

**LABORATORIA
APARATURA
BADANIA**

ISSN-1427-5619

LAB

4 / 2020

KWARTALNIK



**Oznaczanie współczynnika
szybkości płynięcia (MFI)**

Zawartość ołowiu w owocach



Własności przetwórcze materiałów polimerowych – oznaczenie współczynnika szybkości płynięcia (MFI)

Agnieszka J. Nowak^{a)}, Andżelika Lis^{b)}

Warunkiem wytwarzania i przetwórstwa materiałów polimerowych jest spełnienie określonych własności użytkowych zgodnych z obowiązującymi normami światowymi oraz wymaganiami jakościowymi producenta i/lub odbiorcy. Spełnianie warunków jakościowych produktu wyjściowego wymaga kontroli procesu przetwórczego na każdym jego etapie. W związku z rozwojem inżynierii materiałowej i wytwarzaniem nowych mieszanin oraz kompozytów o osnowie termoplastycznej w ostatnich latach wzrosło zapotrzebowanie na informacje dotyczące charakterystyki materiału w kontekście jego przetwarzalności. Przetwarzając materiały polimerowe istotna jest odpowiednia homogenizacja i ujednorodnienie surowca, szczególnie w przypadku polimerów z dodatkiem napelnaczy, pigmentów bądź modyfikatorów. Znajomość podstawowych własności materiałów polimerowych, w szczególności reologicznych, jest podstawą w projektowaniu opłacalnych pod względem ekonomicznym, jak i ekologicznym pro-

cesów przetwórczych tej grupy materiałów inżynierskich. Jednym ze sposobów identyfikacji własności przetwórczych termoplastów jest badanie określające wskaźnik płynięcia tworzyw sztucznych MFI (ang. Melt Flow Index). Wskaźnik ten jest niezbędny przy doborze odpowiednich parametrów przetwórczych takich jak temperatura, ciśnienie i/lub czas procesu wtrysku, a ponadto pozwala na ocenę płynności danego tworzywa w temperaturze przetwórstwa [1-4, 6]. Wskaźnik szybkości płynięcia materiałów polimerowych jest wyrażany w liczbie gramów lub objętości tworzywa wytłoczonego w plastometrze przez dyszę o określonej średnicy, pod określonym obciążeniem i w określonej temperaturze. Jego wartość zależy od: własności tworzywa termoplastycznego, jego struktury, budowy, ciężaru cząsteczkowego i wielu innych czynników. Istnieje kilka metod badawczych umożliwiających wyznaczenie wskaźnika szybkości płynięcia materiału. W metodzie A można wyznaczyć MFR (wagowy wskaźnik szybkości płynięcia) przy uży-

ciu obcinaka, sekundomierza i wagi o działce elementarnej. Metodą B wyznacza się MVR (objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia), wyrażający objętość tworzywa przepływającego przez dyszę kołową w znormalizowanych warunkach [3-7]. Obecnie najczęściej badanie określające wskaźnik szybkości płynięcia materiałów polimerowych MFI wykonuje się na plastometrze. Urządzenie to służy do określania objętościowego współczynnika płynięcia MVR oraz wagowego współczynnika płynięcia termoplastycznych polimerów wg norm: DIN EN ISO 1133, ASTM D 1238, BS 2782. Wartości uzyskane podczas badania w dużej mierze uzależnione są od szybkości ścinania, która jest mniejsza niż w przypadku rzeczywistego przetwórstwa ww. materiałów [4, 8-10]. W artykule przedstawiono tok postępowania przy oznaczaniu masowego wskaźnika szybkości płynięcia (MFR) za pomocą plastometru obciążnikowego BMF-001 firmy Zwick/Roell. Przed umieszczeniem termoplastycznego materiału

polimerowego w cylindrze urządzenia badawczego należy zważyć jego odpowiednią ilość; w kolejnym kroku umieszczone w cylindrze tworzywo wytłacza się przez dyszę pod naciskiem tłoka z obciążnikami. Tłok badawczy umieszczany w kanale badawczym jest istotnym elementem plastometru: dzięki niemu uplastycznione tworzywo jest z łatwością wytłaczane i następnie ścinane na odcinki pomiarowe. Istotnym elementem tłoka jest znacznik odniesienia, informujący o odpowiednim momencie rozpoczęcia badania. Prawidłowe wykonanie badania zapewnia odpowiednie ustalenie zmiennych, odgrywających kluczową rolę przy określeniu wskaźnika MFI. Zalicza się do nich m.in.: metodę badania płynięcia, zadaną temperaturę, obciążenie badawcze, czas grzania wstępnego, rodzaj termoplastu oraz masę tworzywa umieszczonego w cylindrze, a także określenie wystarczającej ilości pozyskanych odcinków badawczych. W omawianym badaniu można oznaczyć wagowy oraz objętościowy



