

ARKADIUSZ KLOZIŃSKI^{*)}, TOMASZ STERZYŃSKI

Politechnika Poznańska
Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej
Zakład Polimerów
Pl. M. Skłodowskiej-Curie 2, 60-965 Poznań

Ocena poprawek w pomiarach reometrycznych polietylenu

Cz. I. POŚLIZG PRZY ŚCIANCE KANAŁU^{**)}

Streszczenie — W badaniach reologicznych przeprowadzonych za pomocą reometru wytłaczarkowego (rzeczywiste warunki przetwórcze) dokonano oceny zjawiska poślizgu polimeru przy ścianie dyszy oraz jego wpływu na przebieg krzywych płynięcia i krzywych lepkości. Ocena szybkości poślizgu metodą Mooneya wymagała zastosowania dodatkowej procedury pomiarowej i obliczeniowej, wynikającej ze sposobu działania układu uplastyczniającego wytłaczarki jednoślismakowej. Zbadano dwa rodzaje polietylenu małej gęstości (PE-LD FABS 23-D 022 i PE-LD 402L). Analiza porównawcza przeprowadzona w zakresie naprężenia stycznego od 212 do 300 kPa, wykazała istotne różnice szybkości poślizgu (V_s) obu badanych rodzajów polietylenu, wynikające ze zróżnicowania ich lepkości. Wprowadzenie korekty efektu ubocznego reometrii kapilarnej, jaki w tym przypadku stanowi poślizg przy ścianie, powoduje wyraźne przesunięcie położenia krzywych lepkości. Różnice lepkości polimeru po uwzględnieniu poślizgu przy ścianie, w przypadku przeprowadzonych pomiarów, sięgały 70 %.

Słowa kluczowe: pomiary reologiczne, efekty uboczne reometrii kapilarnej, poślizg przy ścianie, poprawki w pomiarach reologicznych, krzywa lepkości, polietylen.

EVALUATIONS OF CORRECTIONS IN RHEOMETRIC MEASUREMENTS OF POLYETHYLENE. PART I. SLIPPAGE AT CHANNEL WALL

Summary — An evaluation of the phenomenon of polymer slippage at die wall and its effects on the courses of flow and viscosity curves has been done as a result of rheological investigations carried out in extruding rheometer *i.e.* in the actual processing conditions. The evaluation of slippage velocity (V_s) by Mooney method required the use of additional measurement and calculation procedures resulted from the method of operation of single-screw extruder plastifying system. Two types of low-density polyethylene (PE-LD FABS 23-D 022 and PE-LD 402L) were investigated. Comparative analysis for shear stress in the range 212—300 kPa showed significant differences in slippage velocity (V_s) of both polyethylenes tested, what resulted from viscosity differentiation. An introduction of the correction of capillary rheometry side effect, in this case wall slippage effect, causes significant shifts of viscosity curves positions. The differences in polymer viscosity, allowing for wall slip effect, reached 70 % in the measurements carried out.

Key words: rheological measurements, capillary rheometry side effects, wall slippage, corrections in rheological measurements, viscosity curve, polyethylene.

Analizując przepływ uplastycznionych tworzyw polimerowych rozpatruje się przede wszystkim przepływy w kanałach o osi prostej i przekroju okrągłym, gdyż ten typ kanałów występuje najczęściej w ważnych proce-

sach przetwórstwa (wytłaczanie, wtryskiwanie) i jest szeroko opisywany w literaturze [1—12].

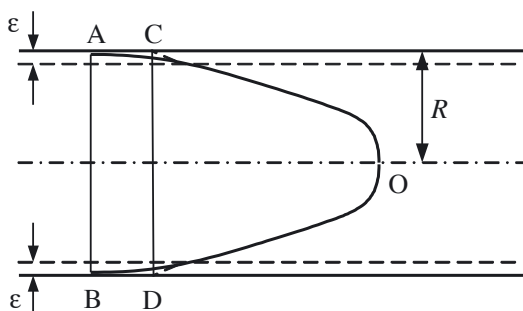
Obliczenia przepływów płynów niutonowskich i nie-niutonowskich, w kanale prostym geometrycznie, wykonuje się powszechnie opierając się na modelowym przepływie Poiseuille'a. W modelu tym zakłada się [10, 13—15], że przepływ jest ustalony, laminarny, izotermiczny i rozwinięty, brak jest poślizgu przy ścianie kanału, pomija się siły grawitacji i bezwładności, zakłada się także nieściśliwość płynu oraz brak reakcji chemicz-

^{*)} Autor do korespondencji; e-mail: Arkadiusz.Klozinski@put.poznan.pl

^{**)} Artykuł oparty na treści referatu przedstawionego w ramach XI Proforskich Warsztatów Naukowych, Bydgoszcz-Pieczyska, 11—14 czerwca 2006 r.

nych. Rzeczywisty przepływ w kanałach narzędzi przetwórczych oraz kanałach urządzeń pomiarowych (reometry kapilarne) dalece odbiega jednak od powyższych założeń, a obiektywna ocena właściwości reologicznych wymaga uwzględnienia licznych poprawek.

