

# POLIKARBONÁT ÖMLEDÉK NYÍRÓ VISZKOZITÁSÁNAK VIZSGÁLATA

## POLYCARBONATE MELT SHEAR VISCOSITY MEASURING

Tóth Gergely<sup>1</sup>, Bata Attila<sup>1</sup>, Prof. Dr. Belina Károly<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Anyagtechnológia Tanszék, GAMF Kar, Pallasz Athéné Egyetem, Magyarország

---

### **Kulcsszavak:**

reológia, viszkozitás-görbe,  
viszkozitásfüggvény, polikarbonát,

### **Keywords:**

rheology, viscosity curve,  
viscosity equation, polycarbonate

### **Cikktörténet:**

Beérkezett 2016. szeptember 1.  
Átdolgozva 2016. november 10  
Elfogadva 2016 november 12

---

### **Összefoglalás**

*Munkánk során széles deformációsebesség tartományban (0,05 – 240.000 s<sup>-1</sup>), valamint több hőmérsékleten vizsgáltuk polikarbonát ömledék nyírási viszkozitását. A kutatásunk során több vizsgálati módszer mért eredményeit összesítettük, majd viszkozitásfüggvénnyel matematikailag is meghatároztuk a vizsgált alapanyag nyírási viszkozitását.*

### **Abstract**

*In our work we present an investigation of polycarbonate melt shear viscosity in wide range shear rate. In the course of our research we aggregated more testing method results and mathematically determined viscosity equation of the tested material.*

---

## 1. Bevezetés

A hőre lágyuló műanyagok feldolgozásának túlnyomó része ömledék állapotban történik. Gondoljunk csak az extrúzióra, vagy a fröccsöntésre, ami a két legnagyobb volumenű műanyagipari technológia. Napjainkban felmerült az igény termék- és gyártástervezési területeken a műanyagok feldolgozásának szimulációs lehetőségeire. A szimulációk egyik bemenő paraméter halmaza a nyírási viszkozitás hőmérsékelt, deformációsebesség, nyomás és molekulatömeg függése. Így könnyen belátható, hogy milyen kiemelt fontosságú a műanyag ömledékek nyírási viszkozitásának pontos ismerete.

A nyírási viszkozitás alapvetően egy reológiai jellemző. Egyes irodalmak a reológiát egyszerűen az anyagok deformációját leíró önálló (fizikai) tudományágként fogalmazzák meg [1]. Egy részletesebb leírás szerint a reológia testek deformációját előidéző feszültségek, a bekövetkező deformációk, valamint ezek időbeli változása között állapít meg összefüggéseket. Továbbá vizsgálja a dinamikai (feszültség) és kinematikai (deformáció) változókat összekapcsoló anyagi jellemzőket, az állapotjelzők és az anyagszerkezet hatását [2]. Jelen cikkünkben kísérleti reológiára szűkítjük a kutatási területünket.

A polimer anyagtudomány a fiatalabb tudományágak közé tartozik, de így is több mint 40 éve szolgál újabb és újabb eredményekkel a polimerek változatos anyagszerkezeti és kémiai felépítésének köszönhetően. Ezen felül a mérőeszközök folyamatos fejlődésével is a kutatók szinte napról napra kapnak pontosabb, gyorsabb, egyszerűbben értelmezhető eredményeket. A reológiai kutatások párhuzamosan ezekkel a folyamatokkal mutatnak fel folyamatosan új eredményeket.

Munkánk során széles deformációsebesség tartományban (0,05 – 240.000 s<sup>-1</sup>), valamint több hőmérsékleten vizsgáltuk polikarbonát ömledék nyírási viszkozitását. A választott alapanyagunk egy víztiszta polikarbonát típus volt a DOW alapanyag gyártó Calibre 3030EP típusa. A kutatásunk során több vizsgálati módszer eredményeit összesítettük melyek egymást lefedő szakaszain jó egyezést mutattak. A felhasznált eljárások a rotációs viszkozimetria és a kapilláris viszkozimetria elvén alapuló

