
A talkumömledék viszkozitásra és fajtérfogatváltozásra (pvT) gyakorolt hatása

INFLUENCE OF TALC ON SHEAR VISCOSITY AND SPECIFIC VOLUME (PVT)

GERE Dániel¹

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, 1111. Budapest, Műegyetem rkp. 3., tel. : 06-1-463-2003, fax: 06-1-463-1527, e-mail: geredani92@gmail.com, www.pt.bme.hu

ABSTRACT

In the research, compounds were made from recycled polyethylene film waste and talc by extrusion. The compounds were analysed by capillary rheometry. Based on the results, it can be concluded that, the widely used talc has a reduced effect on viscosity. However it has a significant influence on specific volume.

ÖSSZEFOGLALÓ

A kutatás során vegyes polietilén fóliahulladékból készült regranulátumhoz kevertem talkumot, hogy megismerjem a reológiai tulajdonságokra gyakorolt hatását. Az elvégzett kísérletek eredményei alapján kijelenthető, hogy a talkum csak kismértékben befolyásolta a viszkozitást. Azonban a talkumtartalom növekedésével a fajtérfogat jelentős mértékben csökkent.

Kulcsszavak: talkum, újrahasznosítás, fóliahulladék, ömledékviszkozitás, zsugorodás

1. BEVEZETÉS

Napjainkban, a nemzetközi trendekhez hasonlóan, Magyarországon a legtöbb műanyagot a csomagolóipar dolgozza fel. A feldolgozott mennyiség évről évre egyre jelentősebb, ezt a műanyagok sokszínűsége biztosítja. A csomagolóanyag jellemzően poliolefin (polietilén (PE), polipropilén (PP)) vagy polietilén-tereftalát (PET) [1].

A csomagolóanyagok, funkciójukból adódóan, nagyon rövid élettartammal rendelkeznek, emiatt rövid időn belül hulladékként jelentkeznek. A visszagyűjtött, jó minőségű (válogatott, mosott) darálékból vagy regranulátumból akár élelmiszeripari, az eredetivel megegyező minőségű termék is gyártható. A rosszabb minőségű (pl. vegyes színű) reciklált alapanyaghoz különböző adalékanyagokat (színezékek, égésgátlók, ütésállóság-növelők, göcképzők), töltőanyagokat, erősítőanyagokat keverve akár műszaki termékek is előállíthatók.

A műanyagokban használt töltőanyagokat inaktív („kitöltő” töltőanyagok) és aktív töltőanyagokra lehet bontani, utóbbit gyakran funkcionális töltőanyagoknak is szokták nevezni. Inaktív töltőanyagokat általában a költségek csökkentésére alkalmaznak, amíg a funkcionális töltőanyagok speciális tulajdonságváltozást okoznak, ezáltal a keverék nagymértékben megfelelhet a támasztott követelményeknek. Polietilének esetén főleg kalcium-karbonátot, talkumot, valamint égetett kaolint, szoktak használni töltőanyagként [2].

A töltőanyagok nagymértékben befolyásolják a keverék viszkozitását, a töltőanyag-tartalomtól, a szemcseméreteloszlástól, illetve a töltőanyagok hossz/átmérő arányától (aspect ratio) függően. Általános szabálynak tekinthető, hogy töltőanyag hozzáadása esetén a viszkozitás növekszik, azonban a hatás erősen nem lineáris, illetve függ a nyírósebességtől és a hőmérséklettől. A lemezes töltőanyagok hajlamosabbak valamivel magasabb viszkozitást okozni, mint a gömb alakúak. Továbbá, a jelenlévő felületkezelő szerek drasztikusan csökkenthetik a viszkozitást. Magasabb nyírósebesség (100-1000 1/s), illetve alacsony töltőanyag-tartalom (< 20%) esetén az Einstein összefüggés (1) jó közelítést ad a viszkozitásra diszperz rendszerek esetén [2-4]:

$$\eta_c = \eta_m(1 + 2,5v_f), \quad (1)$$

ahol η_c a keverék viszkozitása [Pa·s], η_m a mátrix viszkozitása [Pa·s], v_f a töltőanyag térfogathányada [-].

Suh és White [5] talkummal töltött HDPE reológiai tulajdonságait vizsgálta. A kutatás során két azonos sűrűségű, de különböző szemcseméretű (1,5 illetve 7,5 μm) talkumot használtak. A méréseket 160°C-on, különböző reométereiken (szendvics-, rotációs-, kapilláris reométer) végezték. A kísérletek során azt tapasztal-

talták, hogy a talkum növeli a viszkozitást, különösképpen az alacsony nyírósebesség tartományban (0,0001-1 1/s). Azt is megállapították, hogy a viszkozitás növekszik a talkumtartalom növekedésével, de a kisebb szemcseméret nagyobb növekedést okoz, mint a nagyobb.

