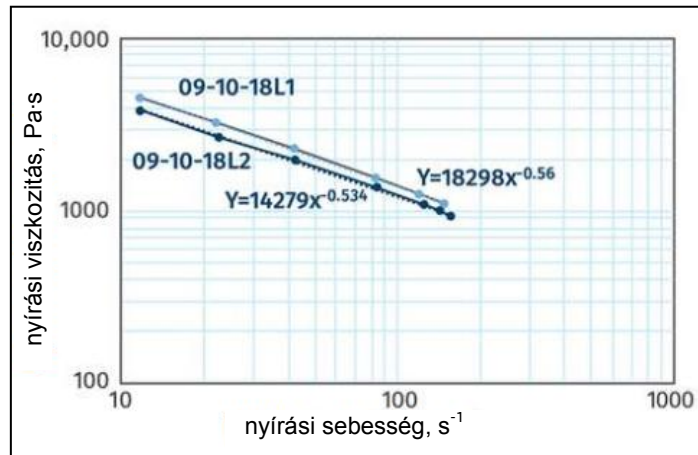
9-10 Lab 1						
rpm	kg/h	g/s	m ³ /s	P ₁ bar	P ₂ bar	P ₃ bar
5	0,245	0,06810	8,731•10 ⁻⁸	78,5	52,1	21,9
10	0,463	0,12863	•10 ⁻⁷	104,3	71,1	30,3
20	0,885	0,24592	•10 ⁻⁷	136,0	95,7	41,0
40	1,742	0,48427	•10 ⁻⁷	178,3	127,6	55,0
60	2,504	0,69613	•10 ⁻⁷	201,1	147,0	63,6
78	3,103	0,86260	•10 ⁻⁶	213,7	159,0	69,1

Nyomások, nyomás gradiensek, nyírási feszültség, nyírási sebesség, viszkozitás adatok

9-10 Lab 1					
P ₂ Pa	P ₃ Pa	P/L átlag	Nyírási feszültség, Pa	Nyírási sebesség s ⁻¹	Viszkozitás Pa·s
5,39•10 ⁶	,27•10 ⁶	5,97•10 ⁷	52662	11,64	4523
7,36•10 ⁶	3,13•10 ⁶	8,15•10 ⁷	71937	21,99	3271
9,90•10 ⁶	4,24•10 ⁶	1,10•10 ⁸	96790	42,04	2302
1,32•10 ⁷	5,69•10 ⁶	1,46•10 ⁸	129153	82,78	1560
1,52•10 ⁷	6,58•10 ⁶	1,69•10 ⁸	148826	119,00	1250
1,65•10 ⁷	7,15•10 ⁶	1,83•10 ⁸	161014	147,45	1091

A kísérletekhez egy 0,5 MFI értékű PE-HD 273-83 típusú (gyártó:Kazanoorgsintez, Kazany, Oroszország) alapanyagot használtak 6 csiga fordulatszámnál. Ezek a fordulatszámok 10 s⁻¹-150 s⁻¹ nyírási sebességtartományt biztosítottak.

A mérések végén elegendő információ állt rendelkezésre az ömledékviszkozitás meghatározásához a nyírási sebesség függvényében mindkét hőmérsékleten (2. ábra). Egy log-log koordináta rendszerben ábrázolva a mérési pontokat, azok jó egyezéssel egy-egy egyenesre esnek, ami azt jelenti, hogy viszkozitás nyírási sebességének függése jól leírható a hatványfüggvénnyel.



2. ábra Az ömledékviszkozitás alakulása a nyírási sebesség függvényében 204 és 216 °C-on

Hatványtörvény paraméterei: hatványfüggvényindex és koegzisztenciaindex

Hatványfüggvény index 204 °C-on	0,466
Hatványfüggvény index 216 °C-on	0,440
Koegzisztencia index 204 °C-on	18298 Pa·s ⁿ
Koegzisztencia index 216 °C-on	14279 Pa·s ⁿ

A 2. ábra egyúttal a hatványgörbe egyenleteket is bemutatja, amelyekből kiszámítható a koegzisztencia- és a hatványtörvényindex a két hőmérsékletre. A hatványtörvény paramétereit a 3. táblázat tartalmazza. A két hőmérsékletre érvényes hatványtörvényindexek között csak kis (kb. 5%) eltérés tapasztalható, míg a koegzisztenciaindex szignifikánsan (kb. 30%) csökkent a hőmérséklet emelkedésével. Ennél a pontnál már érdemes elemezni az extruder teljesítményének jellemzőit is, ami a kutatás második részét képezi majd.

A 3D nyomtatású termékek tulajdonságai

A prototípuskészítés mellett már gyakran kisszériás gyártásra is használják a gyakran 3D nyomtatásnak nevezett additív gyártástechnológia különböző eljárásait. A 3D nyomtatással készülő műanyag és fém alkatrészeket elsősorban a repülőgépgyártásnál, az autóiiparban, a gyógyászatban alkalmazzák.

A műanyagok esetében a legelterjedtebb 3D nyomtatási eljárás a hőre lágyuló műanyagokból készített huzalok megolvasztásával képzett cseppekből rétegenként felépített termékek gyártása, amit angol elnevezésének (*Fused Deposit Modelling*) rövidítésével *FDM* technológiaként ismerünk. Az így előállított alkatrészek mechanikai jellemzői többé-kevésbé, de mindig irányfüggők (anizotrópok), mivel a rétegek összehegedése sohasem tökéletes. Az *FMD* eljárással készített termékek gyártói és felhasználó számára fontosak azok a reológiai és mechanikai jellemzők, amelyeket a gyártási paraméterekkel befolyásolni lehet, és amelyek helyes beállításával javítható a termék minősége.

