

## A műanyag-feldolgozást segítő reométerek

*Tárgyszavak: műanyag-feldolgozás; reométerek; típusok; mérési elv; alkalmazási terület; gyártók; gyártmányok; árak.*

*Az alapanyaggyártók régóta használják a reométereiket a műanyagömledékek viszkoelasztikus tulajdonságainak meghatározására, de egyre gyakrabban használják ezeket a berendezéseket a keverékgyártásban is. Alkalmazásuk célja a polimerek feldolgozhatóságának vizsgálata, ami segítséget nyújt a megfelelő anyag és technológia optimális párosításához. Széles körű elterjedésük elsődleges oka az elérhető fogyasztói ár, amely részben az informatikai fejlesztések kedvezőbb ár/teljesítmény arányának köszönhető. Míg a múltban az ilyen mérőeszközök ára elérte a több tízmilliós nagyságrendet, manapság néhány milliós ráfordítással megvásárolhatók.*

A legújabb generációs készülékek a kiemelkedő pontosság mellett olyan szoftverrel és hardverrel vannak felszerelve, amelyek bővítik a mérési lehetőségeket. *Alapvetően három fő csoportba sorolhatók: kapillárreométerek, nyomatékmérő reométerek és dinamikus rotációs reométerek.* A kapillaris és a nyomatékmérő reométerek alkalmasak a feldolgozási körülmények szimulálására és a hibakeresésre, a dinamikus rotációs készülékek inkább a polimerek molekulaszervezetéről adnak felvilágosítást.

Ha a felhasználónak „kifinomultabb” mérőberendezésre van szüksége (pl. a folyási számot, az ún. MFI értéket – melt flow indexet – különböző körülmények között akarja mérni), a *kapillárreométer* az ideális megoldás. Egy standard MFI-mérő készülék a nyírósebesség/viszkozitás görbén csak egyetlen pontot mér meg, ami csupán durva közelítést ad a folyási tulajdonságokról, illetve a molekulatömegről. A kapillárreométer több pontot mér, ezért a kapott eredmény alapján reálisabb képet lehet kapni az anyag reológiai jellemzőiről, főképp az olyan erős nyíró igénybevétel körülményei között, mint a fröccsöntés ( $10\,000\text{ s}^{-1}$ ) vagy az extrudálás ( $100\text{--}1000\text{ s}^{-1}$ ) nyírósebesség-tartománya. A *kapillárreométerek* ára többnyire 30-45 E USD között van, de egyes típusok ára elérheti a 100 E USD-t is. Az utóbbiak lehetnek on-line kivitelű berendezések is, amelyekkel az ömledék viszkozitása az extruderen áthaladó anyagból közvetlenül mérhető, bár az ilyen készülékekért néha 150 E USD-t is kérnek. Ugyanakkor a piacon már jelen van néhány gépgyártó, amely jóval olcsóbban, mintegy 50 E USD-ért kínálja a készülékeket.

A nyomaték-mérés elvén működő reométerek valójában kisebb keverő- vagy gyúrókamrák, illetve extruderek. A keverőcsigákon vagy rotorokon mért forgatónyomaték korrelál az éppen vizsgált anyag viszkozitásával, ami egyben az egyik legfontosabb jellemzője az adott műanyag feldolgozhatóságának. Az alapvető funkciókkal rendelkező nyomaték-mérő reométerek ára 35-40 E USD között van, de egy kétcsigás extruderrel felszerelt egység ára elérheti a 150 E USD-t is.

A kapilláris és a nyomaték-mérő reométerek jellemzően a mérőkészüléken áthaladó anyag viszkozitásáról és folyási tulajdonságairól adnak információt. A *dinamikus rotációs, illetve oszcilláló reométerek* ezzel szemben a polimer molekulaszervezetét és a viszkoelasztikus tulajdonságait vizsgálják. Itt a műanyag mintát egy álló és egy változtatható sebességgel előre-hátra mozgó lap (tányér) közé helyezik, ahol az anyag viszonylag kis nyíró igénybevételnek van kitéve. A műanyagok vizsgálatára alkalmas dinamikus rotációs reométerek ára 40-90 E USD.

