

# Ikerfuratos kapilláris reométer

Gian Carlo Locati\* – Francesco Baldi\*

## Bevezetés

A kapilláris reometria mindmáig hathatós eszköz a polimerömlékek valós feldolgozás-technikai jellemzőinek meghatározásához. Ugyanis a kapilláris reométerben megvalósítható nyírássebességek és nyírófeszültségek azonos nagyságrendűek a legismertebb feldolgozási technológiák – mint extrudálás, fröccsöntés – során mért értékekkel. Ezért a készülékkel mért reológiai jellemzőket széleskörűen felhasználják a szerszámkitalítást szimuláló vagy a szerszámtervezési programok alkalmazásakor.

Sajnos, mint ismeretes, a reológiai jellemzők meghatározását a kapilláris mérés technika saját korlátjaiból fakadó hibák terhelik. Ezek közül a legismertebbek azok, amelyekre már korábban rámutatott Rabinowitsch és Bagley, és akiknek javaslatára a nevükkel említett megfelelő korrekciókat általánosan alkalmazzák.

A *Rabinowitsch-korrekció* a nyírássebességnél a polimerömlékek nem-newtoni jellegét veszi figyelembe a newtoni folyadékra levezetett egyenletekben. A korrekció mértéke annál nagyobb, minél jobban eltér az ömledék viselkedése a newtonitól.

A *Bagley-korrekció* azt az ún. belépési hatást veszi figyelembe, amely a csatornában (pl. csőben) laminárisan áramló polimerömléket akkor éri, amikor a csatorna keresztmetszete hirtelen megváltozik (pl. leszűkül). A Bagley-korrekció gyakran kapcsolatban van az áramlás rugalmas összetevőjével, amely jelentős a polimerok némelyikéinél, főként a poliolefinéknél.

A korrekciók alkalmazása tehát szükséges, ám egyrészt az adatokat felhasználók gyakran elbizonytalanodnak, mert nem tudják, hogy korrigáltak-e a közölt adatok.



1. ábra. A Ceast Rheologic 5000-twin reométere

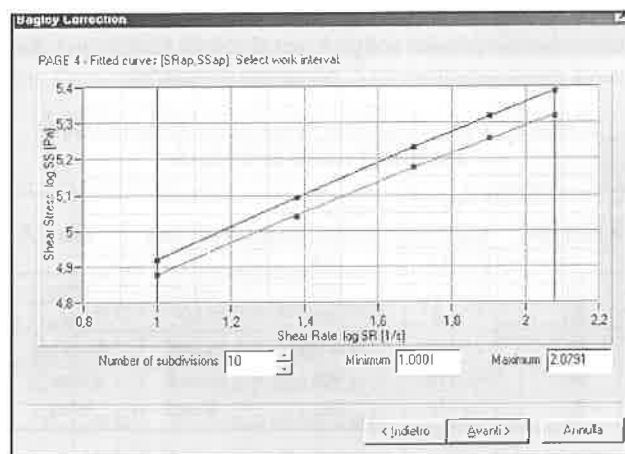
Másrészt, a Bagley-korrekcióhoz a reológiai vizsgálatot mindaddig kétszer vagy többször is meg kellett ismételni, ami növelte a vizsgálat költségét és időigényét, és nehezítette az adatkezelést is.

Ezeket, az egy-szerszámú vizsgálatrendszer okozta gondokat szüntette meg az ikerfuratos reométer kifejlesztése (1. ábra). A továbbiakban ennek a megoldásnak következményeit és előnyeit mutatjuk be.

## Az ikerfuratos megoldás

A többfuratos reométer a Bagley-korrekció egyszerű végrehajtását teszi lehetővé. Ugyanis a vizsgálat többszöri megismétlése helyett olyan reométert használnak, amelynek szerszámjain különböző hossz/átmérő (L/D) viszonyszámú (D = állandó mellett) furatok vannak. A furatok száma legalább kettő kell legyen; ez gyakran elegendőnek bizonyult (2. ábra).

\*Ceast Sp.A.



2. ábra. A Bagley-korrekcióhoz alkalmazott folyásgörbék

E célból a kapilláris reométert csatornánként egy-egy nyomásérzékelővel fel kell szerelni. Ezek mérésstartománya lehet azonos – és ez a leggyakoribb –, de különbözőhetnek is alkalmazkodva a polimerok nagyon különböző jellemzőihez.

