

# A hőre lágyuló polimerek folyási mutatószámának (MFI) mérésére alkalmas kapilláris plasztométer tervezése és kivitelezése

## Design and implementation of a laboratory melt-flow indexer

**BALIKA Róbert-Márton**

br6518@gmail.com

S.C. Elplast S.R.L.,  
520037 Sfântu Gheorghe / Sepsiszentgyörgy,  
Forrás utca 6B.,  
+40 745 050 257, +40 267 317 203, elplast.ro

*Vezető tanára: Dr. GERGELY Attila-Levent*

### Kivonat

*A dolgozat célja egy, a hőre lágyuló polimerek folyási mutatószámának (Melt-Flow Index, MFI) meghatározására alkalmas laboratóriumi kapilláris plasztométer tervezése és kivitelezése. A tervezett berendezés a Sapientia EMTE, Marosvásárhelyi Karának Gépészmérnöki Tanszékéhez tartozó Polimertechnológia laboratórium számára készül. A tervezés és megépítés során az ISO 1133-1 (2011) szabvány alapján felállított kritériumrendszer és a költséghatékony kivitelezés a fő szempontok. A szabvány követése a tervezés során lehetőséget ad az elkészült berendezés és az iparban használt MFI mérő berendezések összehasonlítására.*

**Kulcsszavak:** polimer, polimerek tesztelése, viszkozitás, kapilláris plasztométer, folyási mutatószám

## 1. A HŐRE LÁGYULÓ POLIMEREK

A polimer anyagok a makromolekulák összesége. A makromolekula ismétlődő és azonos szerkezetű egységekből felépülő molekula mely molekulatömege általában nagyobb, mint 5000 Da. A makromolekulákat felépítő ismétlődő egységek kiindulási anyaga a monomer. [1]

A polimerek kétféleképpen lehetnek:

- természetes polimerek (cellulóz, fehérjék, természetes gyanták);
- szintetikus polimerek (elasztomerek, műanyagok, térhálós gyanták).

A polimer önmagában még nem műanyag, a polimerizáció utolsó lépéseként a polimerhez adalékokat vagy társító anyagokat adnak hozzá, ezért a polimer összetétele, tulajdonságai és szerkezete is megváltozik. Az adalékokkal ellátott polimereket nevezik műanyagoknak. [1]

A hőre lágyuló polimerek és műanyagok kétféle anyagszerkezettel rendelkeznek:

- amorf anyagszerkezet: rendezetlen szerkezet;
- kristályos anyagszerkezet: rendezett szerkezet;

A kristályos anyagszerkezet a műanyagok esetében azonban sosem teljesen kristályos, hanem csak egy bizonyos százalékig, ez adja az anyagszerkezet rendezettségének fokát, amit kristályosság foknak is neveznek.

Az amorf anyagszerkezetű polimerek tulajdonságaira jellemző az üvegesedési hőmérséklet, míg a kristályos anyagszerkezetű polimerekre az olvadási hőmérséklet a jellemző. A részlegesen kristályos polimerek rendelkeznek úgy üvegesedési hőmérséklettel, mint olvadási hőmérséklettel. A hőre lágyuló műanyagok esetében az üvegesedési hőmérséklet és/vagy az olvadási hőmérséklet szobahőmérséklet felett van, ez a hőmérséklet határozza meg a műanyag alkalmazhatóságának felső határát. Ha az amorf polimerek üvegesedési hőmérséklete szobahőmérséklet alatt van akkor szobahőmérsékleten az anyag erő hatására deformálódik, azonban az erőhatás megszűnése után visszanyeri eredeti alakját, ezek az elasztomerek és a gumik (térhálósított elasztomerek). A polimer molekula hajlékonysága az a tulajdonság, amely a legjobban befolyásolja a fizikai állapotot és az üvegesedési hőmérsékletet. [1]

## 1.1. A hőre lágyuló polimerek viszkozitása

A hőre lágyuló műanyagok feldolgozása legnagyobb mennyiségben ömledékállapotban történik. Az ilyen típusú feldolgozásra jellemző a nagyon nagy termelékenység és a kis mennyiségben előforduló gyártás során képződő hulladék. A feldolgozás történhet még nagyon rugalmas állapotban, amit termoformázásnak neveznek vagy szilárd állapotban, ami a mechanikai megmunkálás. A legelterjedtebb megmunkálási technológiák pedig a következők:

- extrúzió
- fröccsöntés
- extrúziós fúvás
- fröccsfúvás
- rotációs öntés
- kalanderezés

A polimer ömledék viselkedését a struktúrviszkózus modell írja le a legpontosabban. Az ömledék állapotú polimer folyásgörbéje a következőképpen képzelhető el ezen modell értelmében: extrém kis terhelés és extrém magas terhelés esetén newtoni folyadékként viselkedik, míg abban a tartományban, amelyben általában feldolgozzák egy hatványfüggvény írja le. Az ismert folyásgörbe alapján felírható a polimer ömledék viszkozitásgörbéje is.[2] A folyási mutatószám (Melt Flow-Index, MFI) a polimer ömledék folyóképességét jellemzi konstans hőmérséklet és konstans terhelés mellett. A mérés során a folyás sebességét a kapillárison tíz perc alatt átfolyó anyagmennyiség tömege vagy a dugattyú mért elmozdulása adja meg. A folyóképesség pedig szorosan összefügg a vizsgált polimer átlagos molekulatömegével is, tehát az MFI a molekulatömeget is jellemzi. Minél nagyobb átlagos molekulatömegű a vizsgált polimer, annál nagyobb lesz a viszkozitása és így kisebb lesz a mért MFI érték. [3]

A gyárak és a laboratóriumok számára a folyóképesség vizsgálatának a legegyszerűbb, legköltséghatékonyabb és időben is a legkedvezőbb módja az MFI mérése, ezért majdnem minden műanyag megmunkálással foglalkozó gyárban és laboratóriumban megtalálható. A folyási mutatószám által nyújtott információ általában elegendőnek bizonyul ahhoz, hogy a megfelelő megmunkálási paramétereket meg tudják határozni a gyártástechnológusok.

## 1.2. Az MFI mérése, mérés előkészítése, menete és kiértékelése

Az MFI mérés során, adott hőmérséklet és adott terhelés mellett, a kapillárison keresztül 10 perc alatt kiáramló polimer ömledék tömegét mérik meg. A megmért polimer minta tömegét grammban kell megadni, tehát az MFI mértékegysége g/10 perc.

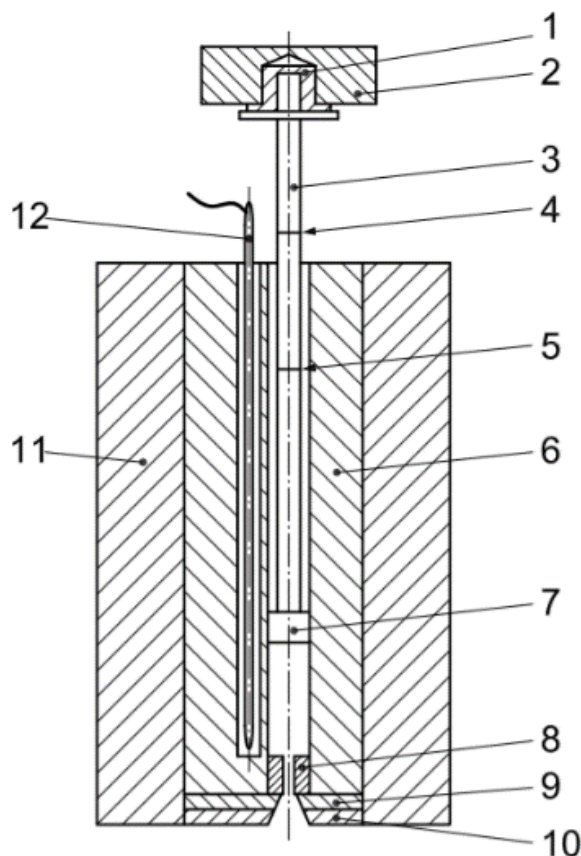
Az MFI mellett létezik még MVI (Melt Volume Index) ami a térfogatra vonatkoztatott folyási mutatószám, ennek mértékegysége a  $\text{cm}^3/10$  perc.