*A kapillárreométerek nagy nyíróviszkozitással mért adatai és a dinamikus rotációs műszerek kis nyíró igénybevételből származó eredményei összevetethetők, mivel mindkét vizsgálati eljárásban mérhető az abszolút viszkozitás. Ez a megállapítás nem érvényes a nyomatékot mérő típusokra, hiszen ezekben csak közvetetten lehet érzékelni a viszkozitást, amely a nyomaték mértékével arányos. A mérőeszközök gyártóinak véleménye szerint a feldolgozók számára szükséges minőségellenőrzés kívánalmait a kapillárreométerek többnyire kielégítik. Magasabb szinten már szükség lehet egy nyomaték-mérő reométerre, amellyel kimutathatók a fröccsöntés és az extrudálás során felmerülő és a folyási tulajdonságokból eredő hibák. A típus nagy előnye, hogy a kutatás-fejlesztés céljából készített keverékeket is lehet vele vizsgálni, amire a másik két reométertípus nem alkalmas. Ha a feldolgozáskor tapasztalt problémák az említett két mérőeszközzel nem diagnosztizálhatók, akkor a polimer szerkezetét elemző dinamikus rotációs reométerekre lehet szükség.*

## **Kapillárreométerek**

Egy kapillárreométer, amely nagy nyíró igénybevétel létrehozására alkalmas fűthető hengerből és egy dugattyúból áll, a megömlött műanyagot állandó sebesség és nyírás mellett szabályos méretű kapillárison nyomja keresztül. A kapilláris geometriája változtatható, ami lehetővé teszi, hogy a reológiai tulajdonságok különböző feltételek mellett is mérhetők legyenek. Az egyhengeres (single-bore) készülékeken kívül egyre gyakrabban használnak ikerhengeres (twin-bore) kivitelű reométereket, amelyek előnye, hogy különböző paraméterek mellett a két mérés azonos időben végezhető. A berendezések kínálatában extruderhez csatlakoztatható on-line típusok is vannak.

Bár kapillárreométerekkel a műanyagok széles skálája vizsgálható, előfordul néhány kivétel is. Ilyen a PVC, amelynek mérése a korrozív sósav fel-

szabadulása miatt problémás, de ebbe a csoportba tartozik a PET, a PA, valamint a víz felvételére hajlamos anyagok. Higroszkópos műanyagok vizsgálatára on-line típusú kapillárreométerek alkalmazása ajánlott, mivel itt az oxigén kizárható a folyamatból. On-line rendszerű berendezésekkel hőre keményedő műanyagok is vizsgálhatók.

*A kapillárreométerek a polimer viszkozitásának változását mérik bizonyos hőmérséklet- és nyomásértékek függvényében.* Egy mérés alkalmával 10 különböző dugattyúsebesség beállításával adott hőmérsékleten mérhető a viszkozitás változása. Eredményül egy folyásgörbét kapnak, amelynek függőleges tengelyén a nyírófeszültség mértéke olvasható pascal-ban (Pa), a vízszintes tengelyen a nyírósebesség látható  $s^{-1}$ -ben. A két érték hányadosa a viszkozitás millipascal x szekundumban kifejezve, ahol  $1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  egy centipoise-nak (cP) felel meg, amely szobahőmérsékleten a víz viszkozitása.

A műanyagok minőség-ellenőrzésére használt kapillárreométerek kisebb, 5–10 kN mérési tartományban működnek, a közepes méretű berendezések méréstartományja 50-60 kN. A leggyakrabban fellelhető típusok *egyhengeresek*, közülük nagyon népszerű a **Goettfert** cég reométerként és MFI mérőként egyaránt használható *Rheotester 500* jelű modellje. További típusok: **Dynisco LCR 7001**, **Ceast Rheologic 600**, **Malvern Instrument RH 2100**, **Thermo Electron RheoCap S20**.