Jedno z wymienionych założeń modelowego przepływu Poiseuille'a zakłada, że nie występuje poślizg przy ścianie kanału, tzn. w obliczeniach przyjmuje się, że prędkość płynu przy ścianie jest równa prędkości ścianki, czyli zeru. W rzeczywistości w przepływach uplastycznionych tworzyw polimerowych występuje zjawisko poślizgu, jednak brak w literaturze zgodności, co do jego natury i mechanizmu powstawania [10, 13, 14, 16—18]. Według jednej teorii zakłada się występowanie zjawisk związanych z adhezją pomiędzy przepływającym stumieniem płynu polimerowego, a ścianką kanału (tzw. *stick-slip*); inna określa poślizg jako efekt wytworzenia się cienkiej warstewki przyściennej (ϵ) o mniejszej lepkości, dającej skutek podobny do rzeczywistego poślizgu. Na rysunku 1 przedstawiono profil prędkości tworzywa przepływającego przez kanał o promieniu R , wykazującego poślizg przy ścianie. Gdyby przepływający układ był całkowicie izotropowy, profil prędkości



Rys. 1. Profil prędkości przepływu płynu wykazującego poślizg przy ścianie (opis w tekście)

Fig. 1. Profile of flow velocity of a fluid showing wall slippage effect (description in the text) [10—14, 17, 18—20]

byłby zgodny z przebiegiem krzywej COD. Ze względu na występowanie cylindrycznej strefy przyściennej o grubości ϵ , której właściwości reologiczne są inne niż we wnętrzu płynu, profil prędkości ma kształt przedstawiony krzywą AOB [10, 13, 14, 16].

Poślizg polimeru występuje kiedy stosuje się duże wartości szybkości ścinania, szczególnie w przypadku przepływu przez kanały o małych średnicach oraz przepływów napełnionych tworzyw polimerowych [10, 13, 14, 16—25]. Przyjmuje się, że poślizg pojawia się po przekroczeniu pewnej krytycznej wartości naprężenia stycznego przy ścianie kanału [15].

Konsekwencją poślizgu jest wzrost natężenia przepływu, co z kolei powoduje zawyżenie obliczonej wartości szybkości ścinania przy ścianie kanału. Tym samym krzywa płynięcia usytuowana jest poniżej tej,

która byłaby otrzymana w przypadku braku poślizgu [16].

Powszechnie stosowanym sposobem korygowania efektów przyściennych jest metoda zaproponowana przez Mooneya [26], która wymaga rozważenia przepływu bez poślizgu i z poślizgiem [15, 25]. W przypadku przepływu bez poślizgu objętościowe natężenie przepływu \dot{Q} w kanale o promieniu R wynosi

$$\dot{Q} = \pi R^2 V \quad (1)$$

gdzie: V — średnia prędkość przepływu.

Nieskorygowana szybkość ścinania przy ścianie wyrażana jest za pomocą wzoru

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4\dot{Q}}{\pi R^3} \quad (2)$$

Po podstawieniu wartości \dot{Q} z równ. (1) upraszcza się do postaci

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4V}{R} \quad (3)$$

W przypadku wystąpienia poślizgu szybkość ścinania określona jest natomiast zmodyfikowanym wzorem

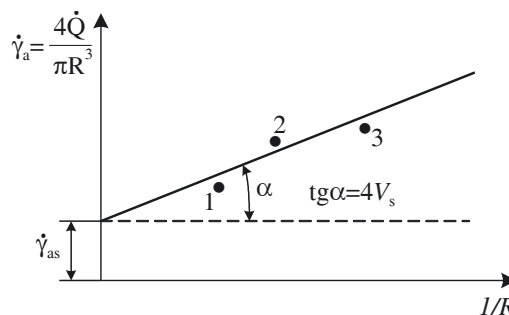
$$\dot{\gamma}_{as} = \frac{4(V - V_s)}{R} \quad (4)$$

gdzie: V_s — prędkość poślizgu.

Po uwzględnieniu równ. (2) otrzymuje się wzór na szybkość ścinania uwzględniający występowanie zjawiska poślizgu na ścianie kanału

$$\dot{\gamma}_{as} = \frac{4\dot{Q}}{\pi R^3} - \frac{4V_s}{R} \quad (5)$$

W praktyce metoda oceny wartości poślizgu zaproponowana przez Mooneya polega na wykonaniu serii pomiarów nieskorygowanej szybkości ścinania $\dot{\gamma}_a$ w kanałach o różnym promieniu, ale o tym samym stosunku długości dyszy do jej średnicy (L/R). Pomiar przeprowadza się przy zachowaniu stałej wartości naprężenia stycznego τ_w , czyli przy stałym spadku ciśnienia ($\Delta p = \text{const.}$). Uzyskane wartości $\dot{\gamma}_a$ należy wykreślić w zależności od odwrotności promienia $1/R$, uzyskując zależ-



Rys. 2. Wykres Mooneya dla stałej wartości naprężenia stycznego przy ścianie dyszy (opis w tekście)

Fig. 2. Mooney plot for a constant value of shear stress at die wall (description in the text) [13, 17]

ność liniową opisaną równaniem otrzymanym w wyniku przekształcenia równ. (5)

$$\frac{4\dot{Q}}{\pi R^3} = \dot{\gamma}_{as} + \frac{4V_s}{R} \quad (6)$$

Taki wykres zwany wykresem Mooneya przedstawiono na rys. 2.

Wyznaczony współczynnik nachylenia prostej równy $4V_s$ pozwala na wyznaczenie prędkości poślizgu. Ekstrapolacja otrzymanej zależności do $R \rightarrow \infty$ (tj. dla $1/R = 0$) pozwala wyznaczyć graniczną szybkość ścinania $\dot{\gamma}_{as}$, uwzględniając już występowanie poślizgu [12, 13—16, 19]. Opisana metoda umożliwia przeprowadzenie korekty uzyskanych danych w celu wyznaczenia przebiegu krzywych płynięcia i krzywych lepkości.

Laun [19] na podstawie badań reologicznych polipropylenu wykazał występowanie poślizgu przy ścianie kanału i wyznaczył prędkość poślizgu $V_s = 0,18$ mm/s, odpowiadającą szybkości ścinania wynoszącej 19 s⁻¹. Występowanie poślizgu już przy tak małej wartości $\dot{\gamma}_a$ potwierdza konieczność uwzględniania tego zjawiska w charakterystykach reologicznych wyznaczonych w zakresie wyższych wartości szybkości ścinania. Wiadomo, że $\dot{\gamma}_a$ w przypadku badań reologicznych za pomocą reometrów kapilarnych, sięga wartości rzędu 10^5 s⁻¹ [27, 28], natomiast w przypadku pomiarów prowadzonych w realnych warunkach wtryskiwania mieści się w zakresie od 10^4 do 10^6 s⁻¹ [28—31].