A hengerbe töltött és folyékony ömledék állapotba felmelegített polimert a dugattyú fej a rá szerelt terhelés hatására kinyomja a kis átmérőjű kapillárison. A henger fűtése fűtőelemmel biztosítható és a kívánt hőmérséklet beállításáról egy hőmérséklet szenzor és a hengeren található szigetelés gondoskodik. A terhelésnek cserélhetőnek kell lenni, mivel polimer típusonként változik a terhelés nagysága. A henger fűtéséhez szükséges hőmérséklet és a használandó terhelés változik a műanyag típusától függően. A vizsgálandó műanyag szabványa pontosan meghatározza, hogy milyen hőmérséklet és terhelés mellett kell a méréseket elvégezni.

Az [4] két mérési módszert ír elő, „A” és „B” metódus szerint. A hőmérsékletre és nedvességre érzékeny polimerek esetén pedig az ISO 1133-2:2011 szabvány által előírt kritériumrendszert kell alkalmazni.

Az „A” mérési módszer alkalmazása során az elkészült polimer minták átlagtömege alapján kerül kiszámításra az MFI értéke. A „B” mérési módszer esetében azonban az alábbi két lehetőség közül valamelyiket kell mérni:

- a dugattyú által megtett távolság egy előre meghatározott időintervallum alatt
- a dugattyú által, előre meghatározott, távolság megtételéhez szükséges idő



1. ábra

*A kapilláris plasztométer elvi rajza [4]*

- 1.,10.,11 - hőszigetelés; 2. - eltávolítható súly; 3. - dugattyú szára;  
 4. - felső referencia vonal; 5. - alsó referencia vonal; 6. - fűtött henger;  
 7. - dugattyú fej; 8. - kapilláris; 9. - kapillárstartó lap;  
 12. - hőmérséklet szenzor.

Az „A” mérési módszer: A polimer granulátum hengerbe történő elhelyezése során a granulátum szemek között található levegőt ki kell préselni onnan, mert a melegítés közben a polimer szemek közé szorult levegő miatt kialakuló légbuborékok hibás mérést eredményezhetnek, főleg oxidációra érzékeny polimerek esetében. A henger előmelegítése átlagosan 5 percet tart. Az előmelegítési idő kisebb olyan polimerek esetében melyek könnyen degradálódnak hőmérséklet hatására és nagyobb azon polimerek esetében melyek magas olvadási vagy magas üvegesedési hőmérséklettel rendelkeznek. A dugattyú szarán található két jelzés, az alsó és felső referencia vonal. A mérés akkor veszi kezdetét mikor az alsó referencia vonal eléri a henger felső peremét, az előmelegítés során a kapillárison át távozó polimert ebben a pillanatban le kell vágni és ettől a pillanattól kezdődik a tényleges mérés. A két vágás közötti időt úgy kell megválasztani, hogy a minta hossza 10-20 mm között legyen. A mérés akkor ér véget mikor az dugattyú szarán található felső referencia vonal eléri a henger felső peremét. Azok a minták nem elfogadhatóak melyek levegő buborékot tartalmaznak. A minták egyesével történő megmérése után ezek átlagos tömegét kell meghatározni. A kapott eredmény akkor reprezentatív, ha a legnagyobb és legkisebb minta tömege közötti különbség nem nagyobb, mint az átlag tömeg 15%-a, ha ez nem teljesül akkor a teljes mérést meg kell ismételni. Az előmelegítés és az utolsó mintavételezés között nem telhet el több mint 25 perc, ha a vizsgálni kívánt polimer tulajdonságai indokolják vagy degradálódnak hőmérséklet hatására, akkor ezt az időt lehető legkisebbre kell redukálni. Ezt a módszert akkor célszerű használni, ha 240 s-os vágási időintervallumban a minta tömege nagyobb mint 0,04 g, ha ez nem teljesül akkor a „B” metódus szerinti mérést kell alkalmazni. [4]

