

# Ćwiczenie: „Oznaczanie wskaźnika szybkości płynięcia”

## 1 Cel ćwiczenia

Wyznaczenie MFR/MVR dla wybranych polimerów termoplastycznych przy różnych szybkościach ścinania ; Wyznaczenie MFR/MVR dla jednego polimeru w czterech różnych temperaturach.

## 2 Określenie podstawowych zagadnień

Wielkością, która charakteryzuje prędkość płynięcia tworzyw termoplastycznych w procesie przetwórstwa jest masowy (MFR) lub objętościowy wskaźnik prędkości płynięcia (MVR), Są to wielkości wyrażające liczbę gramów lub objętość stopionego tworzywa (w g / 10 min) wytłoczonego przez daną dyszę pod określonym obciążeniem i określonej temperaturze w ciągu określonego czasu odniesienia (10 min). MFR i MVR oznacza się za pomocą plastometru obciążnikowego. Istotą oznaczania wskaźnika płynięcia jest pomiar średniej prędkości płynięcia tworzywa przy ustalonych wartościach podstawowych parametrów procesu przetwórstwa (temperatura i ciśnienie). Wskaźnik płynięcia zależy od temperatury, obciążenia, kształtu i rozmiaru dyszy oraz od właściwości samego tworzywa zależnych od średniego ciężaru cząsteczkowego, stopnia usieciowania i innych czynników.

## 3 Metoda oznaczania

### 3.1 Zakres stosowania metody

Oznaczanie objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia jest przydatne w przypadku porównywania tworzyw termoplastycznych z napełniaczami i bez napełniaczy. Jednocześnie na podstawie automatycznego pomiaru można oznaczyć masowy wskaźnik szybkości płynięcia, jeżeli znana jest gęstość tworzywa w temperaturze badania. Masowy wskaźnik szybkości płynięcia i objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia termoplastów zależą od szybkości ścinania. Szybkości ścinania, występujące przy zastosowaniu opisanych metod pomiaru wskaźnika szybkości płynięcia, są mniejsze niż w warunkach przetwórstwa i dane uzyskane wg tych metod dla różnych termoplastów nie zawsze będą zgodne z zachowaniem tworzywa podczas przetwórstwa. Obie metody te stosuje się do klasyfikacji i kontroli jakości tworzyw termoplastycznych wskaźniku szybkości płynięcia oznaczonym opisaną metodą w zakresie 0.1 do 40 (g / 10 min)

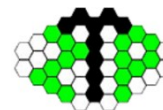
### 3.2 Opis metody

Zasada metody polega na pomiarze szybkości wytłaczania stopionego tworzywa poprzez dyszę o znormalizowanych wymiarach, w określonych warunkach temperatury i obciążenia.

### 3.3 Przyrząd pomiarowy

Aparaturą podstawową do oznaczania wskaźnika szybkości płynięcia jest plastometr obciążnikowy, działający w określonej stałej temperaturze określonej z dokładnością  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . Tworzywo umieszcza się wewnątrz pionowego, metalowego cylindra, wytłacza się przez dyszę o długości 8,000 mm i otworze o nieziennej średnicy 2,095 mm, pod obciążeniem tłoka z obciążnikami. Podstawowy zestaw do oznaczania wskaźnika szybkości płynięcia składa się z następujących części:

- cylinder stalowy
- tłok stalowy
- układ termoregulacji grzania



- dysza
- obciążenia
- stoper
- wyposażenie dodatkowe (urządzenie do ubijania i czyszczenia)

## 4 Wykonanie pomiaru

### 4.1 Opis metod pomiarowych

Pomiaru wskaźnika szybkości płynięcia dokonuje się dwoma metodami A i B.

Tabela 1. Warunki pomiaru wskaźnika szybkości płynięcia dla wybranych tworzyw polimerowych.

