

## Kulcsmérőszám a műanyag-feldolgozásban: a folyóképesség

A polimer anyagok folyóképességének ismerete alapvető fontosságú a megfelelő feldolgozástechnológiák kiválasztásánál, továbbá minőségbiztosítási szempontokból is. Ez a tulajdonság érzékenyen jelzi a molekulatömeg változását, ami bekövetkezhet a gyártáskor, a termékek használata során bekövetkező öregedéskor, illetve az újrahasznosításkor. Hatással van rá továbbá a nedvesség- és a töltőanyagtartalom is. A folyási jellemzők meghatározása történhet szakaszos folyásindex méréssel vagy akár a feldolgozógépen történő beépített, valós idejű módszerekkel is.

*Tárgyszavak: folyásindex, MFI, reológia, fúvóka-kapilláris, valós idejű mérés*

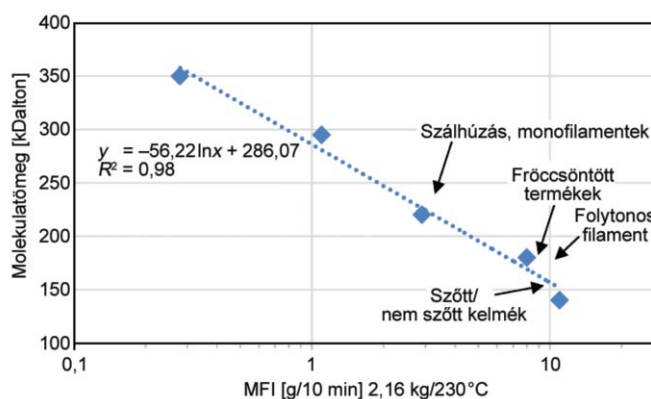
A folyásindex mérést (Melt Flow Index – MFI) leggyakrabban a hőre lágyuló polimerek, keverékek és kompozitok minőségellenőrzésre használják. A vizsgálatból azonban ennél részletesebb adatok is nyerhetők, mint például az átlagos molekulatömegre, illetve a feldolgozhatóságra vonatkozó információk. Köztudott, hogy a magas MFI-értékű polimerek általában kedvezőek a fröccsöntéshez, mivel a nagy folyóképességű anyag könnyebben kitölti az akár bonyolultabb folyási utakkal rendelkező formaüregeket is. A kisebb MFI-értékű polimerek viszont előnyösek lehetnek az extrudálás és a fúvási technológiák számára, mivel nagyobb ömledékszilárdságot biztosítanak, s ezáltal az extrudált profilok, illetve előgyártmányok mérete, illetve alakja jobban kontrollálható. Az MFI érték tehát fordítottan arányos a viszkozitással.

A polimereknek ezen jellemzőjét több anyagszerkezeti jellemző befolyásolja, mint például a molekulák elágazási jellemzői (az elágazások típusa és eloszlásuk szabályossága); illetve a molekulatömegeloszlás szélessége, ami becsülhető két különböző tömeggel végzett mérés eredményének arányából. Az 1. ábra a lineáris polipropilén (PP) molekulatömege és az MFI értéke közötti empirikus kapcsolatot mutatja, az illesztett logaritmikus trendvonal az alábbi összefüggéssel írható le:

$$\log M_w = 2,47 - 0,234 \cdot \log(\text{MFI}) \quad (1)$$

ahol  $M_w$  az átlagos molekulatömeg kDaltonban kifejezve, MFI pedig a folyási index 2,16 kg/230 °C paraméterekkel mérve.

Jól látható tehát, hogy a nagyobb folyásindexű PP-k átlagos molekulatömege kisebb, s ezáltal eltérő feldolgozástechnológiájú termékek gyártásához használhatók.



1. ábra. Különböző PP termékek átlagos molekulatömege és MFI értéke közötti kapcsolat.

Az MFI értékéből a polimer sok egyéb tulajdonágára is lehet következtetni, a csökkenő folyásindex (növekvő molekulatömeg) például általában növeli az ütésállóságot, a környezeti feszültségkorróziós ellenállást, javítja a kifáradási és a gázzárási tulajdonságokat.

