

SUUTTIMEN PINNANKARHEUDEN VAIKUTUS POLYPROPEENIN SULAMURTUMAAN

LAHDEN AMMATTIKORKEAKOULU
Materiaali- ja tuotantotekniikan koulutus-
ohjelma
Muovitekniikan suuntautumisvaihtoehto
Opinnäytetyö
Kevät 2007
Niklas Johansson

Lahden ammattikorkeakoulu
Materiaali- ja tuotantotekniikan koulutusohjelma

JOHANSSON, NIKLAS: Suuttimen pinnankarheuden vaikutus polypropeenin sulamurtumaan

Muovitekniikan opinnäytetyö, 41 sivua

Kevät 2007

TIIVISTELMÄ

Työn tarkoituksena oli tutkia kapillaarireometrin suuttimen pinnankarheuden vaikutusta polypropeenin sulamurtumaan. Tämän lisäksi tutkittiin lämpötilan vaikutusta sulamurtuman syntymiseen.

Aikaisemmat sulamurtumaa käsitelleet tutkimukset ovat todistaneet, että lämpötilalla ja polymeerin moolimassalla ja moolimassajakaumalla on vaikutusta sulamurtuman syntymiseen. Kuitenkaan sulan muovin ja suuttimen pinnan välistä adheesiota ja sen vaikutusta sulamurtumaan kapillaarivirtauksessa ei ole vielä riittävästi tutkittu.

Tutkimus toteutettiin valmistamalla kolme rakosuutinta, joille tehtiin eri pintakäsittely ja sen vuoksi niiden pinnankarheet olivat erilaiset. Pinnat oli tehty hiomalla, jyrsimällä ja hiekkapuhaltamalla. Sulamurtumatestit suoritettiin kapillaarireometrillä neljässä eri sylinterin lämpötilassa käyttämällä sekä rakosuuttimia että olemassa olevaa pyöreäreikäistä suutinta. Reometrista saatua dataa analysoitiin tietokoneohjelmistolla. Tarkastelussa oli erityisesti paine leikkausnopeuden funktiona eri suuttimilla prosessoitaessa.

Tutkimuksen tulokset todistavat, että suuttimen pinnankarheudella on vaikutusta sulamurtumaan. Erityisesti pursotettaessa polypropeenia hiekkapuhalletun pinnan läpi sulamurtuma ilmenee huomattavasti korkeammilla leikkausnopeuksilla kuin prosessoitaessa polypropeenia kahden sileämmän pinnan läpi (hiottu tai jyrsimä). Tarkasteltaessa sulamurtuman syntymistä lämpötilan funktiona lämpötilan nousulla näyttäisi olevan viivästyttävä vaikutus sulamurtuman syntymiseen tarkasteltuna leikkausnopeuden funktiona.

Asiasanat: sulamurtuma, kapillaarireometri, leikkausnopeus, suuttimen pinnankarheuden vaikutus, rakosuutin

Lahti University of Applied Sciences
Faculty of Technology

JOHANSSON, NIKLAS: Effect of the Surface Roughness of the Die on
the Melt Fracture of Polypropylene

Bachelor's Thesis in Plastics Engineering, 41 pages

Spring 2007

ABSTRACT

The aim of this thesis was to study the effect of the surface roughness of the die of a capillary rheometer on the melt fracture of polypropylene. In addition, the effect of the temperature on the emergence of melt fracture was examined.

Previous studies related to melt fracture have verified that the temperature and both molecular weight and molecular weight distribution of polymer have an effect on the emergence of melt fracture. However, the effect of the adhesion between the molten plastic and the die surface in capillary flow has not been examined sufficiently.

The study was accomplished by preparing three slit dies with different surface treatments and therefore different surface roughnesses. The surfaces were sanded, milled and sandblasted. Melt fracture tests were performed using a capillary rheometer in four different cylinder temperatures. Data from the rheometer was analysed with the help of computer software. The focus was on pressure as a function of shear rate and how it varied when different dies were used.

The study results show that the surface roughness of the die has an effect on melt fracture. Particularly when the polypropylene melt was extruded through the die with the sandblasted surface, melt fracture was seen at significantly higher shear rates in comparison with extruding through two smoother surfaces (sanded or milled). When the emergence of melt fracture is observed as a function of temperature, results show that a rise in temperature seems to have a delaying effect on the emergence of melt fracture, as the shear rate increases.

Keywords: melt fracture, capillary rheometer, shear rate, effect of surface roughness, slit die

SISÄLLYS

1 JOHDANTO	1
2 POLYPROPEENI (PP)	2
3 REOLOGIAN PERUSKÄSITTEITÄ	3
3.1 Viskositeetti, leikkausnopeus ja leikkausjännitys	3
3.2 Leikkausohentuminen eli pseudoplastisuus	3
3.3 Suutinpaisuma	4
4 SULAMURTUMA	4
4.1 Sulamurtuman periaate	4
4.2 Sulamurtuman eri vaiheet	6
4.3 Sulamurtuman ennaltaehkäisy	7
4.4 Aikaisempia tutkimuksia sulamurtumasta	8
4.4.1 Polypropeenin sulamurtuman tutkiminen kapillaarivirtauksessa	8
4.4.2 Polymeeriketjujen taktisuuden vaikutus wall slip -ilmiöön	9
4.4.3 Rakosuuttimien eri pintojen vaikutus LLDPE:n prosessointiin	10
5 SULAMURTUMAN TUTKIMINEN	11
5.1 Suuttimet	11
5.1.1 Laskelmat	11
5.1.2 Suuttimien valmistaminen	13
5.2 Tutkimuksen taustatietoja	14
5.2.1 Kapillaarireometri ja sen toiminta	15
5.2.2 Tutkittava materiaali	19
5.3 Sulamurtuma pyöreällä suuttimella	19
5.4 Sulamurtuma suorakulmaisella suuttimella	21
5.4.1 Sulamurtuma hiottua suutinta käytettäessä	21
5.4.2 Sulamurtuma jyrskyä suutinta käytettäessä	26

5.4.3 Sulamurtuma hiekkapuhallettua suutinta käytettäessä	31
5.4.4 Yhteenveto tuloksista	36
6 PÄÄTÄNTÄ	39
LÄHTEET	40

1 JOHDANTO

Muovin sulatyöstössä virtausnopeuden kasvaessa virtaukseen tulee epäsäännöllisyyttä, joka näkyy syntyvän tuotteen pinnan epätasaisuutena. Alhaisella tuotantonopeudella sileä pinta muuttuu virtausnopeuden kasvaessa rosoiseksi. Tätä ilmiötä kutsutaan muovin sulamurtumaksi. Tämän opinnäytetyön tarkoituksena on tutkia muovin sulamurtuman syntymistä kapillaarireometrilla ja sitä, vaikuttaako reometrin suuttimen pinnanlaatu muovin sulamurtumaan. Yksi syy sulamurtuman ja pinnankarheuden välisen yhteyden tutkimiselle on se, että valmistettaessa muovituotteita ekstruusio- tai ruiskuvalumenetelmällä yhtenä kilpailuetuna voidaan pitää mahdollisuutta tuottaa kappaleita suurilla tuotantonopeuksilla. Tuotantonopeuksien kasvattamiseksi on hyödyllistä tutkia, onko muovituotteita mahdollista valmistaa suurilla tuotantonopeuksilla aiheuttamatta tuotteisiin pintavirheitä.

Tutkimuksessa käytetään materiaalina polypropeenä, jota pursotetaan kapillaarireometrilla jo olemassa olevan pyöreäreikäisen suuttimen lisäksi kolmen eri suuttimen läpi. Nämä kolme suutinta on valmistettu kaikki eri menetelmillä: hiomalla, jyrsimällä ja hiekkapuhaltamalla. Suuttimien karheus vaihtelee tekomenetelmän mukaan. Suuttimet on valmistettu Lahden ammattikorkeakoulun tekniikan laitoksen konelaboratoriossa. Testit suoritetaan saman laitoksen muovilaboratoriossa. Muovi pursotetaan eri suuttimien läpi neljässä eri lämpötilassa. Testin lämpötilat ovat 180 °C, 190 °C, 210 °C ja 230 °C.

Yhtenä teoriana sulamurtuman syntyyn on niin sanottu stick-slip -ilmiö. Aluksi muovi on kiinni suuttimen metallipinnassa (stick). Paineen kasvaessa muovi irtaantuu metallipinnasta ja liukuu (slip), tarttuu jälleen kiinni pintaan ja hetken päästä alkaa taas liukua. Tutkimuksen oletuksena voidaan pitää sitä, että polypropeenin sulamurtumaa alkaa tapahtua sitä suuremmilla leikkausnopeuksilla, mitä karheamman suuttimen pinnan läpi muovi pursotetaan. Muoviraaka-aine ja lämpötilat on valittu testiin sillä perusteella, että niissä olosuhteissa sulamurtuman voidaan olettaa näkyvän selvimmin.

2 POLYPROPEENI (PP)

Polypropeeni kuuluu polyolefiinien eli eniten käytettyjen muovien ryhmään ja on tällä hetkellä nopeimmin kehittyvä ja käyttömäärältään kasvava muovi. Polypropeeni on kolmanneksi eniten käytetty muovi PE-LD:n ja PVC:n jälkeen. Polypropeenina on saatavissa erilaisina lajikkeina todennäköisesti enemmän kuin mitään muuta muovia. Sitä saadaan myös räätälöitynä eri työstötekniikoille ja käyttökohteille sopivaksi. Eniten käytetty polypropeeni on isotaktinen polypropeeni (IPP). Käytössä on myös ataktista (APP) ja syndiotaktista (SPP) polypropeenina, mutta niiden käyttö on erittäin pientä. (Järvelä, Syrjälä & Vastela 2000, 18.) Isotaktisessa polypropeenissa kaikki metyyliryhmät ovat samalla puolella polymeeriketjua. Syndiotaktisessa polypropeenissa metyyliryhmät ovat sijoittuneet vuoron perään ja ataktisessa polypropeenissa satunnaisesti molemmille polymeeriketjun puolille. Isotaktisen polypropeenin kiteisyysaste on korkea ja se on luja verrattuna ataktiseen polypropeeniin. (Tampereen teknillinen yliopisto, materiaaliopin laitos. 2004.) Seuraavassa on lueteltuna polypropeenin ominaisuuksia:

hyvä kemiallinen kestävyys
 puhtaana täysin myrkytön
 stabiloitava UV-valoa vastaan
 lämpöstabiilius kärsii kontaktissa kuparin kanssa
 steriloitavissa höyryllä
 homopolymeerin iskulujuus kylmässä huono, parannettavissa kopolymeroimalla
 ja kompoundoimalla sopivalla täyteaineella
 vettä kevyempi
 kohtuulliset mekaaniset ominaisuudet
 erinomainen kalvosaranamateriaali
 pienehkö muottikutistuma
 vaikea liimata ja pintakäsitellä
 alhainen kitka ja hyvä kulumiskestävyys
 ominaisuuksien säilyminen vedessä
 helppo prosessoitavuus
 hyvä jännityssäröilyn kestävyys
 (Järvelä ym. 2000, 19).