Tworzywo	Warunki	Temperatura oznaczania, °C	Obciążenie nominalne, kg
PS	8H	200	5,000
PE	4D	190	2,160
PE	7G	190	21,600
PE	18T	190	5,000
PP	12M	230	2,160
ABS	19U	220	10,000
PS HI	8H	200	5,000
SAN	19U	220	10,000
PC	21W	300	1,200
PET	17S	280	2,160
PBT	1A	250	2,160
PMMA	13N	230	3,800
POM	4D	190	2,160

W metodzie **A** przy użyciu obcinaka, sekundomierza i wagi o działce elementarnej  $\pm 5\text{mg}$ , można wyznaczyć MFR na podstawie wzoru:

$$MFR(\theta, m_{nom}) = \frac{t_{ref} \cdot m}{t}$$

gdzie:

$\theta$  – temperatura oznaczania, °C

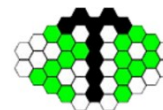
$n_{nom}$  – nominalne obciążenie, kg

$m$  – średnia masa wytłoczonych odcinków tworzywa, g

$t_{ref}$  – czas odniesienia, s (10min = 600s)

$t$  – odstęp czasu odcinania, s

Oznaczanie przeprowadza się według następującego schematu: Oczyszczony tłok, cylinder i dyszę utrzymuje się w wybranej temperaturze pomiaru przez co najmniej 15 minut (patrz Tabela 1). Następnie wprowadza się do cylindra odpowiednią ilość materiału do badania, w zależności od spodziewanej szybkości płynięcia (patrz Tabela 2). Podczas ładowania należy badany materiał ubijać w cylindrze. Następnie założyć tłok, obciążony lub nie w zależności od spodziewanego wskaźnika. Po upływie 4 minut od zakończenia załadowania cylindra temperatura badanego materiału powinna osiągnąć temperaturę pomiaru. Należy wówczas rozpocząć pomiar przez nałożenie odpowiedniego obciążenia (możliwe jest przyspieszenie opadania tłoka przez nacisk ręką, w zależności od lepkości tworzywa, tylko do czasu aż zacznie się wytłaczać żyłka wolna od pęcherzyków). Obcinakiem odciąć pierwszy odcinek i go odrzucić.



Odcinać wytłaczane tworzywo w odpowiednich odcinkach czasu (czas dobrać na podstawie Tabela 2). Zbierać kolejne odcinki, których długość nie powinna mieścić się w zakresie od 10 mm do 20 mm. W przypadku małych wartości MFR (MVR) gdy długość odcinków jest mniejsza niż 10 mm mimo maksymalnego czasu odcinania należy stosować metodę **B**. Zebrane odcinki bez wad, minimum trzy należy zważyć pojedynczo z dokładnością do 1mg i obliczyć ich średnią masę. W przypadku gdy różnica masy poszczególnych odcinków jest większa niż 15% wartości średniej należy wynik odrzucić i powtórzyć pomiar na nowej porcji materiału. Wskaźnik obliczyć ze wzoru zamieszczonego powyżej i wynik podać z dokładnością do dwóch cyfr znaczących.

Tabela 2. Dane do wstępnego ustalenia warunków pomiaru wskaźnika szybkości płynięcia.

Wskaźnik szybkości płynięcia [g/10min]	Masa próbki w cylindrze [g]	Odstępy czasu odcięcia
0,1-0,5	3-5	240
0,5-1	4-5	120
1-3,5	4-5	60
3,5-10	6-8	30
>10	6-8	5-15

W metodzie **B** oznacza się masowy lub objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia opiera się na jednej z poniższych zasad:

- Pomiar odległości przesunięcia tłoka w ściśle określonym czasie lub
- Pomiar czasu, którym tłok przesunął się ściśle określonej odległości.

Aby uzyskać powtarzalne pomiary wskaźnika szybkości płynięcia należy w zależności od przyjętej zasady drogę mierzyć z dokładnością  $\pm 0,1$  mm a czas z dokładnością 0,1 s. Przygotowanie do pomiaru w metodzie B odbywa się w podobny sposób jak w metodzie A, jednak cały pomiar odbywa się automatycznie. Odległość przesunięcia tłoka lub czas przesunięcia tłoka mierzy się co najmniej trzy razy. Objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia (MVR), wyrażony w  $\text{cm}^3 / 10$  min oblicza się ze wzoru:

$$MVR(\theta, m_{nom}) = \frac{A \cdot t_{ref} \cdot l}{t} = \frac{427 \cdot l}{t}$$

gdzie:  $\theta$  - temperatura oznaczania, °C

$m_{nom}$  – nominalne obciążenie, kg

A – średnia powierzchnia przekroju poprzecznego tłoka i cylindra,  $\text{cm}^2$ , ( $A = 0,711 \text{ cm}^2$ )

$t_{ref}$  – czas odniesienia, s (10min = 600s)

t – z góry założony czas pomiaru lub średnia wartość poszczególnych czasów pomiaru, s

l – z góry założona odległość przesunięcia tłoka lub średnia wartość poszczególnych pomiarów odległości.