A folyásindex jelentősen változhat az újrahaznosítás során, a fizikai/mechanikai reciklálás ugyanis molekuláris degradációt okozhat. A PET esetében például a palackhulladékból készített daralék MFI értéke 32 g/10 perc, a regranulálás után ez azonban az ötszörösére, 145 g/10 percre is nőhet a hidrolitikus degradáció miatt. A csökkenést különböző lánchossz-növelő (chain-extender) adalékokkal lehet kompenzálni. Ezzel a módszerrel csökkenthető a biodegradálható poliészterek (pl. PLA) MFI értéke is. Fontos azonban az adott polimer típushoz megfelelő adalék gondos kiválasztása, mivel egy nem megfelelő lánchossz-növelő lágyítószerként viselkedve akár növelheti is az anyag folyásindexét. Az olyan térhálósító adalékanyagok, mint például a peroxidok, szintén nagyon hatásosnak bizonyultak a poliészterek folyóképességének csökkentésére – bár olyan polimerek esetében, mint a PP, ahol a peroxid inkább láctöredezést okoz, mint térhálósodást, ellentétes hatás is kialakulhat. A peroxidokat általában fröccsöntéshez, palackfúváshoz, fóliafújáshoz vagy hőformázáshoz fejlesztett alapanyagok gyártásánál használják.

A folyásindex alapvető mérési szabványai (ASTM D1238: *Standard Test Method for Melt Flow Rates for Thermoplastics* és ISO 1133: *Determination of Melt Mass Flow Rate and Melt Volume Flow Rate of Thermoplastics*) sok műanyag esetében javaslatot tesznek a vizsgálati hőmérsékletre és tömegre (1. táblázat).

**1. táblázat.** Különböző műanyagok szabványos folyóképességmérési paraméterei.

Polimer	ASTM szabvány szerinti paraméterek [°C/kg]	ISO szabvány szerinti paraméterek [°C/kg]
Poliacetálok (homo- és kopolimerek)	190/1,05	190/2,16
Polimetil-metakrilát (PMMA)	230/1,2, 230/3,8	230/3,8
Akrilnitril-butadién-sztirol (ABS)	200/5, 230/3,8, 220/10	220/10
Akrilnitril-butadién-sztirol (ABS) / polikarbonát (PC) blendek	230/3,8, 250/1,2, 265/3,8, 265/5	–
Cellulóz-észterek	190/0,325, 190/2,16, 190/21,6, 210/2,16	–
Polikaprolakton (PCL)	125/2,16, 80/2,16	–
Politejsav (PLA)	190/2,16	–
Etilén-tetrafluoretilén kopolimer	297/5	–
Poliamid (Pa)	275/0,325, 235/1, 235/2,16, 235/5, 275/5	–
Polietilén (PE)	125/0,325, 125/2,16, 250/1,2, 190/0,325, 190/2,16, 190/21,6, 190/10, 310/12,5	190/2,16, 190/21,6, 190/0,325, 190/5
Polikarbonát (PC)	300/1,2	300/1,2
Polipropilén (PP)	230/2,16	230/2,16
Polifenilszulfonát (PSU)	365/5, 380/2,16	–
Polisztirol (PS)	200/5, 230/1,2, 230/3,8, 190/5	200/5
Poliszulfon	343/2,16, 360/10	–
Polietiléntereftalát (PET)	250/2,16	–
Polibutiléntereftalát (PBT)	210/2,16, 285/2,16	–
Polivinil-acetát	150/21,6	–
Polifenilén-szulfid (PPS)	315/5	–
Sztirol-akrilnitril (SAN)	220/10, 230/10, 230/3,8	220/10
Termoplasztikus elasztomerek	230/2,16	–

A műanyagfeldolgozási technológiák folyamatos fejlesztése napjainkban lehetővé teszi a folyamat paramétereinek – például fröccsöntésnél a csigamozgás vagy a nyomásértékek – egyre megbízhatóbb szabályozását, ugyanakkor az anyagtulajdonságok ingadozása még mindig nagy kihívást jelent. A legmeghatározóbb folyamatparaméter az ömledék minősége, ami a szerszámon belüli folyási viselkedés és a nyomáseloszlás miatt közvetlen hatással van az alkatrész minőségére. Az ömledék tulajdonságaiban

mutatkozó különbségek többek között a felhasznált alapanyag minőségéből adódnak: a műanyag granulátum szemcsemérete, nedvességtartalma, valamint az újrashamosított anyag aránya lényegesen befolyásolja a polimer feldolgozási tulajdonságait. Az esetleges termikus degradáció szintén hatással lehet a viszkozitásra. Ez könnyen bekövetkezhet kisebb folyamatmegszakítások során is, mint például a szerszámtisztítás vagy csere során, amikor a tartózkodási idő meghosszabbodik. Az ömledék minőségében további eltérések mutatkozhatnak akár egy azonos anyagtípus különböző sarzsai között vagy a helytelen tárolási körülmények miatt is.