Uwzględnienie w pomiarach reologicznych poślizgu przy ścianie kanału pozwala na korektę wartości szybkości ścinania, stanowiącej obok naprężenia stycznego, podstawę oceny lepkości polimeru. Wiadomo, że o wartości $\dot{\gamma}_a$ decyduje także zmiana gęstości tworzywa polimerowego (jako wynik jego ściśliwości) zależna od warunków przetwórczych (Δp , T). Ocena zmian gęstości polimeru w warunkach przepływu oraz jej znaczenie w pomiarach reologicznych zostaną opisane w kolejnej publikacji.

Wprowadzenia korekty wymaga również ocena naprężenia stycznego w przepływie przy ścianie kanału. Wartość τ_w korygowana jest za pomocą poprawki Bagleya, która uwzględnia dodatkowy spadek ciśnienia występujący w początkowej części kanału (odcinek wlotowy). Pominięcie strat wlotowych powoduje zawyżenie doświadczalnie wyznaczonego naprężenia w stosunku do jego wartości rzeczywistej [10, 14—16, 32].

Z powyższych rozważań wynika, że obiektywna ocena lepkości polimeru w danych warunkach przepływu wymaga doświadczalnego skorygowania szybkości ścinania i naprężenia stycznego za pomocą opisanych poprawek. Dopiero tak skorygowane dane stanowią źródło rzetelnej informacji na temat reologicznych właściwości polimeru.

Celem zaprezentowanych w niniejszej pracy badań była ocena zjawiska poślizgu i określenie jego wpływu na przebieg krzywych płynięcia oraz krzywych lepkości polietylenu. W badaniach zastosowano dwa rodzaje po-

lietylenu o małej gęstości (PE-LD). Pomiary reometryczne przeprowadzono w rzeczywistych warunkach procesu przetwórczego, w linii technologicznej wytłaczania.

Analiza literatury krajowej oraz zagranicznej z zakresu reologii i reometrii wykazała niejednorodność, a nawet niekiedy dowolność stosowanych klasyfikacji i terminów. W prezentowanym artykule starano się stosować terminologię oraz definicje zalecane w najnowszej literaturze z zakresu przetwórstwa tworzyw polimerowych [21, 22].

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Materiały

Badano dwa rodzaje polietylenu małej gęstości: PE-LD o nazwie handlowej „Malen E” oznaczonego symbolem FABS 23-D 022 (Basell Orlen Polyolefins Sp. z o.o.) oraz PE-LD oznaczonego symbolem 402L (Dow Plastics). Podstawowe właściwości zastosowanych w badaniach polietylenów przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Podstawowe właściwości badanych PE-LD (wg producenta)

Table 1. Properties of PE-LD investigated (according to producer's data)

Właściwość	PE-LD FABS 23-D 022	PE-LD 402L
Gęstość w temp. 23 °C, kg/m ³	919—923	925
Gęstość nasypowa w temp. 23 °C, kg/m ³	620	621
MFR _(2,16; 190) , g/10 min	1,8	0,8
Granica plastyczności, MPa	12	10
Natężenie zrywające, MPa	14	23
Wydłużenie przy zerwaniu, %	600	400
Temperatura mięknięcia (VST 50 °C/h, 110 N), °C	96	99

Metody badań

Obie próbki polietylenu zbadano za pomocą urządzenia pvT 100 produkcji firmy SWO Polymertechnik GmbH wyznaczając przebieg charakterystyk p - v - T w procesie izotermicznego sprężania. Na podstawie uzyskanych wykresów p - v - T wyznaczono gęstości polietylenu w danych warunkach przetwórczych, co stanowiło podstawę do oceny rzeczywistego objętościowego natężenia przepływu \dot{Q} .

Do pomiaru poślizgu przy ścianie kanału użyto reometru wytłaczarkowego zaopatrzonego w głowicę pomiarową z wymiennymi dyszami, której szczegółowy opis przedstawiono we wcześniejszej publikacji [32]. Głowicę pomiarową zamocowano do wytłaczarki jednosłimkowej „Fairex”, ze ślimakiem o średnicy $D = 30$ mm i o stosunku $L/D = 25$. Pomiary przeprowadzono stosując różne szybkości obrotowe ślimaka (v_s) od 0,17

do $0,76 \text{ s}^{-1}$. W celu określenia prędkości poślizgu polimeru przy ścianie kanału, zgodnie z metodą Mooneya [24] użyto dysze o różnej średnicy, ale tym samym stosunku L/D .

Badania przeprowadzono stosując rozkład temperatury wytłaczania wyznaczony na drodze pomiarów wstępnych, mieszczący się w zakresie przetwórstwa polietylenu oraz przedziałach temperaturowych podanych przez producentów (patrz tabela 2). Zmierzona temperatura uplastycznionego polietylenu w głowicy pomiarowej była wyższa od temperatury głowicy i wynosiła $170 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

T a b e l a 2. Rozkład temperatury stref grzejnych podczas wytłaczania

T a b l e 2. Temperature of the heating zones during extrusion

Badane tworzywo	Temperatura stref grzejnych, $^\circ\text{C}$					głowica
	zasyp	strefa 1	strefa 2	strefa 3	strefa 4	
PE-LD FABS 23-D 022	20	100	130	170	170	160
PE-LD 402L		120	150			

Pomiarowo-obliczeniowa procedura wyznaczenia prędkości poślizgu przy ścianie dyszy

