

Arkadiusz KLOZIŃSKI
Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej, Zakład Polimerów
Politechnika Poznańska
ul. Berdychowo 4, 60-965 Poznań
e-mail: Arkadiusz.Klozinski@put.poznan.pl

Analiza porównawcza właściwości reologicznych kompozytów polietylenu z węglanem wapnia wyznaczonych podczas przepływu przez dyszę płaską oraz cylindryczną o takiej samej wartości promienia hydraulicznego - pomiary typu *in-line*

Streszczenie: W artykule przedstawiono wyniki badań reologicznych polietylenu małej gęstości (PE-LD) oraz jego kompozytów z węglanem wapnia, zawierających 7, 14, 21 i 28 % mas. napełniacza. Kompozyty polimerowe wytworzone zostały w procesie wytłaczania dwuślimakowego. Pomiary właściwości reologicznych przeprowadzono w warunkach procesu wytłaczania, przy użyciu reometru typu *in-line* z płaską ($L = 20$, $W = 2$ mm, $H = 2$ mm) oraz cylindryczną ($L = 20$ mm, $R = 1,8$ mm) głowicą pomiarową. Porównano właściwości reologiczne materiałów polimerowych podczas przepływu przez dysze o różnej geometrii (dysza cylindryczna i płaska), ale takiej samej wartości promienia hydraulicznego ($R_h = 0,9$) i długości. Ocena właściwości reologicznych kompozytów została przeprowadzona w oparciu o model potęgowy Ostwalda-de Waele'a. Określono wpływ dodatku CaCO_3 na charakterystykę pracy wylączarki, przebiegi krzywych płynięcia, przebiegi krzywych lepkości oraz objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia (MVR).

Słowa kluczowe: polietylen, węgiel wapnia, reologia *in-line*, promień hydrauliczny, MVR, wykładnik płynięcia, krzywa lepkości.

ANALYSIS OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF POLYETHYLENE COMPOSITES WITH CALCIUM CARBONATE DETERMINED DURING FLOW THROUGH A FLAT AND A CYLINDRICAL DIE WITH THE SAME HYDRAULIC RADIUS VALUE - IN-LINE MEASUREMENTS

Abstract: The article has reported the results of rheological testing of low-density polyethylene (LDPE) and its calcium carbonate composites containing 7, 14, 21 and 28 wt % filler, respectively. The polymer composites were produced in a twin-screw extrusion process. The measurements of the rheological properties of the polymeric materials were made under extrusion process conditions, using an *in-line* rheometer with a slit ($L = 20$, $W = 2$ mm, $H = 2$ mm) and a cylindrical ($L = 20$ mm, $R = 1,8$ mm) extrusion die. The rheological properties of polymer materials were compared during the flow through dies with different geometry (cylindrical and slit die), but the same value of the hydraulic radius ($R_h = 0.9$) and length. The rheological parameters were determined based on the Ostwald-de-Waele power-law model. The effect of the addition of CaCO_3 on the characteristic of extruder operation; the flow curves; the viscosity curves, and volume-flow rate (MVR) have been determined.

Keywords: polyethylene, calcium carbonate, *in-line* rheology, MVR, hydraulic radius, power law index, viscosity curve.

WPROWADZENIE

Znajomość właściwości przetwórczych oraz reologicznych materiałów polimerowych sta-

nowi podstawę w właściwym planowaniu, prowadzeniu oraz kontroli procesów technologicznych. Charakterystyki reologiczne polimerów stanowią również źródło danych wyko-

rzystywanych w programach do modelowania procesów przetwórczych oraz programach wspomagających projektowanie i konstrukcję narzędzi przetwórczych [1]. Oceny właściwości reologicznych dokonuje się za pomocą urządzeń zwanych reometrami (reometry kapilarne, reometry obrotowe oraz rozciągające) [2-4]. Przepływy najbardziej zbliżone do tych jakie występują w kanałach narzędzi przetwórczych (kanały form wtryskowych, głowic wytłaczarskich) uzyskuje się w warunkach pomiarowych prowadzonych przy użyciu reometrów kapilarnych, z płaskimi lub cylindrycznymi dyszami pomiarowymi. Rozwój pomiarowych technik reometrycznych skierowany jest między innymi na konstruowanie reometrów kapilarnych mogących prowadzić analizy w rzeczywistych warunkach procesów przetwórczych [4]. Dlatego coraz większym zainteresowaniem cieszą się pomiary typu *on-line* i *in-line* realizowane w liniach technologicznych wytłaczania lub wtryskiwania [5]. W pomiarach typu *on-line* analizie poddawana jest tylko część strumienia przetwarzanego materiału polimerowego, w pomiarach typu *in-line* analizowany jest cały strumień tworzywa. Tego typu techniki pomiarowe nie tylko dostarczają informacji na temat parametrów reologicznych tworzywa w określonych warunkach technologicznych, umożliwiając także kontrolę procesu oraz źródło sygnałów wykorzystywanych w jego sterowaniu [6,7].

Narzędzie robocze w procesie wytłaczania stanowi głowica wytłaczarska [2,8,9]. Jednym z kryteriów podziału głowic wytłaczarskich, jest kryterium podziału wg geometrii elementu formującego wyrób, tj. przekroju poprzecznego kanału u wylotu głowicy. Zgodnie z w/w podziałem, wyróżnia się: głowice o przekroju kołowym, głowice o przekroju płaskim, głowice o przekroju pierścieniowym oraz głowice o przekrojach innego typu [2,8]. Projektowanie oraz obliczenia powyższych głowic wytłaczarskich polegają na określeniu związków między natężeniem przepływu materiału polimerowego a spadkiem ciśnienia występującego podczas przepływu w głowicy [2]. Przeprowadzenie właściwych

obliczeń, między innymi wyznaczenie stałych geometrycznych (przewodności lub oporności) podstawowych typów kanałów występujących w głowicach wytłaczarskich, wymaga znajomości takich wielkości reologicznych jak: wykładnik płynięcia (n), współczynnik konsystencji (K) czy też lepkość [2].