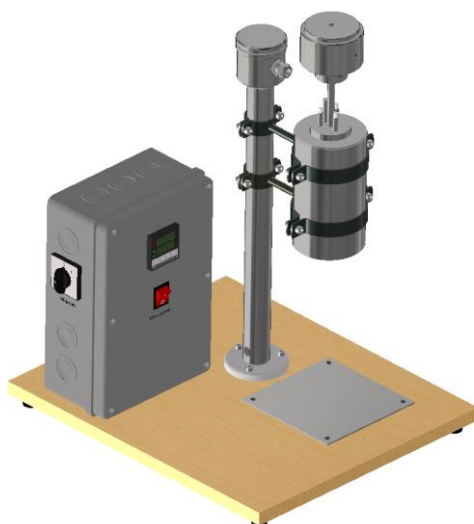
Az „A” módszer szerint a mérés eredményét a levágott minta tömege adja meg: [4]

$$MFI = \frac{600 \cdot m}{t} \quad (1)$$

m – a levágott minták tömegének átlaga grammban kifejezve  
t – a két minta levágása között eltelt idő másodpercben kifejezve  
600 – átváltást segítő érték g/s-ból g/10 percbe (600 s)

## 2. A TERVEZETT KAPILLÁRIS PLASZTOMÉTER

A tervezett kapilláris plasztométer az ISO 1133-1:2011 szabvány által előírt kritériumrendszer minél pontosabb betartásával készült. A szabvány által előírtaktól bizonyos esetben eltérések történtek, az eszközölt eltérések a költséghatékonyság nevében történtek, illetve és bizonyos megmunkálási műveletek nehéz megvalósíthatósága végett. A tervezett berendezés Autodesk Inventor 2021-ben elkészített 3D modellje a 2. ábrán látható.



2. ábra. A tervezett kapilláris plasztométer 3D modellje



3. ábra. A megvalósított kapilláris plasztométer

A berendezés kritikus alkatrészei (dugattyú, fűtött henger, kapilláris) X5CrNi18-10 (AISI 304) rozsdamentes acélból készültek, ez az anyag jó sav- és korrózió álló, viszont kevésbé jó hővezető tulajdonságokkal rendelkezik. A dugattyúfej, a kapilláris és a fűtött henger központi átmenő furatának paraméterei (méretek, tűrései, felületi érdességek) csak megközelítik a szabvány által előírtakat, mert a pontos előírások megvalósítása nagyon költséges lett volna.



4. ábra. A megvalósított fűtött henger

A fűtött henger külső átmérője  $\varnothing 50$  mm és magassága 150 mm. A henger alján található 4 darab M5-ös menettel ellátott furat, amelyek egy  $\varnothing 40$  mm-es furatkörön helyezkednek egymástól  $90^\circ$ -os osztással. A négy menetelt furat segítségével valósítható meg a kapillárstartó lapnak a fűtött hengerhez csavarkötéssel történő rögzítése. A henger tetején található négy furat. A 4 furatból 3 darab  $\varnothing 6.5H7$  átmérővel és 142 mm-es mélységgel készült. A 4. furat lépcsőzetes kialakítású, 30 mm mélységig  $\varnothing 10$ -es átmérőjű és 30 mm mélységtől 142 mm-es mélységig pedig  $\varnothing 6H7$  átmérőjű a furat. A 4. furat lépcsőzetes kialakítását a hőmérséklet szenzor alakja indokolja. A három egyforma furat egy  $\varnothing 25$ -ös furatkörön helyezkedik el,  $120^\circ$ -os osztásban. Ebbe a három furatba került a 3 fűtőpatron. A 4. furat ugyanazon a furatkörön található  $60^\circ$ -os osztásra az egyik fűtőpatron furatától, ez a furat a hőmérséklet szenzor furata. A központi átmenő furat átmérője  $\varnothing 9.55$  mm. Ebbe a furatba kerül a kapilláris és a polimer granulátum.



5. ábra. A megvalósított dugattyú

A dugattyú teljes hossza 255 mm. A terhelő testeket tartó váll átmérője  $\varnothing 15$  mm és vastagsága 5 mm. A váll alatti rész vastagsága  $\varnothing 8.8$  mm. A dugattyú fejének átmérője  $\varnothing 9.47$ , míg hossza 6.35 mm. A dugattyú szárára elhelyezett két referenciavonalat egy-egy 0.2 mm mélységű és 0.5 mm vastagságú beszúrással testesíti meg és a szabvány által meghatározott módon került elhelyezésre. A váll feletti rész átmérője  $\varnothing 8$  mm. A dugattyú a könnyebb megmunkálhatóság érdekében két különálló alkatrészként készült el. A dugattyú felső részén található egy M6-os menettel ellátott rész, míg az alsó részben pedig található egy M6-os menetelt furat. A két külön álló rész pedig összecsavarható. A dugattyún található alsó és felső referenciavonal között a távolság  $30 \pm 0.2$  mm. A felső referenciavonal a fűtött henger felső lapjával kerül egy vonalba, amikor a dugattyúfej alja és a standard kapilláris teteje között a távolság 20 mm.