3 REOLOGIAN PERUSKÄSITTEITÄ

Reologia on materiaalien virtauskäyttäytymistä ja -ominaisuuksia tutkiva tieteenala. Reologiassa käytettävät suureet ovat viskositeetti η , liukuma γ , leikkausnopeus $\dot{\gamma}$ ja leikkausjännitys τ . (Keinonen & Järvelä 2002, 7.) Polymeerien reologista käyttäytymistä on vaikea luonnehtia, koska niiden virtausominaisuuksiin vaikuttaa niin monta tekijää, kuten prosessointilämpötila, virtausnopeus, sulan virtaukseen kuluva aika jne. (Marsh 2003, 1).

3.1 Viskositeetti, leikkausnopeus ja leikkausjännitys

Materiaalin reologisista ominaisuuksista tärkein on viskositeetti. Mitä pienempi viskositeetin arvo materiaalilla on, sitä paremmin se virtaa (Keinonen & Järvelä 2002, 7). Sulan viskositeetti on riippuvainen lämpötilasta (Marsh 2003, 1). Sulan lämpötilan kasvaessa viskositeetti pienenee. Viskositeetin suuruuteen vaikuttavat myös paine ja leikkausnopeus. Leikkausnopeuden kasvaessa materiaalin viskositeetti pienenee, kun taas paineen kasvaessa se suurenee. Viskositeetilla kuvataan virtausvastusta, ja sen yksikkö on SI-järjestelmässä Ns/m^2 . Yksikköä Pa s (Pascal-sekunti) käytetään myös. Viskositeetti η määritellään leikkausjännityksen (shear stress) τ ja leikkausnopeuden $\dot{\gamma}$ (shear rate) suhteeksi. (Vlachopoulos & Strutt, 1.) Leikkausjännityksen yksikkö on MPa ja leikkausnopeuden $1/\text{s}$ eli s^{-1} . Laskukaava nimellisen leikkausnopeuden ratkaisemiseksi käsitellään luvussa 5.1.1 Laskelmat.

3.2 Leikkausohentuminen

Leikkausohentumisella eli pseudoplastisuudella tai pseudoplastisella käyttäytymisellä tarkoitetaan sitä, että leikkausnopeuden kasvaessa materiaalin viskositeetti pienenee. Viskositeetin pieneneminen johtuu pitkien polymeeriketjujen vapautumisesta ja orientoitumisesta virtauksen suuntaisesti. (Vlachopoulos & Strutt, 3.) Leikkausohentumista on myös tutkittu yhtenä mahdollisena sulamurtuman aiheuttajana. Materiaalin polymeeriketjujen orientoituessa ne liukuvat helpommin tois-

tensa yli ja näin ollen vaikuttavat sulan virtaukseen esimerkiksi kapillaarireometrin tai ekstruuderin suuttimen seinämissä (Shore, Ronis, Piche & Grant 1996, 2).

3.3 Suutinpaisuma

Suutinpaisumalla tarkoitetaan sitä, että virtaavan materiaalin geometria laajenee sen virratessa ulos esimerkiksi kapillaarireometrin tai ekstruuderin suuttimesta. Paisuman suuruus riippuu siitä, kuinka suuri materiaalin muodonmuutos on materiaalin virratessa sylinteristä suuttimeen. Toinen suutinpaisumaan vaikuttava tekijä on suuttimen pituus. Mitä pidempi suutin on, eli mitä pidemmän aikaa sula virtaa suuttimessa, sitä vähemmän materiaali paisuu sen tullessa ulos suuttimesta. Toisin sanoen suuttimen ollessa pidempi sula ”unohtaa” helpommin aikaisemman muotonsa. (Marsh 2003, 1.) Yhtenä suutinpaisumaan vaikuttavana tekijänä pidetään myös suuria lämpötilaeroja suuttimen sisällä. Sulan lämpötilan ollessa korkea ja suuttimen seinämien ollessa kylmiä suutinpaisuma on myös suurempaa. (Vlachopoulos & Strutt, 12.)

4 SULAMURTUMA

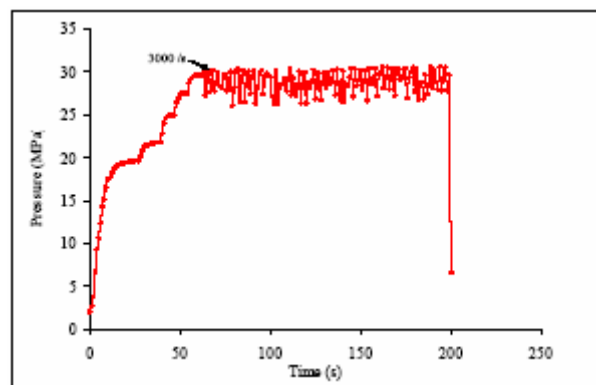
Muovisulan virtauksen epävakaisuuksia on tutkittu jo useiden vuosisatojen ajan. Kehityssuunta on ollut tuloksellinen, etenkin viimeisimpien vuosikymmenien aikana. Yksinkertaisimmat epävakaisuusilmiöt tunnetaan nykyään jo hyvin. Monimutkaisten nesteiden virtausominaisuuksien täysi ymmärtäminen on ollut vaikeampaa. (Bertola, Meulenbroek, Wagner, Storm, Morozov, van Saarloos & Bonn 2003, 1.) Näitä pinnan epävakaisuuksia, jotka syntyvät leikkausnopeuden kasvassa, kutsutaan sulamurtumaksi.

4.1 Sulamurtuman periaate

Polymeerisulan kapillaarivirtaus on saanut suurta huomiota, koska on ilmennyt, että korkeilla leikkausnopeuksilla sulan virtaukseen muodostuu epätasaisuuksia,

jotka ilmenevät vääristyminä muovin pinnassa. Tätä ilmiötä kutsutaan sulamurtumaksi. Tyypillisesti hieman leikkausnopeutta kasvatettaessa muovin pintaan muodostuu hienoja sahalaitakuvioita. Myöhemmin leikkausnopeuden kasvaessa pinta muuttuu koko ajan epätasaisemmaksi. (Shore ym. 1996, 1.)

Tarkasteltaessa sulamurtumaa enemmän molekyyalitasolla muovin pinnanlaadun tarkkailemisen sijasta voidaan todeta, että sulamurtuma syntyy, kun leikkausnopeuden kasvaessa vetojännitys kasvaa materiaalin lujuutta suuremmaksi. Bohlin Instrumentsissa työskentelevän tohtori Robert Marshin (2003, 7) mukaan seuraavassa kuviossa 1 ilmenee, kuinka sulamurtuma näkyy paineen oskillointina leikkausnopeuden kasvaessa.



KUVIO 1. Sulamurtuman syntyminen leikkausnopeuden ollessa noin 3000 1/s (Marsh 2003,7).

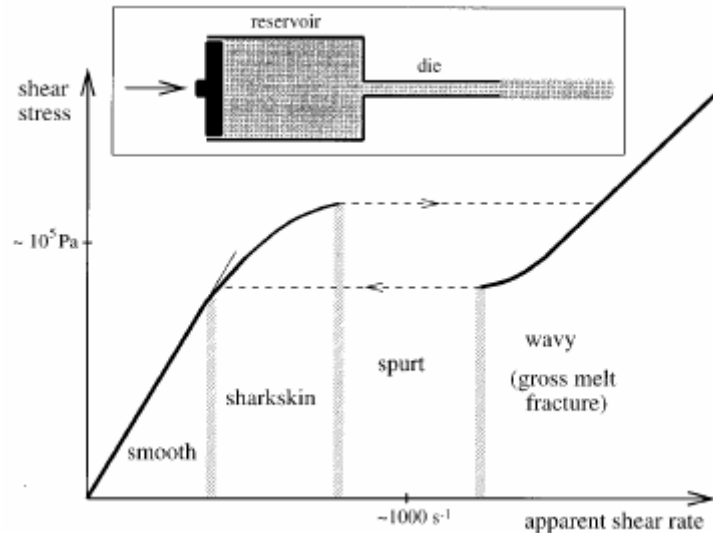
Sulamurtumaan liitetään usein ilmiö, jota kutsutaan nimellä *wall slip*. Tällä tarkoitetaan sulan muovin liukumista suuttimen tai suulakkeen seinämää vasten. Ilmiön syntymiselle on olemassa kaksi eri selitystä. *Ensimmäisen selityksen* mukaan suulakkeen tai suuttimen seinämään kiinnittyneet molekyylit irtoavat seinämästä ja liukuvat sitä vasten. Molekyylien irtoaminen seinämästä riippuu suuttimen tai suulakkeen seinämän ja sulan muovin välisestä adheesiosta. Suuttimen tai suulakkeen pinta vetää polymeeriketjuja puoleensa tietyllä voimalla. Jos polymeeriketjut vastaavat tähän voimaan suuremmalla vetovoimalla ja pysyvät kiinni seinämässä, ketjut eivät pääse irti toisistaan eivätkä liu'u seinämää vasten. *Toinen selitys* wall

slip -ilmiön syntymiselle on polymeeriketjujen toisistaan vapautumisen yhteydessä tapahtuva ketjun liukuminen suuttimen tai suulakkeen seinämää vasten. Seinämää vasten jää ohut kerros, joka koostuu muusta rakenteesta irronneista polymeeriketjuista. Ketju voi sijaita sulassa polymeerirakenteessa kaukana suuttimen tai suulakkeen pinnasta. Seinämä vetää ketjun sen päästä kiinni itseensä, jolloin polymeerirakenne hajoaa. Molempien edellä mainittujen syntymekanismin seurauksena sulan muovin irrotessa seinämästä sylinterissä vallitseva paine pääsee purkautumaan seinämän ja siitä irronneen muovin välisestä raosta. (Black 2000, 18-19.)

4.2 Sulamurtuman eri vaiheet

Sulamurtuma syntyy jo alhaisilla leikkausnopeuksilla, jolloin muovin pintaan ilmestyy pientä epätasaisuutta. Tässä niin sanotussa **pehmeässä** vaiheessa (**smooth**) muovin pinnassa näkyvät epätasaisuudet ovat säännöllisesti syntyviä ja vaikeasti huomattavissa. Tässä vaiheessa myös tarkasteltaessa painetta leikkausnopeuden funktiona paineessa ei näy vielä selviä muutoksia. Seuraavassa sulamurtuman vaiheessa muovin pintaan ilmestyy selviä sahalaitakuvioita. Tätä vaihetta kutsutaan nimellä **sharkskin**, josta on käytetty suomenkielistä nimeä hainsoomu. Tässä vaiheessa ilmenee myös paineen äkillistä laskua tarkasteltaessa painetta leikkausnopeuden funktiona. (Shore ym. 1996, 1.) Sharkskin-murtumaa esiintyy pääasiassa kapean moolimassajakauman muoveissa (Tao & Huang 2002, 1).