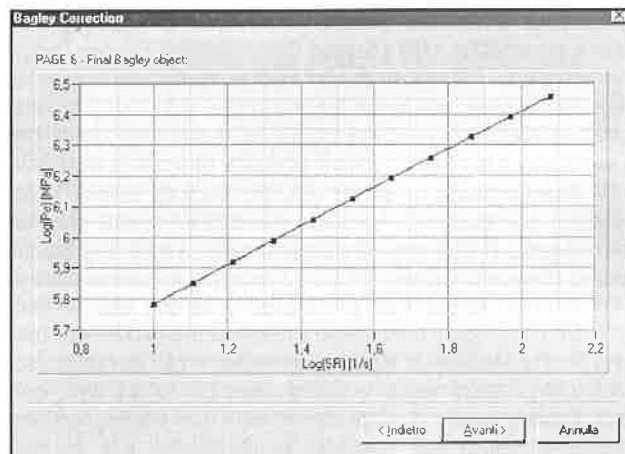
Azonos polimerok vizsgálatok a két szerszám, különböző L/D viszonyszámú furataiban áramló polimerömlédek nyírássebessége szigorúan azonos; viszont a nyomása különböző, mivel a szerszámok áramlási ellenállása különböző: a hosszabb furatban (azonos átmérő mellett) nagyobb a nyomás, mint a rövidebben.

Az azonos nyírássebességnél mért nyírófeszültségek különbségéből – a szabványos eljárást alkalmazva – a készülék számítógépe automatikusan kiszámolja a Bagley-korrekciót.

Így az ikerfuratos reométerrel felvett reológiai görbék már megtestesítik mind a Bagley-, mind a Rabinowitsch-korrekciót. Ez utóbbi a  $\lg(\text{nyírófeszültség})-\lg(\text{nyírássebesség})$  görbe meredekségéből a szokott módon számítható.

Az azonos anyaggal, azonos feltételekkel elvégzett vizsgálatok alapján lehet a legpontosabban becsülni a Bagley-korrekciót.

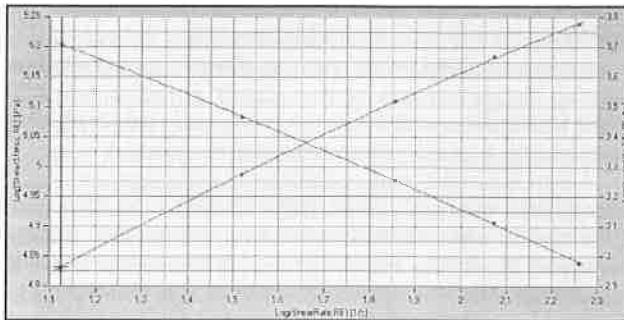
Egy másik figyelemre méltó lehetőség az, hogy a vizsgált polimerre az adott geometriában érvényes *Bagley-nyomás-nyírássebesség függvényét* is könnyen és következetesen megkaphatjuk (3. ábra). Ez járulékos információt ad az olvadék rugalmas tulajdonságairól, és lehetővé teszi ezen – a műszaki irodalomban nem kellő részletességgel tárgyalt – jellemzőnek a további tanulmányozását.



3. ábra. A Bagley-nyomás változása a nyírássebesség függvényében (a Rheologic 5000-twin szoftverje ezt Bagley Object-nek nevezi)

A Bagley-adat a vizsgált polimer minőségi mutatója is, azaz használatát – a vizsgálati idő növelése nélkül – kiterjeszthetjük a minőség-ellenőrzés területére is. Más szavakkal, az új fejlesztésű készüléket javasoljuk az eddig fárasztó és kényes feladat megoldására is.

A 4. ábra egy HDPE mintán mért valós értékek diagramját mutatja.



4. ábra. Példa a Bagley és Rabinowitsch szerint korrigált, valós folyás-görbére (a valós viszkozitás, illetve a valós nyírófeszültség [jobbra emelkedő] a nyírássebesség függvényében).

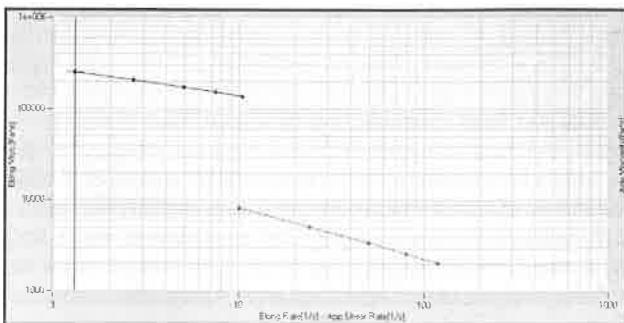
Az új készülékben egyidejűleg két különböző mintát is vizsgálhatunk, mégpedig szigorúan azonos feltételek mellett. Ez különösen méltányolható előny a különböző tételek vagy konkurens anyagok összehasonlításakor. Vagyis, az ikerfuratos készülék előnyösen alkalmazható mind a beérkező, mind a kimenő anyagok minőség-ellenőrzéséhez, illetve az anyagfejlesztési cél konkurens anyaghoz viszonyított ellenőrzéséhez.

A fal menti csúszás kimutatására is igazoltnan jól használható az új készülék. A polimer adalék- vagy kenőanyag-tartalma növeli a fal menti csúszást, de pigmentezett polimer esetén a csúszás váratlanul is fel-lephet. A csúszás mértéke a túl sok adalékra utaló jelzés is lehet. Az adalék mennyiségének megfelelő szintre csökkentésével javul az anyag feldolgozhatósága és csökken a feldolgozás költsége is. Ugyanis tény, hogy a túl sok adalék rontja az extrudált anyag teljesítő képességét, illetve az adalékfelesleg lerakódik a szerszám nyílásában.