wskaźnik szybkości płynięcia, a wartości tych współczynników obliczane są z następujących wzorów [4]:

a) Wagowy wskaźnik szybkości płynięcia, wyrażony w g/10 min:

$$MFR = \frac{42,7 \cdot l \cdot \rho_{pt}}{t} \quad (1)$$

b) Objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia, wyrażony w cm³/10 min:

$$MVR = \frac{42,7 \cdot l}{t} \quad (2)$$

c) Gęstość ρ_{pt} (w temperaturze badania), wyrażona w g/cm³:

$$\rho_{pt} = \frac{m_{pt}}{V} \quad (3)$$

d) Objętość, wyrażona w cm³:

$$V = \frac{42,7 \cdot l}{600} \quad (4)$$

gdzie:

- l – długość drogi tłoka, mm,
- t – czas pomiaru, s,
- ρ_{pt} – gęstość próbki w temperaturze badania, g/cm³,
- V – objętość pojedynczego odcinka, cm³,
- m – masa próbki, g,

Na podstawie danych zawartych w serii norm EN ISO 1133, opracowano tablicę (Tablica 1), w której zawarto typy tłoków badawczych z rekomendowanym obciążeniem, adekwatnym do konkretnego materiału termoplastycznego.

Po uruchomieniu jednostki sterującej z odpowiednim oprogramowaniem oraz plastometru rozpoczyna się badanie wskaźnika szybkości płynięcia MFI.

Po wprowadzeniu parametrów określających metodę badania ustala się parametry

próbny, tj. temperaturę, obciążenie, czas grzania wstępno itp. Następnie ustala się niezbędną ilość wymaganych odcinków pomiarowych.

W kolejnym kroku zaznacza się wartości, które zostaną wygenerowane po przeprowadzeniu badania oraz czas pomiaru. W zależności od wybranej metody określa się masowy wskaźnik szybkości płynięcia (w przypadku metody A) lub objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia (w metodzie B).

Po wprowadzeniu wszystkich parametrów badania w programie i przesłaniu pliku

z ustalonymi parametrami do urządzenia pomiarowego następuje grzanie urządzenia do wskazanej temperatury. Po jej osiągnięciu, napełnia się kanał badawczy odważonym materiałem przeznaczonym do badania (5 g). Podczas napełniania kanału należy ugniatać materiał prętym zagęszczeniowym. Operację napełniania oraz ubijania powinno się wykonywać w sposób ciągły, tak aby jej czas nie przekraczał jednej minuty. Następnie należy umieścić tłok w kanale badawczym i rozpocząć badanie naciskając przycisku START. Tym samym następuje

grzanie wstępne uplastyczniające polimer w zadanym czasie. Zgodnie z właściwościami przepływowymi badanego materiału, obciążenie można nanieść przy starcie na tłok badawczy lub pozostawić tłok nieobciążony. Po upływie czasu grzania wstępnego i osiągnięciu przez dolny znacznik odniesienia tłoku badawczego górnej krawędzi kanału badawczego, należy wcisnąć przycisk „START POMIARU”. Pomiar zostaje uruchomiony i obcinarka odcina wychodzącą wytłoczkę pierwotną, którą należy odrzucić z puli odcinków pomiarowych.

Tablica 1. Parametry badania MFI z użyciem tłoka z odpowiednim obciążeniem [4]

Norma	Materiał	Materiał – pełna nazwa	Temperatura, °C
Tłok badawczy z talerzem obciążenia ze swoim obciążeniem 325 g			
ISO 1872-2	PE	Polietylen	190
ISO 4613-2	E/VAC	Kopolimer etylenu z octanem winylu	125
ASTM D 1238	PE	Polietylen	190
ASTM D 1238	PE	Polietylen	125
Tłok badawczy ze standardowym obciążeniem podstawowym 2,16 kg			
ISO 1872-2	PE	Polietylen	190
ISO 1873-2	PP	Polipropylen	230
ISO 4613-2	E/VAC	Kopolimer etylenu z octanem winylu	150
ISO 4613-2	E/VAC	Kopolimer etylenu z octanem winylu	190
ISO 8986-2	PB	Polibutadien	190
ISO 9988-2	POM	Polioksymetylen	190
ASTM D 1238	PE	Polietylen	190
ASTM D 1238	PP	Polipropylen	125
ASTM D 1238	PP	Polipropylen	230
ASTM D 1238	E/VAC	Kopolimer etylenu z octanem winylu	190
Tłok badawczy z obciążeniem 5 kg			
ISO 1622-2	PS	Polistyren	200
ISO 1872-2	PE	Polietylen	190
ISO 1873-2	PP	Polipropylen	230
ISO 2897-2	PS-I	Polistyren (odporny na uderzenia)	200
ISO 15494-2	PP	Polipropylen	190
ASTM D 1238	PS	Polistyren	190
ASTM D 1238	PS	Polistyren	200
ASTM D 1238	ABS	Akrylonitryl/Butadien/Styren	200
ASTM D 1238	MABS	Matakrylan Metylu/ Akrylonitryl/ Butadien/Styren	200