Seuraavassa niin sanotussa **stick-slip**- tai **spurt**-vaiheessa muovin pinta muuttuu entistä epätasaisemmaksi, ja tällöin leikkausnopeuden kasvaessa myös paine oskilloi pitkällä aikavälillä. Viimeisessä niin sanotussa **wavy**- tai **gross melt fracture** -vaiheessa muovin pinnan epätasaisuudet syntyvät erittäin epäsäännöllisesti virtauksen edetessä. Kuviosta 2 näkyy sulamurtuman eri vaiheet, jotka on esitetty Shoren ym. (1996, 1) tutkimuksessa. Kuviosta näkyy myös leikkausjännityksen käyttäytyminen sulamurtuman eri vaiheissa leikkausnopeuden kasvaessa.



KUVIO 2. Sulamurtuman eri vaiheet

4.3 Sulamurtuman ennaltaehkäisy

Sulamurtumaa voidaan ennaltaehkäistä monella tavalla. Yksi tapa on suurentaa suuttimen L/D -suhdetta eli pidentää ekstruuderin tai kapillaarireometrin suutinta sen halkaisijaan nähden. Edellisestä kuvista 2 nähdään, että tuotantonopeuden laskemisella voidaan vähentää sulamurtumaa. Usein muovituotteita valmistavissa yrityksissä kuitenkin halutaan pitää tuotantonopeudet mahdollisimman korkeina, joten yleensä tämä vaihtoehto on poissuljettu. Sulamurtuman suuruuteen vaikuttaa oleellisesti myös lämpötila. Viskositeetin pienentyessä myös leikkauksesta syntyvä paine laskee, jolloin muovin lujuus kestää helpommin suuremmillakin nopeuksilla prosessoitaessa.

Yhtenä sulamurtuman ennaltaehkäisyvaihtoehtona on myös pienentää tulokulmaa sylinteristä suuttimeen tai suulakkeeseen, jolloin virtaus on tasaisempaa. Sulamurtumaa voidaan vähentää myös käyttämällä leveämmän moolimassajakauman polymeeria tai apuaineita. (Halkola, Järvelä, Järvelä & Syrjälä 64.) Erään tutkimuksen mukaan myös boorinitridin lisääminen polyeteeniin viivästytti sulamurtuman syntymistä leikkauksen nopeuden kasvaessa (Sentmanat & Hatzikiriakos 2004, 9).

4.4 Aikaisempia tutkimuksia sulamurtumasta

Sulamurtumaa on tutkittu maailmanlaajuisesti erittäin paljon. Alla on esitelty kolme tutkimusta, joissa on yhtäläisyyttä tämän tutkimuksen kanssa. Kahdessa ensimmäisessä tutkimuksessa käsitellään polypropeenin sulamurtumaa. Kolmannessa tutkimuksessa käsitellään suuttimen pinnan vaikutusta PE-LLD:n sulamurtumaan.

4.4.1 Polypropeenin sulamurtuman tutkiminen kapillaarivirtauksessa

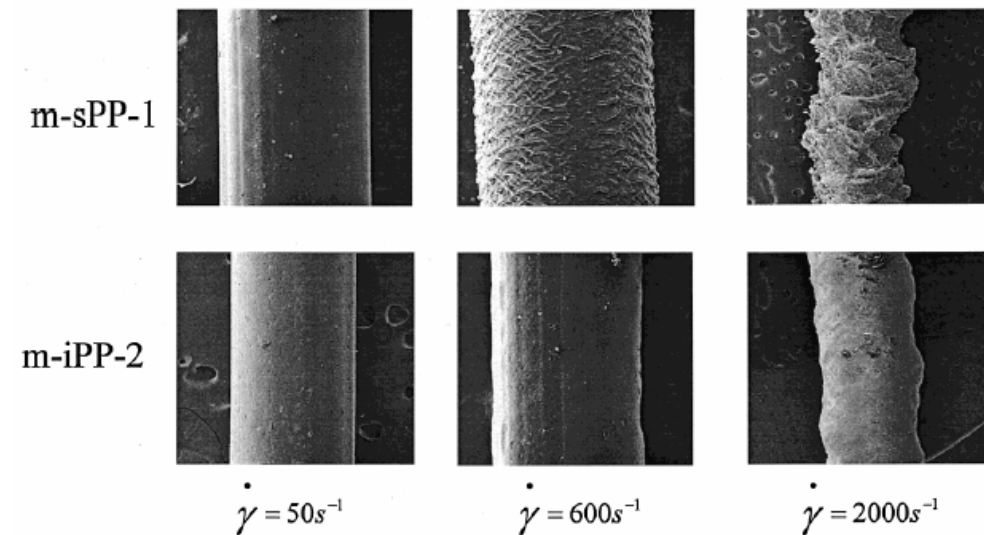
Taon ja Huangin vuonna 2002 (1-8) ilmestyneessä tutkimuksessa *Observation of Melt Fracture of Polypropylene Resins in Capillary Flow* tarkasteltiin kahden eri polypropeenilajikkeen sulamurtumaa, leikkausviskositeettia ja suutinpaisumaa kapillaarireometrillä mitattuna. Käytetyt polypropeenilajikkeet olivat Atofina 3181 ja Atofina 3429. Kapillaarireometrin suuttimet olivat halkaisijaltaan 1 mm ja pituuksiltaan 5, 20 ja 30 mm. Prosessointilämpötilat olivat 190° C ja 220° C. Sulamurtuma oli näkyvämpää lyhyen suuttimen läpi pursotettuna. Sulamurtuma alkoi näkyä leikkausnopeuden ollessa 800 1/s.

Tutkimuksessa havaittiin myös, että pursotetun materiaalin pintakuvio oli tasainen 800–2000 1/s:n leikkausnopeuksilla, mutta suuremmilla leikkausnopeuksilla kuvio alkoi olla epätasaista. Kun suuttimen pituutta kasvatettiin, sulamurtuma tuli näkyviin vasta korkeammilla leikkausnopeuksilla. Sulamurtuman näyttäytyminen viivästyi myös, kun käytettiin moolimassaltaan pienempää polypropeenia. Leikkausoheneamisen vuoksi leikkausjännitys ei kasva enää korkeilla leikkausnopeuksilla lineaarisesti leikkausnopeuden funktiona, vaan kasvu hidastuu. Kahdella pidemmällä suuttimella leikkausjännitykset leikkausnopeuksien funktiona kasvoivat lähes identtisesti. Niiden leikkausjännitykset leikkausnopeuksien kasvaessa olivat alhaisempia kuin pienimmällä suuttimella mitattuna.

4.4.2 Polymeeriketjujen taktisuuden vaikutus wall slip -ilmiöön

Tapadia, Joshi ja Mashelkar (2000, 1-2) tarkastelivat tutkimuksessaan Influence of Stereoregularity on the Wall Slip Phenomenon in Polypropylene polymeeriketjujen taktisuuden vaikutusta wall slip -ilmiöön. Tutkimuksessa osoitettiin, että syndiotaktinen polypropeeni antaa merkkejä ”sharkskin-vääristymisestä” toisin kuin saman moolimassan ja moolimassajakauman omaava isotaktinen polypropeeni. Tässä tutkimuksessa käytettiin neljää eri lajiketta metalloseenikatalysoitua syndiotaktista polypropeenia (m-sPP) ja kahta lajiketta metalloseenikatalysoitua isotaktista polypropeenia. Lajikkeet pursotettiin sulassa tilassa kapillaarireometril- la kahden 1 mm halkaisijaltaan olevan terässuuttimen läpi. Suuttimien L/D-suhteet olivat 20 ja 30 sekä sisääntulokulmat 60 astetta. Isotaktinen PP prosessoitiin 190 °C:n ja syndiotaktinen PP 190 ja 140 °C:n lämpötiloissa.

Kuviossa 3 näkyy pursotettujen m-sPP-1:n ja m-iPP-2:n pinnanlaadut pursotettuna 190 °C:ssa 50, 600 ja 2000 1/s:n leikkausnopeuksilla. M-sPP-1:n pinnassa näkyy sulamurtuman alkua 50 1/s:n leikkausnopeudella, tyypillistä sharkskin-pintaa 600 1/s:n leikkausnopeudella ja suurta sulamurtumaa 2000 1/s:n leikkausnopeudella. Kaikkien m-sPP-lajikkeiden pinnassa näkyi kriittisellä leikkausjännityksellä pursotuksen jälkeen sharkskin-sulamurtumaa, mutta minkään lajikkeen kohdalla ei ollut nähtävissä merkkejä stick-slip-ilmiöstä. Kuviosta 3 käy ilmi, että samanlaisen moolimassan ja moolimassajakauman omistavan isotaktisen PP-näytteen pinnassa ei näy lainkaan sharkskin-sulamurtumaa edes korkeammilla leikkausnopeuksilla. Tutkimuksessa havaittiin myös, että syndiotaktisen PP:n sharkskin-murtuma ilmeni sitä suuremmalla leikkausnopeuden arvolla, mitä pienempi materiaalin moolimassa oli. Eräs havainto oli myös se, että kolmessa moolimassaltaan suuremmassa syndiotaktisessa lajikkeessa näkyvä sharkskin-murtuma syntyi leikkausjännityksen ollessa noin 0,2 MPa. Yhden, moolimassaltaan pienimmän, lajikkeen pinnassa näkyvien sharkskin-murtumien syntyhetkellä leikkausjännitys oli reilusti suurempi muihin lajikkeisiin verrattuna. Moolimassaltaan suurta syndiotaktista polypropeenia pursotettiin myös 140 °C:n lämpötilassa, ja sharkskin-murtuma ilmeni myös tässä lämpötilassa 0,2 MPa:n leikkausjännityksessä.



KUVIO 3. Sulamurtuman esiintyminen syndiotaktisen (m-sPP-1) ja isotaktisen (m-iPP-2) polypropeenin pinnassa eri leikkausnopeuksilla (Tapadia ym. 2000, 2).

4.4.3 Rakosuuttimien eri pintojen vaikutus LLDPE:n prosessointiin

Peter J. Halley ja Michael E. Mackay tutkivat vuonna 1993 suuttimen pinnan vaikutusta PE-LLD:n viskositeettiin ja suuttimen paineeseen asentamalla ekstruusiosuulakkeen päähän insertin, joka on päällystetty eri metallityyppisillä kalvoilla. He käyttivät työssään 25 mm leveää, 1 mm korkeaa ja 100 mm pitkää rakosuutinta. Suuttimen kokonaispituutta kasvatti 6,25 mm pitkä ruostumattomasta teräksestä valmistettu insertti, joka sijoitettiin suuttimen päähän. Insertti asennettiin huolellisesti niin, että se oli tasainen suuttimen pintaa vasten. Ekstruuderiiin asennettiin kolme lämmityslaitetta sulan ja yksi lämmityslaite suuttimen lämpötilan hallitsemiseksi.

Suuttimen paineprofiili mitattiin kolmella eri kohtiin suutinta sijoitetulla paineanaturilla. Sulan ja suuttimen lämpötiloja ja painetta suuttimen eri kohdissa tarkkailtiin monitorilta. Sulan prosessointilämpötila oli 210 °C ja leikkausnopeus 5-20 s⁻¹. Inserttiin kiinnitettiin tarkasti leikattuja kalvoja epoksilla. Kalvojen materiaaleina käytettiin alumiinia, messinkiä, kuparia ja sinkkiä. Tutkimuksessa kävi ilmi, että paine suuttimen ulostuloaukon kohdalla oli suurempi pursottaessa tutkittavaa materiaalia messinkipinnoitteen suuttimen läpi. Tutkimuksessa tultiin siihen

tulokseen, että paine oli suurempi PE-LLD:n ja messingin välisen suuren adheesioon johdosta. (Halley & Mackay 1993, 1-10.)