Masowy wskaźnik szybkości płynięcia (MFR) wyrażony w g/10min, wyznacza się ze wzoru:

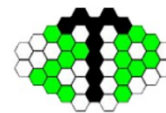
$$MFR(\theta, m_{nom}) = \frac{A \cdot t_{ref} \cdot \rho \cdot l}{t} = \frac{427 \cdot \theta \cdot l}{t}$$

gdzie:

$\theta$ ,  $m_{nom}$ , A, l,  $t_{ref}$  i t – zdefiniowane jak przy wzorze MVR w metodzie **B**

$\rho$  - gęstość stopionego tworzywa w temperaturze pomiaru,  $\text{g}/\text{cm}^3$  wyrażone wzorem:

$$\rho = \frac{m}{0,711 \cdot l}, \text{ g}/\text{cm}^3$$



gdzie:

m – masa wytłoczonego odcinka o znanej objętości i długości (l), oznaczona przez zważenie, g.

Wyniki podaje się z dokładnością do dwóch cyfr znaczących. Dla precyzji pomiaru istotnym jest dokładne czyszczenie przyrządu pomiarowego przed każdym pomiarem, aby ograniczyć wpływ zanieczyszczeń na wyniki. Dlatego każdy pomiar należy zakończyć dokładnym wyczyszczeniem przyrządu.

## 4.2 Opis i obsługa programu MFI

Uruchomić program MFI, pokaże się główne menu, wprowadzić dane wybierając F1-wykonaj pomiar i F2- zmień dane), po wprowadzeniu prawidłowych danych wybrać klawiszem F1-test MFI, ukaże się okno dialogowe do wprowadzenia nazwy testu (max.8 znaków) i parametrów badania. Po załadowaniu tworzywa do oczyszczonego cylindra i nałożeniu tłoka wraz z odpowiednim obciążeniem wcisnąć Enter by uruchomić test. Na ekranie pojawi się komunikat "Test in progress", w tym czasie komputer jest gotowy do przyjęcia danych z pomiaru wskaźnika szybkości płynięcia. Zawsze przy rozpoczęciu i zakończeniu pomiaru następuje automatyczne odcięcie strugi wypływającego materiału.

## 4.3 Wynik testu

Tabela wyników pokazuje:

- wyniki pojedynczych etapów,
- wartości średnie i odchylenie standardowe,
- dane reologiczne,
- dane badania.

## 4.4 Dane opcji przetwarzania

Dostępnych jest sześć opcji :

- wydruk danych (F1- print data) ,drukowane są wszystkie warunki testu i dane pomiarowe,
- zapamiętanie danych (F2-saving data) , przechowywanie na dysku wszystkich warunków testu i danych pomiarowych we wcześniej przygotowanym katalogu plików,
- anulowanie testu (F3- cancel test) , pozwala wymazać jeden lub więcej poszczególnych etapów w dwojaki sposób:
  - kasowanie ręczne , krok po kroku,
  - kasowanie procentowe,
- wykonanie wykresu (F4-grafic of MFR),
- odtworzenie danych (F5-rebuild tab.),
- menu (F6-return to menu) , pozwala wrócić do głównego menu.

## 5 Uwagi

Protokół badania powinien zawierać: opis badanego materiału, warunki przeprowadzenia badania, wszystkie dane potrzebne do wyliczenia wskaźnika MFR i MVR, Ze względu na wysoką temperaturę w jakiej przeprowadza się oznaczenie wskaźnika szybkości płynięcia należy stosować rękawice ochronne. Integralną częścią instrukcji stanowi norma PN-EN ISO 1133:2002 (U) Tworzywa sztuczne. Oznaczanie masowego wskaźnika szybkości płynięcia (MFR) i objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia (MVR) tworzyw termoplastycznych.