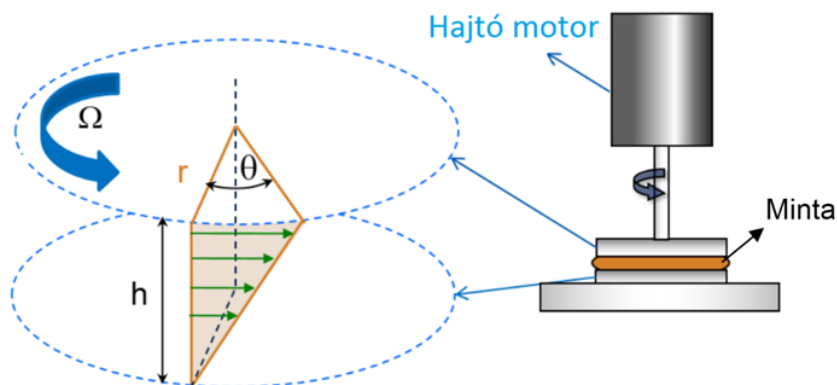
mérési technikák voltak. A vizsgálatok kiértékelése után azok eredményeiből információt kaptunk a vizsgált hőre lágyuló polimer nyírási viszkozitásának hőmérséklet és deformációsebesség függéséről. A nyers mérési eredményekből meghatározott háromváltozós Cross viszkozitásfüggvényeket hőmérsékletenként ábrázoltuk. A mérési eredményeket összesítve és egy ábrán összefoglalva, széles deformációsebesség tartományt lefedő viszkozitás görbéket kaptunk, melyek részben megfeleltethetők a már ismert polimer ömledékek reológiáját leíró összefüggéseknek.

## 2. Módszer

A széles deformációsebesség tartományt lefedő végeredményt három vizsgálati eljárás eredményeinek összesítésével kaptuk. Az alacsony deformációsebesség tartományban ( $0,05 - 30 \text{ s}^{-1}$ ) rotációs viszkoziméterrel, a közép-magas tartományban ( $100 - 10.000 \text{ s}^{-1}$ ) kapilláris viszkoziméterrel, a magas tartományban ( $10.000 - 240.000 \text{ s}^{-1}$ ) pedig egy speciális fröccsöntőgépen kivitelezett kapilláris méréssel dolgoztunk. A három eljárás valójában két vizsgálati elven alapszik, amik a rotációs viszkozimetria és a kapilláris viszkozimetria.

### 2.1. Rotációs viszkozimetria

A rotációs viszkozimetria esetében egy mozdulatlan és egy forgó lap (tárcsa) között elhelyezkedő anyagmintát vizsgálunk. A vizsgálati eljárás során az (1. ábra) szerinti változókat értelmezhetjük. Alapvetően a vizsgálat szempontjából lényeges változók az összes többi viszkozimetriás eljárással megegyező módon a hőmérséklet és a deformációsebesség. Egy rotációs vizsgáló berendezéssel szemben támasztott alapvető követelmény a technikailag kivitelezhető lehető legpontosabb hőmérséklet és szögsebesség szabályozás, nyomaték és szögelfordulás mérés. Ugyanis ezek a paraméterek határozzák meg a mérés pontosságát.



1. ábra Rotációs vizsgálat elvi elrendezése CMT (Combined motor & transducer) eszközön [3]

A bemutatott jelölésrendszert alkalmazva kiszámíthatjuk az anyagjellemzőket a következő komponensek meghatározása után.

nyíró feszültség [Mpa]: 
$$\sigma = \frac{2}{\pi r^3} \times M \quad (1)$$

deformáció [-]: 
$$\gamma = \frac{r}{h} \times \theta \quad (2)$$

deformációsebesség [1/s]: 
$$\dot{\gamma} = \frac{r}{h} \times \Omega \quad (3)$$

Ahol:

<b>r</b>	-	a tárcsa sugara;
<b>h</b>	-	az álló és forgó tárcsa közötti távolság;
<b>θ</b>	-	hajtó motor szögelfordulása (rad);
<b>Ω</b>	-	hajtó motor szögsebessége (rad/s)
<b>M</b>	-	mért nyomaték (μNm)

