

# Folyásindex mérési adatok széles körű hasznosítása

Tóth Péter\*

## A készülékfejlesztés jellemzése

Már-már közhelyként hangzik az a kijelentés, hogy a piaci verseny egyre élesedik, de ez fokozottan érvényes a műanyagipari ágazatra is. Az ár mellett a legjelentősebb szempont a minőség. Hosszútávon csak az a gyártó tud versenyképes maradni, aki több információt tud nyújtani a gyártott alapanyag tulajdonságairól és feldolgozhatóságának paramétereiről.

A folyásindex-mérő készülékeken éveken át változatlan megoldásokat alkalmaztak, lényeges technikai újításokat csak kb. 25 évvel ezelőtt tapasztalhattunk először. Köszönhetően a technikai fejlesztéseknek, mára az egyszerű mérőkészülékektől a sokoldalú polimer-analízáló berendezésekig jutottunk el.

Kezdetben csak az automatikus mintavágás volt az egyetlen említendő technikai fejlesztés, de igazán nagy áttörést a dugattyú elmozdulásának a mérése jelentett (l. később). A fejlesztés másik iránya a készülék automatizálása volt (pl. automatikus mintaadagolás, vágás, terhelés ráadás, a készülék tisztítása.) Ez utóbbi jelenti a legkomplexebb műszaki feladatot, hisz nagyon összetett mozgásfolyamatokat kellett automatizálni. Mégis indokolt foglalkozni vele, mert sokszor a készülék kitisztítása és új mérésre kész állapotba hozása több időt vesz igénybe, mint maga a mérési folyamat).

Napjainkban a folyásindex-mérők széles választéka áll rendelkezésre a legegyszerűbb manuális típustól a mikroprocesszor vezérlésű automatikus verzióig.

A folyásindex-mérők mindegyike abban megegyezik, hogy meghatározott nagyságú terhelést fejt ki a dugattyún keresztül az alapanyagra, hogy meghatározza azt az anyagmennyiséget (tömegben kifejezve), amely egy szabványos méretű furaton keresztül a választott időegység alatt (10 perc) kifolyik az adott mérési hőmérsékleten. Természetesen a terhelések és a hőmérséklet értékek szabványban rögzített paraméterek és az ismert és használatos párosításokat a leggyakoribb anyagok esetére az 1. táblázatban foglaljuk össze.

Mint látható a terhelés 0,325 kg – 21,6 kg tartományban változik. A leggyakrabban használatos terhelések: 1; 2,16; 5; 10; 20; 21,6 kg.

A terhelésnek mindig két összetevője van: a dugattyú és a tetejére helyezett súlytárcsa tömege. A dugattyú tömege 0,325 kg, mely a legkisebb szabványos terhelést testesíti meg (ekkor súlytárcsát nem helyezünk fel).

Tíz perc idő eltelte után az extrudált anyagmennyiséget levágva és mérlegre helyezve megkapjuk a folyásindex értéket g/10 min egységben (adott hőfokon és terhelés mellett). Ezt kezdetben MFI (Melt Flow Index) néven illeték, majd később az MFR (Melt Flow Rate) elnevezést vezették be. A hétköznapi nyelvben mindkét kifejezés mai napig használatos.

Sokszor félreértésre adhat okot, ha csak az MFI értékét közlik, de a két lényeges paramétert: a hőfokot és a terhelést nem. A szám önmagában semmit nem mond csak a paraméterekkel együtt értelmezhető.

Számos technikai fejlesztés jellemzi az elmúlt időszakot a mérések automatizálása és a befolyásoló emberi tényezők kiküszöbölése, a megbízhatóbb, a konzisztens eredmények biztosítása és a szórás csökkentése érdekében.

Manapság a fő feladat megjósolni a vevők igényeit, és azoknak a mérési adatoknak a mennyiségét, amelyre szükségük lehet a minőség biztosítása érdekében. A nemzetközi tapasztalatok szerint az alapanyaggyártók az új berendezések beszerzésénél az esetek jelentős részében nem éreznek motivációt olyan berendezés megvásárlása iránt, amely a pillanatnyi igény kielégítésénél magasabb technikai színvonalon áll (és itt nemcsak a berendezés magasabb beszerzési ára kell gondolni, de egy modernebb berendezés – ahhoz hogy annak adottságait megfelelően ki is tudják aknázni – jól képzett, a reológia területen jártas kezelőt is igényel). Ez a rövid távú gondolkodás azonban az esetek nagy részében visszajára fordul.