*Az ikerhengeres kapillárreométerek előnye a mérési idő csökkenése azáltal, hogy egy mérési cikluson belül két vizsgálatra van lehetőség, és az sem elhanyagolható, hogy automatikusan figyelembe veszik a Bagley és más korrekciós tényezőket, amelyek segítik a viszkozitás pontos és valószerű meghatározását.* A vizsgálat során azonos átmérőjű, de eltérő hosszúságú kapillárisokat használnak, így különböző nyírófeszültségek mellett azonos lesz a nyírósebesség. A **Ceast** cég *Nelson* típusú ikerhengeres reométere csúszás kimutatására is alkalmas. Ha az ömledék megcsúszik a vele érintkező felületen, az elsősorban a különböző adalékoknak tulajdonítható, ezért a nagy csúszási érték az adalékok túlzott jelenlétére utal. Népszerű ikerhengeres reométerek: **Ceast Rheologic 5000**, **Goettfert Rheotester 2000**, **Dynisco Polymer Test LCR 7200**, **Malvern Instrument RH 2200**, **Thermo Electron RheoCap T100**.

A legújabb kivitelű kapillárreométerek olyan szoftverháttérrel rendelkeznek, amely lehetővé teszi a különböző viszkoelasztikus tulajdonságok, mint a duzzadás, illetve az ömledékszilárdság kiszámítását vagy mérését. A **Malvern Instrument** cég *RH 2000* és *RH 10* típusa duzzadás mérésére is alkalmas, amelyet a kapillárisból kilépő polimeráram átmérőjéből lézersugár segítségével állapítanak meg. A készülék továbbá alkalmas csúszás, ömledéktörés, degradáció és feszültségrelaxáció kimutatására. A felső kategóriás **Ceast** készülékek egyes típusai *ESP* (equilibrium stress prediction) rendszerrel van felszerelve, amellyel a mérési idő hozzávetőleg 60 s-mal csökkenthető. A rendszer a vizsgálat során kialakuló feszültség egyensúlyi állapotát becsüli meg, ezért nem szükséges kivárni az időintervallumot, mialatt a mozgó dugattyú

hatására állandósul a nyírósebesség. A gyártó szerint a módszerrel számított adatok nagyon jó közelítést adnak a valós mérési eredményekhez viszonyítva.

## On-line modellek

*Az on-line reométerek a felhasználók kedvelt eszközei közé tartoznak. Ennek fő oka, hogy a méréseket nem hagyományos értelemben vett laboratóriumi körülmények között végzik, hanem az adott gyártási feltételek mellett van lehetőség az anyagok valós idejű vizsgálatára.* A reométerek ezen csoportja az extruderen erre a célra kialakított csatornán átáramló műanyagömladék tulajdonságait vizsgálja. A tesztelést követően az ömladék a készülék kialakításától függően visszaáramlik az extruderbe, vagy a szabadba távozik. A nagyobb alapanyaggyártók körében az egyik legelterjedtebb on-line reométer a **Thermo Electron** cég *PCR 630*-as típusa, amelynek ára meghaladja a 100 E USD-t.

Az utóbbi időben két gyártó jelent meg a piacon ennél jóval kedvezőbb ajánlattal (kb. 50 E USD). A **Dynisco** cég *ViscoSensor* berendezése jelenleg a legkisebb az on-line kapilláreométerek körében, ugyanakkor rendelkezik a magasabb kategóriájú készülékek funkcióival. A típus alkalmazói között poliolefinlemez-, illetve fóliaextrudálók és PET-et újrafeldolgozó cégek vannak. Arra is van példa, hogy a reométereket nedvességtartalom meghatározására használják, ami alapján a szárítás körülményeire lehet következtetni.