Mivel a legtöbb töltő-, illetve erősítőanyag fajsúlya nagyobb a polimer mátrixnál, a keverék fajtérfogata csökken. Nem csak a töltőanyag tartalom, hanem annak jellege/sajátossága és alakja is befolyásolja a pvT görbe alakját. Végül soron ebben az esetben a töltőanyag térfogata, az, ami felelős a különböző mérési görbékért. Továbbá a töltőanyagok hővezetési tényezőjének a kristályosodás kezdetére gyakorolt hatása is megfigyelhető. A gyengébben vezető ásványi töltőanyagok a kristályosodást az alacsonyabb hőmérsékletek felé tolják el [6].

A talkum elnevezés a magnézium-szilikát-hidrátot takarja, különböző változatai közül a műanyagiparban csak a lemezes szerkezetűt használják. A talkum egyik előnye, hogy alacsony koptató hatása van a feldolgozó gép csigájára, hengerére és szerszámára. A talkum kedvezően befolyásolja a merevséget, a kúszási tulajdonságokat, a zsugorodást, a terhelés alatti lehajlás hőmérsékletét (HDT). Azonban káros hatással van a szívósságra, a szakadási nyúlásra, a hegesztési varrat szilárdságára, a hosszú távú termikus öregedésre és az UV ellenállóságra. A finomszemcsés talkum ($d_{50} \sim 0,8 \mu\text{m}$) nagyon hatékonyan használható göcképzőként is [2].

A szakirodalom áttekintése alapján a cikk célja, hogy kapilláris reométer segítségével elemezze a talkum ömledék viszkozitására gyakorolt hatását a 100-20000 1/s-os nyírósebesség tartományban. Emellett célja a talkumtartalom folyóképességre gyakorolt hatását fröccsöntött spirál alakú próbatestek segítségével is megvizsgálni. További célja a talkum fajtérfogat változásra gyakorolt hatásának megismerése az 50-230°C-os hőmérséklettartományon, különböző nyomások mellett.

2. VIZSGÁLATOK

2.1. Felhasznált anyagok

A kísérletekhez vegyes polietilén fóliahulladékból készült regranulátumot (VPE), illetve Imerys Talc Luzenac ST 30 típusú talkumot használtam. A talkum átlagos szemcsemérete: 12,8 μm (lézerdiffrakciós módszerrel meghatározva). Ez a típus szürke, lemezes szerkezetű és újrahasznosítási alkalmazásokhoz ajánlják. A talkumot, kézzel 5, 10, 20, 30, 40 m%-ban adagoltam a regranulátumhoz. A vizsgálandó keverékeket Labtech Scientific LTE 26-48 típusú iker csigás extruder ($L/D = 48$, csigaátmérő: 26 mm) segítségével állítottam elő. A csigákat 200 1/perc fordulatszámon üzemeltettem, a beállított hőmérséklet 220 °C volt. A valódi talkumtartalom meghatározásához a talkummal töltött extrudált keverékeket, 600°C-on, 45 percig Nabertherm 1/11 típusú izzítókemencében égettem ki. Mivel az elméleti talkumtartalomhoz képest a valódi talkumtartalom csak 1-2%-kal tér el, ezért az extrudált keverékek a további mérésekhez megfelelőek. A spirál próbatestek fröccsöntéséhez Engel ES 200/45 HL-V típusú fröccsöntő gépet használtam. A kísérlet során maximális fröccssebességet és fröccsnyomást használtam, azonban utónyomást nem alkalmaztam.

2.2. Mérési paraméterek

A viszkozitás méréseket Instron Ceast SR20 típusú kapilláris reométerrel 190°C-on, a 100-20000 1/s-os nyírósebesség tartományon végeztem. Az előmelegítés ideje 300 s volt. A mérések során alkalmazott kapillárisok geometriai méretei: $L_1=5 \text{ mm}$, $D_1=1 \text{ mm}$, $L_2=10 \text{ mm}$, $D_2=1 \text{ mm}$, $L_3=20 \text{ mm}$, $D_3=1 \text{ mm}$, $L_4=30 \text{ mm}$, $D_4=1 \text{ mm}$. A pvT görbékét Instron Ceast SR20 típusú kapilláris reométer segítségével közvetlen (direkt) módszerrel határoztam meg. A méréseket 6 különböző nyomáson (50-1000 bar), illetve ömledékből hűtve 22 különböző hőmérsékleten (50-230°C) végeztem el.