\*Testor Kft.

1. táblázat. A folyásindex-mérés jellemzői anyagokként

Anyag	Hőmérséklet (°C)	Terhelés (kg)
POM	190	2,16 vagy 1,05
PMMA	230	1,2 vagy 3,8
ABS	200	5
	230	3,8
Cellulose esters	190	0,325; 2,16 vagy 5,0
	210	2,16
PA	275	0,325
	235	1,0; 2,16; 5,0
PCTFE	265 vagy 310	12,5
PC	300	1,2
PE	125	0,325 vagy 2,16
	190	21,6 vagy 10
	310	12,5
PP	230	2,16
PS	200	5
	230	1,2 vagy 3,8
	190	5
PET	210, 250 vagy 285	2,16
PVA	150	2,16
PPS	315	5,0

Reagálva a piac igényeire és elvárásaira a fröccsöntés vagy extrudálás számítógépes modellezése egyre elterjedtebbé válik, melyet elsősorban az új termékek szállítási határidejének lerövidítése indukál és az a tény, hogy a feldolgozók egyre több és több információt igényelnek a feldolgozási eljárással kapcsolatban, mint valaha korábban.

Napjainkban egy folyásindex-mérő készülék lényegesen több információt nyújt, mint a hagyományos mérőberendezések. Azok az alapanyaggyártók, akik ezt nem veszik figyelembe, és nem képesek – korszerű berendezés hiányában – a megkövetelt részletességű és pontoságú adatok szolgáltatására, esetleg új piacokról maradhatnak le.

Új jelenség az ún. moduláris berendezés kialakítás, mely lehetővé teszi a felhasználó számára, hogy az esetleg egyszerűbb felszereltségű berendezését a későbbiek során továbbfejlessze.

A folyásindex-mérők választéka nagyon széles, de a legfontosabb mérési paraméter, a *hőmérséklet pontos és stabil* tartásában mindegyik közös. Ez alapvetően gyors reakcióidejű hőmérsékletszabályozást és kellő fűtőteljesítményt igényel, amely az esetlegesen hirtelen fellépő külső hőmérsékletváltozás hatását is gyorsan kiegyenlíti (pl. ha valaki nyitva hagyta a labor ajtaját és hideg levegő éri a készüléket).

A modern folyásindex-mérők a dugattyú elmozdulását is mérik. Erre alapvetően két technikai megoldás létezik: LVDT (Linear Voltage Displacement Transducer) és digitális encoder (szögelfordulás mérő). Mindkét eljárás lényege az, hogy segítségével a dugattyú mozgása folyamatosan érzékelhető, melynek alapján meghatározható az időegység alatt kifolyt anyagmennyiség térfogata (MVR-Melt Volume Rate, cm<sup>3</sup>/10 min). Az így megkapott MVR értéket felszorozva a vizsgált alapanyag ömledékének az adott hőfokon mért sűrűségével, megkapjuk az időegység (10 min) alatt kifolyt anyag tömegét grammban. Ez nem más, mint a folyásindex (MFR). Ezt a folyamatot a szabvány B eljárásként jelöli. Az encoder vagy az LVDT belső pontosságá kb. 0,001 mm, amely a *folyásindex mérési pontosságát 0,1% nagyságrendűvé teszi!*

Lényeges, hogy az ömledék sűrűsége az adott hőmérsékletre vonatkozzék, mivel az anyagok ezen jellemzője hőmérsékletfüggő (pl.: a HDPE szobahőmérsékleten mért 0,96 g/cm<sup>3</sup> sűrűsége 190 °C-on már csak 0,75 g/cm<sup>3</sup>, azaz 22%-ot változott).