On-line kategóriába tartozik a **Thermo Electron** *ProFlow* berendezése. Ennek hátránya, hogy a vizsgált anyagmennyiséget nem juttatja vissza a főáramba. A **Goettfert** cég az *NBR* és *RTR* típusokkal van jelen a piacon, amelyek elsősorban a PET-feldolgozók körében népszerűek. Az *RTR* készülékek (*real time rheometer*) saját keringető rendszerrel vannak ellátva, amely jelentősen lerövidíti a nagy viszkozitású anyagok vizsgálati idejét. Az ömladék extruderbe való visszaáramoltatása megoldott.

## Nyomatékmérő reométerek

*A nyomatékmérő reométerek „lelke” egy speciális motor, amely a kapcsolódó tengely forgatónyomatékát méri. A hajtórendszer úgy van kialakítva, hogy különböző kiegészítő berendezéshez, kisméretű laboratóriumi keverőhöz, esetleg egy vagy kétcsigás extruderhez csatlakoztatható legyen.* A mechanikai eszközök mellett a reométernek adatfeldolgozó egysége is van, amely folyamatos tájékoztatást ad a mérés során fellépő nyomaték, fordulatszám, hőmérséklet illetve nyomás értékéről. Adott anyag vizsgálatokor a mért értékek a feldolgozhatóságot jellemzik, különböző adalékok vizsgálatokor megállapítható azok diszpergálhatóságának mértéke. A műanyagiparban az adalékok nagy száma miatt elsők között a PVC és különböző gumikeverékek vizsgálatára

használták. Nyomatékmérő reométerekkel a termékek degradációs hajlamát is meg lehet határozni. PVC feldolgozásakor a keresztkötések kialakulásával arányos csúcs jelenik meg a nyomatékgörbén. A berendezésen bármilyen hőre lágyuló műanyag vizsgálható, beleértve a nanokompozitokat és a műanyag/fa kompozitokat is. Hőre keményedő műanyagok, elsősorban telítetlen poliészterek és fenolok elemzése is megoldható. Nyomatékmérő reométereket többségében a fólia- és lemezextrudálók használnak, de a kis méret és a precíz üzemmód olyan egyedi, kis sorozatú darabokhoz szükséges alapanyagok előállítását is lehetővé teszi, mint a különböző katéterek. Ezek a reométerek nagyon jól beváltak a folyamatos termelési körülmények szimulációjára.

A **Themo Electron** cég *PolyDrive* mérőberendezése speciálisan kifejlesztett keverővel, illetve extruderkiegészítővel rendelkezik, hátránya hogy nem kompatibilis más típusokkal, ezért a mindenkori piaci árnál olcsóbban kínálják. A mesterkeverékek gyártói számára különleges érzékelőkkel felszerelt eszközök állnak rendelkezésre, amelyekkel a keverőkben mérhető az anyagok vilamos és hővezetése.

A **C.W. Brabender** cég legnagyobb teljesítményű típusa (*Intelly-Torque Plasti-Corder*) négy éve került forgalomba. A gép digitális szervohajtója 1–400 Nm leadására és 0,2–150 1/min fordulatszámra képes. Ennél kisebb teljesítményű az *ATR Plasti-Corder*, amelynek maximális nyomatéka 160 Nm, és kompatibilis valamennyi Brabender keverővel, illetve egycsigás extruderrel. A cég a vizsgálatok kiértékeléséhez két új szoftvert fejlesztett ki. A *Winmix*, PVC, elasztomerek, poliolefinok és hőre keményedő műanyagok általános értékelése használatos, a *Winext* szofver az extrudálás folyamatát elemzi.