Wymienione parametry reologiczne nie stanowią stałych wielkości reologicznych charakterystycznych dla danego materiału, ale wartość ich zależy od wielu czynników, między innymi od warunków przepływu. Dlatego w prezentowanym artykule podjęto próbę analizy porównawczej właściwości reologicznych kompozytów polietylenu małej gęstości z węglanem wapnia podczas przepływu przez głowicę z dyszą cylindryczną oraz dyszą płaską. Analiza została przeprowadzona dla dysz o różnej geometrii przekroju poprzecznego, ale przy zachowaniu stałości długości kanału pomiarowego oraz stałości wartości promienia hydraulicznego. Przeprowadzenie pomiarów reologicznych typu *in-line*, umożliwiło także określenie wpływu kształtu dyszy na charakterystykę procesu wytłaczania.

2. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

2.1 MATERIAŁ BADAWCZY

Jako polimerowy materiał badawczy użyto polietylen małej gęstości (PE-LD) o nazwie handlowej Malen E, oznaczony symbolem FGNX 23-D022 (Basell Orlen Polyolefins Sp. z o.o.). Polimer ten stosowany jest powszechnie do produkcji folii techniką wylewania oraz wytłaczania z rozdmuchiwaniami swobodnym. Podstawowe właściwości polietylenu zestawiono w tabeli 1.

Polietylen został zmodyfikowany poprzez dodatek napełniacza proszkowego, jakim był węglan wapnia (CaCO_3). Do wytworzenia kompozytów zastosowano komercyjną krede o nazwie handlowej OMYACARB 2-VA, firmy Omya Sp. z o.o. (Francja). Napełniacz ten, o strukturze krystalograficznej kalcytu, charakteryzował się średnią wielkością ziaren $d_{50} = 3,86 \mu\text{m}$ oraz powierzchnią właściwą (ABET) $3,5 \text{ m}^2/\text{g}$ [4].

Tab. 1. Podstawowe właściwości polietylenu FGNX 23-D022

Table 1. The basic properties of polyethylene FGNX 23-D022

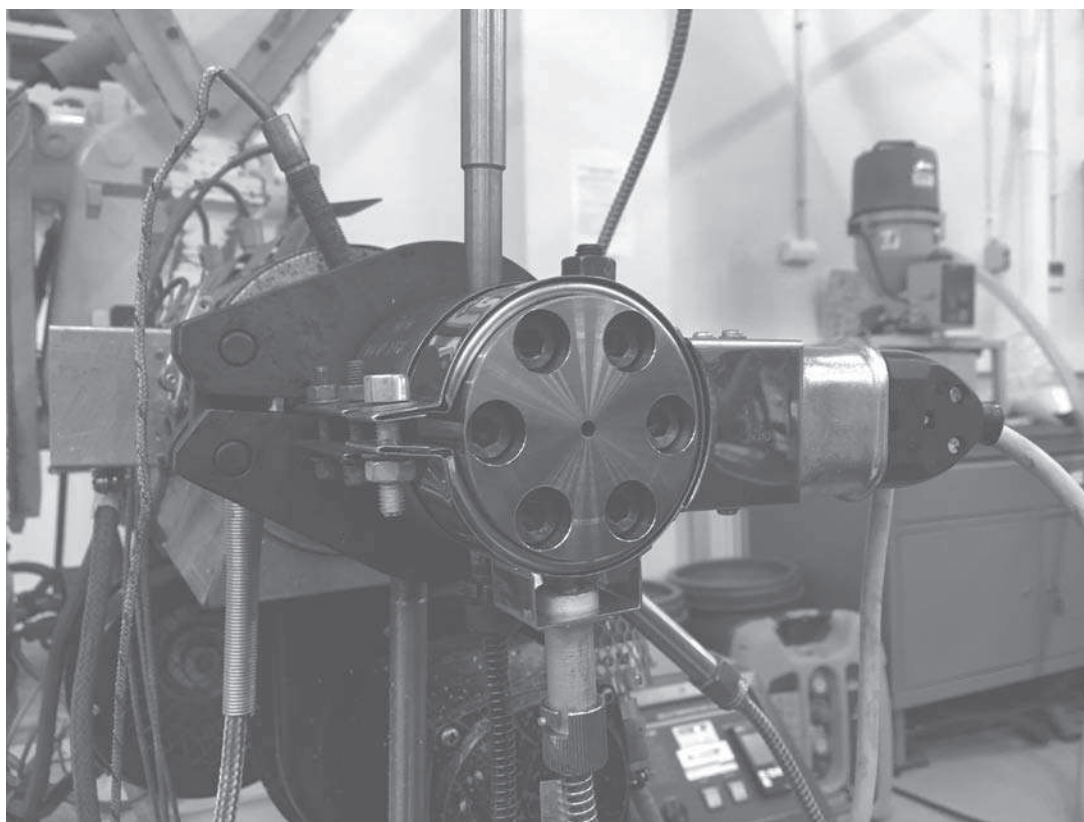
Właściwość	Wartość	Jednostka
Gęstość	0,924	g/cm ³
Wskaźnik szybkości płynięcia, MFR _(190°C/2,16 kg)	1,89	g/10 min
Wytrzymałość na rozciąganie (kierunek wzdłużny)	21,5	MPa
Wydłużenie przy zerwaniu (kierunek wzdłużny)	366	%
Twardość wg Shore'a (D)	51	°Sh

Proces homogenizacji polimeru z napełniaczem przeprowadzono w laboratoryjnej linii wytłaczania dwuślimakowego, przy użyciu wytłaczarki firmy Zamak Mercator, model EH16.2D, o średnicy ślimaków $d = 16$ mm i stosunku $l/d = 40$. Wytworzono granulaty kompozytowe zawierający 7, 14, 21, oraz 28 % mas. węgla wapnia, określony w dalszej części pracy jako: K7, K14, K21 oraz K28.