A mikroprocesszoros elektronika lehetővé teszi a mérések folytonos és automatikus végrehajtását úgy, hogy egyidejűleg akár mindkét eljárás (Procedure A és B) is elvégezhető. A folyásindex-mérő készülék a B eljárás alapján – általunk előre megadott mérési hosszon (ha úgy tetszik

dugattyú elmozduláson) – az általunk megadott lépésszámban meghatározza az MVR (és így az MFR) értékét. Az időegység alatt levágott extrudátum darabokat mérlegre helyezve az A eljárás alapján meghatározhatjuk az MFR értékét más úton is. A két érték az MFR (az A eljárásból) és az MVR (a B eljárásból) hányadosa az ömledék sűrűségét adja. Az A és B eljárás során kapott MFR ideális esetben jó közelítéssel megegyezik. Ha túl nagy a szórás a két érték között, ez gyakran rossz minta-előkészítésre utal (pl. túl nagy volt a minta nedvességtartalma, ilyenkor mérés előtt célszerű a mintát szárítókemencébe helyezni). Az encoder vagy LVDT nyújtotta lehetőségnek köszönhetően egy mérési folyamat során több (esetünkben max. 40) mérési eredményünk lehet (ezt a definiálható mérési hossz és a szintén megadható mérési pontok száma illetve ezeknek hányadosa határozza meg).

## A mért anyagjellemzők és hasznosításuk

### Az ömledéksűrűség: MFR/MVR

Az ömledéksűrűség gyakorlati hasznosítása:

- Bemenő adatként szolgál a B eljárás esetén az MFR kalkulációjához.
- Az öntőforma kitöltést szimuláló programokhoz bementi adatként szolgál.
- Alapját képezi a mennyiségi kalkulációknak az öntőszerszámban fellépő zsugorodás kiszámításához.

A sok mérési adatnak köszönhetően ki tudjuk zárni a statisztikai értékelésből azokat a szakaszokat, amelyek nagyon kilógnak a sorból (mert pl. buborék maradt a megömlt alapanyagban). Így azok nem torzítják el a statisztikai kiértékelés eredményeit (pl. az átlagot és a szórást).

A mérés kezdetekor a kezelő tölti be a mintát a fűtőkemencébe és mechanikusan megtömöríti azt. Az egyszerűbb készülékekben ezt manuálisan végzik, míg a vezérelt készülékekben automatikusan, az erőmérőn előre beállított, szabályozott nagyságú tömörítő erővel. Ezt követően egy előhevítési szakasz következik: az alapanyagot néhány percig a hengerben kell hagyni, hogy felvegye környezete hőmérsékletét, illetve a hideg alapanyag és dugattyú behelyezése okozta hőfokesést a berendezés kompenzálja és a hőmérsékletet stabilizálja. Ez az automatikus készülékekben szintén szabályozott és előre beállított intervallum. Az előhevítési időtartam betartása és a tömörítő erő állandó értéke révén a mérések szórása eddig soha nem tapasztalt alacsony értéken tartható. Ez különösen a kis folyásindexű anyagok esetén lényeges (pl. ahol az MFI értéke kb. 0,2 g/10 min tartományban van – ezek az ún. fraction melts-ek). Az előtömörítés ereje általában 300 – 1300 N között állítható, értéke a beépített erőmérő cella segítségével kontrollált (lásd az MFT 130 típust).

Olyan anyagok esetén, amelyek különösen kényesek a tömörítő terhelésre, gyakran a dűzsin kilépő anyag duzzadása is fontos jellemző lehet. Ezt érintésmentes úton, általában lézer segítségével mérjük.

Az automatikus tömörítést lehetővé tévő kiegészítők további hasznos funkciója, hogy a mérés végén a megmaradt anyagmennyiséget a készülék kinyomja a hengerből (lehetővé téve a tisztítás elvégzését és új teszt elindítását). Alkalmos, továbbá arra, hogy a dugattyút a mérés kezdetkor a mérési pozícióba hozza. (Pl. az ISO 1133 szabvány előírása szerint a mérést a dűzsin tetejétől mért 20-50 mm közötti szakaszon kell elvégezni, tehát amíg a dugattyú el nem éri a felső pontot [50 mm] a mérés el sem kezdődhet.)

### A folyásindex-arány (FRR)

Amikor ugyanazon alapanyagon két MFI mérést hajtanak végre különböző terhelések alkalmazásával, a két kapott MFI érték aránya a folyásindex-arány (FRR - Flow Rate Ratio, l.: ISO 1133 szabvány). Általában a terhelések aránya 1:10 (pl. 2,16 kg és 21,6 kg) és az FRR várt értéke szintén 1:10 (monodiszperz polimerek esetén, melyek newtoni viselkedést mutatnak). Ez leegyszerűsítve annyit jelent, ha a terhelőerőt a 10x-esére növeljük, akkor a kifolyt anyagmennyiség tömege is 10x-es lesz.