5 SULAMURTUMAN TUTKIMINEN

Tässä luvussa käsitellään Lahden ammattikorkeakoulussa kapillaarireometrillä toteutettua sulamurtumatutkimusta. Luvussa käsitellään tutkimuksesta saatuja tuloksia ja havainnollistetaan niitä kuvioilla. Lopuksi analysoidaan tulosten luotettavuutta ja mahdollisten tulosvirheiden syitä.

5.1 Suuttimet

Sulamurtuman tutkimiseksi oli jo tutkimuksen alkaessa valmiina olemassa kapillaarireometriin asennettava pyöreäreikäinen suutin, josta käytetään tässä tutkimuksessa nimeä *pyöreä suutin*. Tutkimuksessa käytettävät suorakulmion muotoiset rakosuuttimet, joista käytetään tässä tutkimuksessa nimeä *suorakulmainen suutin*, valmistettiin tutkimusta varten erikseen. Rakosuuttimien valmistuksessa oli otettava erityisesti huomioon niiden läpi kulkevien reikien koko. Näiden reikien koon oli oltava samanlainen jokaisessa suuttimessa. Reiän koko piti myös mitoittaa juuri oikeaksi, että materiaalin sulamurtuma näkyisi.

5.1.1 Laskelmat

Seuraavassa taulukossa 1 on esitetty laskelmat pyöreän ja suorakulmaisen suuttimen leikkausnopeuksien ratkaisemiseksi, kun tiedossa on kapillaarireometrin männän halkaisija D ja männän nopeus v . Männän halkaisija on 15 mm. Taulukoon on laskettu leikkausnopeudet kolmella männän nopeudella. Pyöreäreikäisen suuttimen säde on 0,5 mm. Suorakulmaisen suuttimen leveys on 3 mm ja paksuus 0,5 mm. Männän maksiminopeus on 500 mm/min. Laskelmat on tehty saaduilla tarkoilla arvoilla, mutta tulokset on pyöristetty yhden desimaalin tarkkuuteen.

TAULUKKO 1. Laskelmat leikkausnopeuksien ratkaisemiseksi pyöreällä ja suorakulmaisella suuttimella

Suure	Symboli	Arvo		
Männän halkaisija (mm)	D	15,0		
Männän pinta-ala (mm ²)	$A=\pi D^2/4$	176,7		
Männän nopeus (mm/min)	v	33,0	330,0	500,0
Tilavuusvirta (mm ³ /s)	$Q = Av$	97,2	971,9	1472,6
Pyöreän suuttimen reiän säde (mm)	r	0,5		
Suorakulmaisen suuttimen reiän leveys (mm)	w	3,0		
Suorakulmaisen suuttimen reiän paksuus (mm)	t	0,5		
Leikkausnopeus pyöreällä suuttimella (1/s)	$\gamma_{pyöreä} = 4Q/\pi r^3$	990,0	9900,0	15000,0
Leikkausnopeus suorakulmaisella suuttimella (1/s)	$\gamma_{suorak} = 6Q/wt^2$	777,5	7775,4	11781,0

Ennen suorakulmaisten suuttimien valmistamista oli tiedossa, että sulamurtumaa esiintyy erilaisena leikkausnopeuden vaihdellessa. Tarkoituksena oli mitoittaa suuttimien rako sellaiseksi, että sen aiheuttamilla leikkausvoimilla sulamurtuma voitaisiin todentaa. Taulukon 1 laskelmista saadaan leikkausnopeuksiksi pyöreälle suuttimelle 990 1/s männän miniminopeudella ja 15000 1/s männän maksiminopeudella. Suorakulmaisen suuttimen leikkausnopeuksiksi saadaan 777,5 1/s männän miniminopeudella ja 11781 1/s männän maksiminopeudella. Oletustietona ennen sulamurtumakokeita oli se, että sulamurtumaa tapahtuu suuremmilla leikkausnopeuksilla muovisulan lämpötilan noustessa. Oletuksena voitiin myös pitää sitä, että sulamurtumaa tapahtuu huomattavasti suuremmilla leikkausnopeuksilla suuttimen pinnan ollessa tavallista karheampi.

Suorakulmaiselle suuttimelle lasketun maksimileikkausnopeuden arvioitiin olevan liian pieni sulamurtuman havaitsemiseksi 3 mm leveällä ja 0,5 mm paksulla suuttimen raolla. Tämän takia suuttimen raosta päätettiin tehdä pienempi, jotta saataisiin aikaan suurempi leikkausnopeus. Taulukkoon 2 on laskettu nimellinen leikkausnopeus suuttimelle, jonka rako on 5 mm leveä ja 0,3 mm paksu. Laskelmien mukaan leikkausnopeus tällä suuttimen raolla on n. 1300–19600 1/s. Tällä leikkausnopeusalueella arvioitiin sulamurtuman eri vaiheiden olevan selkeimmin nähtävissä, joten suuttimen rako päätettiin valmistaa edellä mainituilla mitoilla.

TAULUKKO 2. Laskelma leikkausnopeuden ratkaisemiseksi suuttimen raon ollessa 5 mm leveä ja 0,3 mm paksu

Suure	Symboli	Arvo		
Männän halkaisija (mm)	D	15,0		
Männän pinta-ala (mm ²)	$A=\pi D^2/4$	176,7		
Männän nopeus (mm/min)	v	33,0	330,0	500,0
Tilavuusvirta (mm ³ /s)	$Q = Av$	97,2	971,9	1472,6
Suorakulmaisen suuttimen reiän leveys (mm)	w	5,0		
Suorakulmaisen suuttimen reiän paksuus (mm)	t	0,3		
Leikkausnopeus suorakulmaisella suuttimella (1/s)	$\gamma_{\text{suorak}} = 6Q/wt^2$	1295,9	12959,1	19635,0

5.1.2 Suuttimien valmistaminen

Suuttimien valmistaminen aloitettiin, kun tiedettiin, minkä kokoiseksi niiden raot tehdään. Suuttimet valmisti laboratorioinsinööri Reijo Heikkinen Lahden ammattikorkeakoulun konelaboratoriossa. Suuttimia tehtiin kolme kappaletta, ja niiden rakojen sisäpinnat tehtiin pinnanlaadultaan erilaisiksi. Valitut pinnat olivat hiottu pinta (suutin 1), jyrsky pinta (suutin 2) ja hiekkapuhallettu pinta (suutin 3). Suuttimet valmistettiin sorvaamalla terästanko halkaisijaltaan 15 mm:n mittaan. Teräsmateriaalina oli OVAKO 520. Sorvauksen jälkeen tangosta jyrskyttiin kaksileikkisellä lieriövarsijyrskimellä puolet pois siten, että poikkileikkauksesta tuli puoliliempyrjän muotoinen. Tanko katkaistiin ja toisen osan sileälle sivulle jyrskyttiin keskelle viiden millimetrin paksuisella terällä 0,3 millimetrin syvyinen ura. Ura ja toisen tangonpuolikkaan vastaava osa pintakäsiteltiin halutunlaisiksi. Tämän jälkeen puolikkaat yhdistettiin TIG-hitsauksella yhteen poikkileikkaukseltaan ympyrän muotoiseksi ja viimeisteltiin hitsausjälki sileäksi.

Suuttimen 1 **hiottu pinta** saatiin aikaan viimeistelemällä se loppuun kulutetulla hiomapaperilla, jonka karkeus oli 1000 mesh. Hionta tapahtui kuivana. Suuttimen 2 **jyrsky pinta** jätettiin kokonaan viimeistelemättä. Suuttimen 3 **hiekkapuhallettu pinta** tehtiin hiomalla uran jyrsky pinta sileäksi ja puhaltamalla paineilmaalla NK24-puhallushiekkaa. Valmis suutin näkyy seuraavalla sivulla olevassa kuviossa 4. Vastaavasti seuraavasta taulukosta 3 käy ilmi Lahden ammattikorkeakoulun laboratoriossa pinnankarheusmittarilla mitatut eri suuttimien pinnankarheuden Ra-arvot. Ra-arvolla tarkoitetaan pinnankarheuden keskipoikkeamaa ja se ilmoitetaan tavallisesti mikrometreinä (µm).

TAULUKKO 3. Suuttimien pinnankarheuksien Ra-arvot mikrometreinä

Suuttimen pinta:	Ra-arvo (μm)
Hiottu	0,3
Jyrsitty	2,5
Hiekkapuhallettu	5,3



KUVIO 4. Valmis rakosuutin

5.2 Tutkimuksen taustatietoja

Tutkimus tehtiin Lahden ammattikorkeakoulun muovilaboratoriossa. Tässä tutkimuksessa tarkasteltua muovin sulamurtumaa mitattiin laboratoriossa käytössä olevalla kapillaarireometrillä. Tutkittavana materiaalina oli Borealis GmbH:n putkiekstruusioon tarkoitettu polypropeenilaatu.

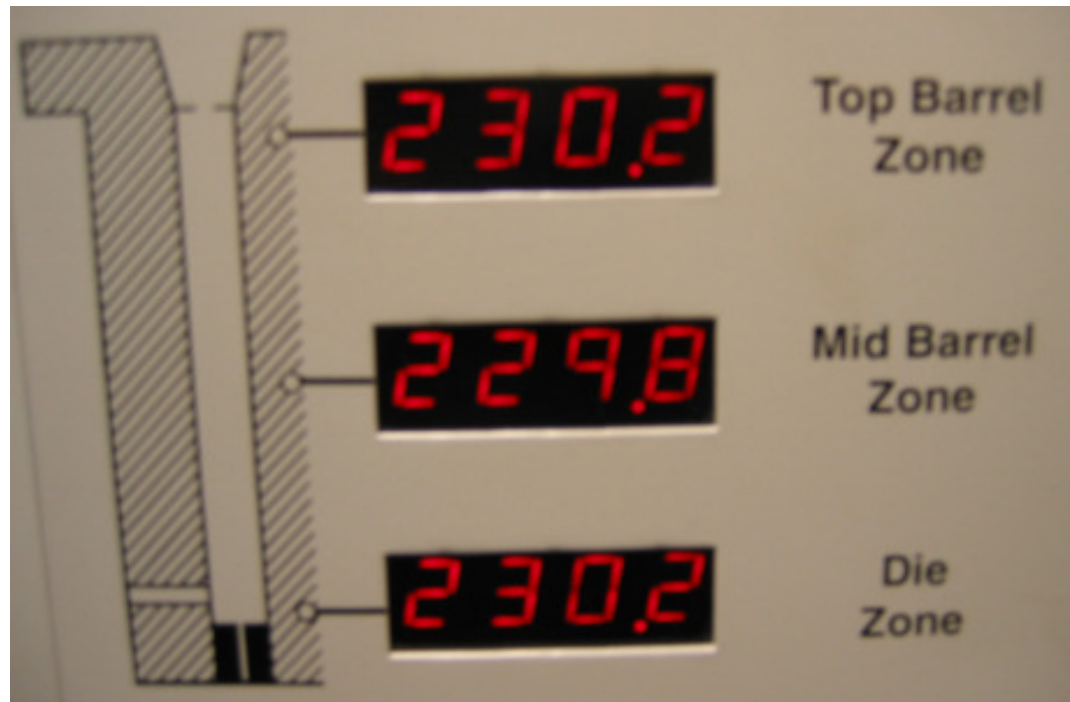
5.2.1 Kapillaarireometri ja sen toiminta

