

Arkadiusz KLOZIŃSKI¹, Paulina JAKUBOWSKA¹, Maciej WRÓBLEWSKI²

e-mail: arkadiusz.klozinski@put.poznan.pl

¹ Zakład Polimerów, Wydział Technologii Chemicznej, Politechnika Poznańska, Poznań² Remi-Plast s.c., Czerwonak

Prototypowe urządzenie do oceny właściwości przetwórczych tworzyw polimerowych

Wstęp

Jednym z podstawowych warunków wytwarzania produktów z tworzyw polimerowych jest spełnianie przez nie określonych właściwości użytkowych zgodnych z obowiązującymi normami i wymaganiami jakościowymi. Zapewnienie wysokiej jakości produktu wymaga kontroli procesu przetwórczego na każdym jego etapie [Harris, 2007].

W przypadku tworzyw sztucznych istotne znaczenie odgrywa dobra homogenizacja i ujednorodnienie właściwości surowca. Dotyczy to szczególnie tworzyw polimerowych z różnego rodzaju modyfikatorami (napelniacze, wypełniacze, pigmenty, barwniki), które stanowią 95% wszystkich obecnie przetwarzanych polimerów oraz tworzyw recykulowanych [Plastics Europe, 2014].

Największy problem w zakresie przetwórstwa napelnień materiałów polimerowych stanowi jednorodne rozprowadzenie napelniacza w osnowie polimerowej oraz wpływ dodatku na zmianę przetwarzalności kompozycji, w stosunku do polimeru wejściowego [Jakubowska, 2010].

W przypadku przetwórstwa tworzyw polimerowych pozyskiwanych w procesach recyklingu materiałowego problem stanowią zanieczyszczenia poużytkowe pogarszające przetwarzalność polimeru oraz wpływające na jakość końcowego produktu [Kozłowski, 2006; Kozłowski, 2001].

Określenie stopnia dyspersji napelniacza (kompozyty polimerowe) oraz zanieczyszczeń (recyklat) w materiałach polimerowych wymaga zastosowania wysoce wyspecjalizowanej aparatury badawczej (SEM, TEM) dostępnej zazwyczaj, ze względu na swój wysoki koszt, w jednostkach naukowo-badawczych. Ta sama sytuacja dotyczy oceny właściwości przetwórczych/reologicznych polimerów, do których określania stosuje się plastometry obciążnikowe, plastografy oraz reometry [Wilczyński, 2001]. Brak jest obecnie urządzeń, które w szybki i łatwy sposób pozwolą na przeprowadzenie badań dyspersji napelniacza w osnowie polimerowej oraz oceny przetwarzalności polimerów, w tym materiałów recykulowanych.

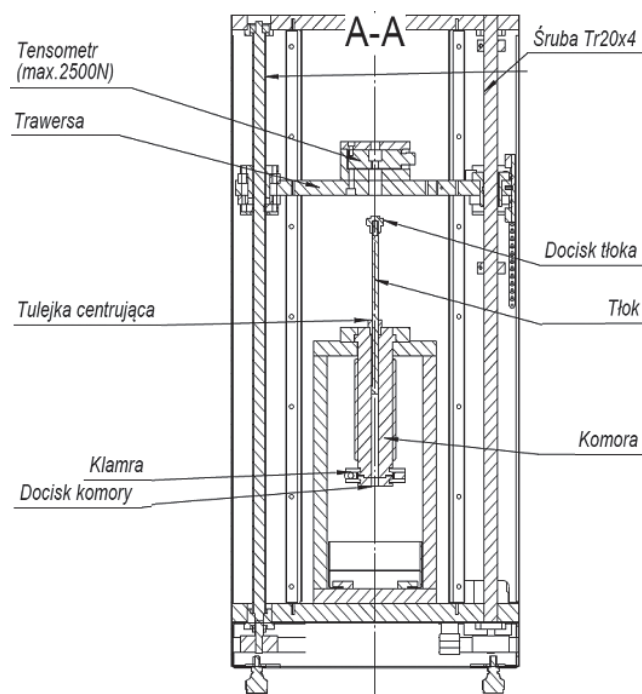
Celem niniejszej pracy jest przedstawienie koncepcji dwufunkcyjnego prototypowego urządzenia do oceny właściwości przetwórczych tworzyw polimerowych, które może być stosowane jako urządzenie badawcze oraz jako aparatura kontrolno-pomiarowa w warunkach przemysłowych.