2.2. POMIARY REOLOGICZNE

Objętościowy wskaźnik szybkości płynięcia (MVR)

Określono wpływ dodatku węgla wapnia na przetwarzalność polietylenu, na podstawie oceny zmian objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia (MVR). Pomiar przeprowadzono zgodnie z obowiązującą normą (PN-EN ISO 1133-



Rys. 1. Reologiczna głowica pomiarowa z wymiennymi dyszami

Fig. 1. The rheological extrusion head with exchangeable dies

1:2011), wg metody B (190 °C; 2,16 kg), przy użyciu plastometru obciążnikowego firmy Dynisco, model LMI 4004.

Pomiary reologiczne typu in-line

Ocenę właściwości reologicznych polietyle-
nu oraz wytworzonych kompozytów, przeprowadzono przy zastosowaniu reometru wytłaczarkowego typu in-line. W skład stanowiska pomiarowego wchodziła wytłaczarka jednoślismakowa firmy Mc Neil ARKON, model Fa-
irex, o średnicy ślimaka $d = 25$ mm i stosunku $l/d = 24$ oraz reologiczna głowica pomiarowa z wymiennymi dyszami (rys. 1). Modułowa budowa głowicy, która składa się z korpusu oraz wymiennego ustnika, umożliwia stosowanie dysz pomiarowych o różnej geometrii przekroju poprzecznego oraz długości kanału. Głowica posiada dwie niezależne strefy grzejne – korpus głowicy oraz ustnik. Posiada również możliwość montażu czujnika ciśnienia w korpusie, tuż przed wejściem do kanału dyszy pomiarowej. W pomiarach zastosowano czujnik ciśnienia firmy Dynisco, model MDA422A, z zakresem pomiarowym od 0 do 500 bar.

W badaniach użyto dwie dysze pomiarowe o zróżnicowanej geometrii kanału przepływowego. Pierwszą z nich stanowiła dysza płaska o długości $L = 20$ mm, wysokości $H = 2$ mm oraz szerokości $W = 20$ mm (rys. 2a). Drugą stanowiła dysza cylindryczna o przekroju kołowym,

długości $L = 20$ mm oraz promieniu $R = 1,8$ mm (rys. 2b). Wymiary dysz dobrano tak, aby możliwe było wyznaczenie charakterystyk reologicznych podczas przepływu przez dysze o różnej geometrii przekroju poprzecznego, ale o takiej samej długości i takiej samej wartości promienia hydraulicznego (R_h). Wartość R_h , charakteryzującego udział bezpośredniego kontaktu przepływającego płynu ze ścianką kanału dyszy odniesioną do przekroju poprzecznego przepływu, wyznaczono na podstawie równania [10]:

$$R_h = \frac{S}{O} \text{ (m)} \quad (1)$$

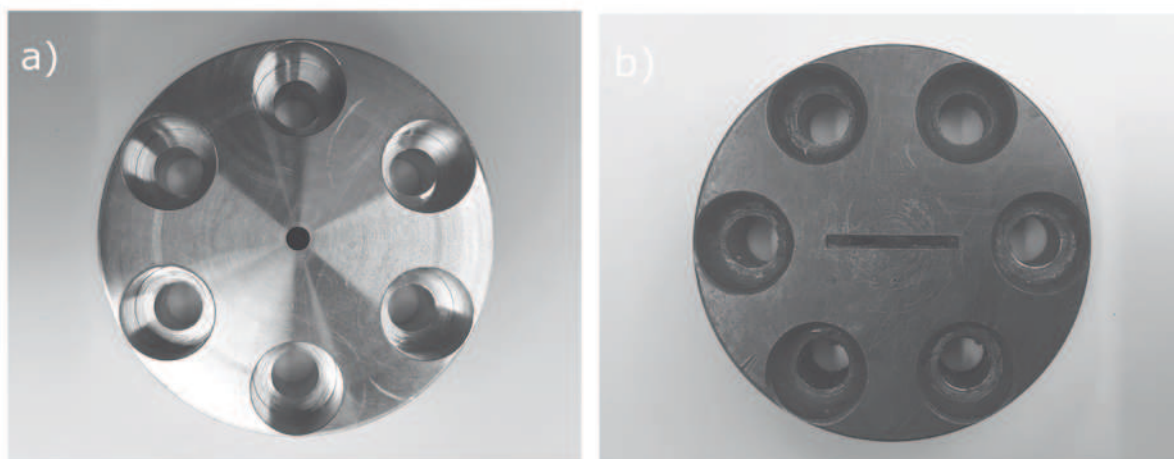
gdzie: S – powierzchnia przekroju kanału dyszy (m^2); O – obwód kanału dyszy (m).

Wartość promienia hydraulicznego, w przypadku dyszy cylindrycznej oraz płaskiej, wyniosła 0,9.

Pomiary prowadzono w zakresie szybkości obrotowej ślimaka (V_s) od 10 do 45 obr/min. Temperatura stopu przed wejściem do kanału przepływowego dyszy, dla wszystkich zastosowanych w badaniach materiałów, wynosiła $170 \pm 0,5$ °C.

Oceny właściwości reologicznych dokonano w oparciu o model potęgowej Ostwalda-de Waele'a [2]:

$$\tau_w = K \cdot \dot{\gamma}_a^n \quad (2)$$



Rys. 2. Dysze pomiarowe: a – dysza cylindryczna, b – dysza płaska

Fig. 2. Measuring dies: a – cylindrical die, b – slit die

gdzie: τ_w – naprężenie ścinające (Pa), K - współczynnik konsystencji ($\text{Pa}\cdot\text{s}^n$), $\dot{\gamma}_a$ - nieskorygowana szybkość ścinania (s^{-1}), n – wykładnik płynięcia (/).