A nem-newtoni anyagok esetén az FRR értéke nagyobb lesz 10-nél, így tehát ha az FRR értékre 10-nél nagyobb számot kapunk, azt úgy értelmezhetjük, mint a polidiszperzitás biztos jelét. Mindebből további gya-

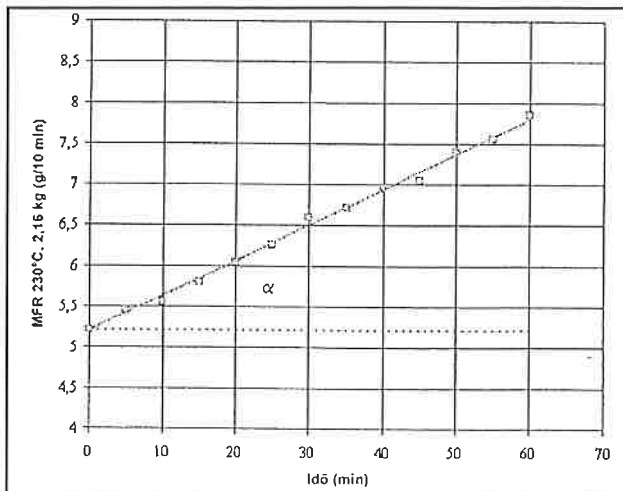
korlati becsléseket illetve megállapításokat tehetünk az anyag molekula-tömeg eloszlására is.

Ez utóbbi meghatározása azért nagyon lényeges, mert közvetlen és szoros kapcsolatban áll fenn az anyag feldolgozhatóságával (még hozzá minél szélesebb a molekula-tömeg eloszlás annál inkább javul a feldolgozhatóság). Legnagyobb jelentősége a fúvásos öntésnél és a termoforrásánál van az FFR mérésnek.

### A hőstabilitás vizsgálata

A megömlesztett műanyag szerkezeti átalakulásokon mehet keresztül a folyásindex mérése folyamán (keresztkötések lazulása vagy leszakadása, térhálószedés vagy az anyag degradációja a hőmérséklet, az oxidációs folyamatok, a feszültség hatására stb.).

A dugattyú elmozdulásának folyamatos érzékelésének köszönhetően figyelemmel kísérhetjük a folyásindex időbeli változását (1. ábra) és a hőmérséklet hatására bekövetkező anyagszerkezeti változásokat.



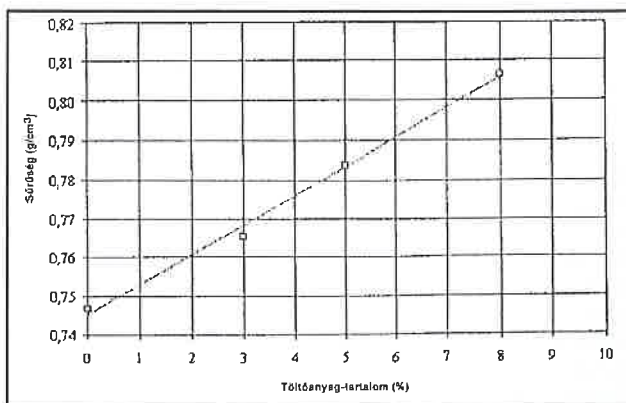
1. ábra

Először egy szabványos mérést célszerű végrehajtani, majd egy 15-60 perces mérés során az esetek nagy részében már érzékelhetőek a fent leírt jelenségek. A degradációs vizsgálatot célszerű a feldolgozás hőmérsékletén végrehajtani, de ennek megválasztásakor figyelembe kell venni a nagy sebességű mechanikus hatások (pl. fröccsöntés) okozta felmelegedést is. Ezért a stabilitást általában 10–30 °C-kal a névleges feldolgozási hőmérséklet.

A hőstabilitás mérésével vizsgálhatók a mechanikai terhelés; a feszültség és a hővé alakult elnyelt munka által megnövekedett hőmérséklet hatására bekövetkező anyagszerkezeti változások, netán a degradáció, de az oxidációs folyamatok kimutatására nem alkalmas.