Do oceny poślizgu polimeru przy ścianie kanału dyszy w rzeczywistych warunkach procesu wytłaczania, zastosowano procedurę pomiarową służącą wyznaczeniu poprawki Bagleya [32]. Ze względu na to, że w celu określenia prędkości poślizgu wykonuje się serię pomiarów $\dot{\gamma}_a$ przy stałym spadku ciśnienia ($\Delta p_c = \text{const.}$), procedura obliczeniowa stosowana w ocenie poprawki Bagleya została zmodyfikowana i składała się z następujących etapów:

— określenie masowego natężenia przepływu (\dot{M}), w funkcji szybkości obrotowej ślimaka wytłaczarki (v_s): $\dot{M} = f(v_s)$,

— wyznaczenie wykresu zależności objętościowego natężenia przepływu w funkcji spadku ciśnienia: $\dot{Q} = f(\Delta p_c)$,

— wyznaczenie metodą regresji wielomianowej dla każdej z zastosowanych dysz równania $\dot{Q} = f(\Delta p_c)$,

— określenie wartości \dot{Q} dla stałych wartości spadku ciśnienia Δp_c ,

— wyznaczenie zależności $\dot{\gamma}_a = f(L/D)$.

Powyższa procedura prowadzenia pomiarów oraz obliczeń umożliwiła określenie prędkości poślizgu przy ścianie kanału dyszy oraz wyznaczenie wartości nieskorygowanej szybkości ścinania uwzględniającej poślizg.

WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

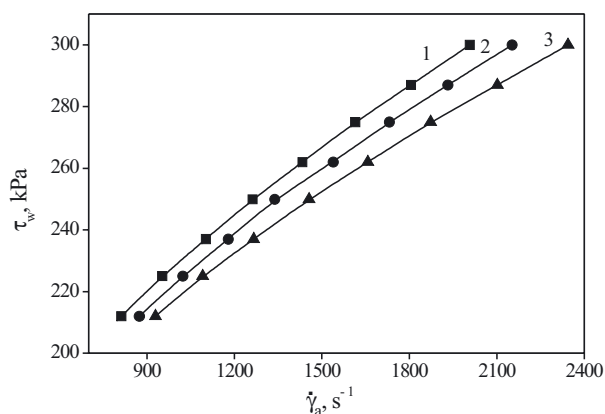
Ocenę wartości poślizgu przy ścianie kanału dyszy przeprowadzono podczas analizy przepływu PE-LD FABS 23-D 022 oraz PE-LD 402L. Poślizg wyznaczono

T a b e l a 3. Wymiary stosowanych dysz pomiarowych, zakres pomiarowy naprężenia stycznego (τ_w) oraz zakresy nieskorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_a$)

T a b l e 3. Dimensions of measuring dies used, shear stress (τ_w) measuring range and the ranges of uncorrected shear rate ($\dot{\gamma}_a$)

Badane tworzywo	Wymiary kanału dysz, mm		τ_w , kPa	$\dot{\gamma}_a$, s^{-1}
	L	D		
FABS 23-D 022	50	5	212—300	1067—2142
	30	3		1230—2561
	20	2		1419—3214
402L	50	5		812—2007
	30	3		847—2152
	20	2		929—2344

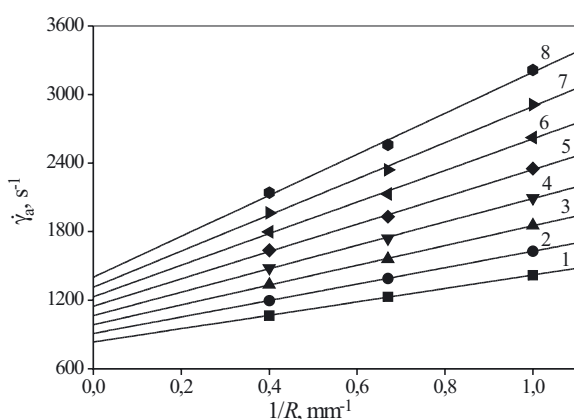
dla stałych wartości naprężenia stycznego, mieszczących się w zakresie od 212 do 300 kPa, odpowiadających zmianom ciśnienia w zakresie od 8,5 do 12 MPa. W powyższym przedziale τ_w , podczas przepływu przez dysze o określonej charakterystyce geometrycznej, uzyskano w przypadku dwu badanych próbek polietylenu różne przedziały nieskorygowanej szybkości ścinania $\dot{\gamma}_a$ (tabela 3). Większą szybkością ścinania charakteryzował się PE-LD FABS 23-D 022, czyli polietylen o większym masowym wskaźniku szybkości płynięcia (MFR) (por. tabela 1). Widoczne jest także zróżnicowanie zakresów szybkości ścinania polietylenu uzyskanych podczas przepływu przez dysze o różnych wartościach L i D . Największe szybkości ścinania wystąpiły w przypadku dyszy o średnicy $D = 2 \text{ mm}$ i długości $L = 20 \text{ mm}$, a najmniejsze w przypadku $D = 5 \text{ mm}$ i $L = 50 \text{ mm}$. Różnice w zakresach szybkości ścinania, wynikające ze zmian średnicy i długości dysz, bardzo dobrze obrazują prze-



Rys. 3. Wykres zależności naprężenia stycznego (τ_w) w funkcji nieskorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_a$) dotyczący PE-LD 402L, w przypadku dysz o wymiarach: 1 — $D = 5 \text{ mm}$, $L = 50 \text{ mm}$; 2 — $D = 3 \text{ mm}$, $L = 30 \text{ mm}$; 3 — $D = 2 \text{ mm}$, $L = 20 \text{ mm}$
Fig. 3. Shear stress (τ_w) versus uncorrected shear rate ($\dot{\gamma}_a$) for PE-LD 402L sample and following dies dimensions: 1 — $D = 5 \text{ mm}$, $L = 50 \text{ mm}$; 2 — $D = 3 \text{ mm}$, $L = 30 \text{ mm}$; 3 — $D = 2 \text{ mm}$, $L = 20 \text{ mm}$