Wartość naprężenia ścinającego, na ściance dyszy cylindrycznej, wyznaczono w oparciu o równanie:

$$\tau_w = \frac{\Delta p \cdot R}{2L} \text{ (Pa)} \quad (3)$$

gdzie: Δp – spadek ciśnienia na długości kanału dyszy (Pa), R – promień kanału dyszy (m), L – długość kanału dyszy (m).

Dla dyszy płaskiej wzór (3) przyjmuje postać:

$$\tau_w = \frac{\Delta p \cdot H}{2L} \text{ (Pa)} \quad (4)$$

gdzie: H – wysokość kanału dyszy płaskiej.

Wartość nieskorygowanej szybkości ścinania, na ściance dyszy cylindrycznej, określono na podstawie równania:

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4 \cdot \dot{Q}}{\pi \cdot R^3} \text{ (s}^{-1}\text{)} \quad (5)$$

gdzie: \dot{Q} – objętościowe natężenie przepływu (m^3/s).

W przypadku dyszy płaskiej wzór (5) przyjmuje postać:

$$\dot{\gamma}_a = \frac{6 \cdot \dot{Q}}{W \cdot H^2} \text{ (s}^{-1}\text{)} \quad (6)$$

gdzie: W – szerokość kanału dyszy płaskiej, H – wysokość kanału dyszy płaskiej (m).

Skorygowaną szybkość ścinania, na ściankach dyszy cylindrycznej, wyznaczono poprzez uwzględnienie poprawki Rabinowitscha, wówczas równanie (5) przyjęło postać:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{4 \cdot \dot{Q}}{\pi \cdot R^3} \cdot \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \text{ (s}^{-1}\text{)} \quad (7)$$

gdzie: $\frac{3n+1}{4n}$ – poprawka Rabinowitscha dla dyszy cylindrycznej.

Korekta szybkości ścinania, dla przepływu materiału przez dyszę płaską, przedstawia się następująco:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{6 \cdot \dot{Q}}{W \cdot H^2} \cdot \left(\frac{2n+1}{3n} \right) \text{ (s}^{-1}\text{)} \quad (8)$$

gdzie: $\frac{2n+1}{3n}$ – poprawka Rabinowitscha dla dyszy płaskiej.

Lepkość skorygowaną polietylenu oraz jego kompozytów z węglanem wapnia, w warunkach przepływu przez zastosowane w pomiarach dysze, wyznaczono z zależności:

$$\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \text{ (Pa}\cdot\text{s)} \quad (9)$$

Powyższe wielkości reologiczne wyznaczano na podstawie oceny spadku ciśnienia oraz objętościowego natężenia przepływu, zmiennych w funkcji szybkości obrotowej ślimaka wytłaczarki. Spadek ciśnienia na długości dyszy określano z różnicy ciśnienia zmierzonego przed wlotem do kanału pomiarowego oraz ciśnienia atmosferycznego. Wyznaczona na tej podstawie wartość Δp posłużyła do określenia naprężenia ścinającego. Objętościowe natężenie przepływu wyznaczano pośrednio na podstawie masowego natężenia przepływu (\dot{M}) z uwzględnieniem zmian gęstości materiału polimerowego w istniejących warunkach przetwórczych. Strugę polimeru odcinano w odstępie czasowym 30 s, a następnie ważono za pomocą wagi analitycznej (średnia z 5 pomiarów). Objętościowe natężenie przepływu określono na podstawie równania:

$$\dot{Q} = \frac{\dot{M}}{\rho_{(p,T)}} \text{ (m}^3/\text{s)} \quad (10)$$

gdzie: \dot{M} – masowe natężenie przepływu (kg/s), ρ - gęstość polimeru w warunkach przetwórczych (ciśnienie p , temperatura T).

Gęstość w warunkach przetwórczych ($\rho_{p,v}$), określono na podstawie wykresów pVT , wyzna-

czonych dla analizowanych materiałów przy użyciu urządzenia pomiarowego pVT 100 SWO (Germany). Metodę określania wartości \dot{Q} w pomiarach reologicznych typu *in-line*, opisano we wcześniejszej publikacji [11].