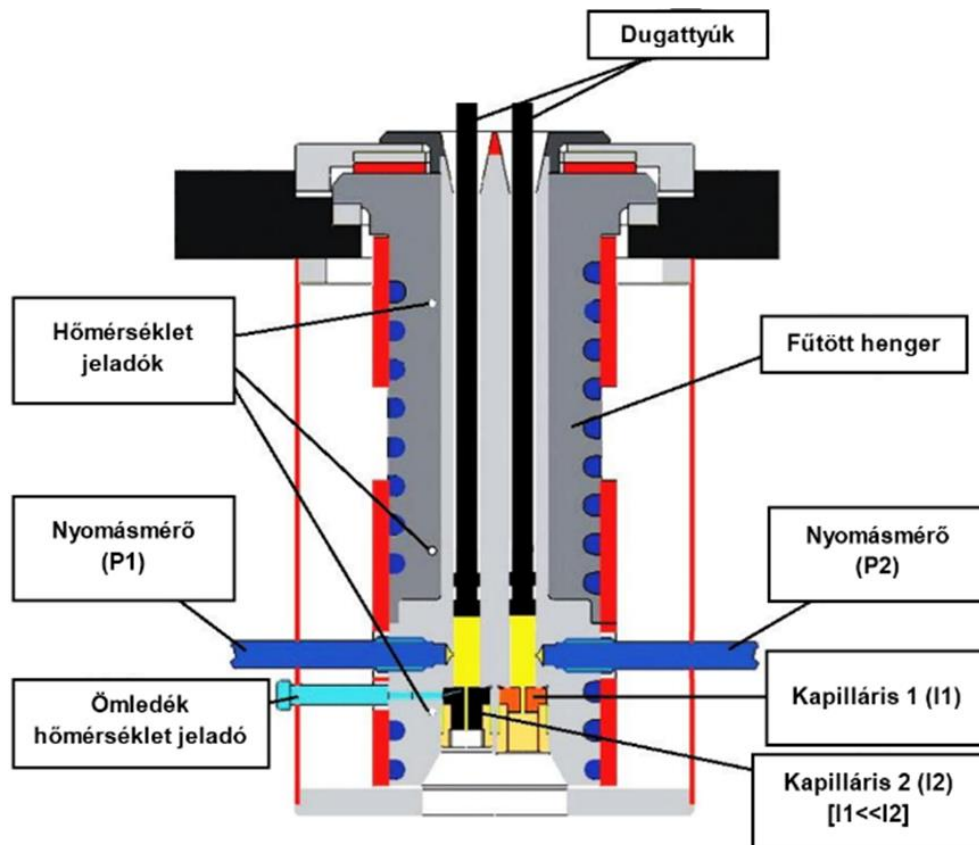
Az ismertett komponensek meghatározásával (1) (2) (3) a viszkozitás (és a rugalmassági modulus is) számíthatóvá válik. Jellemző vizsgálati módszere ez különböző kismolekulájú folyadékoknak, olajoknak, hőre lágyuló és keményedő polimereknek alacsony deformációsebesség tartományban. A magas vizsgálati hőmérsékleten is dolgozó eszköz (akár 600°C) alkalmas lehet akár degradációs jelenségek nyomon követésére is.

Vizsgálatainkhoz úgynevezett kétféjes (SMT – Separate motor & transducer) kialakítású mérőeszközt használtunk, 25mm átmérőjű körtárcsákkal és 0,4mm-es laptávolsággal.

Az alkalmazott berendezés egy TA Ares G2-es típusú rotációs viszkoziméter volt. A direkt hajtású motor felelős a szabályozott szögsebességért a felül elhelyezett transzduktor pedig a nyomaték mérést végzi. Látszik, hogy a hajtás és a mérés ennél a kialakításnál külön válik.

## 2.2. Kapilláris viszkozimetria [4]

A kapilláris viszkoziméter egy olyan mérőberendezés, amely alkalmas műanyag ömledékek folyóképességének széles defromációsebesség és hőmérséklet tartományban való meghatározására. A mérőeszköz működése azon az elven alapszik, hogy egy, vagy két dugattyú segítségével a betöltött alapanyagot különböző sebességgel egy vagy több kapillárison keresztül préseljük.



2. ábra Kapillár viszkoziméter elvi kialakítása[3]