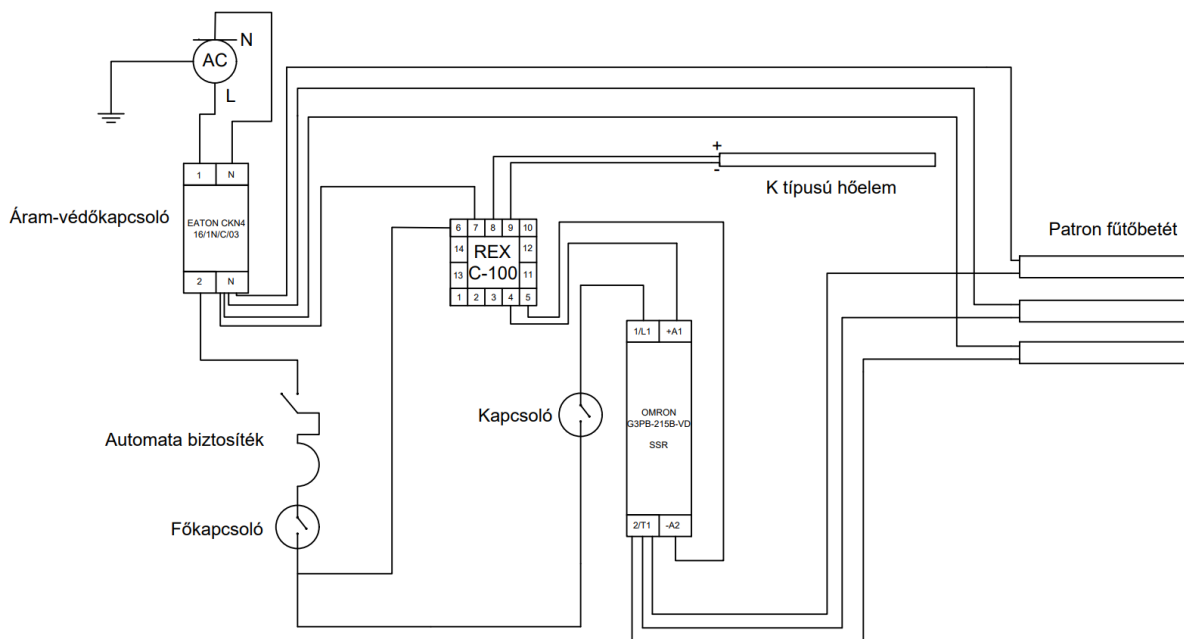
A kapilláris külső átmérője  $\varnothing 9.55$  mm, belső átmérője  $\varnothing 2.1$  mm és hossza 8 mm. A külső átmérő úgy lett kialakítva, hogy a fűtött henger központi furatába pontosan illeszkedjen. A kapilláris nem szorulhat, mivel tisztítás miatt könnyen eltávolíthatónak kell lenni-e. A nagyon pontos illesztésre azért van szükség, hogy mérés közben a polimer ömledék ne tudjon a kapilláris és a fűtött henger fala közé bekerülni.



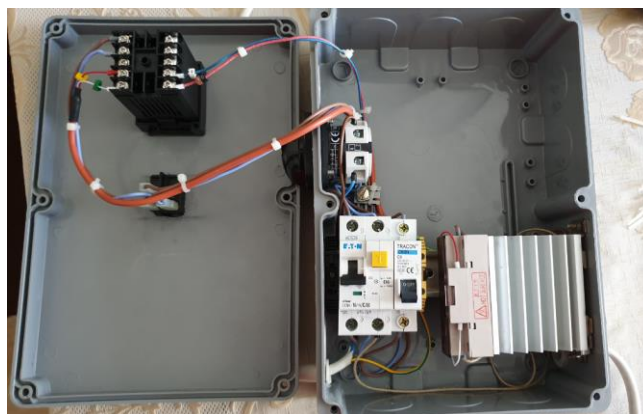
6. ábra. A megvalósított dugattyú

A fűtőpatronok a hengert teljes hosszában melegítik. A fűtőbetét hossza 160 mm és átmérője  $\varnothing 6.5$  mm.