Budowa i zasada działania urządzenia Filtr Test typu off-line

Do oceny zdyspersgowania pigmentów i napelniaczy w tworzywach sztucznych stosuje się aktualnie dość zaawansowane technologicznie urządzenia typu *in-line* [Woodhead i in., 1997; Dealy i Saucier, 2000], określane jako *Filtr Test* [Labtech Engineering, 2009], wyznaczające wartość ciśnienia filtracyjnego [PN-EN 13900-5:2006]. W przypadku pomiarów *in-line* roboczą część pomiarową stanowi reologiczna głowica, w której zmiany ciśnienia podczas przepływu określane są na podstawie bezpośrednich pomiarów przy użyciu czujników ciśnienia. Analizie poddawany zostaje cały strumień stopionego polimeru (100%), uprzednio uplastyczniony w wylączarce (ślismakowy układ uplastyczniający) [Woodhead M. i in., 1997].

Prezentowane w niniejszej pracy prototypowe urządzenie pomiarowe stanowi *Filtr Test* typu *off-line* [Woodhead i in., 1997], z tłokowo-cylindrycznym układem uplastyczniającym oraz tensometrycznym pomi-

arem ciśnienia filtracyjnego. Poglądowy schemat urządzenia przedstawiono na rys. 1. Budowa i zasada działania aparatu przypomina reometr kapilarny. Wymiary układu uplastyczniającego (komora cylindra oraz tłok) zostały dobrane zgodnie z normatywnymi wytycznymi dla plastometru obciążnikowego [PN-EN ISO 1133-1:2011]. Wartość ciśnienia filtracyjnego określana jest za pomocą tensometru (max. 2500 N), podczas przesuwu tłoka w wyniku ruchu trawersy. Trawersa uruchamiana jest za pomocą mechanizmu śrubowego (śruba Tr20x4) napędzanego silnikiem typu servo z przekładnią 1:70.



Rys. 1. Filtr Test typu *off-line* – schemat

Opracowany *Filtr Test* jest urządzeniem dwufunkcyjnym. Zastosowanie modułowej konstrukcji docisku komory uplastyczniającej, pozwala na montaż ustnika/kapilary w postaci cylindrycznego kanału o przekroju kołowym – funkcja: plastometr lub na montaż sit filtracyjnych – funkcja: *Filtr Test*. Klamrowy system mocowania pozwala na szybki montaż/demontaż narzędzia roboczego (kapilary lub sit filtracyjnych) oraz umożliwia łatwy dostęp do czyszczenia komory układu uplastyczniającego, co ma szczególne znaczenie przy zmianie rodzaju materiału badawczego.

Możliwości pomiarowe urządzenia

Urządzenie sprzężone jest z komputerem i obsługiwane za pomocą dedykowanego programu z wizualnym panelem sterującym. Podstawowe funkcje urządzenia *Filtr Test* (nastawy temperatury grzewczej, przesuw trawersy, wyłącznik bezpieczeństwa) obsługiwane są również z koptu sterującego aparatu.

Urządzenie Filtr Test pracujące jako plastometr obciążnikowy (stałe obciążenie tłoka), zgodnie z obowiązującą normą [PN-EN ISO 1133-1:2011], pozwala na określenie masowego wskaźnika szybkości płynięcia (MFR), objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia (MVR) oraz gęstości polimeru w danych warunkach przetwórczych.

Urządzenie podczas pracy jako Filtr Test, pozwala na wyznaczenie zmian ciśnienia filtracyjnego w funkcji czasu ($p_f = f(t)$) lub drogi ($p_f = f(d)$), dla stałej szybkości przesuwu tłoka ($V = \text{const.}$). Wyznaczony przebieg zmian ciśnienia filtracyjnego pozwala na określenie zdyspergowania pigmentów, wypełniaczy itp. w osnowie polimerowej [PN-EN 13900-5:2006] oraz zmian przetwarzalności polimerów np. w wyniku dodatku recyklatu.