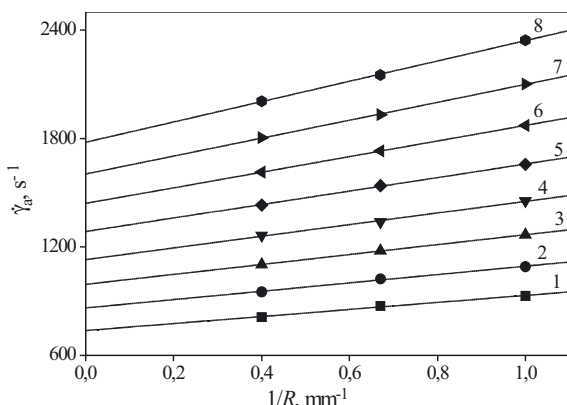
biegi krzywych płynięcia PE-LD 402L, przedstawione na rysunku 3. Podobne przebiegi krzywych płynięcia, jednakże w zakresach wyższych $\dot{\gamma}_a$, uzyskano badając FABS 23-D 022.

Wartość prędkości poślizgu polimeru na ścianie kanału dyszy (V_s) odczytano z wykresów zależności $\dot{\gamma}_a = f(1/R)$, dla określonego naprężenia stycznego, wybranego z wyżej wymienionych przedziałów. Przebiegi zależności $\dot{\gamma}_a = f(1/R)$, dotyczące dwóch badanych rodzajów polietylenu, przedstawiono na rysunkach 4 i 5. W obu przypadkach uzyskano prostoliniowe zależności $\dot{\gamma}_a = f(1/R)$, o dużych wartościach współczynnika regresji. Porównując przebiegi wyznaczonych funkcji, można



Rys. 4. Wykres zależności $\dot{\gamma}_a$ od $1/R$ dotyczących PE-LD FABS 23-D 022 wyznaczonych dla różnych wartości naprężenia stycznego (τ_w w kPa): 1—212, 2—225, 3—237, 4—250, 5—262, 6—275, 7—287, 8—300

Fig. 4. Dependence $\dot{\gamma}_a = f(1/R)$ for PE-LD FABS 23-D 022 determined for various values of shear stress (τ_w , in kPa): 1—212, 2—225, 3—237, 4—250, 5—262, 6—275, 7—287, 8—300



Rys. 5. Wykres zależności $\dot{\gamma}_a$ od $1/R$ dotyczących PE-LD 402L wyznaczonych dla różnych wartości naprężenia stycznego (τ_w , w kPa): 1—212, 2—225, 3—237, 4—250, 5—262, 6—275, 7—287, 8—300

Fig. 5. Dependence $\dot{\gamma}_a = f(1/R)$ for PE-LD 402L determined for various values of shear stress (τ_w , in kPa): 1—212, 2—225, 3—237, 4—250, 5—262, 6—275, 7—287, 8—300

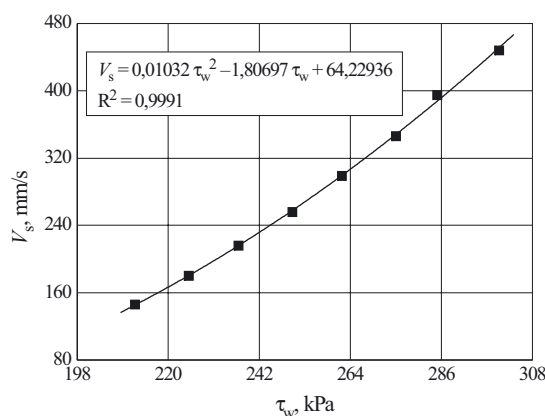
zauważyć wyraźnie większe wartości współczynników kierunkowych odpowiednich prostych dotyczących PE-LD FABS 23-D 022 w porównaniu z prostymi charakteryzującymi PE-LD 402L, co świadczy o występowaniu różnic w prędkości poślizgu dwóch rodzajów PE-LD, badanych w takich samych warunkach przepływu (Δp , T). W tabeli 4 zestawiono wartości prędkości poślizgu wyznaczone podczas badań obu rodzajów polietylenu, w zależności od wartości naprężenia stycznego oraz odpowiednie współczynniki regresji liniowej.

T a b e l a 4. Prędkość poślizgu na ścianie dyszy (V_s), w zależności od naprężenia stycznego (τ_w) wyznaczone podczas przepływu PE-LD FABS 23-D 022 i PE-LD 402L

T a b l e 4. Slippage velocity at die wall (V_s) determined during the flow of PE-LD FABS 23-D 022 and PE-LD 402L, dependent on shear stress (τ_w)

τ_w , kPa	PE-LD FABS 23-D 022		PE-LD 402L	
	V_s , mm/s	wsp. regresji	V_s , mm/s	wsp. regresji
212	146	0,9995	49	0,9899
225	180	1	58	0,9941
237	216	0,9999	68	0,9992
250	256	0,9964	81	0,9970
262	299	0,9949	93	0,9987
275	346	0,998	108	0,9999
285	395	0,9972	123	0,9997
300	448	0,9964	140	0,9998

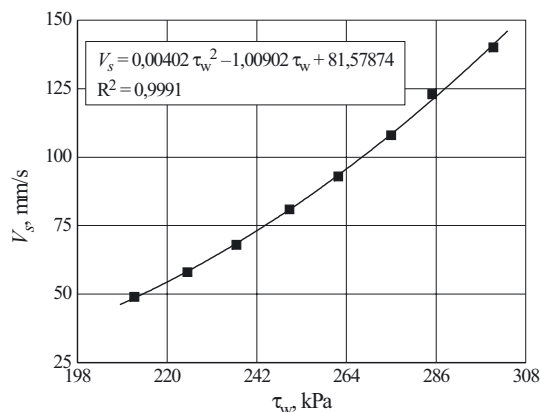
Z analizy wyznaczonych wartości V_s wynika, że prędkość poślizgu polimeru przy ścianie dyszy rośnie wraz ze wzrostem naprężenia stycznego. Natomiast w przypadkach takiego samego τ_w prędkość poślizgu występującego podczas przepływu PE-LD FABS 23-D 022, jest prawie trzykrotnie większa niż podczas przepływu PE-LD 402L. Określenie prędkości poślizgu w zakresie naprężenia stycznego od 212 do 300 kPa,