A hőmérséklet szabályozását egy PID elven működő REX C-100 típusú hőmérsékletszabályozó valósítja meg. Az alkalmazott hőmérséklet szenzor pedig egy K típusú hőelem. A mérési pontosság  $-40^{\circ}\text{C} - +375^{\circ}\text{C}$  között  $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ , míg  $375^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$  között  $\pm 0.004$  szorozva a mért hőmérséklettel. A megfelelő hőszigetelés érdekében a fűtött hengert kerámiaszálas paplan veszi körbe. A 7. ábrán látható a fűtés és a hőmérsékletszabályozás áramkörének a kapcsolási rajza:



7. ábra. A tervezett berendezés kapcsolási rajza



8. ábra. A vezérlődoboz belseje

A fűtőpatronok és a szabályozó között egy OMRON G3PB-215B-VD típusú SSR (Solid State Relay) relé található. Az SSR relére azért van szükség, mert a szabályozóba beépített relé maximálisan 3A áramerősséget képes átterjeszteni, a 3 fűtőpatron pedig 2.6A áramerősséget vesz fel. A felhasznált SSR relé maximum 15A áramerősséget tud átterjeszteni, ami sokkal biztonságosabb, csökkenti a kiégés veszélyét. A vezérlőt ezért kis feszültségű jel kibocsájtására alkalmas üzemmódban használjuk és a kiadott jel az SSR relét vezérli, amely a jel hatására a fűtőpatronokat a hálózati feszültségre kapcsolja. A relé hálózati táplálása és a hálózat között egy KCD4 típusú kapcsoló található. A kapcsoló szerepe, hogy a fűtés bármikor megállítható vagy elindítható legyen, a relé hálózatról történő leválasztása és visszakapcsolása által. A szálak elvezetése a vezérlődobozig a tartóoszlop belső részében történik, így azok nem akadályozzák a dugattyút mérés közben. Az áramkör tartalmaz egy áram védőkapcsolót, aminek az a szerepe, hogy lekapcsolja az áramkört földzárlat esetén vagy olyankor amikor egy személy megérinti az egyik hálózati feszültség alatt álló alkatrészt.

## 2.1. Mérési eredmények

A megvalósított kapilláris plasztométerrel az „A” módszer alapján történtek a mérések. Az elvégzett mérések célja, hogy a kapott eredmények által megközelíthető legyen a tervezett kapilláris plasztométer pontossága. A mérésekhez felhasznált polimer előzetesen már tesztelésre került, így ismert annak MFI értéke, de hitelesítéshez nem megfelelő, mivel nem ismertek a mérési körülmények, csak a paraméterek egy része. A berendezés hitelesítése a későbbiekben fog megtörténni. A hitelesítés úgy fog megvalósulni, hogy egy már hitelesített berendezés társaságában mérések kerülnek elvégzésre ugyan olyan körülmények között ugyanazon ember által, így jobban megközelíthető a berendezés valós pontossága. A laboratóriumban meghatározott MFI érték 12.9 g/10 perc, a mérés az ISO 1133-as szabvány alapján történt 230 °C-on és 2.16 kg-os összterheléssel. A vizsgált polimer a Borealis MSC64T20-9502 propilén kopolimer.

A polipropilén alacsony sűrűségű, nagy keménységű, nagy merevségű, nagy kopásállóság, vegyszerállóság és jó ütésállóság jellemzi. [5]

A mérési eredmények táblázata

1.táblázat

| 1. mérés   |                 |         |         |         |         |
|------------|-----------------|---------|---------|---------|---------|
| Sorszám    | 1.              | 2.      | 3.      | 4.      | 5.      |
| Mért tömeg | 0.341 g         | 0.358 g | 0.387 g | 0.383 g | 0.383 g |
| Átlagtömeg | 0.3704 g        |         |         |         |         |
| MFI érték  | 7.408 g/10 perc |         |         |         |         |
| 2. mérés   |                 |         |         |         |         |
| Sorszám    | 1.              | 2.      | 3.      | 4.      | 5.      |
| Mért tömeg | 0.362 g         | 0.341 g | 0.343 g | 0.407 g | 0.341 g |
| Átlagtömeg | 0.3588 g        |         |         |         |         |
| MFI érték  | 7.176 g/10 perc |         |         |         |         |
| 3. mérés   |                 |         |         |         |         |
| Sorszám    | 1.              | 2.      | 3.      | 4.      | 5.      |
| Mért tömeg | 0.362 g         | 0.350 g | 0.326 g | 0.363 g | 0.399 g |
| Átlagtömeg | 0.36 g          |         |         |         |         |
| MFI érték  | 7.2 g/10 perc   |         |         |         |         |