Po odcięciu i usunięciu pierwszej wytłoczki, urządzenie rozpoczyna odcinanie prawidłowych odcinków pomiarowych, których długość powinna wynosić co najmniej 1 cm. Czas między uzyskaniem kolejnych odcinków jest uprzednio określony przez operatora w oprogramowaniu. Wszystkie odcinki należy pojedynczo zważyć, a uzyskane wartości wprowadzić do systemu.

Po wprowadzeniu masy odcinków uzyskanych podczas badania MFR, w programie generowana jest tablica z wyznaczonym masowym wskaźnikiem szybkości płynięcia oraz innymi informacjami zaznaczonymi przy wprowadzeniu danych do badania, np. czas badania na początku i/lub końcu poboru odcinka. Poniżej przedstawiono wyniki oznaczania masowego wskaźnika szybkości płynięcia dla 5 g polietylenu niskiej gęstości (PELD). Badanie wykonano w 190°C przy użyciu obciążenia 2,16 kg oraz 5 kg; czas grzania wstępnego wynosił 300 sekund. Na rysunku 1 przedstawiono pozyskane

Tabela 2. Wyniki pozyskane w badaniu MFR

Próba nr	Indeks	MFRn, g/10min	MFR, g/10min	t(start)n, s	t(ende)n, s
I	1	1,30	1,23	603,2	643,9
	2	1,27		643,9	683,9
	3	1,14		683,9	723,9
	4	1,25		723,9	763,9
	5	1,22		763,9	803,9
	6	1,17		803,9	843,9
	7	1,26		843,9	883,9
II	1	1,01	0,98	7,3	48,0
	2	0,99		48,0	88,0
	3	0,96		88,0	128,0
	4	0,95		128,0	168,0
	5	1,00		168,0	208,0
	6	0,95		208,0	248,0
	7	0,99		248,0	288,0

odcinki, natomiast w tabelicy 2 zestawiono wyniki.

Istnieje wiele metod przetworstwa tworzyw sztucznych. Wiele materiałów termoplastycznych można poddawać formowaniu wtryskowemu lub wytłaczaniu. W ten sposób uzyskuje się elementy, które wykorzystywane są w wielu dziedzinach przemysłu, czy nauki. Jednak, aby prawidłowo zaprojektować proces przetwórczy, niezbędna jest podstawowa wiedza na temat

budowy i stanu fizycznego rozpatrywanego materiału. W przypadku przekroczenia zakresu temperaturowego, polimer ulega degradacji termicznej i nie spełnia warunków jakościowych finalnego wyrobu. Znajomość własności reologicznych tworzywa jest zatem podstawą do określenia prawidłowych parametrów przetwórczych. Praktyczne zastosowanie nowych materiałów polimerowych oraz kompozytowych jest ła-

twiejsze w przypadku znajomości lepkości czy wskaźnika szybkości płynięcia danego polimeru. Istotnym współczynnikiem będącym szybkim, technologicznym sposobem oceny możliwości przetwórczych materiału oraz efektywności zastosowanych napelnaczy jest tzw. MFI, czyli wskaźnik szybkości płynięcia materiału. Dzięki określonym normom dedykowanym badaniu możliwa jest dokładna weryfikacja jakościowa wytypowanego tworzywa, jak i sprawna ocena jego możliwości przetwórczych, a obsługa plastometru obciążnikowego jest stosunkowo prosta i szybka – umożliwia sprawne wykonywanie testów zarówno w warunkach laboratoryjnych, jak i przemysłowych.