Sulamurtuman syntymistä tarkasteltiin Bohlin Instrumentsin valmistamalla Rosand RH7 Flowmaster -kapillaarireometrillä, joka näkyy seuraavassa kuviossa 5. Kapillaarireometrin sylinterin alaosaan oli kytkettynä paineanturi, joka lähetti nopeasti vaihtuvaa tietoa, jota analysoitiin RH7 Flowmaster -sovelluksen avulla. Testaus aloitettiin kytkemällä reometriin virta päälle ja käynnistämällä reometrin ohjaukseen ja datan käsittelyyn tarkoitettu tietokonesovellus Rosand-Flowmaster. Kapillaarireometrin sylinterin lämpötilat asetettiin haluttuihin arvoihin tietokonesovelluksesta. Lämpötilat olivat koko ajan näkyvissä laitteen digitaalisessa näyttötaulussa, kuten kuvioista 6 näkyy. Lämpötilojen noustessa asetettiin haluttu suutin varovasti sylinteriin ja varmistettiin sen menevän paikalleen aivan sylinterin pohjaan asti.

Kun halutut lämpötilat oli saavutettu, sylinteri täytettiin tutkimuksessa käytetyllä polypropeenigranulaatilla tiiviisti kuvion 7 mukaisesti. Seuraavaksi granulaatin samaan aikaan sulaessa laitteeseen kiinnitettiin kuvion 8 mukaisesti 290 mm pitkä ja 15 mm leveä teräsmäntä, jolla sulaa muovia oli tarkoitus pursottaa suuttimien läpi. Tämän jälkeen mäntä laskettiin manuaaliohjauksella alas sylinterin yläosaan, jolloin se oli lähes kosketuksessa granulaattiin. Tämän jälkeen suljettiin laitteen turvaluukku ja käynnistettiin pursotustesti tietokonesovelluksesta ohjattuna. Testi alkoi lyhyellä materiaalin sulatus- ja tiivistysvaiheella, jolloin materiaalia ei vielä pursotettu suuttimen läpi. Tämän jälkeen mäntä alkoi liikkua ja pursotus alkoi. Sula muovi virtasi ulos suuttimesta laitteen alaosaan kuvion 9 mukaisesti.



KUVIO 5. Bohlin Instrumentsin Rosand RH7 Flowmaster -kapillaarireometri



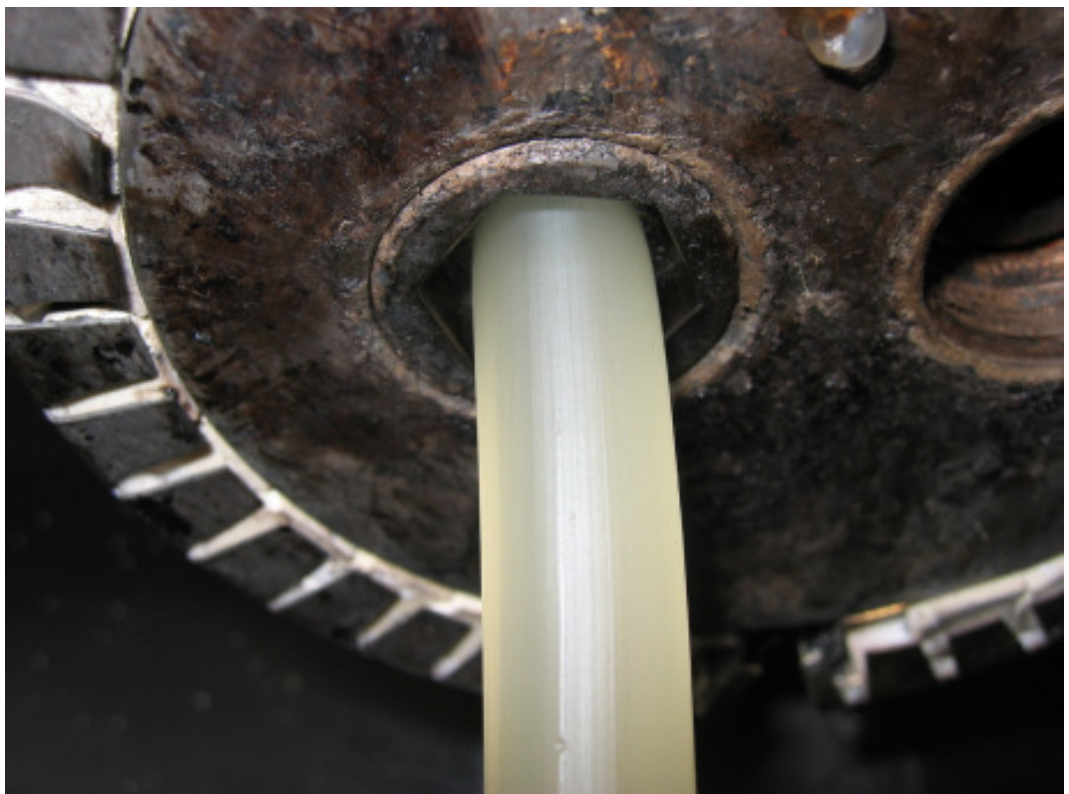
KUVIO 6. Sylinteri lämmitettiin kolmesta kohdasta haluttuihin lämpötiloihin



KUVIO 7. Sylinteri täytettiin tiiviisti polypropeenigranulaatilla



KUVIO 8. Mäntä kiinnitettiin kapillaarireometriin



KUVIO 9. Sula muovi virtasi ulos suuttimesta laitteen alaosasta

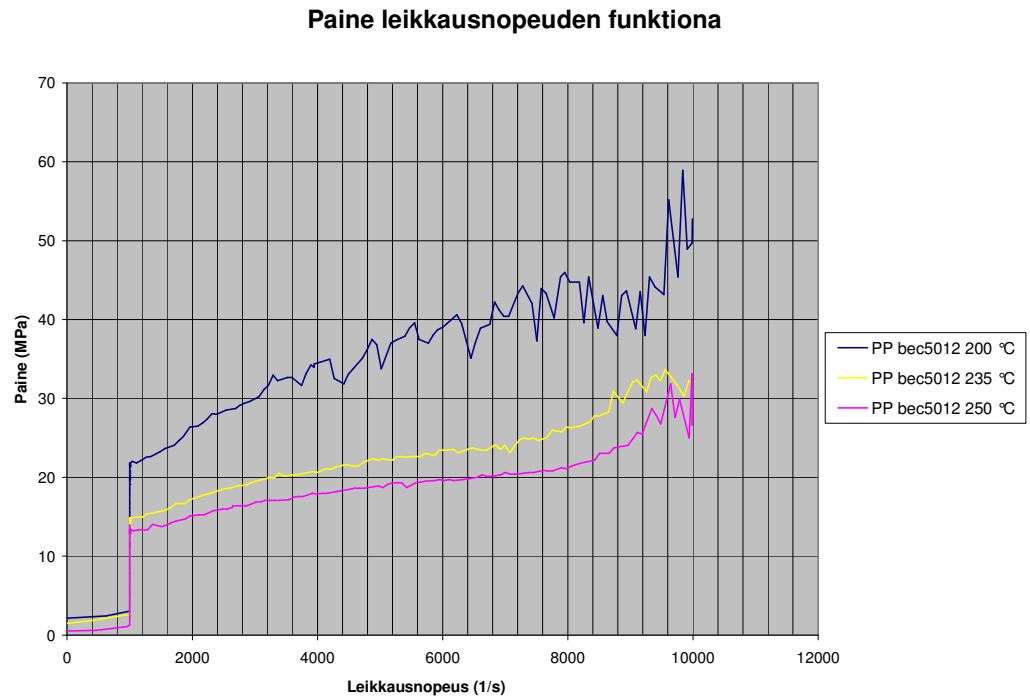
5.2.2 Tutkittava materiaali

Tutkimuksessa käytettiin materiaalina Borealis GmbH:n valmistamaa BEC5012-merkkistä polypropeenilaatua. Borealis GmbH:n verkkosivulta löytyvässä kyseisen materiaalin datalehdessä mainitaan, että materiaali on moolimassaltaan suuri ja iskulujuudeltaan hyvä lohkokopolymeeri, jota suositellaan käytettäväksi putkituotteisiin ja erilaisiin profiileihin. Datalehdessä suositellaan materiaalia käytettäväksi ekstruusiassa siten, että ekstruuderin suutin ja sylinterin alkupää on lämmitetty 200–230 °C:n ja sylinterin keskikohta 190–230 °C:n lämpötilaan. (Borealis GmbH 2003.)

