

Hőre lágyuló polimerek folyási mutatószámának (MFI) mérésére alkalmas kapilláris plasztométer tervezése és kivitelezése

Design and Implementation of a Laboratory Melt-Flow Indexer

BALIKA Róbert-Márton¹, dr. GERGELY Attila-Levente² egyetemi adjunktus

¹Gépészmérnöki szak, IV. év, Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhelyi Kar, Sapientia EMTE

²Gépészmérnöki Tanszék, Marosvásárhelyi Kar, Sapientia EMTE

Marosvásárhely/Koronka, 1C., Tel: +40 265 206 210, fax: +40 265 206 211,

Postacím: 540485 Târgu-Mureş, O.p. 9, C.p. 4, ms.sapientia.ro

E-mail: agergely@ms.sapientia.ro

Abstract

The main objective of this work was the design and implementation of a Melt-Flow Indexer in order to measure the Melt-Flow Index (MFI) of thermoplastic polymeric materials. The instrument will be used in the Polymer technology laboratory of the Sapientia University for teaching purposes. The main design criteria were to follow the corresponding standard, ISO 1133-1 from 2011, and to keep a budget friendly approach. In this way the realized MFI instrument can produce measurements that can be compared to measurement collected from industrial MFI instruments.

Keywords: polymer, polymer testing, viscosity, extrusion plastometer, melt-flow index

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 összessége. 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 kristályossági foknak is neveznek.

Az amorf anyagszerkezetű polimerek tulajdonságaira jellemző az üvegesedési hőmérséklet, míg a kristályos anyagszerkezetű polimerek tulajdonságaira az olvadási hőmérséklet a jellemző. A kristályos anyagszerkezetű polimerek is rendelkeznek üvegesedési 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:

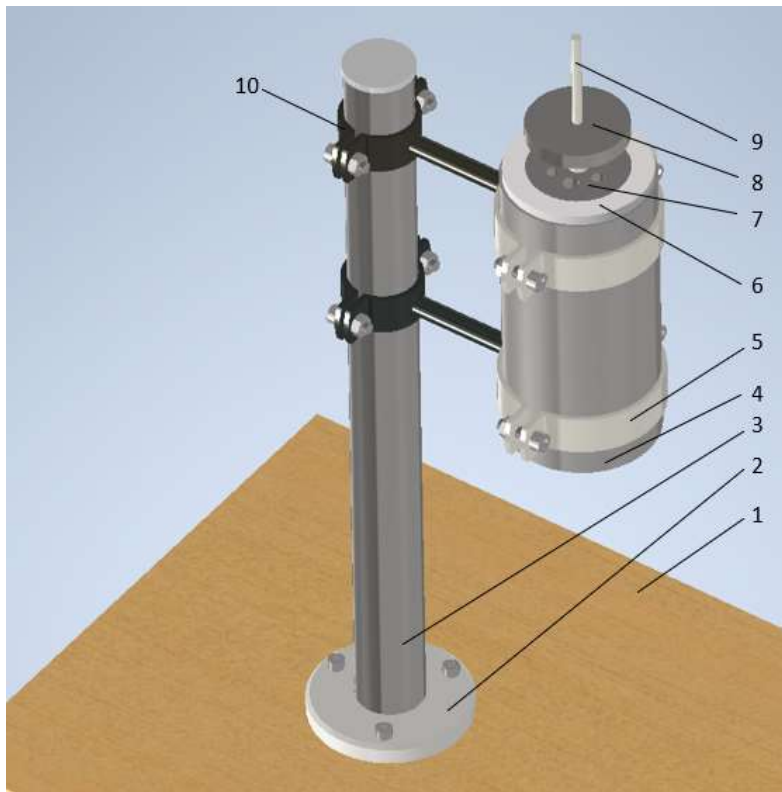
- extrúzió
- fröccsöntés
- extrúziós fúvás
- fröccsfúvás
- rotációs öntés
- kalanderezés

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 adja meg. Az MFI mértékegysége tehát g/10 perc. 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 műanyagok megmunkálásával 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.