Mindezek miatt a fröccsöntési folyamat javítása érdekében az iparban egyre erősebb az igény egy olyan mérési módszer bevezetése, ami valós időben, reprodukálhatóan jellemzi az ömledék viszkozitását a feldolgozási folyamat során. Ezeknél a módszereknél nem feltétlenül az abszolút mérőszámok meghatározása a cél, hanem a viszkozitásváltozásra vonatkozó relatív információk folyamatos monitorozása. A legelterjedtebben használt fűvókás viszkoziméterek általában szerszámfüggetlenek, rés vagy kapilláris geometriájúak és használatukkal a meglévő feldolgozóberendezés minimális átalakítása után lehetőség nyílik a folyamaton belüli (in-line) viszkozitásmérésre.

A fűvóka-kapilláris viszkozimétert (nozzle capillary viscometer – NCV) mérési elve a kapilláris reométeren működésén alapul. A műanyag ömledéket adott térfogatárammal egy kör keresztmetszetű kapillárison keresztül préselve a kapillárisban fellépő nyomásvesztés mérhető, ebből pedig az ömledék viszkozitása meghatározható. Egyszerűsített esetben a csatornában lévő newtoni folyadék  $\eta$  viszkozitása a (2) összefüggéssel írható le:

$$\eta = \frac{\Delta p \cdot \pi \cdot r^4}{L \cdot 8 \cdot Q} \quad (2)$$

ahol  $\Delta p$  a nyomásesés a kapillárison;  $r$  a kapilláris sugara;  $L$  a kapilláris hossza;  $Q$  pedig a térfogatáram.

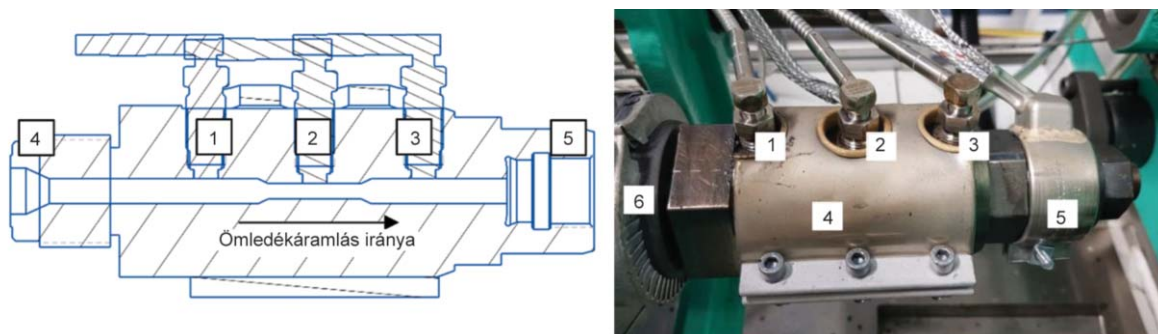
Mivel a polimerek viszkoelasztikus anyagoknak tekinthetők, a belépési és kilépési nyomásvesztéséget a figyelembe kell venni a Bagley-korrekciónak segítségével. A fűvókás viszkoziméterekben a kapilláris csatornát általában úgy tervezik, hogy cserélhető legyen, így a különböző  $L/D$  (hossz-átmérő) arányú kapillárisokkal történő mérésekből meg lehet határozni a beáramlási nyomásesést. Ezek a konstrukciók azonban nagy méretűek és általában nem tömeggyártásban történő alkalmazásra szánják őket.