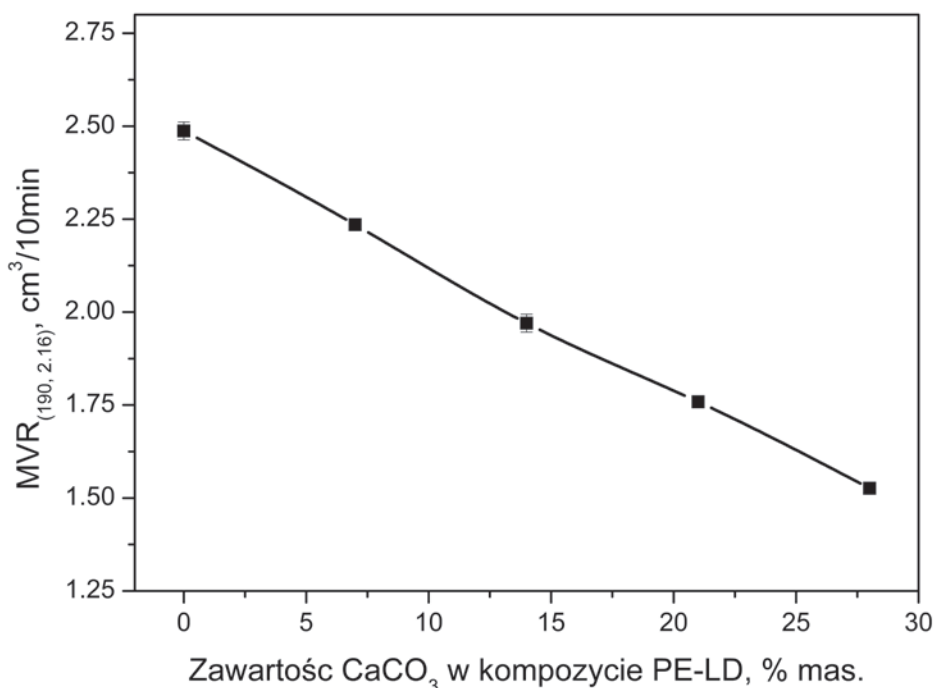
3. WYNIKI BADAŃ

Dodatek węgla wapnia wpłynął na zmianę właściwości przetwórczych polietylenu. Przetwarzalność polimeru uległa pogorszeniu, co znalazło swoje odzwierciedlenie w spadku wartości objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia. Jak wynika z przebiegu krzywej przedstawionej na rysunku 3, wartość *MVR* zmniejsza się proporcjonalnie, wraz ze wzrostem zawartości napełniacza w kompozycie. Nienapełniony polimer cechował się wartością objętościowego wskaźnika szybkości płynięcia na poziomie $2,49 \pm 0,04 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$. Wpływ dodatku napełniacza jest zauważalny już przy jego najmniejszej zawartości, tj. 7 % mas; w tym przypadku wartość *MVR* wynosiła $2,23 \pm 0,01 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$. Dla największej zawartości kredy (28 % mas.), objętościowy wskaź-

nik szybkości płynięcia kompozytu przyjmuje wartość $1,52 \pm 0,01 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$. Obserwowane zmiany *MVR* są zgodne ze zmianami masowego wskaźnika szybkości płynięcia (*MFR*) analizowanych kompozytów, które zostały szczegółowo omówione we wcześniejszej publikacji [4].

W niniejszym artykule nie będzie omawiany wpływ ilości dodatku węgla wapnia na charakterystykę procesu wytłaczania oraz zmiany parametrów reologicznych (wykładnik płynięcia, współczynnik konsystencji, lepkość) polietylenu małej gęstości. Zagadnienia te zostały szeroko przedstawione we wcześniejszych publikacjach, które dotyczyły badań reologicznych analizowanych kompozytów polimerowych w pomiarach typu *in-line*, podczas przepływu przez dysze cylindryczne [4] oraz dyszę płaską [12]. Uwaga zostanie skupiona na analizie porównawczej przepływów polietylenu oraz jego kompozytów w dyszach o takiej samej wartości promienia hydraulicznego, ale różnej geometrii przekroju.

Dla każdej z zastosowanych dysz oraz każdego z użytych w badaniach materiałów dokonano oceny spadku ciśnienia oraz obję-



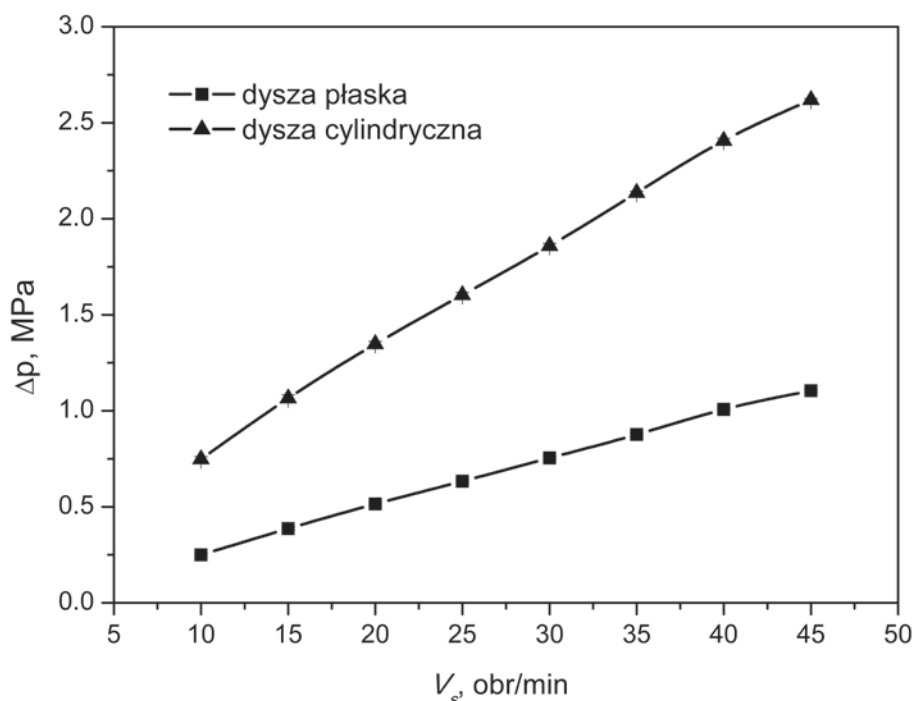
Rys. 3. Zależność *MVR* od zawartości CaCO_3 w kompozycie

Fig. 3. Dependence of *MVR* versus content of CaCO_3 in composites

tościowego natężenia przepływu, w funkcji szybkości obrotowej ślimaka. Zależności te pozwoliły na ocenę wpływu geometrii dyszy pomiarowej na proces wytłaczania. Na rysunku 4 przedstawiono przykładowy wykres zależności $\Delta p = f(V_s)$, dla kompozytu K7, podczas przepływu przez dyszę cylindryczną oraz płaską. Jak wynika z przebiegu krzywych, pomimo takiej samej wartości promienia hydraulicznego ($R_h = 0,9$), większe opory występują podczas przepływu przez dyszę cylindryczną. Przesunięcie krzywej $\Delta p = f(V_s)$ wyznaczonej dla dyszy cylindrycznej w kierunku większych wartości ciśnienia, w stosunku do krzywej wyznaczonej dla dyszy płaskiej, jest dość znaczące. Przykładowo, dla V_s wynoszącej 35 obr/min, wartość spadku ciśnienia dla dyszy płaskiej wynosiła $0,88 \pm 0,01$ MPa. W tych samych warunkach szybkości obrotowej ślimaka, spadek ciśnienia podczas przepływu przez dyszę cylindryczną wynosił $2,13 \pm 0,01$ MPa. Występuje prawie dwu i półkrot-

ny wzrost oporów przepływu dla dyszy cylindrycznej, w stosunku do dyszy płaskiej. Zróżnicowanie to zwiększa się wraz ze wzrostem szybkości obrotowej ślimaka. Podobne zróżnicowanie uzyskano dla pozostałych kompozytów oraz niemodyfikowanego polietylenu. Odnotowano również wzrost oporów przepływu wraz ze wzrostem ilości napełniacza w osnowie polimerowej.