A fal menti csúszás vizsgálatát az említett hatások észlelése miatt végzik. A vizsgálat során az ikerfuratos kapilláris reométer szerszámaiban a kapillárisok D átmérője különböző, de a hosszuk azonos (ellentétben a Bagley-vizsgálattal), és méri a szállítóteljesítményt a D függvényében. Ebből a megcsúszás sebessége meghatározható.

Visszatérve a Bagley-korrekciónak, az ikerfuratos készülék az egyfuratoshoz viszonyítva a válasz minőségét optimalizálja azáltal, hogy a korrekciónak szükséges vizsgálatok egyidejűleg azonos anyagon és azonos feltételek mellett futnak.

Végül, az ikerfuratos reométerrel a húzási viszkozitás, azaz a húzófeszültség hatása alatt mérhető viszkozitás is könnyen kiértékelhető, mégpedig Cogswell évekkel ezelőtt javasolt módszerével, amelyhez szükséges alapadat a Bagley-nyomás. Ezt az egyszerű számítást a készülék számítógépe automatikusan elvégezheti. Az 5. ábra a húzási viszkozitást a nyúlássebesség függvényében mutatja összehasonlítva az erre alapozottan meghatározott látszólagos nyírési viszkozitás-látszólagos nyírássebesség függvényével (felső görbe).



5. ábra. A húzási és a nyírési viszkozitás

A húzási viszkozitás ismeretének alapvető szerepe van mindazon feldolgozási technológiákban, amelyekben a polimerömladék húzásra is igénybe van véve. Az ilyen technológiák között említhetjük a fóliagyártást (mind az öntött, mind a fűjt változatát) és a fröccsöntést, ahol a húzófeszültségek a nyírófeszültségeknél még nagyobbak is lehetnek. De mondhatjuk, hogy gyakorlatilag valamennyi feldolgozási technológia során a nyúlási mezők jelen vannak a termékben, még ha nem olyan jelentősen, mint az említettekénél. Az egyszerűen és olcsón felvehető húzási viszkozitás görbék ismerete új utakat nyithat a feldolgozás irányításához. E tekintetben mondhatjuk, hogy ezzel a módszerrel – még ha tudományos szempontból nem is a legjobb – a nyúlásról szereshető információ biztosan a legjelentősebb a műanyag-feldolgozás számára, mivel ehhez a valós feldolgozáshoz nagyon közelálló feltételek mellett jutottunk.

## Következtetések

Láthatjuk, hogy az ikerfuratos geometria gyakorlati megoldást ad az ún. belépési vagy Bagley-hatás korrigálására, mégpedig a lehető legpontosabban, mivel az ehhez szükséges vizsgálat azonos anyaghalmozaton és azonos feltételek mellett zajlik. Ez alkalmazható az azonos minőségű, de különböző adagból vagy a konkurens anyagból származó minták összehasonlítására is.

Az ikerfuratos készülék használata további előnyöket is kínál, főleg a minőség-ellenőrzés terén.

De más fejlesztésekhez is felhasználható az új kapilláris készülék. Ezek közül a fal menti csúszás és a húzási viszkozitás meghatározásának lehetőségére hívjuk fel a figyelmet. Mindkettő értékes jellemző számom műanyag-feldolgozási technológia ellenőrzéséhez.

## A Ceast Rheologic 5000-twin ikerfuratos készülék műszaki jellemzői

Terhelő erő: max. 50 kN

A dugattyú sebesség-tartománya: 0,01 – 1000 mm/min

A dugattyú átmérője/lökete: 9,5; 12; 15; 20 mm/290 mm

A könnyen cserélhető folyató szerszámokban a kapilláris jellemzői, azaz a D furatátmérő- és az L furathossz-tartomány:  $\varnothing$  0,25 – 2 mm és 0,5 – 40 mm; L/D = max. 160 (!)

A vizsgálat hőmérséklet-tartománya: 50 – 400 °C

A készülék számítógépe a VisualRHEO 0710.414 szoftverrel vezérli és kiértékeli a vizsgálatot, és grafikus megjeleníti a vizsgálati program szerint automatikusan korrigált valós idejű reológiai függvényeket.

A vizsgálat végezhető állandó dugattyú-sebességgel vagy állandó nyírássebességgel. A készülék teljesíti az ISO 11443, az ASTM D 3835 és a DIN 54811 szabványokban előírt feltételek.




### VIZSGÁLÓBERENDEZÉSEK

a műanyagok mechanikai és fizikai jellemzőinek a meghatározásához:

- minta-előkészítő kisgépek
- ingás és ejtősúlyos ütőművek (igény szerint felszerszámozva és műszerezve)
- folyásindex-mérők, reométerek
- HDT- és Vicat-hőmérsékletmérők
- berendezések a villamos, a tűz- és hőállósági jellemzők méréséhez






**a TESTOR Kft.-től**