Rys. 6. Wykres zależności prędkości poślizgu (V_s) w funkcji naprężenia stycznego (τ_w) w przypadku PE-LD FABS 23-D 022

Fig. 6. Slippage velocity (V_s) versus shear stress (τ_w) for PE-LD FABS 23-D 022

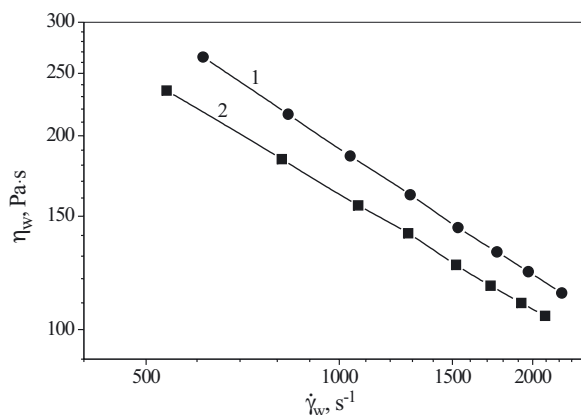
pozwała na wyznaczenie równania funkcji $V_s = f(\tau_w)$, umożliwiającego ocenę szybkości poślizgu polimeru przy dowolnej wartości τ_w , z tego przedziału. Na rysunkach 6 i 7 przedstawiono prędkości poślizgu na ścianie dyszy w funkcji naprężenia stycznego oraz odpowiadające im równania regresji wielomianowej.



Rys. 7. Wykres zależności prędkości poślizgu (V_s) w funkcji naprężenia stycznego (τ_w) w przypadku PE-LD 402L

Fig. 7. Slippage velocity (V_s) versus shear stress (τ_w) for PE-LD 402L

Jak już wspomniano, jedna z teorii [10, 13, 14, 16] wskazuje na to, że poślizg jest efektem wytworzenia się cienkiej warstewki przyściennej płynu (o grubości ε) (rys. 1) o mniejszej lepkości, co daje efekt podobny do rzeczywistego poślizgu. W strefie przyściennej szybkość ścinania może być funkcją nie tylko naprężenia stycznego, ale również oddziaływań fizycznych ścianki, która wprowadza uprzywilejowany kierunek przepływu [10, 14]. W oparciu o powyższe rozważania można więc za-



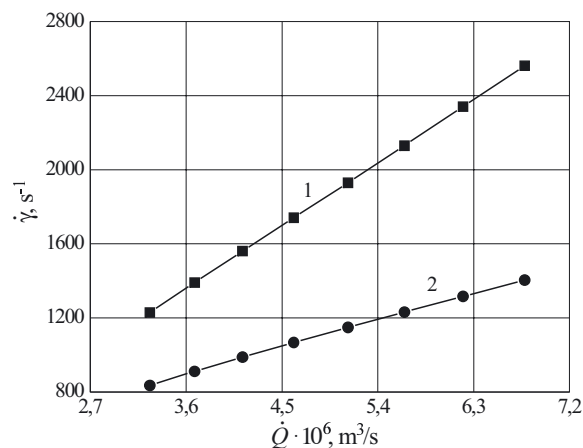
Rys. 8. Wykres zależności skorygowanej lepkości (η_w) w funkcji skorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_w$) (krzywe lepkości): 1 — PE-LD 402L; 2 — PE-LD FABS 23-D 022; wymiary dyszy: $D = 2$ mm, $L = 20$ mm

Fig. 8. Corrected viscosity (η_w) versus corrected shear rate ($\dot{\gamma}_w$) (viscosity curves): 1 — PE-LD 402L, 2 — PE-LD FABS 23-D 022; die dimensions: $D = 2$ mm, $L = 20$ mm

proponować stwierdzenie, że jeżeli oddziaływanie fizyczne dotyczy głównie tarcia pomiędzy ścianką dyszy a przepływającym polietylenem, to tarcie jest przyczyną wytworzenia się warstewki polietylenu o mniejszej lepkości. W takim przypadku o lepkości warstwy przyściennej decyduje lepkość polietylenu przepływającego w pozostałym obszarze, umownie nazwanym „rdzeniem przepływu”.

Odnosząc uzyskane prędkości poślizgu na ścianie do lepkości polimerów w trakcie jego przepływu przez dysze zauważyć można, że polietylen, charakteryzujący się większymi wartościami V_s ma mniejszą lepkość. Potwierdzają to wyznaczone krzywe lepkości. Rysunek 8 przedstawia wykresy zależności skorygowanej lepkości (η_w) w funkcji skorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_w$), podczas przepływu obu badanych próbek przez dyszę długości $L = 20$ mm i średnicy $D = 2$ mm.