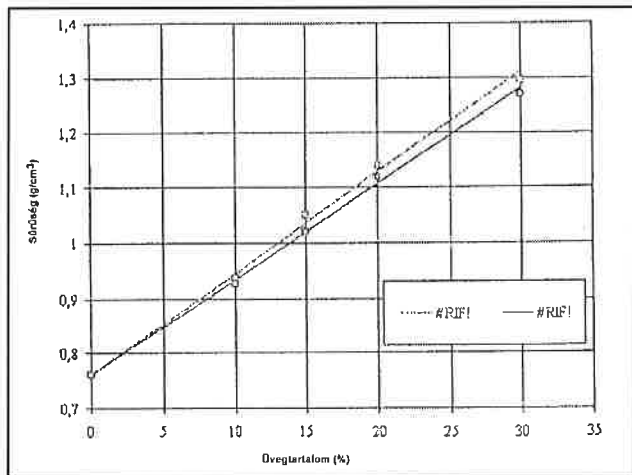
### Összefüggés az anyag ömledéksűrűsége és töltőanyag-tartalma között

Az összefüggés egyértelmű. Ennek alapján mondhatjuk, hogy a kalibrációs görbe felvétele utána a töltött anyagok ömledéksűrűségének



2. ábra

mérésével meg tudjuk határozni töltőanyag-tartalmát (lásd a 2. ábrát). A kalibrációs görbe az azonos matrixú, de különböző töltőanyag-tartalmú mintákon azonos hőmérsékleten mért ömledéksűrűség értékekre illesztett függvény (gyakran egyenes). A 2. ábrán kalcium-karbonáttal töltött polietilén kalibrációs görbéje látható. Az azonos polimer matrixú, de különböző töltőanyagot tartalmazó mintákkal felvett kalibrációs görbék összehasonlításával a polimer és a töltőanyagok kölcsönhatásáról is tájékozódhatunk. Azonos hőmérsékleten a nagyobb ömledéksűrűség a matrix és a töltőanyag erősebb kölcsönhatására utal. A 3. ábra két kü-



3. ábra

lőnböző üveg töltőanyaggal kevert HDPE anyag tulajdonság-változását szemlélteti.

## Készülék-kínálat

A CEAST kínálatában (néhány a BIV. oldalon látható) a legegyszerűbb berendezés a Melt Flow Junior, mely csak a hagyományos (procedure A) szerinti mérésre alkalmas. Ezt követi a MFT 2000 család, mely encoder segítségével méri a dugattyú elmozdulását és meghatározza az MVR, és MFI adatokat (max. 40 pontban), valamint további reológiai mérőszámokat is (mint a nyírófeszültség vagy az alakváltozási sebesség és a viszkozitás). A legfejlettebb modell: az MFT 130, mely erőmérő cellával méri a tömörítő erőt, és teljesen automatikusan elvégzi a mérést. A peremfeltételek azonos értéken tartásának köszönhetően az egymást követő mérések szórása kicsi, nagyon jó a mérések reprodukálhatósága, és az eredmények megbízhatóan összevethetőek.

Köztudott, hogy a folyásindex-mérők az anyagok reológiai karakteristikájának egy pontjáról vagy annak egy rövid szakaszáról nyújtanak információt. Amennyiben a teljes feszültségtartományban szükségünk van reológiai adatokra, akkor változatlanul a reométer a megfelelő eszköz erre a célra.

Összetettebb reológiai elemzések végezhetőek a Rheologic család egyes berendezéseivel, melynek vezérlése a dugattyút mozgathatja állandó sebességgel vagy állandó nyomással is (kapillaris reométerek). A folyásindex-mérők és a Rheologic között foglal helyet a Rheoindex berendezés, mely egyetlen mérési folyamatban akár négy eltérő súlyterhelést alkalmazva méri a folyásindexet, azaz segítségével meghatározható a folyásindex változása a terhelés függvényében.

## SZEMLE

### A digitális radiográfia

Ismeretes, hogy a röntgenfilm több mint hatvan éve elfogadott szabványos eszköz a radiográfiában. Am a digitális technikában bekövetkezett fejlődés lehetővé teszi ma már, hogy ezt a megoldást számos roncsolásmentes vizsgálati eljárásnál előnyösen alkalmazzák. Ez a törekvés a radiográfiát sem hagyja érintetlenül.