2.3. Mérési módszerek, mérések kiértékelése

A viszkozitás mérési program lefutása után a keresztfej-sebességéből, valamint a mért erőből a négy különböző hosszúságú, de azonos átmérőjű kapillárisal mért látszólagos viszkozitások kiszámíthatóak.

Ezek után a Bagley korrekció segítségével meghatározható a valós nyírófeszültség. A Bagley korrekció a polimer ömledék kapillárisba történő belépéskor és kilépéskor fellépő, úgynevezett belépési és véghatásokat veszi figyelembe, vagyis, hogy a nyomáseloszlás nem lineáris a kapilláris hossza mentén. A korrekciós tényező a nyírósebesség függvénye is, ezért minden egyes látszólagos nyírósebességnél meg kell határozni az értékét. Ennek meghatározásához a négy különböző hosszúságú kapillárisnál kiszámolt nyomáskülönbségeket kell ábrázolni a kapillárisok L/D függvényében. Mindegyik nyírósebességnél egyenest kell illeszteni a diagramon ábrázolt pontokra (4 db pont/nyírósebesség), majd meg kell határozni az egyenesek ΔP tengelymetszetét ($L/D = 0$), ez lesz a korrekciós tényező értéke [7].

A valós nyírósebesség a Rabinowitsch módszer segítségével határozható meg. A Rabinowitsch módszer használatára akkor van szükség, ha az áramlás nyírósebesség eloszlása nem egyenletes a cső/kapilláris keresztmetszete mentén (pl.: kapilláris reométer). A korrekciós tényező meghatározásához a látszólagos nyírósebesség természetes alapú logaritmusát kell ábrázolni a valós nyírófeszültség természetes alapú logaritmusának függvényében ($\ln \dot{\gamma}_a - \ln \tau_R$). A négy különböző hosszúságú kapillárishoz tartozó értékekre görbét kell illeszteni, amelynek meredeksége megadja a korrekciós tényező értékét [7].

pvT mérés esetén a szoftver meghatározza a dugattyúrúd helyzetét a különböző hőmérsékleteken és nyomásokon. A mérés lefutása után meg kell határozni a mérés során a hengerben lévő minta tömegét. Ezek után a henger átmérőjének ismeretében a különböző paraméterekkel mért fajtérfogatok már meghatározhatóak (2):

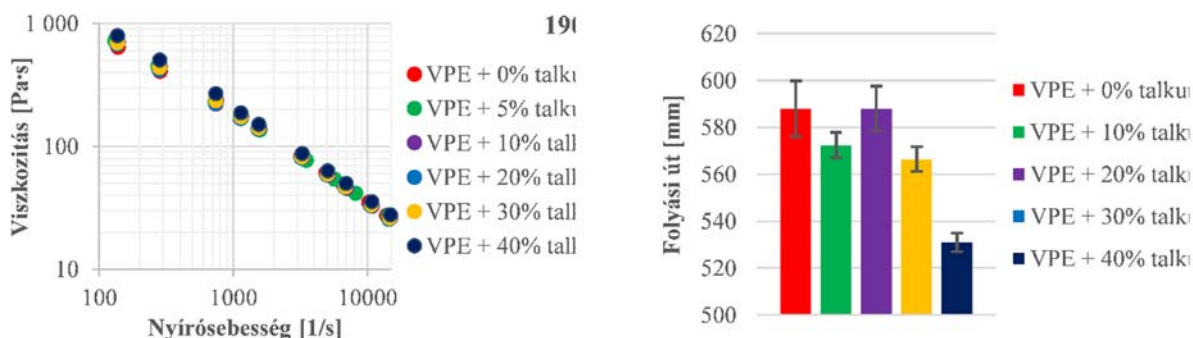
$$v(p, T) = l(p, T) \cdot \pi \cdot r_h^2 / m \quad (2)$$

ahol $l(p, T)$ [m] a dugattyúrúd helyzete adott nyomáson és hőmérsékleten, r_h [m] a henger sugara, m [kg] a minta tömege.

3. EREDMÉNYEK

3.1. Talkum viszkozitásra gyakorolt hatása

Az 1/a. ábrán a hat különböző talkumtartalmú minta viszkozitás görbéje látható. Megállapítható, hogy a talkumnak, illetve a különböző talkumtartalomnak nem volt jelentős hatása a viszkozitásra ebben a nyírósebesség tartományban. Kiseb nyírósebesség tartományban (100-1000 1/s) valamivel nagyobb eltérés tapasztalható, de ez sem szignifikáns. A szakirodalomban tapasztalható eltérések kimutatásához a kis nyírósebesség tartományt (0,001-1 1/s) kellene megvizsgálni.