Természetesen az is fontos, hogy milyen műanyagból készül az *FDM* eljárásnál alkalmazott huzal. Az itt bemutatott példánál poliéter-éter-keton (*PEEK*) alapanyagú huzalt használtak. A *PEEK* a csúcscategóriás műszaki műanyagok közé tartozik, hőálló, nagy mechanikai szilárdságú polimer, amely emellett kiváló vegyszerállósággal és számos más kiemelkedő tulajdonsággal is rendelkezik.

A reológiai és mechanikai jellemzők kombinált mérőberendezése

Az osztrák Anton Paar GmbH *MCR* műszere moduláris felépítésű. Egyaránt képes a szilárd állapotú próbatestek dinamikus mechanikai elemzésére (*DMA*), és ennek során torziós, hajlító, húzó és nyomó igénybevételeket alkalmazni széles frekvencia tartományban. Ugyanakkor forgó síklapos, vagy kapillárreométerével képes a műanyagömlédek reológiai jellemzőit, viszkozitását is mérni. A méréseket különböző, -160 °C -tól $+1000\text{ °C}$ -ig terjedő hőmérséklet-tartományban lehet elvégezni.

A rotációs reométerük csúcstechnikát alkalmaz: levegőcsapágyas *EC*-szinkronmotort, a levegőcsapágyba beépített normál irányú erőmérő érzékelőt, a mintához alkalmazkodó motor-szabályozást és az oszcillációs mérésekhez valós idejű pozíciószabályozást. A gyors adatgyűjtés lehetővé teszi a gyorsan térhálósodó műgyanták reakciókinetikájának mérését is. Az opcionális lineáris motor szintén levegőcsapágyas, a mozgó mágnes elvén működik. Ez nagy erők használatánál is meggátolja, hogy a motor felmelegedjen, és hőmérséklet-indukálta mérési jel kúszás lépjen fel. A pozíciók és kihajlások mérésére egy nagy precizitású optikai útfeltevő gondoskodik.

A *PEEK* vizsgálatának példájánál egy lineáris motorral felszerelt *MCR 702 MultiDrive-Reométert* használtak. A lineáris motor lehetővé tette a reológiai jellemzők mellett a *PEEK* huzalból *FMD* 3D nyomtatással készített próbatestek dinamikus mechanikai tulajdonságainak mérését.

A PEEK reológiai tulajdonságainak egy lemez-lemez forgó reométeres vizsgálatából fontos következtetéseket lehet levonni a PEEK huzal megolvasztása után a 3D nyomtató fűvókájában lejátszódó reológiai folyamatokról. A különböző frekvenciákon, pásztázó üzemmódban végzett mérésnél a PEEK esetén a feldolgozására ajánlott, 350–380 °C-os hőmérséklet-tartományt használták, olyan deformációval, amely a *lineáris viszkoelasztikus (LVE) tartományon* belülré esik. A mérések szerint a növekvő frekvencia (10^{-1} – 10^2 rad/s) esetén a viszkozitás egy nagyságrendet csökken. Az oszcillációs mérésekből származó ún. komplex viszkozitás (η^*) értékéből a Cox-Merz összefüggéssel lehet a nyírási sebességtől függő viszkozitást $\eta(\dot{\gamma})$ megkapni:

$$|\eta^*(\omega)| = \eta(\dot{\gamma})$$

A releváns nyírási sebességként 10s^{-1} értékkel számoltak a 3D nyomtatásnál használt 0,4 mm-es fűvóka és PEEK huzal átmérő alapján. A 380 °C hőmérséklet mellett a 10s^{-1} nyírási sebesség, illetve körfrekvencia esetén a PEEK 2600 Pa•s viszkozitást mutatott, amely kb. 30%-kal alacsonyabb a 250 °C-on mért értéknél, és ezért jobban megfelel az FDM eljárásához.

Az *MCR 702 MultiDrive* berendezés szögletes próbatestbefogóval (SRF) van ellátva a DMA mérések végrehajtásához. Ezt az FDM 3D nyomtatással készített PEEK próbapálcákon hajtották végre. A feldolgozott PEEK huzalokon végrehajtott DMA méréseket mind torziós, mind húzó igénybevételek mellett, az LVE tartományban végezték.

A G nyírási és az E húzó modulusméréseket a hőmérséklet függvényében elvégezve, hasonló lefutású görbéket kaptak. A torziós üzemmódban meghatározott G'' veszteségi modulusból meghatározható volt a T_g értéke, amelynek kezdőpontja 142,1 °C, középső pontja 155,3 °C és végső lecsengési pontja 168,3 °C volt, ami felett az anyag már gumielaszticitást mutat, egy viszonylag magas, 242,4 MPa E' tárolási modulus (az *ISO 11357* szerint) értékkel. A G'' maximumából kapott T_g értéke 148 °C, amely 2 °C-kal magasabb, mint a PEEK katalógusban szereplő, de DSC méréssel meghatározott érték. A jelentős mennyiségű kristályos részt tartalmazó PEEK 300 °C felett kezd megolvadni, amit az E' tárolási modulus jelentős csökkenése jelez.

Összeállította: Dr. Füzes László

Rauwendaal C.: How to determine viscosity data using a slit-die viscometer = *Plastics Technology*, 2019. márc. <https://www.ptonline.com/articles/part-one-how-to-determine-viscosity-data-using-a-slit-die-viscometer>

Puntigam X., Troiss A.: Multifunktionale Werkstoffanalyse = *Kunststoffe*, 6. sz. 2019. p. 68–70.