## Dinamikus rotációs reométerek

A dinamikus rotációs reométerek legfontosabb szerkezeti elemei a motor, az optikai dekóder, a nyomatékérzékelő mechanizmus valamint egy légcsapágy, amely lehetővé teszi a rotor és a nyomatékszenzor ún. lebegését, és csökkenti a súrlódást. *A készülékek többsége folyamatos rotációs és oszcilláló módban működtethető. Oszcilláló üzemmódban a műanyagok olyan viskoelasztikus tulajdonságai vizsgálhatók, mint az ömledékvizkozitás, a molekula-tömeg, a molekulatömeg-eloszlás és a relaxáció.* A reométerek alacsony nyíró igénybevételnél kis és nagy amplitúdójú oszcilláló mozgásra képesek, a rugalmassági modulus az oszcillálás frekvenciájának függvényében jeleníthető meg. A készülékek különböző feszültségérzékelő kiegészítővel használhatók; a vizsgálat céljától és az *alapanyag típusától függően kúp-tányér, tányér-tányér illetve koncentrikus henger alkalmazható.* Ez utóbbi változatot főként bevonatok és ragasztók esetében használják. A párhuzamos tányér hőre keményedő polimerek, illetve hőre lágyuló műanyagok ömledékállapotának jellemzésére szolgál. A kúp-tányér párosítás elsősorban állandó nyírás és normál erő meghatározására alkalmas, amelyből következtetni lehet a hőre lá-

gyuló műanyagok duzzadására. Kúszás vizsgálatára a párhuzamos tányér és a kúp-tányér változat egyaránt alkalmas.

A dinamikus reométerek egyik legismertebb gyártója, a **TA Instrument** cég *CMT* és *SMT* technológiával szerelt készülékeivel van jelen a piacon. A két típus felépítésében bizonyos különbségek tapasztalhatók. *CMT* jelű készülékeken a hajtómotor és a nyomatékérzékelő rendszer egybe van építve, ezzel szemben az *SMT* reométereken a hajtás és a nyomaték mérése egymástól függetlenül történik. A *CMT* készüléket a konstrukciós kialakításból adódóan gyakran kell kalibrálni, a nagyon kis viszkozitású anyagok vizsgálata nehézséget okoz, mivel a rotor és a szenzor tehetetlensége túlságosan nagy az anyag ellenállásához képest. A feldolgozás során a nagy viszkozitásváltozásra hajlamos hőre keményedő műanyagok elemzése szintén problémás. *SMT* készülékekkel kis és nagy viszkozitású műanyagok egyaránt könnyen vizsgálhatók. A **Thermo Electron** cég *RheoStress 600*-as modell meghajtásához ultrakönyű motort használnak, ami csökkenti a mérések alkalmával fellépő tehetetlenségi hatásokat. A készülék további jellegzetessége, hogy a normál erő meghatározott paraméterként beállítható vagy mérhető, ez utóbbi esetben a normál erőt a rotor tengelye mentén mérik. A viszkoelasztikus minták nyírásából adódó normál feszültség különbségek értékeit a normál erő szenzorok mérik.

A **Broofield Engineering Laboratories** dinamikus reométerei kevésbé érzékeny mechanikus csapággal vannak felszerelve, és csak folyamatos rotációs üzemmódban működtethetők, ezért jóval olcsóbbak, mint a multifunkciós készülékek. Igaz, hogy a légcsapágyas modellek részleges információkat szolgáltatnak az anyag rugalmas tulajdonságairól, de alapvető vizsgálati igények kielégítésére a strandard modellek is alkalmasak. A cég *R/S* készülékével a normál erő bemenő paraméterként változtatható, a vizsgált anyag kúszási jellemzői közvetlenül mérhetők. A régebbi *DV III+* típust, amelyet elsősorban a műanyagok állandó nyíró igénybevétel mellett bekövetkező tulajdonságváltozásainak vizsgálatára használtak, a *DV III Ultra* márkajelű készülék váltotta fel.

**Huszár Zoltán**

Sherman, L. M.: Rheometers. Which type is right for you? = *Plastics Technology*, 50. k. 5.sz. 2004. p. 64–73.

INTELLI-TORQUE Plasti-Corder. = [www.cwbrabender.com/plasti\\_corder.html](http://www.cwbrabender.com/plasti_corder.html)