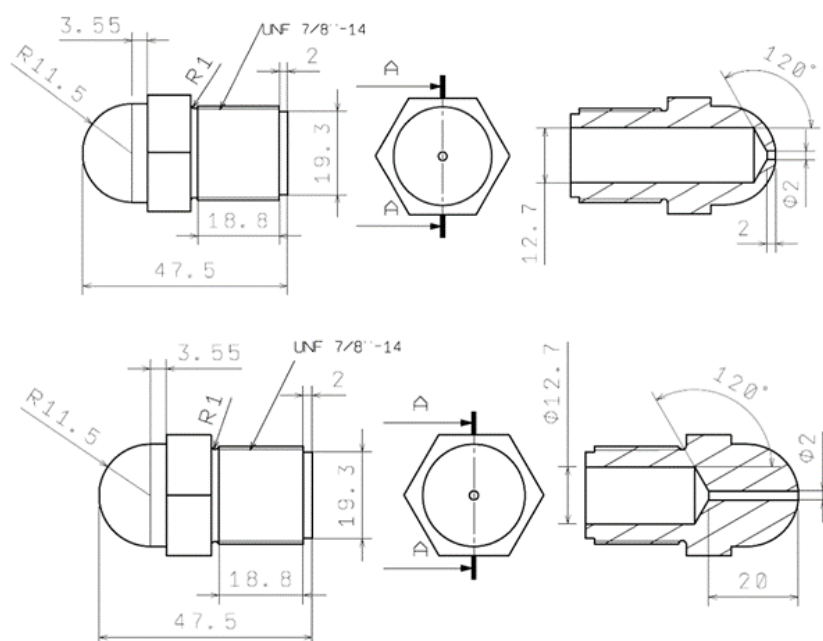
Egy mérés során több lépcsőben változtatjuk a dugattyú sebességét és regisztráljuk az áramlás során kialakuló nyomásokat. A méréseket jellemzően több hőmérsékleten is elvégezzük. A változtatható paraméterek figyelembevételével a mérési eredmények által tanulmányozhatjuk a vizsgált alapanyagok nyírási sebességgel szemben mutatott viselkedését (nyírási érzékenység) és a viszkozitás hőmérséklet függését is. A jellemző kialakításoknál két mérő kapilláris van elhelyezve egymás mellett és közösített párhuzamos mozgási irányú és sebességű dugattyúkkal préselik át az ömledéket rajtuk. Így az ennél a vizsgálati eljárásnál elvégzendő Bagley korrekciót már egy mérés eredményéből el tudtuk végezni.

Fontos kritérium a jól szabályozott dugattyúsebesség, a pontosan mért nyomás értékek és a hengereken belül az ömledék homogén hőmérséklet eloszlása. A kapilláris reométerekben fellépő

nyírósebességek és nyírófeszültségek ugyanabban a tartományban vannak, mint a leggyakoribb feldolgozógépekben (fröccsöntés, extrúzió). A primer mérési eredményekből az anyag látszólagos folyási jellemzői határozhatók meg, amelyekből korrekciós számítások után kapjuk a valós nyírási viszkozitást. A Rabinowitch-korrekció a polimerömledék nem-newtoni viselkedését veszi figyelembe. A Bagley-korrekció a kapillárisba belépés során fellépő nyomásvesztésért korrigálja [1]. Az alkalmazott berendezés egy Göttfert RG25-ös kapilláris viszkoziméter volt 0,1x1mm-es (hossz x átmérő) és 20x1mm-es kapillárisok alkalmazásával. A 0,1mm kapilláris hossz egy kúpos és egy sík felület találkozásával hozható létre.

### 2.3. Fröccsöntőgéppel kivitelezett kapilláris viszkozimetria [4]

A vizsgálati eljárás elméleti háttere teljesen megegyezik a kapilláris viszkozimetriával. Eltérő (csiga)dugattyú sebességekkel, eltérő hőmérsékleteken vizsgáltuk a polikarbonát ömledék folyási tulajdonságait. A különbség a fent említett eljáráshoz képest, hogy nem egy szabványos vizsgálati célgépet használtunk a mérések kivitelezéséhez, hanem egy feldolgozógépet (fröccsöntőgépet) és két eltérő geometriájú fúvókát (3.ábra). A dűzniken keresztül a szabadba fröccsölve az ömledéket rögzítettük a kialakult nyomásokat, térfogatáramot, és az ömledék hőmérsékletét.