Przykład zastosowania urządzenia Filtr Test

Wstępne badania oceny właściwości przetwórczych, przy zastosowaniu prototypowego urządzenia, zostały przeprowadzone dla mieszanin polimerowych polietylenu małej gęstości (PE-LD Malen E FABS 230D022) firmy Basell Orlen Polyolefines, z dodatkiem poużytkowego recyklatu PE-LD. Podstawowe właściwości zastosowanych materiałów polimerowych przedstawiono w tab. 1.

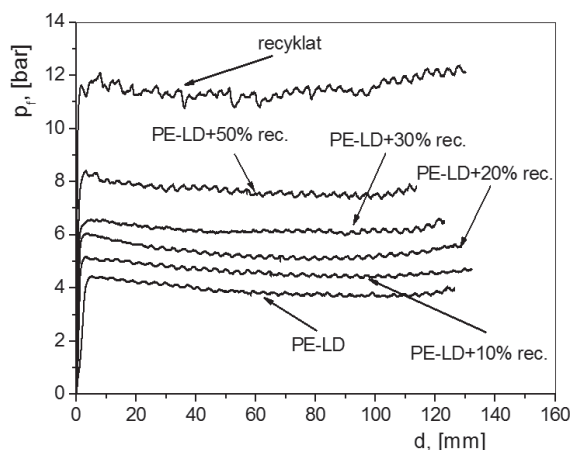
Z powyższych materiałów wytworzono mieszaniny polimerowe o następujących stosunkach wagowych PE-LD/recyklat: 100/0; 90/10; 80/20; 70/30; 50/50; 0/100. Proces homogenizacji mieszanin przeprowadzono przy użyciu współbieżnej wylączarki dwuślimakowej ($D = 16$; $L/D = 40$) z granulacją na zimno. Granulaty, po uprzednim wysuszeniu, poddano badaniom MFR oraz ocenie ciśnienia filtracyjnego, przy użyciu siatki filtracyjnej o średnicy oczek 30 i 60 μm .

Tab. 1. Właściwości zastosowanych polimerów

Właściwość		PE-LD FABS23-D022	Recyklat PE-LD
Gęstość w temp. 23°C	g/cm ³	0,920	0,925
MFR _(2,16; 190)	g/10 min	1,8	0,37

Dodatek recyklatu spowodował pogorszenie przetwarzalności wytworzonych mieszanin, co można było zauważyć w zmniejszeniu wartości masowego wskaźnika szybkości płynięcia kompozycji. MFR wejściowego PE-LD wynosił 1,852 g/10 min, dodatek 10% mas. recyklatu obniżył wartość MFR do 1,488 g/10 min. Dla mieszaniny zawierającej 50% mas. recyklatu wartość MFR utrzymała się na poziomie 0,732 g/10 min.

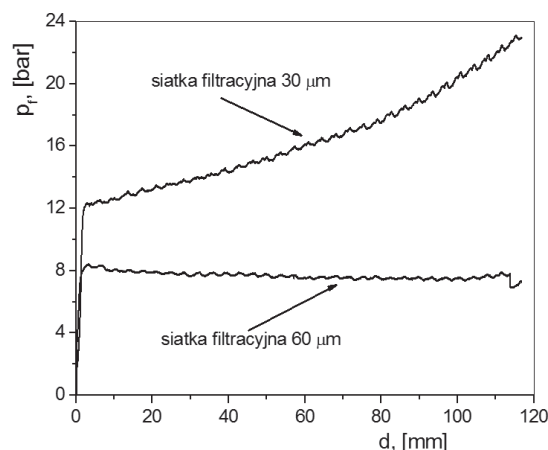
Zmiany technicznego wskaźnika przetwarzalności polimerów odzwierciedliły się również w zmianach ciśnienia filtracyjnego, wyznaczonego za pomocą urządzenia Filtr Test. Przykładowy przebieg krzywych $p_f = f(d)$, wyznaczonych przy zastosowaniu sit o wielkości oczek wynoszących 60 μm , przedstawiono na rys. 2. Najniższą wartość ciśnienia filtracyjnego występowała podczas przetłaczania PE-LD i wyniosła około 4,5 bar. Dodatek recyklatu spowodował wzrost p_f . Przy zawartości 50% mas. recyklatu, ciśnienie filtracyjne utrzymywało się na poziomie około 8,3 bar. Dla polietylenu małej gęstości oraz poszczególnych mieszanin, ciśnienie filtracyjne po uzyskaniu wartości maksymalnej utrzymywało się na zbliżonym poziomie, dla całej drogi przesuwu tłoka. W przypadku recyklatu zauważa się nieznaczny wzrost wartości p_f w końcowej fazie przesuwu tłoka (od około 100 mm). Efekt ten wywołany był wzrostem oporów przepływu wynikających z osadzenia się cząstek stałych (zanieczyszczeń) na sitach urządzenia Filtr