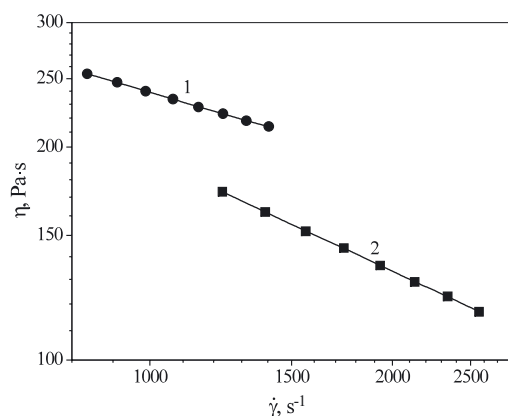
Z wzajemnego położenia prostych wynika, że dla takich samych wartości skorygowanej szybkości ścinania mniejszą lepkością cechuje się PE-LD FABS 23-D 022. Podobną zależność, uzyskano badając przepływ przez pozostałe dysze pomiarowe, tj. dyszę o $D = 3$ mm i $L = 30$ mm oraz dyszę o $D = 5$ mm i $L = 50$ mm. Porównując przebiegi krzywych lepkości obu rodzajów polietylenu (rys. 8) z wyznaczonymi szybkościami poślizgu (tabela 4), można stwierdzić, że w takich samych warunkach przepływu (Δp , T), większe wartości V_s towarzyszą przepływowi polietylenu o mniejszej lepkości. Tłumaczyć to można mniejszym oddziaływaniem na granicy polietylen—ścianka kanału dyszy, wynikającym z mniejszej lepkości polimeru w obszarze warstwy przyściennej o grubości ε .



Rys. 9. Wykres zależności: 1 — nieskorygowanej szybkości ścinania ($\dot{\gamma}_a$), 2 — szybkości ścinania z korektą poślizgu na ścianie ($\dot{\gamma}_{as}$) od objętościowego natężenia przepływu wyznaczony podczas przepływu PE-LD FABS 23-D 022 przez dyszę $L = 30$ mm i $D = 3$ mm

Fig. 9. Dependence of: 1 — uncorrected shear rate ($\dot{\gamma}_a$), 2 — shear rate with wall slippage correction ($\dot{\gamma}_{as}$) on volume flow rate, determined for PE-LD FABS 23-D 022 flow through the die of $L = 30$ mm and $D = 3$ mm

Występowanie poślizgu o prędkości rzędu 450 mm/s w przypadku PE-LD FABS 23-D 022 wskazuje na konieczność uwzględnienia tego zjawiska w ocenie właściwości reologicznych tego polietylenu. Na rysunku 9 zestawiono przebiegi zależności nieskorygowanej szybkości ścinania w funkcji objętościowego natężenia przepływu, bez uwzględnienia poślizgu [$\dot{\gamma}_a = f(\dot{Q})$] oraz po uwzględnieniu poślizgu [$\dot{\gamma}_{as} = f(\dot{Q})$], wyznaczonego podczas przepływu PE-LD FABS 23-D 022 przez dyszę o długości $L = 30$ mm i średnicy $D = 3$ mm. Zmniejszenie wartości $\dot{\gamma}_{as}$ w stosunku do $\dot{\gamma}_a$ jest tym większe im większa jest wartość \dot{Q} , co wiąże się ze zwiększeniem V_s .



Rys. 10. Krzywe lepkości [$\eta = f(\dot{\gamma})$] PE-LD FABS 23-D 022 wyznaczone podczas przepływu przez dyszę o $L = 30$ mm i $D = 3$ mm: 1 — szybkość ścinania z korektą poślizgu na ściance ($\dot{\gamma}_{as}$), 2 — nieskorygowana szybkość ścinania ($\dot{\gamma}_a$)

Fig. 10. Viscosity curves [$\eta = f(\dot{\gamma})$] of PE-LD FABS 23-D 022, determined during the polymer flow through the die of $L = 30$ mm and $D = 3$ mm: 1 — shear rate with wall slippage correction ($\dot{\gamma}_{as}$), 2 — uncorrected shear rate ($\dot{\gamma}_a$)

Różnice szybkości ścinania, wynikające z zawyżenia objętościowego natężenia przepływu, przekładają się bezpośrednio na przesunięcie przebiegu krzywych lepkości polietylenu. Podczas przepływu PE-LD FABS 23-D 022 przez dyszę o $L = 30$ mm i $D = 3$ mm, po uwzględnieniu V_s , lepkość wzrasta o 70 %. Na rysunku 10 przedstawiono krzywe lepkości PE-LD FABS 23-D 022 z uwzględnieniem poślizgu (krzywa 1) oraz bez uwzględnienia poślizgu (krzywa 2). Przesunięcie położenia prostych ukazuje bezpośredni wpływ prędkości poślizgu na lepkość polimeru.

PODSUMOWANIE

Przeprowadzona w pracy analiza wykazała bardzo istotny wpływ zjawiska poślizgu na przebiegi krzywych płynięcia oraz krzywych lepkości polietylenu. Pominięcie korekty szybkości ścinania uwzględniającej poślizg, powoduje błędne wyznaczenie lepkości polimeru sięgające, w przypadku dużych wartości szybkości ścinania,

nawet kilkudziesięciu procent. Analiza porównawcza wyznaczonych prędkości poślizgu i lepkości podczas badań dwu rodzajów polietylenu, przeprowadzona w takich samych warunkach przepływu (Δp , T), wykazała większe wartości V_s podczas przepływu polietylenu o mniejszej lepkości. W całym zakresie pomiarowym naprężenia stycznego prędkość poślizgu PE-LD FABS 23-D 022 była trzykrotnie większa od prędkości poślizgu PE-LD 402L. Niezależnie od rodzaju polietylenu poślizg wzrastał wraz ze zwiększającą się wartością naprężenia stycznego.

Omówione w artykule zagadnienie dotyczy korygowania tylko jednego efektu ubocznego, jakim jest poślizg przy ściance kanału. Obiektywna ocena właściwości reologicznych tworzyw polimerowych, analizowanych przy zastosowaniu reometrów (kapilarnych, wytłaczarkowych, obrotowych), wymaga uwzględnienia wszystkich poprawek efektów ubocznych reometrii, istotnych w danych pomiarach i możliwych do oceny ilościowej.