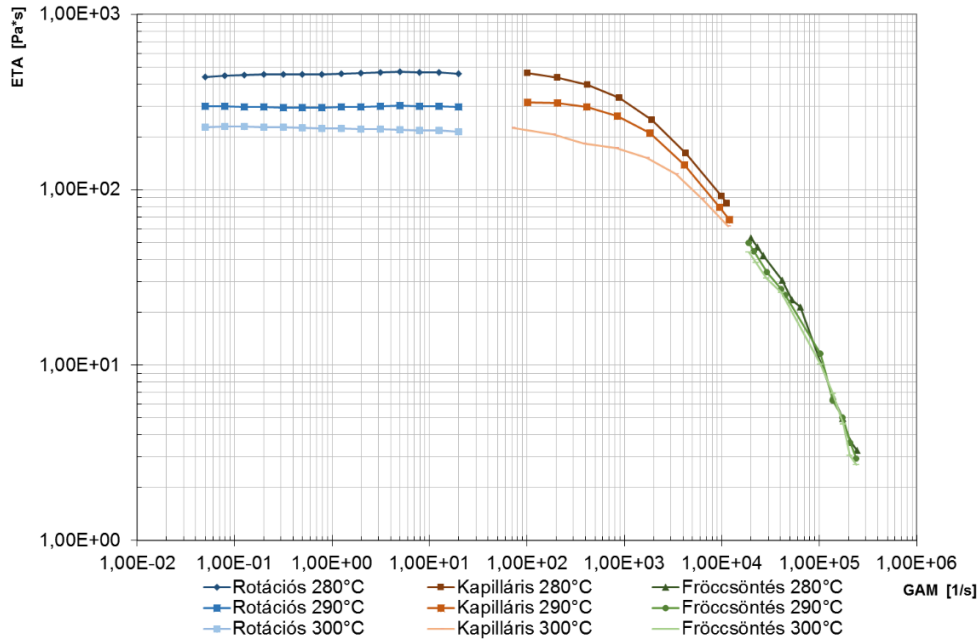


3. ábra Fúvókák geometriája [4]

Ennek egyik előnye, hogy a feldolgozással teljesen megegyező körülmények között ömlesztjük meg a vizsgált alapanyagot. További előny, hogy magasabb deformációsebesség tartományban is mérhetünk, ugyanis az alkalmazott fröccsöntőgép felső fröccsöntési nyomáshatára 1800 bar ami több mint 25%-al magasabb a kapilláris reométer maximális nyomásértékeinél. A magasabb nyomás magasabb deformációsebesség tartományt is jelent. Ennek a tartománynak a vizsgálata indokolt, ugyanis a fröccsöntési folyamatokban a jellemző érték gyakran eléri, vagy akár meg is haladja a  $20.000 \text{ s}^{-1}$  értéket. A két dűzni (kapilláris) alkalmazása által a már említett Bagley és Rabinowitch korrekciók szintén elvégezhetőek voltak, így az eredmények összeilleszthetősége a többi mérési eljárással nem ütközött akadályba. Mivel a mérési eljárásoknak voltak párhuzamos szakaszai, így az egyezések jól illeszthetőek voltak.

### 3. Eredmények

Az előzőekben bemutatott mérési eljárásokat a kijelölt deformációsebesség tartományokban három hőmérsékleten alkalmaztuk. Az eredményeket összesítettük és a végeredmény nyolc nagyságrendet átfedő viszkozitás-göbe. A közvetlen mérési eredményekből kapott értékeket mérési eljárásenként csoportosítva az (4. ábra)-n láthatjuk.



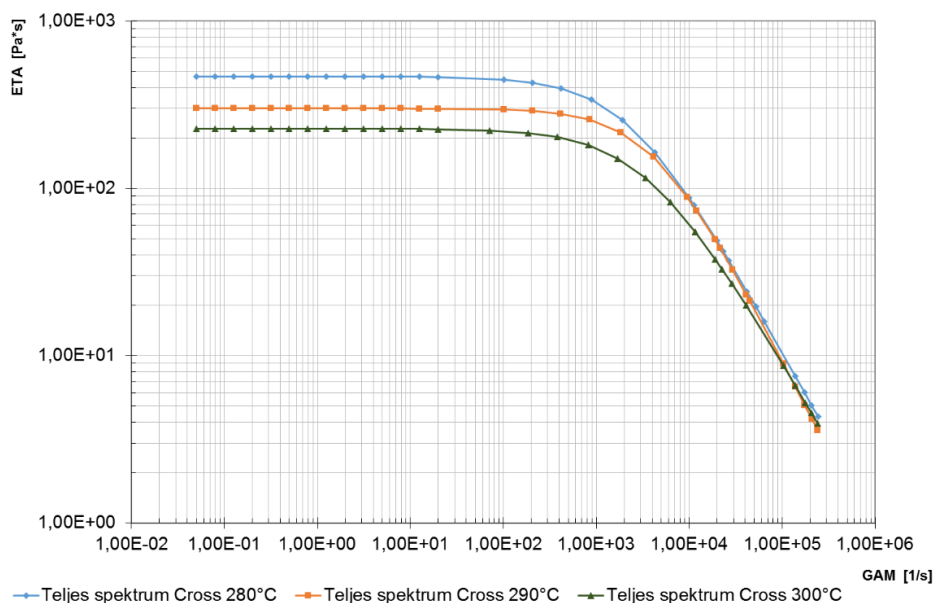
4. ábra Mérési eljárások szerint csoportosított viszkozitás görbék