Rys. 2. Wykres zależności zmian ciśnienia filtracyjnego w funkcji przesunięcia tłoka. Sita filtracyjne 60 μm , prędkość przesuwu tłoka 10 mm/min

Test, co może wskazywać na pewne ograniczenia stosowalności samego recyklatu w niektórych procesach przetwórczych.

Przetwarzalność analizowanych mieszanin zależała nie tylko od zawartości recyklatu w kompozycji, ale warunkowana była również czynnikami aparaturowymi. Zupełnie różne przebiegi zmian ciśnienia filtracyjnego uzyskano dla mieszanin zawierających 50% mas. recyklatu, podczas przepływu przez sita filtracyjne o wielkości 30 i 60 μm (Rys. 3). Kompozycja była w pełni przetwarzalna dla sit 60 μm , natomiast przepływowi przez sita o wielkości oczek wynoszących 30 μm towarzyszył wzrost oporów przepływu, wynikający z osadzenia się na nich zanieczyszczeń (pozostałość cząstek stałych na zużytych sicie).



Rys. 3. Wykres zależności zmian ciśnienia filtracyjnego w funkcji przesunięcia tłoka, dla mieszaniny PE-LD+50% mas. rec. Prędkość przesuwu tłoka 10 mm/min

Podsumowanie

Zaprezentowane w pracy prototypowe urządzenie Filtr Test do oceny właściwości przetwórczych tworzyw polimerowych pozwala w szybki i łatwy sposób oraz przy wykorzystaniu małej ilości materiału badawczego wyznaczyć wartość ciśnienia filtracyjnego oraz masowego i objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia.

Filtr Test ze względu na prostą obsługę oraz niski nakład finansowy, w porównaniu z urządzeniami typu in-line oferowanymi na rynku, może stanowić przydatne narzędzie kontroli w zakładach przetwórstwa tworzyw sztucznych.

LITERATURA

- Dealy J.M., Saucier P.C., 2000. *Rheology in plastics quality control*. Hanser Publishers, Munich
- Harris H., 2004. *Extrusion control machine – Process – Product*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG
- Jakubowska P, Sterzyński T, Samujło B., 2010. Badania reologiczne kompozytów poliolefinowych o wysokim stopniu napelnienia z uwzględnieniem charakterystyk p-v-T. *Polimery*, **55**, nr 5, 379-389
- Kozłowski M., 2001. *Podstawy recyklingu tworzyw sztucznych*. Wyd. Pol. Wrocławskiej, Wrocław
- Kozłowski M. (Ed.), 2006. *Plastic recycling in Europe*. Wyd. Pol. Wrocławskiej, Wrocław
- Labtech Engineering, 2009. *Products – Filter Testers* (09.2014): <http://www.labtechengineering.com/1/FilterTesters.html>
- Plastics Europe. *Tworzywa sztuczne – Fakty 2013. Analiza produkcji, zapotrzebowania oraz odzysku tworzyw sztucznych w Europie* (09.2014): <http://www.plasticseurope.pl/cust/documentrequest.aspx?DocID=59397>
- PN-EN ISO 1133-1:2011 *Tworzywa sztuczne – Oznaczanie masowego wskaźnika szybkości płynięcia (MFR) i objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia (MVR) tworzyw termoplastycznych – Część 1: Metoda standardowa*
- PN-EN 13900-5:2006 *Pigmenty i wypełniacze – Metody dyspergowania i ocena dyspergowalności w tworzywach sztucznych – Część 5: Metoda oznaczania wartości ciśnienia na filtrach*
- Wilczyński K., 2001. *Reologia w przetwórstwie tworzyw sztucznych*. WNT, Warszawa
- Woodhead M., Kelly A.L., Coates P.D., 1997. *Comparison of in-line, on-line and off-line rheometry of polyethylene melts*. SPE Tech Papers, **43**, 1119-1123