Różnice w oporach przepływu przełożyły się w sposób bezpośredni na zróżnicowanie objętościowego natężenia przepływu. Większą wydajność procesu uzyskiwano podczas wytłaczania z zastosowaniem dyszy płaskiej. Sytuacja taka występowała podczas wytłaczania kompozytów oraz niemodyfikowanego polimeru. Na rysunku 5 przedstawiono przykładowy wykres zależności objętościowego natężenia przepływu w funkcji szybkości obrotowej ślimaka, dla kompozytu K14, podczas przepływu przez zastosowane w badaniach dysze pomiarowe.



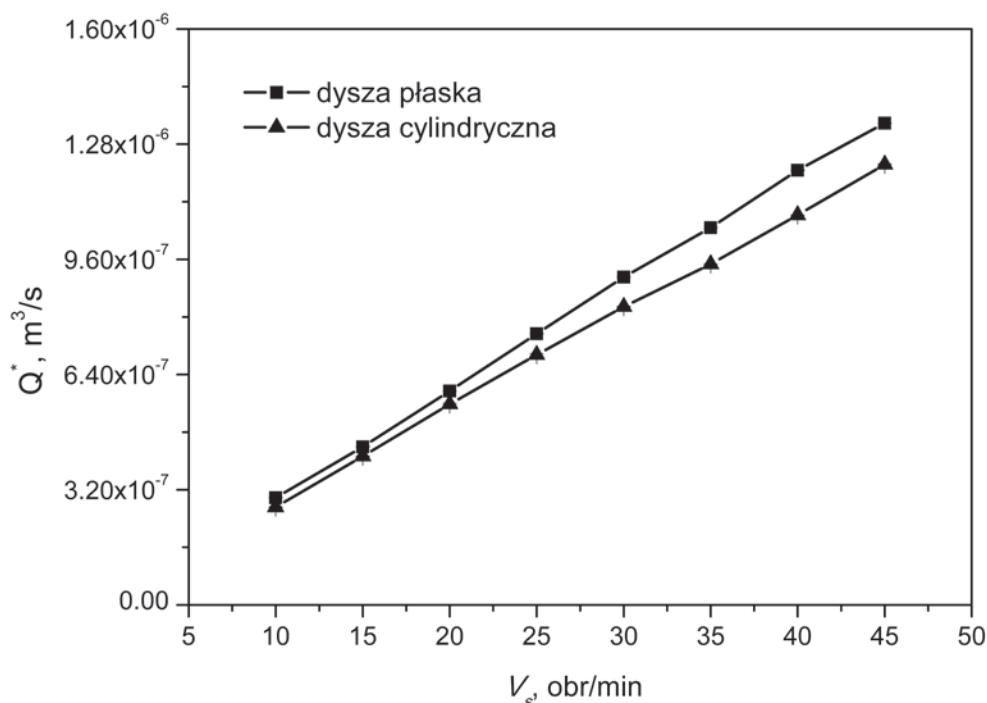
Rys. 4. Wykres zależności spadku ciśnienia (Δp) od szybkości obrotowej ślimaka (V_s), dla kompozytu K7, wyznaczony przy użyciu dyszy płaskiej oraz dyszy cylindrycznej

Fig. 4. Plot of pressure drop (Δp), versus tangential velocity of a screw (V_s), for composite K7, specified using a slit die and a cylindrical die

Na podstawie wyznaczonych spadków ciśnienia oraz objętościowego natężenia przepływu określono wartości naprężenia ścinającego oraz szybkości ścinania, występujące na ściankach zastosowanych w pomiarach dysz. Wielkości te posłużyły do wyznaczenia przebiegów krzywych płynięcia $[\tau_w = f(\dot{\gamma}_a)]$. Na rysunku 6 przedstawiono zróżnicowanie w przebiegu krzywych płynięcia PE-LD, podczas przepływu przez dyszę płaską oraz cylindryczną. Dla obu dysz, w warunkach przeprowadzonego doświadczenia, uzyskano pokrywające się przedziały wartości naprężenia ścinającego. Pokrywający się dla obu dysz przedział τ_w mieścił się w zakresie naprężenia ścinającego występującego podczas przepływu dla dyszy cylindrycznej, tj. od około 27 do około 52 kPa. Podczas przepływu przez dyszę płaską występowały także mniejsze wartości naprężenia ścinającego działającego na PE-LD. Najmniejsza wartość τ_w , jaka wytworzyła się w polimerze podczas przepływu, wynosiła około 20 kPa. Pomimo ta-