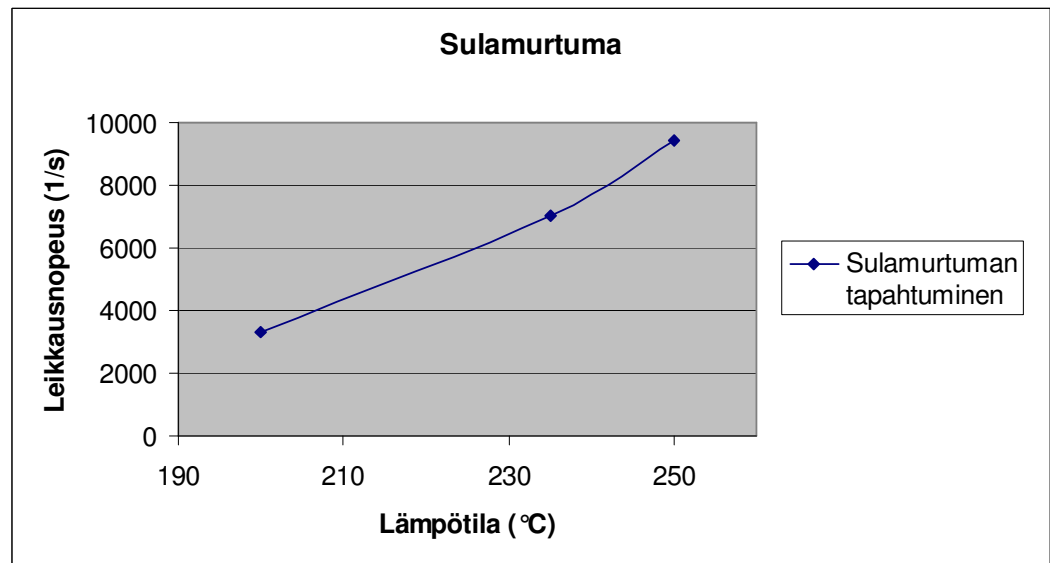
5.3 Sulamurtuma pyöreällä suuttimella

Ensimmäiseksi työssä tutkittiin sulamurtumaa polypropeenissa, joka on pursotettu pyöreän suuttimen läpi. Tarkasteluja tehtiin 200 °C:n, 235 °C:n ja 250 °C:n pursotuslämpötiloissa. Aiemmin mainitun taulukon 1 laskelmien mukaan saavutettu leikkausnopeus männän minimi- ja maksimipursotusnopeuksilla on noin 1000–15000 1/s. Seuraavassa kuviossa 10 näkyvät kolmessa eri lämpötilassa pursotetun polypropeenin paineen vaihtelut leikkausnopeuden kasvaessa. Sulamurtumaa alkaa tapahtua silloin, kun paine laskee ensimmäisen kerran selvästi. Ylimmässä kuvaajassa näkyvät 200 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin paineet ja leikkausnopeudet. Kuvaajasta näkyy, että paine laski leikkausnopeuden ollessa noin 3300 1/s. Paine nousi kertaakaan selvästi laskematta noin 33 MPa:iin asti, kunnes se edellä mainitussa leikkausnopeudessa laski. Keskimmaisessa kuvaajassa näkyvät 235 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin paineet ja leikkausnopeudet. Leikkausnopeuden ollessa noin 7000 1/s ja paineen ollessa noin 24 MPa paine kääntyi laskuun. Alimmassa kuvaajassa näkyvät 250 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin paineet ja leikkausnopeudet. Leikkausnopeuden kasvettaessa noin 9400 1/s:iin sylinterin paine oli 29 MPa. Tällöin paine ensimmäisen kerran laski. Kuviossa 11 näkyy sulamurtuman esiintyminen eri leikkausnopeuksilla kolmessa eri lämpötilassa. Kuvioista käy ilmi, että sulamurtuma siirtyi tapahtuvaksi sitä korkeammalla leikkausnopeudella, mitä korkeammassa lämpötilassa polypropeenia pursotettiin. Lämpötilan nousun vaikutusta sulamurtumaan käsiteltiin jo luvussa 4.3, ja se havainnollistuu kuviossa 11. Kuvion pisteet

luvussa 4.3, ja se havainnollistuu kuviossa 11. Kuvion pisteet kuvaajassa ilmaisevat leikkausnopeuden, jolla sulamurtumaa kussakin lämpötilassa alkoi tapahtua.



KUVIO 10. Paine leikkausnopeuden funktiona



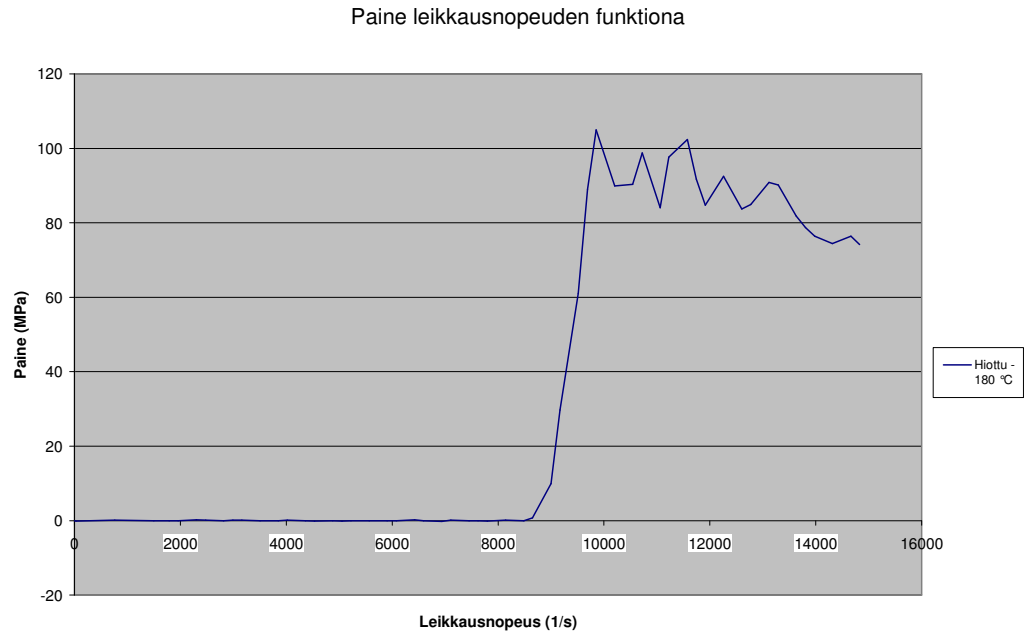
KUVIO 11. Sulamurtuma eri lämpötiloissa pursotetussa polypropeenissa

5.4 Sulamurtuma suorakulmaisella suuttimella

Työn varsinaisena tarkastelun kohteena oli tutkia sulamurtumaa muovissa, joka on pursotettu kolmen pinnanlaadultaan erilaisen rakosuuttimen läpi. Tarkoituksena oli selvittää, vaikuttaako suuttimen pinnanlaatu sulamurtuman syntymiseen, ja että syntyykö sulamurtuma suuremmalla leikkausnopeudella, kun suuttimen pinta on karheampi. Sulamurtuman syntymistä tutkittiin pursottamalla muovia näiden kolmen suuttimen läpi neljässä eri lämpötilassa. Lämpötilat olivat 180, 190, 210 ja 230 °C.

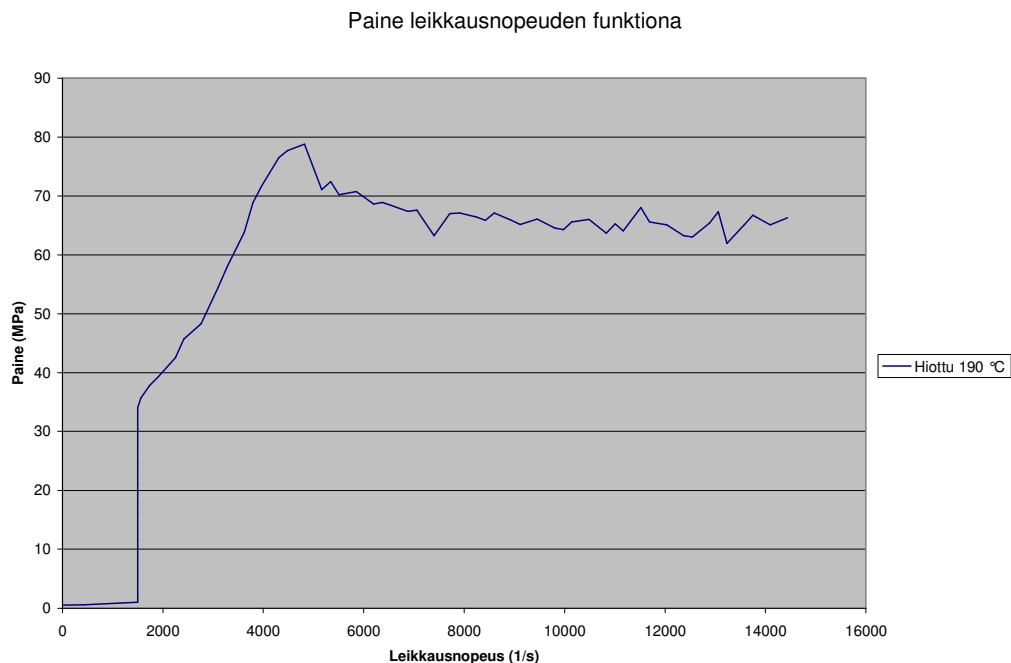
5.4.1 Sulamurtuma hiottua suutinta käytettäessä

Ensimmäiseksi työssä tutkittiin sulamurtumaa suuttimella, jonka raon sisäpinta oli hiottu. 180 °C:n lämpötilassa pursotettu polypropeeni oli vielä melko jäykkää. Lämpötila oli vain hiukan sulamislämpötilan yläpuolella. Materiaalissa oli nähtävissä sulamurtumaa, mutta sitä alkoi tapahtua huomattavasti korkeammalla leikkausnopeudella kuin sen oletettiin tapahtuvan. Seuraavasta kuviosta 12 käy ilmi, että selkeä paineen laskeminen oli nähtävissä noin 9850 1/s:n leikkausnopeudella, jolloin paine laski nopeasti noin 105 MPa:ista noin 90 MPa:iin. Paljon kysymyksiä herätti myös se, että paine ei lähtenyt nousuun lainkaan leikkausnopeuden kasvaessa. Vasta noin 8480 1/s:n leikkausnopeudella paine alkoi nousta. Tarkkaa syytä näihin edellä mainittuihin poikkeaviin tuloksiin ei löydetty, mutta yhtenä syynä saattoi olla se, että suutin oli mennyt pois paikoiltaan sylinterissä. Ennen pursotusta tarkistettiin suuttimen paikallaan olo. Oli kuitenkin mahdollista, että esimerkiksi sulamatonta polypropeenigranulaattia joutui puristuksiin suuttimen ja sylinterin väliin. Tämä saattoi aiheuttaa sen, että suutin meni paikoiltaan ja sulaa muovia pääsi virtaamaan suuttimen ja sylinterin välistä. Tässä tapauksessa sylinterissä ei ollut lainkaan painetta. Sulamurtuman syntymisen normaalia korkeammassa leikkausnopeudessa voisi selittää esimerkiksi sillä, että paine ei ehtinyt nousemaan edellä kuvatun mahdollisen ”paineettoman virtauksen” vuoksi. Ja kun suutin puristuksiin jääneen granulaatin sulettua meni itsestään paikalleen, sylinteriin nousi paine. Paineen kuitenkin piti nousta hiukan ennen kuin sula alkoi irrota suuttimen seinämistä aiheuttaen paineen laskun.