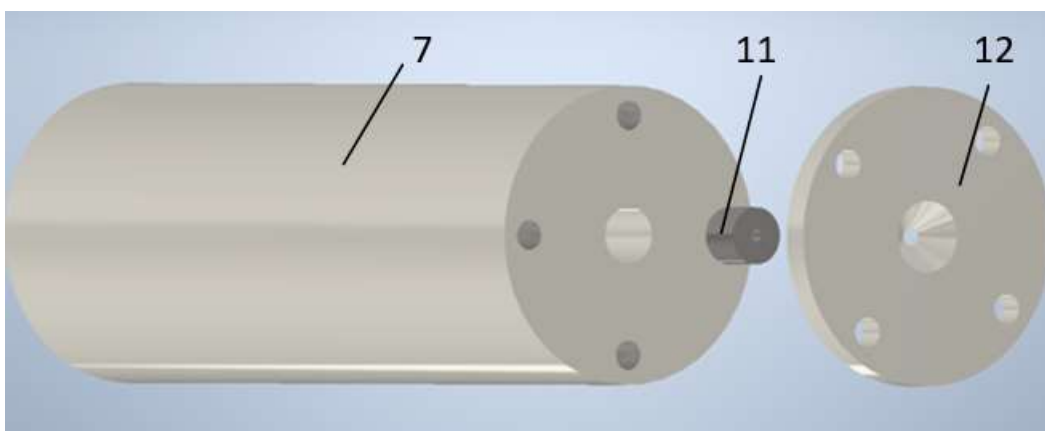
2. A TERVEZETT KAPILLÁRIS PLASZTOMÉTER

Az 1. ábrán látható kapilláris plasztométer tervezése során az ISO 1133-1:2011 [4] szabvány alapján felállított kritériumrendszer figyelembevételére volt a fő szempont, továbbá az egyszerű és biztonságos használat megvalósítása. A tervezett kapilláris plasztométer alkatrészei az elérhető forrásokat és a költséghatékonyt figyelembe véve X5CrNi18-10 (1.4301) rozsdamentes acélból készül a korrozio elkerülése érdekében. A berendezés egyik központi eleme egy 150 mm magas és 50 mm átmérőjű henger (7), ebben a hengerben történik a műanyag granulátum felmelegítése. A henger rendelkezik egy 9.550 ± 0.007 mm átmérőjű átmenő furattal a közepén. A felső palástfelületben koncentrikusan négy furat helyezkedik el. Az egyik furat tartalmazza a hőmérséklet szenzort, a másik három furatban található egyenként 220 W teljesítményű fröccsöntő szerszámok fűtésére használatos patron fűtőbetét. Az alsó palástfelületre csavarral van rögzítve a kapilláristartó lap (12). A kapilláristartó lap (12) szerepe a henger furatában található kapilláris (11) támasztása. A szabványos méretekkel rendelkező, 8 ± 0.025 mm magas és 2.095 mm belső átmérőjű kapillárison (11) keresztül távozik a berendezésből a polimer ömledék. A kapilláristartó lap (12) közepén található furat nagyobb, mint a kapillárison (11) található furat átmérője, a kialakítás azért kúpos, mert a kapillárison (11) keresztül távozó polimer ömledék esetében megfigyelhető a kifolyási duzzadás. A kúpos kialakítás pedig segít elkerülni azt a kellemetlen esetet mikor a forró polimer ömledék a duzzadás miatt hozzáragad a fém felületéhez és ezzel befolyásolva az adott mérés során létrejövő mintát.



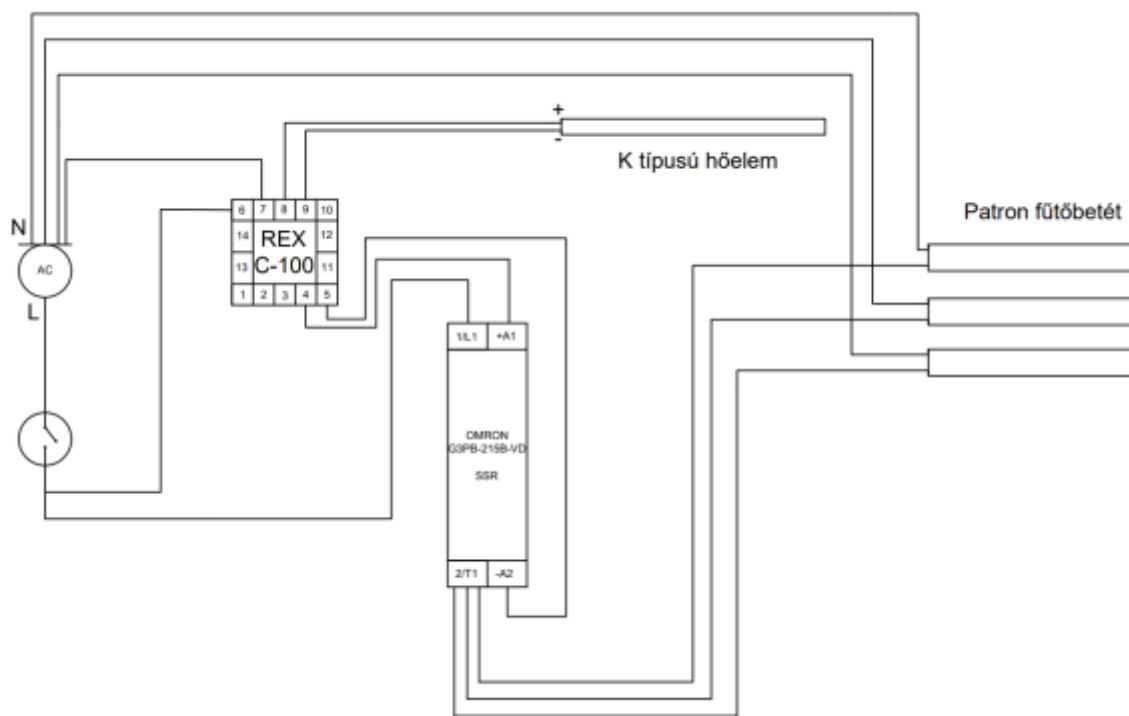
1. ábra. A tervezett kapillaris plaztométer 3D modellje