A mérés során 5 g granulátum került a fűtött hengerbe. Az előmelegítési idő 5 perc volt, míg a mérési hőmérséklet 230 °C és az alkalmazott összerhelés 2.16 kg volt. A két vágás között eltelt idő 30 másodperc volt. A három mérés ugyanazokkal a mérési paraméterekkel történt. A 30 másodperces vágási idő úgy lett megválasztva, hogy a mérés ideje alatt legalább öt minta elkészüljön. Az MFI értékének kiszámítása az (1) képlet alapján történt.

A megvalósított berendezés pontosságát befolyásoló lehetséges tényezők:

- a kritikus alkatrészek (fűtött henger, dugattyú, kapilláris) anyaga és megmunkálása,
- a henger fűtésének, szabványban ajánlottól eltérő, költséghatékony megvalósítása,
- a henger hőmérséklet szabályozásának és ellenőrzésének, szabványban ajánlottól eltérő, költséghatékony megvalósítása,
- a minták tömegének meghatározására felhasznált mérleg pontossága.



9. ábra. A második mérés során készült minták.

### 3. KÖVETKEZTETÉSEK

A kapilláris plaztométer tervezése és megépítése sikeresnek bizonyult. A teszt mérések során semmilyen konstrukciós probléma nem jelentkezett. A szabványtól történő eltérések miatt azonban a mérési pontossága nem vetekedik egy ipari berendezéssel. Olyan laboratóriumokban vagy környezetben, ahol, nincs lehetőség ipari géppel történő mérésre, a tervezett berendezés által szolgáltatott eredmények egy jó kiindulópontként szolgálhatnak a folyási tulajdonságok meghatározásának érdekében. A berendezés didaktikai célokra is kiválóan alkalmazható. A berendezés pontossága fejlesztések alkalmazásával javítható. A hőmérséklet több ponton történő mérése és szabályozása nagyban javíthatja a pontosságot. A tervezett kapilláris plaztométer teljesen kézi üzemeltetésű, fejlesztési lehetőségként megemlíthető a mérés során elvégzendő feladatok automatizálása. Automatizálható műveletként megemlíthető a minta vágása, az automatikus granulátum adagolás a mérés kezdetén. A dugattyú kézzel pakolható terhelő teste kiválthatóak állítható terhelést biztosító pneumatikus vagy hidraulikus rendszerrel. További fejlesztési lehetőségként megemlíthető még a polimer ömledékek tulajdonságainak további vizsgálatait elősegítő rendszerek implementálása: olvadék sűrűségének mérése, töltőanyag mennyiségének mérése, hőstabilitás vizsgálata.

### IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Pukánszky, B., Móczó, J. *Műanyagok*, Typotex Kiadó, Budapest, **2011**.
- [2] Czvikovszky, T., Nagy, P., Gaál, J. *A polimertechnika alapjai*, Műegyetemi Kiadó, Budapest, **2000**.
- [3] Csutorka, L. *A folyásindex (MFI) nemcsak az ömledék tulajdonságainak mérőszáma*. 1. rész, Műanyagipari szemle **2014/3** szám., Quattroplast kft.
- [4] ISO 1133-1:2011 *Plastics - Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics - Part 1: Standard method*
- [5] A polipropilén tulajdonságai.

[https://mol.hu/images/mol\\_hu/pdf/vallalati\\_ugyfelek/polimer-termekek/termekek/pp-polipropilenek/termekatalogus\\_pp\\_2018.pdf](https://mol.hu/images/mol_hu/pdf/vallalati_ugyfelek/polimer-termekek/termekek/pp-polipropilenek/termekatalogus_pp_2018.pdf)