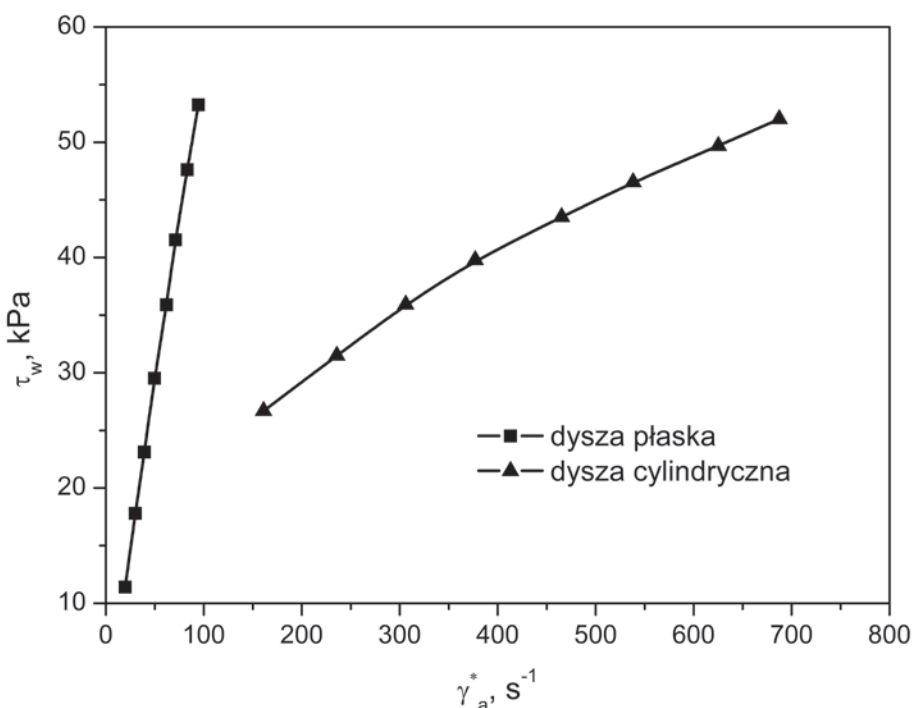
kiej samej wartości promienia hydraulicznego, zastosowanych w pomiarach dysz, uzyskano bardzo różniące się warunki sił ścinających. Przepływowi polietylenu przez dyszę płaską towarzyszyły małe wartości $\dot{\gamma}_a$ – od około 11 do około 53 s^{-1} . W warunkach przepływu w kanale cylindrycznym szybkość ścinania jakiej poddawany był polimer przyjęła wartości w zakresie od około 161 do około 687 s^{-1} .

Zestawienie zlogarytmowanych wartości naprężenia ścinającego oraz szybkości ścinania w formie wykresu $\ln \tau_w = f(\ln \dot{\gamma}_a)$, umożliwiło wyznaczenie wartości wykładnika płynięcia oraz współczynnika konsystencji, w oparciu o model potęgowy Ostwalda-de-Waele'a [2]. Wpływ dodatku węgla wapnia na zmiany n oraz K omówiony został we wcześniejszych publikacjach [4,12]. Znajomość wartości wykładnika płynięcia pozwoliła na wprowadzenie poprawki Rabinowitscha w ocenie szybkości ścinania, a tym samym wyznaczenie skorygowanych krzywych lepkości analizowa-

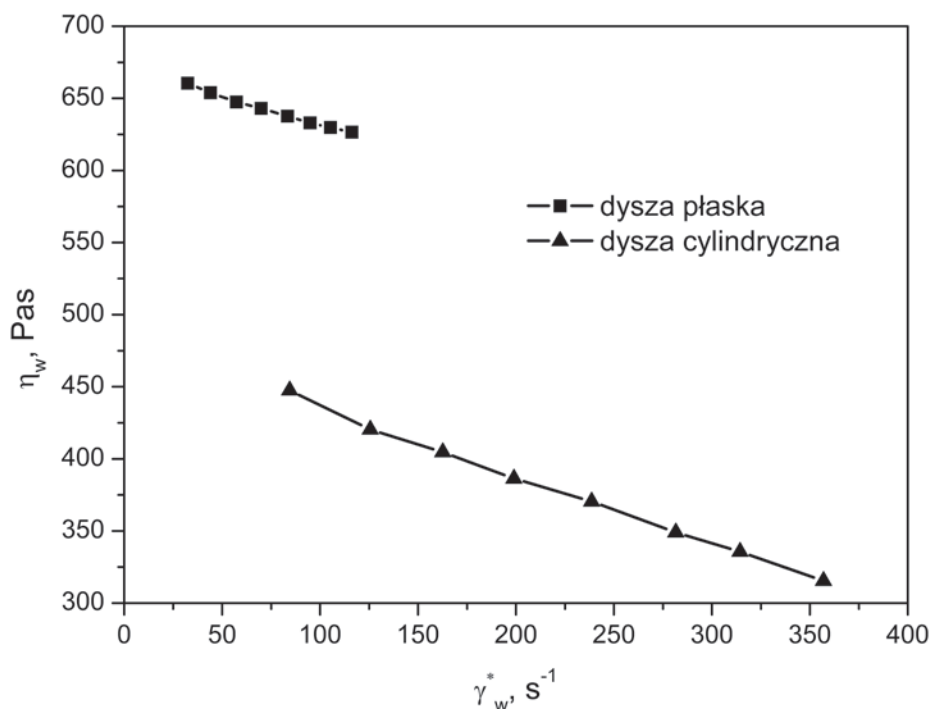


Rys. 5. Wykres zależności objętościowego natężenia przepływu (\dot{Q}) od szybkości obrotowej ślimaka (V_s), dla kompozytu K14, wyznaczony przy użyciu dyszy płaskiej oraz dyszy cylindrycznej

Fig. 5. Plot of volume flow rate (\dot{Q}), versus tangential velocity of a screw (V_s), for composite K14, specified using a slit die and a cylindrical die



Rys. 6. Wykres zależności naprężenia ścinającego (τ_w) w funkcji nieskorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_a$), dla PE-LD, wyznaczony przy użyciu dyszy płaskiej oraz dyszy cylindrycznej
 Fig. 6. Plot of shear stress (τ_w), versus of an uncorrected shear rate ($\dot{\gamma}_a$), for LDPE, specified using a slit die and a cylindrical die



Rys. 7. Wykres zależności lepkości (η_w) w funkcji skorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_w$) dla kompozytu K28, wyznaczony przy użyciu dyszy płaskiej oraz dyszy cylindrycznej
 Fig. 7. Plot of a corrected shear viscosity (η_w), versus of a corrected shear rate ($\dot{\gamma}_w$), for composite K28, specified using a slit die and a cylindrical die

nych materiałów polimerowych. Na rysunku 7 przedstawiono zmiany lepkości kompozytu K28 podczas przepływu przez dyszę płaską oraz cylindryczną.