Niniejsze opracowanie powstało dzięki realizacji badań realizowanych w ramach działań Studenckiego Koła Naukowego Przetwórstwa Tworzyw Sztucznych i Kompozytów

a)



b)



Rysunek 1. Odcinki pozyskane w trakcie oznaczania wskaźnika szybkości płynięcia PELD; próba: a) I; b) II



„HEAD TO HEAD” działającego przy Katedrze Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych na wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Literatura

[1] Iwko J., Technologia wtryskiwania tworzyw polimerowych, Laboratorium Tworzyw Sztucznych, Politechnika Wroclawska, PlastNews, 2010
 [2] Sasimowski E., Przetwórstwo tworzyw polimerowych, Aspekty technologiczne i nowe trendy część 2, monogram Politechniki Lubelskiej, Lublin, 2016

[3] Barczewski M., Czarnańska-Komorowska D., Andrzejewski J., Sterzyński T., Dutkiewicz M., Dudziec B., Właściwości przetwórcze termoplastycznych tworzyw polimerowych modyfikowanych silseskwoksanami (POSS), Polimery, 10/2013

[4] Porowski R., Wprowadzenie do analizy termicznej polimerów, Zeszyty Naukowe SGSP 2017, 64/4/2017

[5] www.apinstruments.pl/oferta/lepkosc-i-wlasciwosci-reologiczne/, dostęp 03.02.2020

[6] Modzelewska D., Dołhańczyk-Śródka A., Ziembik Z., Ba-

dania właściwości reologicznych kefirów, Proceedings of ECOpole, 2016

[7] http://tworzywa.blogspot.com/2008/06/waciwoci-lepkospryste-tworzyw_18.html, dostęp 03.02.2020

[8] http://kchitp-test.ch.pw.edu.pl/upl/mbm_12.pdf, dostęp 03.02.2020

[9] Dziubiński M., Kiljański T., Sęk J., Podstawy teoretyczne i metody pomiarowe reologii, Monografie Politechniki Łódzkiej, Łódź, 2014

[10] Garbacz T., Sikora J.W., Przetwórstwo tworzyw poli-

merowych, Ćwiczenia laboratoryjne cz.1, Politechnika Lubelska, Lublin, 2012

a) Politechnika Śląska Wydział Mechaniczny Technologiczny, Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice; adres do korespondencji: agnieszka.j.nowak@polsl.pl

b) Politechnika Śląska Wydział Mechaniczny Technologiczny, SKN Przetwórstwa Tworzyw Sztucznych i Kompozytów „HEAD TO HEAD”, ul Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice.

FIRMA SYL & ANT INSTRUMENTS OFERUJE APARATURĘ:

CKIC 开元

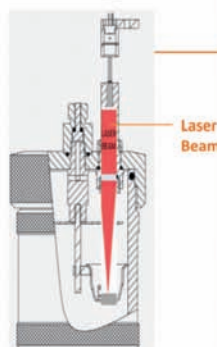
KALORYMETR

5E-C5808

UNIKATOWA KONSTRUKCJA

GŁÓWNE CECHY APARATU:

Opatentowana technologia laserowego zapłonu. Szybsze przygotowanie próbki, nie wymaga stosowania drutu zapłonowego, bawełnianej nitki. W pełni zautomatyzowany kalorymetr izoperiboliczny, adiabatyczny (identyfikacja bomby, unoszenie bomby, napełnianie, opróżnianie tlenem, napełnianie wody).
 Metodyka zgodna z normami: ASTM, ISO, GB, PN.
 Stała temperatura wody w naczyniu pomiarowym i w płaszczu wodnym, stabilne warunki analizy, podgląd poziomu wody, kilka metod pomiarowych wybieranych z programu, czas analizy ok.. 8 min, w pełni automatyczna analiza, niskie koszty eksploatacji, oprogramowanie w j.polskim.



PONADTO DOSTARCZAMY RÓWNIEŻ:

- analizatory powierzchni właściwej, porowatości
- analizatory uziarnienia, potencjału zeta
- analizatory sorpcji, desorpcji gazów
- analizatory porowatości, gęstości
- analizatory temperatury topnienia
- analizatory elementarne CHN, CHNS(O)
- kalorymetry jedno lub dwu stanowiskowe
- spektrometry masowe
- analizatory: WDXRF, GC-MS, LC-MS, ICP-MS, ACP-AES
- chromatografy gazowe
- analizatory zapachu
- spektrofotometry w tym do pom. barwy

Dostawca:

SYL & ANT

Instrumentals

APARATURA NAUKOWO - BADAWCZA I KONTROLNO POMIAROWA

NIEWIESZE/k GLIWIC
 ul. Pyskowska 12

44 - 172 PONISZOWICE

tel 32 230 32 01

fax 32 230 33 01

e-mail: info@syllant.pl

WWW.SYLLANT.PL