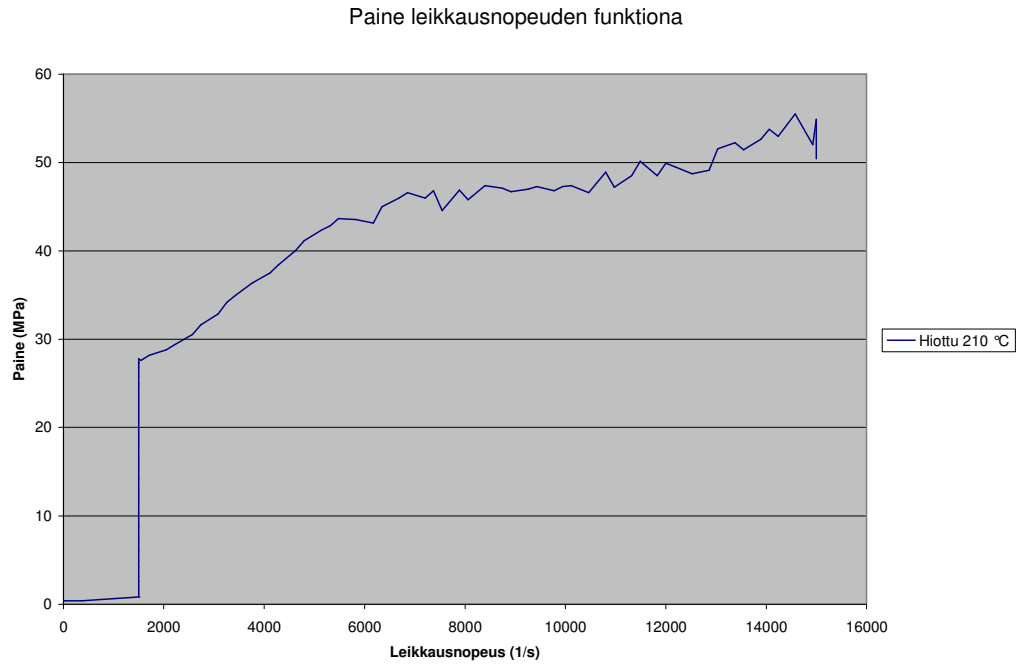
KUVIO 12. Paineen nousu ja lasku 180 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Seuraavaksi pursotettiin tutkittavaa materiaalia sylinterin lämpötilan ollessa 190 °C. Seuraavassa kuviossa 13 näkyy, miten paine sylinterissä nousi noin 1500 1/s:n leikkausnopeudessa äkillisesti 1,8 MPa:sta 34 MPa:iin. Tämän jälkeen paine nousi tasaisesti leikkausnopeuden kasvaessa. Noin 4310 1/s:n leikkausnopeudessa paineen nousu hidastui ja noin 4825 1/s:n leikkausnopeudessa paine laski äkillisesti noin 79 MPa:sta noin 71 MPa:iin. Tämän jälkeen leikkausnopeuden kasvaessa sylinterin paine laski heittelettien koko ajan nousemalla ja laskemalla toistuvasti. Paineen toistuva nouseminen ja laskeminen saattoi johtua sulan liukumisesta suuttimen seinämällä, jolloin paine suuttimessa pääsi hetkeksi purkautumaan. Tämän jälkeen paine nousi hetkeksi, mutta sulan liukuminen suuttimen seinämällä saattoi olla jo niin tiheää, että paine laski nopeasti.



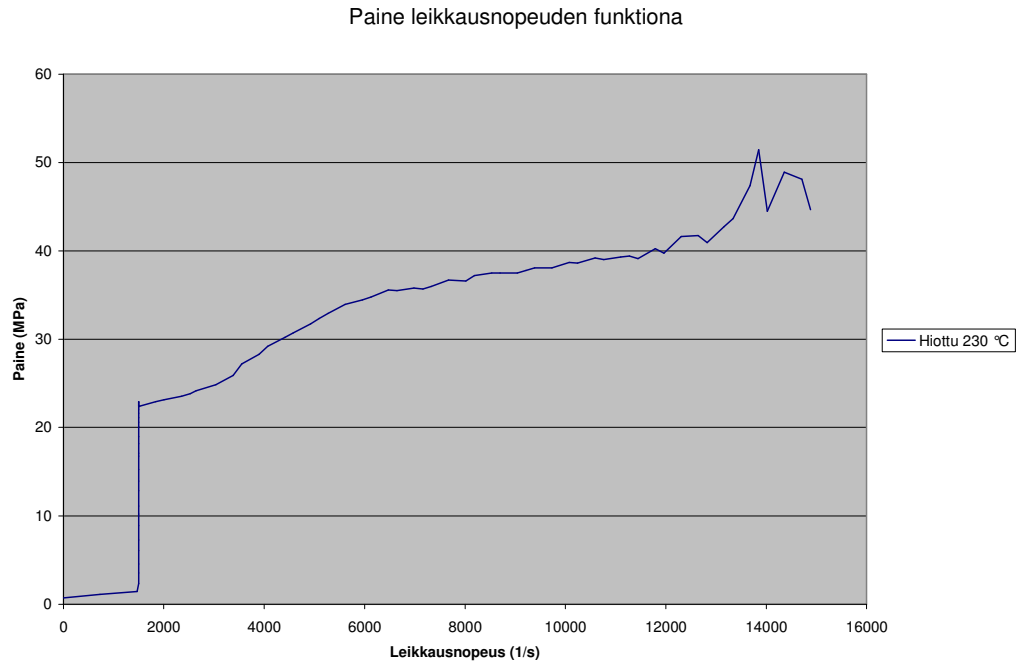
KUVIO 13. Paineen nousu ja lasku 190 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Seuraavaksi pursotettiin polypropeenä kapillaarireometrin sylinterin lämpötilan ollessa 210 °C. Tässäkin tapauksessa paine nousi noin 1500 1/s:n leikkausnopeudessa äkillisesti 1,2 MPa:sta 27,6 MPa:iin, mikä ilmenee seuraavasta kuviosta 14. Tämän jälkeen paineen nousu oli melko tasaista. Ensimmäisen kerran paine laski noin 5480 1/s:n leikkausnopeudessa. Paine oli tällöin noin 43,6 MPa ja se laski noin 43,1 MPa:iin. Tämän jälkeen selkeämpi paineen lasku tapahtui vasta noin 7370 1/s:n leikkausnopeudessa noin 46,8 MPa:sta 44,6 MPa:iin, minkä jälkeen paine alkoi nousta ja laskea tiheästi. Tihenevä paineen vaihtelu saattoi johtua sulan lämpötilan nousun vuoksi pienentyneestä viskositeetista. Juoksevampi materiaali saattoi liukua helpommin ja tiheämmin suuttimen seinämällä ja näin ollen aiheuttaa tiheämpää paineen vaihtelua.



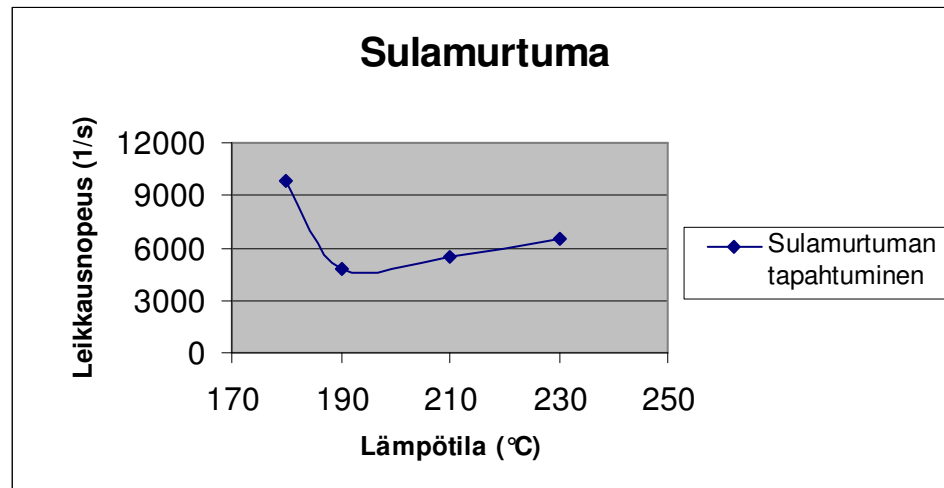
KUVIO 14. Paineen nousu ja lasku 210 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

230 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin tapauksessa paine nousi samalla tavalla kuin matalammillakin lämpötiloilla pursotettaessa. Paine nousi äkillisesti tietyssä pisteessä. Kuviosta 15 käy ilmi, että noin 1460 1/s:n leikkausnopeudessa paine nousi 1,4 MPa:sta noin 22,4 MPa:iin. Tämän jälkeen paine jatkoi tasaista nousua leikkausnopeuden kasvaessa. Ensimmäinen sulamurtuman merkki näkyi leikkausnopeuden kasvettua noin 6470 1/s:iin, jolloin noin 35,6 MPa:n paine laski hieman. Tämän jälkeen paine nousi hitaasti ja epätasaisesti ”notkahdellen” ylös ja alas. Leikkausnopeuden kasvettua noin 13850 1/s:iin paine laski nopeasti noin 51,5 MPa:sta 44,5 MPa:iin. Tällöin sulamurtuma oli jo kaoottista.

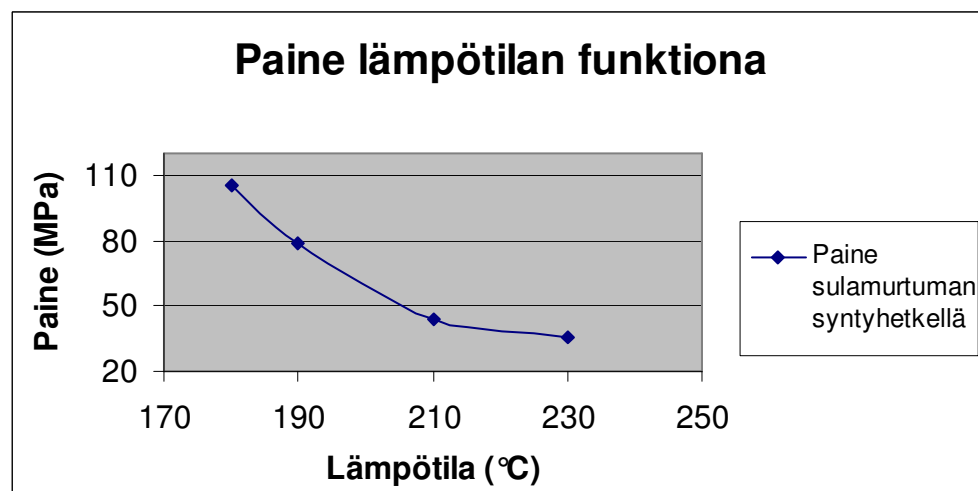


KUVIO 15. Paineen nousu ja lasku 230 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Kuviosta 16 käy ilmi leikkausnopeudet, joilla ensimmäiset merkit sulamurtumasta olivat nähtävissä tutkimuksen eri lämpötiloissa. Kun ei oteta huomioon 180 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin tuloksia, on nähtävissä, että lämpötilan nostaminen sylinterissä siirsi sulamurtuman tapahtuvaksi korkeammilla leikkausnopeuden arvoilla. Kuviosta 17 näkyy lämpötilan nousun vaikutus sylinterin paineeseen. Lämpötilan noustessa materiaalin viskositeetti pienenee, ja paine näin ollen myös pienenee.