Wyznaczenie, za pomocą modelu potęgowego Oswald-de Waele, przebiegu krzywych płynięcia oraz krzywych lepkości polimerów termoplastycznych, charakteryzujących właściwości reologiczne płynów nienuetonowskich, wymaga doświadczalnego wyznaczenia wykładnika płynięcia n oraz uwzględnienia jego wartości w formie poprawki Rabinowitscha. Wyniki badań reologicznych oceny wykładnika płynięcia oraz wpływu jego wartości na przebiegi krzywych płynięcia i krzywych lepkości, przedstawione zostaną w drugiej części artykułu.

LITERATURA

1. Kloziński A., Kruszelnicka I., Sterzyński T.: „Pomiary właściwości reologicznych «in line» w linii wytłaczarskiej” w „Postęp w przetwórstwie materiałów polimerowych”, (red. Koszkuł J.), Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2002, str. 264—272.
2. Sikora R., Bociąga E.: *Polimery* 2003, 48, 753.
3. Sikora R., Bociąga E.: *Polimery* 2003, 48, 100.
4. Bociąga E., Sikora R.: *Polimery* 2004, 49, 36.
5. Banasiak A., Sterzyński T.: *Polimery* 2004, 49, 442.
6. Kloziński A., Sterzyński T.: „Wyznaczanie poprawki Bagleya na podstawie pomiarów w linii wytłaczarskiej” w: „Przetwórstwo tworzyw polimerowych”, IX Profesorskie Warsztaty Naukowe, Szczecin—Dziwnówek 2004, Wydawnictwo Politechniki Szczecińskiej, Szczecin 2004, str. 53—54.
7. Bociąga E.: „Analiza przepływu tworzywa w kanałach formy wtryskowej”, *Zeszyty Naukowe nr 246 — Chemia i Technologia Chemiczna 11*, Wydawnictwo Uczelniane Akademii Techniczno-Rolniczej, Bydgoszcz 2006, str. 9—12.
8. Kloziński A.: „Reologiczne i wizualizacyjne badania w przepływie polimerów termoplastycznych w procesie wytłaczania”, *Zeszyty Naukowe nr 246 — Chemia i Technologia Chemiczna 11*, Wydawnictwo

- Uczelniane Akademii Techniczno-Rolniczej, Bydgoszcz 2006, str. 69—72.
9. Kloziński A., Sterzyński T.: „Znaczenie wartości poprawek w pomiarach reologicznych polimerów termoplastycznych”, *Zeszyty Naukowe nr 246 — Chemia i Technologia Chemiczna 11*, Wydawnictwo Uczelniane Akademii Techniczno-Rolniczej, Bydgoszcz 2006, str. 73—77.
 10. Sikora R.: „Podstawy przetwórstwa tworzyw polimerowych”, Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Lubelskiej, Lublin 1992, str. 189—236.
 11. Sikora J. W., Kapuściński T.: *Polimery* 2005, **50**, 748.
 12. Steller R.: *Polimery* 2006, **51**, 449.
 13. Kembłowski Z.: „Reometria płynów nienewtonowskich”, WNT, Warszawa 1973, str. 73—100.
 14. Szlezyngier W.: „Podstawy reologii polimerów”, Politechnika Rzeszowska 1994.
 15. Wilczyński K.: „Reologia w przetwórstwie tworzyw sztucznych”, WNT, Warszawa 2001.
 16. Ferguson J., Kembłowski Z.: „Reologia stosowana płynów”, Wyd. Marcus, Łódź 1995, str. 53—74.
 17. Stabik J.: „Wybrane problemy reologii uplastycznionych polimerów napełnionych”, *Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej*, nr 1616, Gliwice 2004.
 18. Barnes H. A.: *J. Non-Newt. Fluid Mech.* 1995, **56**, 221.
 19. Laun H. M.: *Rheological Acta* 2004, **43**, 509.
 20. Kolnarr J. W. H., Keller A.: *Polymer* 1995, **36**, 821.
 21. Sikora R.: „Leksykon naukowo-techniczny, Wprowadzenie do przetwórstwa tworzyw polimerowych”, Wadim Plast Sp. J., Lublin 2002.
 22. Praca zbiorowa: „Przetwórstwo tworzyw polimerowych, Podstawy logiczne, formalne i terminologiczne” (Red. Sikora R.), Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej, Lublin 2006, str. 99—127, 467—514.
 23. Robert L., Demay Y., Vergnes B.: *Rheological Acta* 2004, **43**, 89.
 24. Plucinski J., Gupta R. K., Chakrabarti S.: *Rheological Acta* 1998, **37**, 256.
 25. Hristov V., Takacs E., Vlachopoulos J.: „Rheology of highly-filled polyolefin/wood flour composites”, *Materiały 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society*, Lipsk 2005, str. 175.
 26. Mooney M.: *J. Rheology* 1931, **2**, 210.
 27. Schramm G.: „A Practical Approach to Rheology and Rheometry”, Gebrueder Haake GmbH, Karlsruhe (1994), str. 62—75 (tłum. polskie „Reologia. Podstawy i zastosowania”, Ośrodek Wydawnictw Naukowych PAN, Poznań 1998, str. 64—74).
 28. Takahashi H., Matsuoka T., Kurauchi T.: *J. Appl. Pol. Sci.* 1985, **30**, 4669.
 29. Takahashi H.: *J. Appl. Pol. Sci.* 1989, **37**, 1837.
 30. Haddout A., Villoutreix G.: *Intern. Polym. Proc.* 2003, **3**, 291.
 31. Coates P. D., Immonen J., Whiteside B. R., Martyn M. T.: „High Shear Rheology of Materials for Micro-moulding”, *Materiały 21st Annual Meeting of the Polymer Processing Society*, Lipsk 2005, str. 86.
 32. Kloziński A., Sterzyński T.: *Polimery* 2005, **50**, 455.