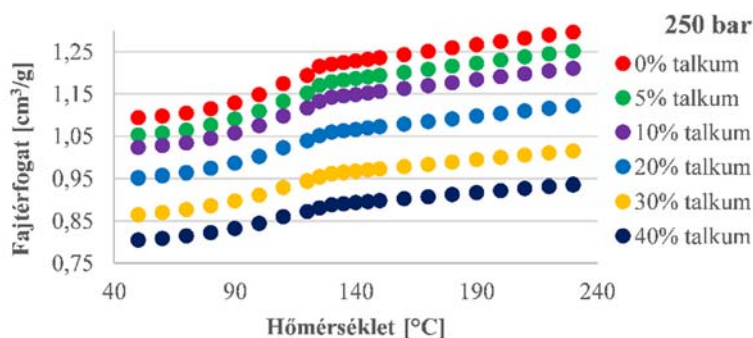


1. ábra. Különböző talkumtartalmú keverékek (a) viszkozitásgörbéi és (b) folyási úthosszai

A talkumtartalom folyóképességre gyakorolt hatását fröccsöntött spirál alakú próbatestek segítségével is vizsgáltam. A folyási úthosszokat 10-10 db próbatesten határoztam meg, a mérési eredményeket az 1/b. ábra mutatja. Az ábrán megfigyelhető, hogy a 0, 10, 20, 30% talkumtartalmú spirálok hosszában nem tapasztalható nagy eltérés, a szórásmezők összeérnek. Ez azt jelenti, hogy a folyóképességük hasonló, ami összhangban van a viszkozitásmérés eredményeivel. A 40% talkumtartalmú próbatestek folyási úthossza 6-10%-kal kisebb volt a többi mintáénál, ami azt jelenti, hogy kisebb a folyóképessége.

3.2. Talkum fajtérfogat változásra (pvT) gyakorolt hatása

Ipari körülmények között a Jász-Plasztik Kft-nél fóliafúváskor VPE alapanyag esetén az extruderben fellépő ömledéknomás körülbelül 200-250 bar, ezért a különböző talkumtartalmú minták 250 bar-os pvT görbéit hasonlítom össze (2. ábra).



2. ábra. Különböző talkumtartalmú minták 250 bar-os pvT görbéi

Az ábrán megfigyelhető, hogy a talkumtartalom növekedésével a fajtérfogat jelentősen csökken. Mivel a fajtérfogat a sűrűség reciproka, ezért ez a csökkenés annak köszönhető, hogy a talkumnak jóval nagyobb a sűrűsége ($2,78 \text{ g/cm}^3$), mint a VPE-nek. A diagram alapján az is megállapítható, hogy a 230°C -os ömledéket 50°C -osra hűtve 0%-os tartalomnál 19% volt a zsugorodás, amíg 40%-os esetben csak 16%.

4. ÖSSZEFOGLALÁS

A kutatás során vegyes polietilén fóliahulladékból készült regranulátum és különböző talkumtartalmú keverékek viszkozitás-, illetve pvT görbéit vizsgáltam. Az eredmények alapján kijelenthető, hogy a vizsgált nyírósebesség tartományban a talkum, illetve a talkumtartalom csak kismértékben befolyásolta a viszkozitást. Ezt a megállapítást alátámasztották a fröccsöntött spirálok folyási úthosszai is. Azonban a pvT mérések alapján megállapítható, hogy a talkumnak jelentős hatása van a fajtérfogatra és ezáltal a sűrűségre is.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A szerző köszönettel tartozik a Jász-Plasztik Kft.-nek az ömledékviszkozitás és pvT mérések elvégzéséhez biztosított laboratóriumi háttérért.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] L. Buzási: Magyarország műanyagipara 2015-ben, Polimerek, 2016, 2, 200-209.
- [2] H. Zweifel, R. Maier, M. Schiller: PlasticsAdditives Handbook, Hanser Publishers, Munich, 2009.
- [3] M. Gahleitner, K. Bernreitner, W. Neißl: Correlations between rheological and mechanical properties of mineral filled polypropylene compounds, Journal of Applied Polymer Science, 1994, 53, 283-289.
- [4] C. D. Han, C. Sandford, H. J. Yoo: Effects of titanate coupling agents on the rheological and mechanical properties of filled polyolefins, Polymer Engineering and Science, 1978, 18, 849-854.
- [5] C. H. Suh, J. L. White: Talc-thermoplastics compounds: particle orientation in flow and rheological properties, Journal of Non-newtonian Fluid Mechanics, 1996, 62, 175-206.
- [6] G. W. Ehrenstein, G. Riedel, P. Trawiel: Thermal Analysis of Plastics, Hanser Publishers, Munich, 2009.
- [7] P. J. Carreau, D. C. R. De Kee, R. P. Chhabra: Rheology of polymeric systems principles and applications, Hanser Publishers, Munich, 1997.