A hengerbe illeszkedő dugattyúfej (9) átmérője 9.474 ± 0.007 mm és magassága 6.35 ± 0.10 mm. A dugattyú szárára elhelyezhetők a különböző terhelési szinteknek megfelelő súlyok (8). A mérések során minden polimer típushoz a szabvány által előírt terhelés és hőmérséklet tartozik. A hővesztés elkerülése érdekében a fűtött henger (7) kerámia szálás hőszigetelő anyaggal van körbevéve. A fűtött henger (7) egy másik hengerbe (4) van elhelyezve amelynek van egy alja amihez csavarkötéssel van rögzítve. A külső hengerre (4) azért van szükség, hogy a két csőbilincs (5) segítségével a hengert a tartóoszlophoz (3) lehet rögzíteni függőlegesen. A tartóoszlopon (3) és a külső hengeren (4) található csőbilincs (5,10) egy fém rúd segítségével kapcsolódik egymáshoz, mind a két végén hegesztett kötéllel. A tartóoszlop (3) egy 33.7 mm átmérőjű és 3 mm falvastagságú X5CrNi18-10 (1.4301) rozsdamentes acélból készült cső. A tervezés és megvalósítás során szilárdságtani és vége-selemes ellenőrzéseket végeztünk és végzünk az alkatrészek megfelelő teherbírásának és ellenállásának ellenőrzése céljából. A 2. ábrán látható a hengerbe (7) illeszkedő kapillaris (11) és a kapillaris-tartó lap (12).



2. ábra. A fűtött henger, a kapillaris és a kapillaris-tartó lap 3D modellje

A hőmérséklet szabályozás egy REX C-100-as hőmérséklet szabályozóval történik amely egy SSR relén keresztül vezérel a három patron fűtőbetétet. A hőmérséklet szenzor pedig egy K típusú hőelem.



3. ábra. A hőmérsékletszabályozás áramköre

A tervezés és gyártás során egyetlen komoly probléma merül fel, a dugattyúfej és a henger központi átmenő furatának a megvalósítása. Az előírt méretek megvalósítása hagyományos szerszámgépeken nagyon nehéz, viszont szükséges a megfelelő illeszkedés megvalósítása érdekében. Az előírt méretekől történő eltérés mérési hibákat okozhat. A nem megfelelő illeszkedés következménye, hogy a megolvadt polimer ömledék a fűtött henger fala és a dugattyú fej fala között visszafolyhat ami mérés során elfogadhatatlan. A központi furat falának teljesen simának kell lenni, nem tartalmazhat szerszámnyomokat, ezért a szabvány által előírt felületi érdessége $0.25 \mu\text{m}$ aminek a megvalósítása szintén nagyon nehezen kivitelezhető. Mivel ez a rész a kulcsa a mérések pontosságának ezért, minél jobban sikerül megközelíteni az előírt értékeket, úgy javul a mérés pontossága és az elkészített kapilláris plasztométer megbízhatósága.

A tervezett és kivitelezett kapilláris plasztométeren elvégzett mérések összehasonlításra kerülnek egy a kereskedelmi forgalomban is kapható kapilláris plasztométeren elvégzett mérési eredményekkel és a különböző szakirodalmakban közölt eredményekkel. A feldolgozott és összehasonlított mérési eredmények alapján pedig meghatározható, hogy milyen hibahatárral dolgozik a tervezett kapilláris plasztométer.

Az MFI mérés menete röviden: A henger feltöltése 3-8 g granulátummal történik. A henger előmelegítése átlagosan 5 percet tart. A dugattyú szárán található két jelzés, az alsó és felső referencia vonal. A mérés akkor veszi kezdetét mikor az alsó referencia vonal eléri a hengert, 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 közti időt úgy kell megválasztani, hogy a minta hossza 10-20 mm között legyen. A mérés akkor ér véget mikor a dugattyú szára eléri a felső referencia vonalat. Azok a minták nem elfogadhatóak melyek levegő buborékot tartalmaznak. Az előmelegítés és az utolsó mintavételezés között nem telhet el több mint 25 perc, ha a vizsgálni kívánt polimer tulajdonságai indokolják vagy degradálódik hőmérséklet hatására, akkor ezt az időt lehető legkisebbre kell redukálni. A folyási mutatószám meghatározására a szabványban található képlet alkalmazható.[4]

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