A stuttgarti **Mikrointegrációs Intézet** kutatói egy olyan sorozatgyártásban használható NCV-t fejlesztettek ki, amelynek használatával – néhány matematikai úton meghatározott korrekciós tényező segítségével – kapilláriscsere nélkül lehet meghatározni az effektív viszkozitást. Az NCV fontos folyamatinformációkat képes szolgáltatni az AI (mesterséges intelligencia) módszerek későbbi, folyamatoptimalizálásra történő alkalmazásához. A fűvóka-kapilláris viszkozimétert sematikus ábrája és fényképe a 2. ábrán látható. A mérőberendezést, amelynek teljes hossza 188 mm, a 4. pozícióban lévő plasztifikáló egység és az 5. pozícióban lévő fűvókacsúc közé kell elhelyezni, így a befroccsöntési folyamat során az ömledék az NCV-n keresztül áramlik a szerszámüregbe. A fűvókacsatorna szűkülete, amely kapillárisként működik, a fűvóka közepén helyezkedik el. A kapilláris szűkületében a lecsökkenő keresztmetszet hatására az ömledék áramlás felgyorsul. A viszkoelasztikus jelenségek nagyobb nyomáskülönbséget eredményeznek a kapilláris bemenete (2. ábra, 1. pozíció) és a kapilláris (2. ábra, 2. pozíció) között. A (3) összefüggés a  $\Delta p_v$  a viszkoelasztikus nyomásesést, a (4) pedig  $\Delta p_{13}$  a teljes nyomásvesztéséget írja le az 1. és 3. érzékelő között:

$$\Delta p_v = p_1 - 2p_2 + p_3 \quad (3)$$

$$\Delta p_{13} = p_1 - p_3 \quad (4)$$

A kapilláris geometriáját szimulációs vizsgálatok során optimalizálták, kiemelt szempontként kezelve, hogy az ömledékben ébredő nyírófeszültség és a kialakuló hőmérséklet, valamint a nyomásesés ne haladjon meg egy kritikus értéket, és így az eszköz használata ne korlátozza ipari termelési környezetben

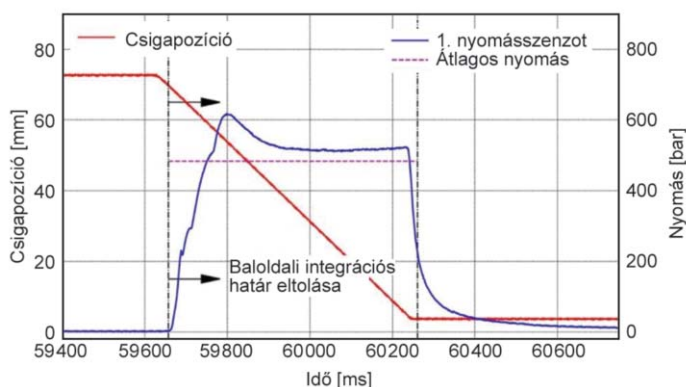


2. ábra. Fúvóka-kapillaris viszkoziméter mérési koncepciója és fényképe. 1–3: integrált nyomás-távadó/hőmérséklet érzékelőkkel; 4: plasztifikáló egység menettel; 5: fúvókacsúcs menettel; 6, 7: fűtőbilincsek.

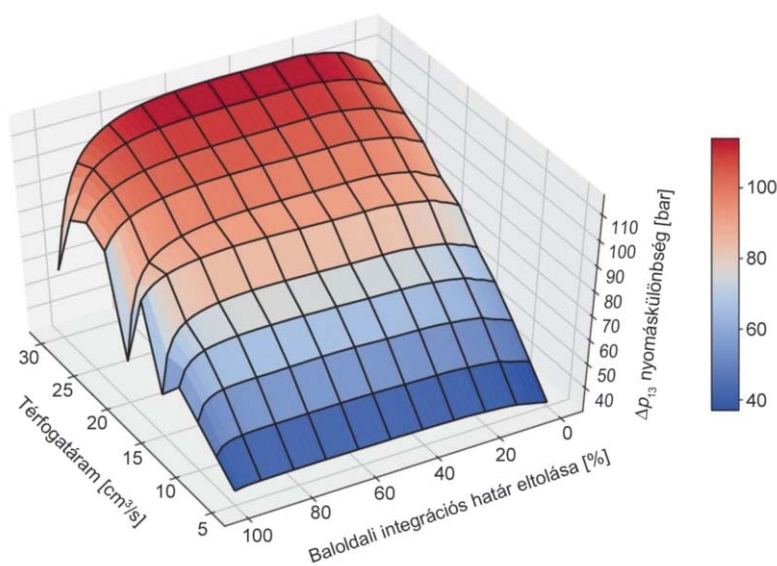
történő feldolgozási folyamatot. Emiatt a nyomásesést a fúvóka teljes hosszán a befröccsöntési nyomás 10%-nál, a maximális nyírsebességet 60 000 1/s értéknél, a térfogatáramra vonatkozó folyamatblakot pedig 10 és 25 cm<sup>3</sup>/s között határozták meg. A különböző  $L/D$  arányok és belépési szögek szimulációja után az átmérő-átmeneteknél egy 5 mm átmérőjű, 30 mm hosszúságú és 50°-os belépési szögű kapillaris csatornát alakítottak ki.