Obserwuje się charakterystyczne dla cieczy pseudoplastycznych przebiegi krzywych lepkości – rozrzedzanie ścinaniem [12]. Pomimo zachowania podobieństwa dysz w zakresie ich długości ($L = 20$ mm) oraz takiej samej wartości promienia hydraulicznego ($R_h = 0,9$), widoczne jest duże zróżnicowanie lepkości materiału podczas przepływu przez zastosowane dysze. Krzywa lepkości kompozytu przepływającego przez dyszę płaską przesunięta jest w kierunku mniejszych wartości szybkości ścinania oraz większych wartości lepkości. Dla zbliżonej wartości szybkości ścinania, np. około 110 s^{-1} , różnica lepkości kompozytu pomiędzy przepływami w zastosowanych dyszach wynosi około $200 \text{ Pa}\cdot\text{s}$. Dla każdego z materiałów uzyskiwano mniejsze zakresy szybkości ścinania oraz większe wartości lepkości, podczas przepływu przez dyszę płaską, w stosunku do dyszy cylindrycznej.

4. PODSUMOWANIE

Przeprowadzona analiza porównawcza charakterystyk wytłaczania oraz parametrów reologicznych materiałów badawczych wykazała istotny wpływ kształtu dyszy pomiarowej na rozpatrywane wielkości. Pomimo podobieństwa dysz w długości kanału ($L = 20$ mm dla obu dysz pomiarowych) oraz takiej samej wartości promienia hydraulicznego ($R_h = 0,9$), uzyskano różniące się wydajności procesu, opory przepływu (rozumiane jako spadki ciśnienia na długości kanału przepływowego) oraz przebiegi krzywych płynięcia i lepkości. Większa wydajność procesu występowała podczas przepływu przez dyszę płaską. Przepływowi temu towarzyszyła również większa lepkość materiału polimerowego, w stosunku do przepływu w dyszy cylindrycznej. Wynikać to może z występujących zakłóceń przepływu wynikających z kształtu kanału. Jak wykazali autorzy publikacji [10] w przypadku

kanału cylindrycznego o przekroju kołowym, przy założeniu przepływu laminarnego, występuje przepływ koaksjalny bez zakłóceń. Jeżeli zastosuje się dysze o przekroju innym niż cylindryczny (np. stosowana w niniejszych badaniach dysza płaska), może dochodzić do nierównomiernego przepływu w całym przekroju kanału w wyniku zakłóceń brzegowych występujących w jego ostrych narożach. Tego typu zakłóceń nie uwzględnia się zazwyczaj w pomiarach uproszczonych, co może prowadzić do przesunięć w przebiegach krzywych ścinania oraz krzywych lepkości. Do tego dochodzą również straty ciśnienia w odcinku wlotowym i wylotowym dyszy, czy występowanie poślizgu w obszarze przyściennym [13,14]

Przedstawione badania udzielają informacji o właściwościach reologicznych kompozytów polietylenu z węglanem wapnia w rzeczywistych warunkach procesu wytłaczania. Pokazują również, jak zróżnicowanie wpływa kształt kanału dyszy wytłaczarskiej, na charakterystykę procesu wytłaczania - pomimo zachowania podobieństw w długości i promieniu hydraulicznym kanału użytych dysz pomiarowych.

LITERATURA

1. Wilczyński J.K., Buziak K., „Badanie przepływów polimerowych kompozytów drzewnych w procesie wytłaczania jednoślismakowego z dozowanym zasilaniem”, *Polimery* 2017, 62, 680.
2. Wilczyński K., „*Reologia w przetwórstwie tworzyw sztucznych*”, WNT, Warszawa 2001.
3. Schramm G., „*A Practical Approach to Rheology and Rheometry*”, Gebrueder HAAKE GmbH, Karlsruhe 1994.
4. Kłodziński A., „Zastosowanie techniki pomiarowej typu in-line do oceny właściwości reologicznych kompozytów polietylenu z węglanem wapnia”, *Polimery* 2016, 61, 788.
5. Dealy J.M., Saucier P.C., „*Rheology in Plastics Quality Control*”, Hanser Publishers, Munich 2000.
6. Kelly A.L., Woodhead M., Coates M., „*Comparison of in-line, on-line and off-rheometry of polyethylene melts*”, SPE ANTEC Techn. 1997, 43, 1119.
7. Kłodziński A., „Kontrola właściwości reologicznych materiałów polimerowych i ich znaczenie w procesie

- sach przetwórczych”, w: *Nowoczesne materiały polimerowe i ich przetwórstwo*, pod redakcją Tomasza Klepki, wyd. Politechnika Lubelska, Lublin 2014.
8. Wilczyński K., „*Przetwórstwo tworzyw sztucznych*”, WPW, Warszawa 2000.
 9. Sikora R., „*Podstawy przetwórstwa tworzyw polimerowych*”, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Lubelskiej, Lublin 1992.
 10. Sterzyński T., Romankiewicz A., „*Pomiary reologiczne w linii wyciskarskiej*”, w: *Materiały polimerowe i ich przetwórstwo*, pod redakcją Józefa Koszkula, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2000.
 11. Kloziński A., Sterzyński T., Samujło B., „*The impact of flow induced changes of polymers density on rheological measurements*”, *Polimery* 2009, 54, 57.
 12. Kloziński A., Jakubowska P., *Polymer Engineering and Science* 2018. <http://dx.doi.org/10.1002/pen.24941>
 13. Kloziński A., Sterzyński T., „*Ocena poprawki Bagleya na podstawie pomiarów w linii wyciskarskiej*”, *Polimery* 2005, 50, 455.
 14. Kloziński A., Sterzyński T., „*Ocena poprawek w pomiarach reometrycznych polietylenu. Cz. I. Poślizg przy ścianie kanału*”, *Polimery* 2007, 52, 583.
- Praca naukowa finansowana z projektu 03/32/DSP-B/0804.
- Data wpłynięcia artykułu do redakcji: 08-11-2018
Data akceptacji publikacji do druku: 23-01-2019