A nyers mérési eredményekből meghatározott három változós Cross viszkozitásfüggvényeket (4) hőmérsékletenként ábrázolva a (5. ábra) mutatja. A valós mért eredmények és a függvények által meghatározott értékek között a teljes tartományban csupán 5%-os eltérés volt tapasztalható. Ugyanez a módszer csupán egy vizsgálati eljárással kivitelezve ennek az eltérésnek háromszorosát mutatja. A Cross viszkozitásfüggvényen és annak módosított formáin kívül több matematikai függvény is létezik műanyag ömledékek folyási tulajdonságainak jellemzésére, de vizsgálataink során ennek volt a legjobb közelítése a mért értékekhez. A jövőben további vizsgálati lehetőségeket nyújt mérési eljárásenként ellenőrizni az egyes viszkozitásfüggvények közelítési pontosságát. Jelenlegi eredményeink alapján kimondható, hogy megfelelő mérési adat támogatással a Cross egyenlet közelítése kielégítőnek tekinthető.

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left( \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau^*} \right)^{[1-n]}} \quad (4)$$

Ahol:

- $\eta$  - viszkozitás (Pa\*s);
- $\dot{\gamma}$  - deformációsebesség (s<sup>-1</sup>)
- $\eta_0$  - nullviszkozitás (Pa\*s);
- $\tau^*$  - átmeneti határfeszültség a newtoni és közbülső szakasz között (Pa)
- $[1-n]$  - átmeneti szakasz meredeksége (-)



5. ábra Mérési eredményekből meghatározott Cross viszkozitás függvények grafikus leírása

#### 4. Következtetések

- Az általunk kimért széles deformációsebesség tartományban meghatározott viszkozitásgörbék  $0,05 \text{ s}^{-1}$ -tól  $240.000 \text{ s}^{-1}$ -ig írják le a vizsgált alapanyag folyási tulajdonságait.
- Az alacsony deformációsebességű tartományban egyértelműen kimérhető volt az állandó viszkozitású (Newtoni) szakasz.
- A magas deformációsebességű tartományban kezdődő állandó viszkozitású szakasz látszik, ami utal ebben a tartományban is a struktúrvizkozus ömledék viselkedésére ( $\eta_{\infty}$ ).
- Az eredmények alapján  $100.000 \text{ s}^{-1}$ -tól a beállított vizsgálati hőmérséklet nem befolyásolta az ömledék viszkozitását (súrlódási hő dominál).
- A mért eredményekből három változós Cross viszkozitásfüggvényt határoztunk meg.
  - o Ezzel három hőmérsékleten matematikailag leírtuk a vizsgált alapanyag folyási tulajdonságait.
  - o A matematikai leírás 5%-os maximális eltéréssel (a mért eredményekhez képest) nyolc nagyságrendi deformációsebesség tartományt fedet le, ezzel háromszor kisebb eltérést mutatott a tartományban, mint ha csak egy kapilláris viszkoziméteres vizsgálatot végeztünk volna.

#### Irodalomjegyzék

- [1] Czvikovszky Tibor, Nagy Péter, Gaál János: A polimertechnika alapjai, Műegyetemi kiadó, Budapest, 2000
- [2] Dr. Halász László, Dr. Molnár Imre, Dr. Mondvai Imre: A polimerek feldolgozásának reológiai alapjai, Műszaki Könyvkiadó, Budapest 1978
- [3] TA instruments által biztosított oktatási anyag az Ares G2 típusú rotációs viszkoziméterhez – Study of rheology theory and applications; <http://www.tainstruments.com/>
- [4] Dr. Szűcs András, Műanyag ömledékek nagysebességű áramlásának tanulmányozása PhD dolgozat, Miskolci Egyetem, Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola 2010.
- [5] Tóth Gergely, Dr. Szabó Tamás: Polymer melt viscosity measuring by an injection machine GARDUS; VOL 2, NO 2 (2015): AUTUMN (NOVEMBER) ISSN: 2064-8014; 112-11
- [6] F.N.Cogswell: Polymer Melt Rheology, London 1981.
- [7] Gert E. Baumann, Samuel Steingiser: Rheological Measurements on Polycarbonate; JOURNAL OF POLYMER SCIENCE. PART A VOL 1, PP. 3395-3406; Department Mobay Chemical Company, New Martinsville, West Virginia 1963.
- [8] Fuqian Yang: Viscosity Measurement of Polycarbonate by Using a Penetration Viscometer; POLYMER ENGINEERING AND SCIENCE, Vol.37, No.1; Department of Mechanical Engineering University of Rochester 1996.