A 3. ábra egy példát mutat az NCV 1. nyomásérzékelőjének jelére, a csigamozgás során. A csiga pozíciójának előre felé történő elmozdulása (piros görbe) az 1. szenzor jelében (kék görbe) nyomásnövekedést eredményez.

A befröccsöntési fázis elején a nyomásjel dinamikus túllendülése figyelhető meg. Ez az instacionárius áramlási viselkedés valószínűleg a mozgó tömegek tehetetlenségi erőinek és a viskoelasztikus áramlási viselkedésnek tulajdonítható. Az NCV-ben lévő nyomáskülönbségek számszerűsítéséhez meg kell határozni az adott érzékelő jelének átlagos nyomásértékét, ami nagyban függ a baloldali integrációs határ helyének kiválasztásától. A 4. ábrán az 1. és a 3. fúvóka nyomásérzékelője közötti, a térfogatáramra és a bal oldali integrációs határ eltolódására vonatkozó átlagos befröccsöntési nyomáskülönbség látható. Megfigyelhető, hogy a baloldali integrációs határ eltolása jelentősen befolyásolja a befröccsöntési nyomáskülönbséget az első 20%-nál, majd a nyomáskülönbség csökkenni kezd a 70%-os eltolást meghaladva. A jel-zaj



3. ábra. A csigamozgás és az 1. nyomászenzor jele a befröccsöntési fázis alatt.



4. ábra. Az átlagos  $\Delta p_{13}$  befröccsöntési nyomáskülönbség változása a térfogatáram és a baloldali integrációs határ eltolásának függvényében.

viszonyokat is figyelembe véve, a kapott eredmények alapján az integrációs határ 20%-os eltolása túnt a legmegfelelőbbnek a további jelfeldolgozáshoz. Ugyanezt az értékelést elvégezték a jobboldali integrációs határeltolás esetében is, ott azonban nem volt szükség eltolásra.

A kísérleti adatok alapján számított viszkozitás jó egyezést mutat a laboratóriumi adatokon alapuló Cross-WLF modellel.

Az NCV tehát az alábbi előnyökkel rendelkezik a korábbi megoldásokhoz képest:

- A viszkozitás pontosabban meghatározható a viszkoelasztikus nyomáskomponens rögzítésével, így kiküszöbölhető a Bagley-korrektció, ami a kapilláris csatorna cseréjét igényelné a bemeneti nyomásesés meghatározásához.
- Mivel nincs szükség cserélhető kapilláriscsatornára, a rendszer kialakítása térfogatban és hosszban jelentősen csökkenthető. Ez csökkenti az ömledék tartózkodási idejét, és ezáltal a polimer degradációját.
- A kiválasztott matematikai függvény dinamikusan, az NCV-berendezés módosítása nélkül hozzáfizítható a különböző csatornageometriákhoz, anyagrendszerekhez és folyamatparaméterekhez, így a kapott leírás lehetőséget biztosít a viszkozitással kapcsolatos folyamatingadozások valós idejű szabályozására.

A fejlesztők 30% üvegszálerősítésű poliamid 6 anyag fröccsöntése során bizonyították a műszer működőképességét, kimutatva, hogy a fúvóka-kapilláris viszkoziméter alkalmas a viszkozitás in-line meghatározására a fröccsöntés során, és így a maradék nedvesség, az ömledékhőmérséklet vagy a sarzsok minőségének ingadozása miatti viszkozitás-eltérések meghatározására.

Összeállította: dr. Ronkay Ferenc

Erdogan E.S., Eksi O.: Prediction of wall thickness distribution in simple thermoforming moulds = Journal of Mechanical Engineering, 2014, 60. évf., 195–202.

Melt Flow Index – Assess the Flowability of Polymers, 2023.

<https://omnexus.specialchem.com/polymer-properties/properties/melt-flow-index>

Fambri L, Lutterotti L.: Effect of Processing and orientation on structural and mechanical properties of polypropylene products. Polypropylene-Polymerization and Characterization of Mechanical and Thermal Properties. = IntechOpen, 2019

Wappler P., Horter T., Kulkarni R., Guenther T., Fritz K.P., Zimmermann A.: Development of a nozzle capillary viscometer for inline viscosity measurement of thermoplastics. = The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 122:105–116, 2022