A digitális technika alkalmazásának egyik irányzata a filmre rögzített radiogram digitalizálása az általánosan hozzáférhető PC-szkennertel technikával. [A hazai fejlesztésű Radexsys 4.0 radiográfiai kiértékelő és archiváló rendszerről az Anyagvizsgálók Lapja 9(1999)4. számában olvashatnak az érdeklődők.] Ugyanis a filmes technika a műszaki radiográfia számos területén, különösen a hegesztési varratok vizsgálatánál, még sokáig elsődleges lesz. Súlypontként az acélszerkezet-, a készülék- és tartálygyártást, a csővezeték-építést és a részben ezekből felépülő, ipari technológiai rendszerek időszakos állapotellenőrzése említhető. A nagymennyiségű film, radiogram kezelése, kiértékelése, archiválása, visszakeresése – például állapotellenőrzési célú összehasonlításra – a hagyományos módszerekkel nehézkes, a radiogramok kondicionált tárolása hely- és költségigényes.

A fejlesztés másik iránya az egyszer használható film helyettesítése olyan többször felhasználható, szilárd test detektorral, amelyről a rögzített kép eleve digitalizáltan kiolvasható.

A Radview rendszer, melyről a ZfP-Zeitung 2001. októberi számában olvashatunk, kazettába zárt képtárolás fólián (IPC-foszfor-lémezen) rögzíti a hagyományos röntgen- vagy gamma-radiográfiai felvételtechnikával az átsugárzott tárgy képét. Ez egy rejtett (latens) kép, melyet a fólia fény hatására – az elnyelt sugárdózistól függő intenzitású – látható fényt kibocsátó anyaga rögzít. A fóliát egy pásztató lézertény megvilágítású, digitalizáló szkennertel helyezve „hívják elő” és a képpontok fényáram adatait a szkennertelhez kapcsolt PC kiértékelő szoftverje látható képpé alakítja. Ha ez sikeresen megtörtént, akkor a szkennertel épített törlővel újra felhasználható állapotba hozható a fólia. A képtárolás fólia ezerszer felhasználható. Előnye még ennek az eljárásnak – a digitális képfeldolgozás (szűrés, erősítés, javítás), kiértékelés és archiválás előnyei mel-

lett – az, hogy a besugárzási idő (expozíció) átlagosan csak 10%-a a filmes technikához szükségesnek és nagyobb vastagságkülönbségekkel bíró tárgyakról (például szerkezetekről) is készíthető felvétel, viszont a fólia felbontó képesség valamelyest kisebb, mint a filmé.

Az FPD röntgenrendszert a Toshiba cég fejlesztette ki elsődlegesen orvosi diagnosztikai alkalmazásra – olvashatjuk a Look Japan folyóirat 2002. januári számában. A rendszer képrögzítő és digitalizáló eleme az FPD (flat panel detector), közvetlen jelátalakító, kompakt szerkezetű, sík érzékelő, mely a félvezető technika lehetőségeit használja. Jellemző mérete 23x23 cm, melynek 1500x1500 képszejtét (pixel) nagy sebességgel, 30 másodpercen belül olvassa ki a jelprocesszor és továbbítja a digitális képatalakítón át a jeleket röntgenképpé formáló PC-be. Az újdonság: a közvetlen jelátalakítás. Ennek lényege: a sík érzékelő területét lefedő vékonyréteg tranzisztor (TFT) sorok felületét borító amorf szelénrétegben képszejtenként (150  $\mu^2$ ) keletkező, az elnyelt röntgendózissal arányos villamos töltéseket a TFT kondenzátorai tárolják, a jelprocesszor pedig nagy sebességgel kiolvassa. A közvetlen jelátalakítás eredménye a kiválóan éles röntgenkép.

### Pontfény-videográfia

A szerkezeti műanyagok és a szálerősítésű műanyag kompozitok elterjedése előtérbe helyezte az ezekből készült teherviselő szerkezeti elemek roncsolásmentes vizsgálatának igényét.

Ez ösztönözte az S & P GmbH. céget egy új, Spot-Video-Inspection (SVI) néven – melyet pontfény-videográfiának nevezhetnénk – szabadalmaztatott vizsgálórendszer kifejlesztésére és gyártására. Az új módszerrel a ZfP-Zeitung 2001. júniusi számában olvashatunk.

A pontfény-videográfia lényege: a vizsgálandó tárgyon áthaladó, a tárgy anyagszerkezete által módosított, nagy energiasűrűségű, pontszerű fényt a videokamera veszi és egy speciális szoftver a PC-be továbbított jeleket jó minőségű képpé alakítja. Az új módszerrel kimutathatók a műanyag alkatrészekben a hajszálrepedések, a lég- és vízzárványok, rálapolások, mártási hibák, a javított helyek stb., illetve a kompozitok szerkezete.