KUVIO 16. Sulamurtuman syntyminen 180, 190, 210 ja 230 °C:n lämpötiloissa käytettäessä hiottua suutinta



KUVIO 17. Lämpötilan nousun vaikutus sulamurtuman syntymishetkellä vallitsevaan sylinterin paineeseen käytettäessä hiottua suutinta

5.4.2 Sulamurtuma jyrsittyä suutinta käytettäessä

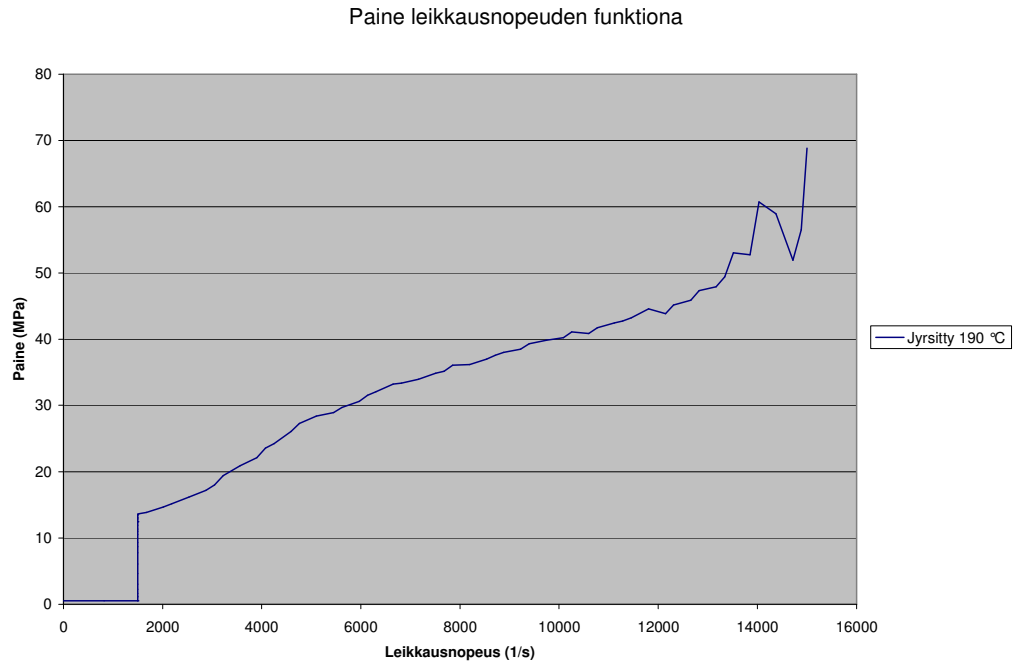
Seuraavaksi työssä tutkittiin sulamurtumaa käyttämällä suutinta, jonka raon pinnat oli jyrsitty. Ensimmäiseksi suoritettiin sulamurtumamittaus kapillaarireometrin sylinterin lämpötilan ollessa 180 °C. Kuten kuvion 18 tuloksista käy ilmi, sylinterin paine alkoi nousta leikkausnopeuden ollessa noin 3370 1/s. Noin 6630 1/s:n leikkausnopeudessa paine oli noin 63,7 MPa, minkä jälkeen se kääntyi laskuun.

Paine nousi suurella vaihtelulla aina noin 100 MPa:iin asti, jolloin leikkausnopeus oli noin 14180 1/s. Tämän jälkeen paine laski nopeasti noin 77 MPa:iin.



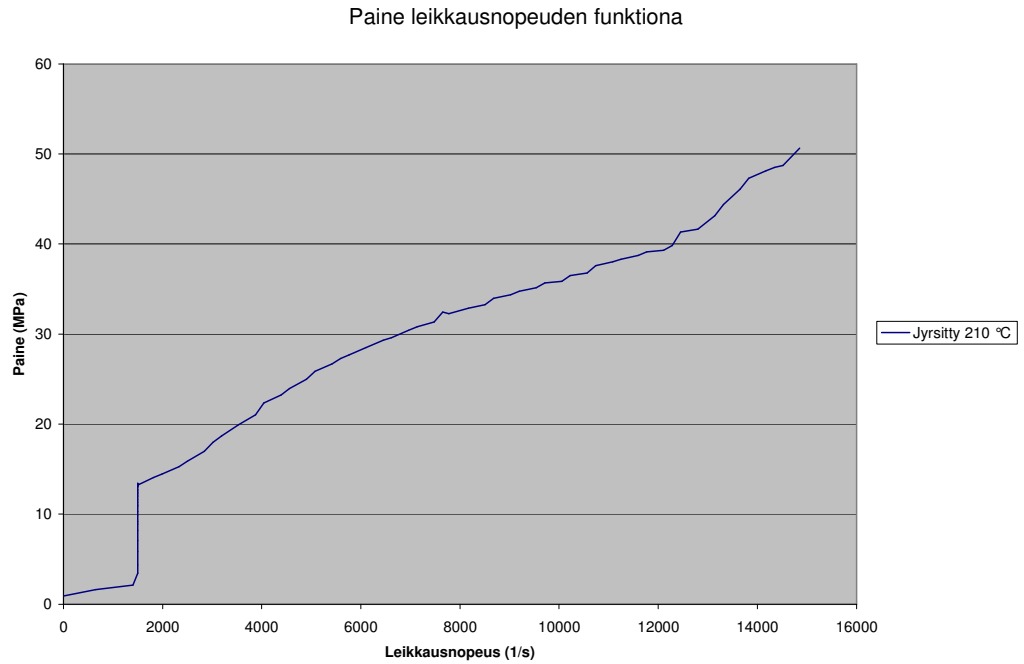
KUVIO 18. Paineen nousu ja lasku 180 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Kun polypropeenaa pursotettiin sylinterin lämpötilan ollessa 190 °C, paineen nousu oli lineaarisempaa kuin aikaisemmissa tämän tutkimuksen kokeissa. Seuraavasta kuviosta 19 käy ilmi, että paine nousi ensin noin 1500 1/s:n leikkausnopeudella äkillisesti noin 0,5 MPa:sta noin 14 MPa:iin. Tämän jälkeen paine nousi tasaisesti. Noin 10255 1/s:n leikkausnopeudella sylinterin paineen ollessa noin 41 MPa alkoi tapahtua sulamurtumaa. Paineen vaihtelu alkoi olla tämän jälkeen koko ajan suurempaa. Lopulta noin 14030 1/s leikkausnopeudella paine laski nopeasti noin 61 MPa:sta 52 MPa:iin.



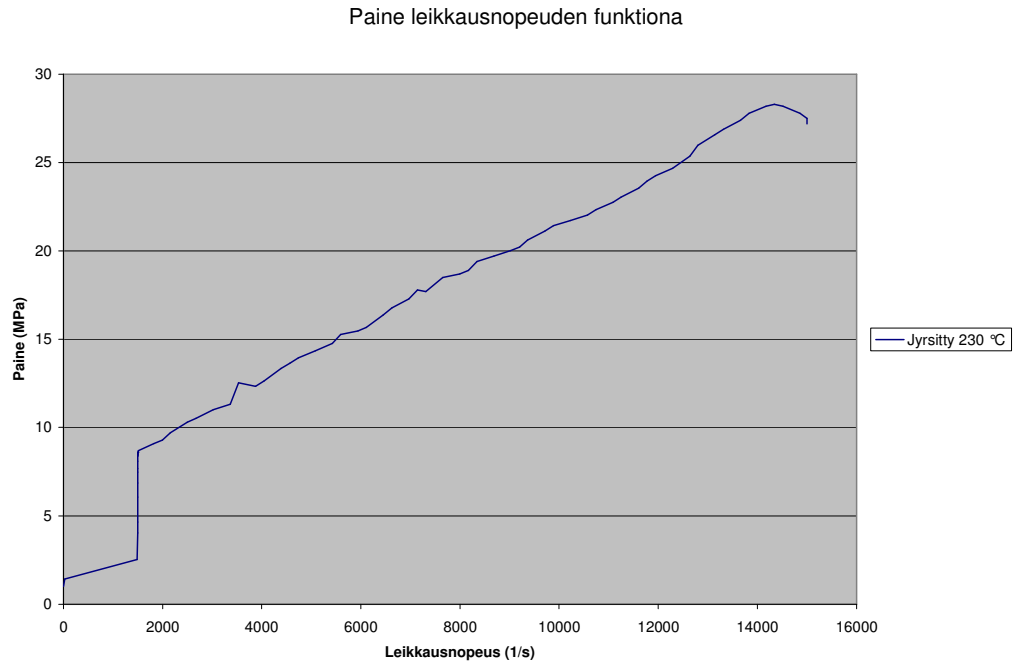
KUVIO 19. Paineen nousu ja lasku 190 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

210 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin tapauksessa sylinterin paine nousi suhteessa leikkausnopeuteen lähes samalla tavalla kuin pursotettaessa 190 °C:n lämpötilassa. Seuraavasta kuviosta 20 näkyy, että jostain syystä sylinterin paine laski alhaisemmalla leikkausnopeudella kuin 190 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin kohdalla. Paine laski noin 32,4 MPa:sta noin 32,2 MPa:iin leikkausnopeuden ollessa noin 7650 1/s. Tämän jälkeen paine kuitenkin nousi tasaisesti eikä laskenut enää lainkaan pursotuksen aikana. Testi loppui männän saavutettua maksiminopeuden. Tällöin leikkausnopeus oli noin 14860 1/s ja sylinterin paine noin 50,6 MPa. Syytä sylinterin paineen laskuun alhaisemmalla leikkausnopeudella kuin matalammalla lämpötilalla prosessoidessa on vaikea määrittää. Koska suutin ei ollut kiinnitettynä koneeseen, syynä saattoi olla esimerkiksi suuttimen hetkellinen liikahtaminen sylinterissä. Tässä tapauksessa paine olisi laskenut hetkelisesti.



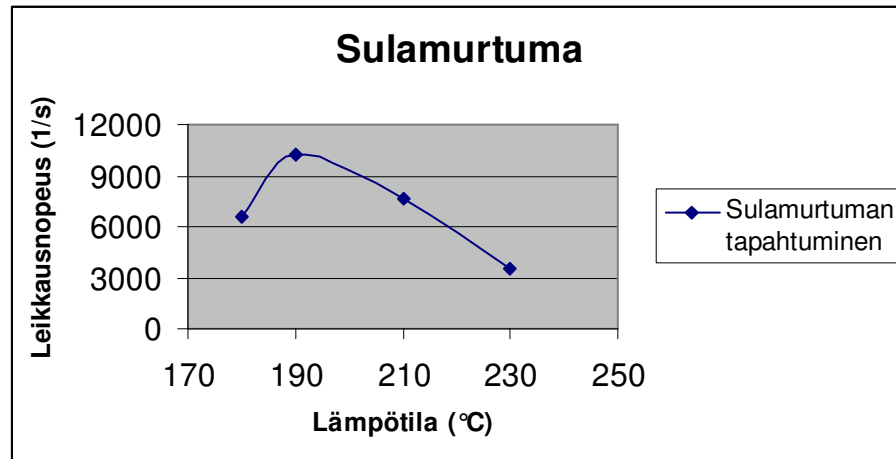
KUVIO 20. Paineen nousu ja lasku 210 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa.

Pursotettaessa polypropeenä 230 °C:n lämpötilassa paine laski alhaisemmalla leikkausnopeudella kuin 210 °C:n lämpötilassa pursotetussa polypropeenissa. Paineen lasku tapahtui noin 3530 1/s:n leikkausnopeudella, jolloin paine oli noin 12,5 MPa. Tämän jälkeen paine nousi tasaisesti ja laski seuraavan kerran noin 7140 1/s:n leikkausnopeudella paineen ollessa noin 17,8 MPa ja edelleen seuraavan kerran noin 14350 1/s:n leikkausnopeudella paineen ollessa noin 28,3 MPa. Sulamurtuman tapahtuminen ja paineen vaihtelut 230 °C:n lämpötilassa näkyvät seuraavasta kuviosta 21.

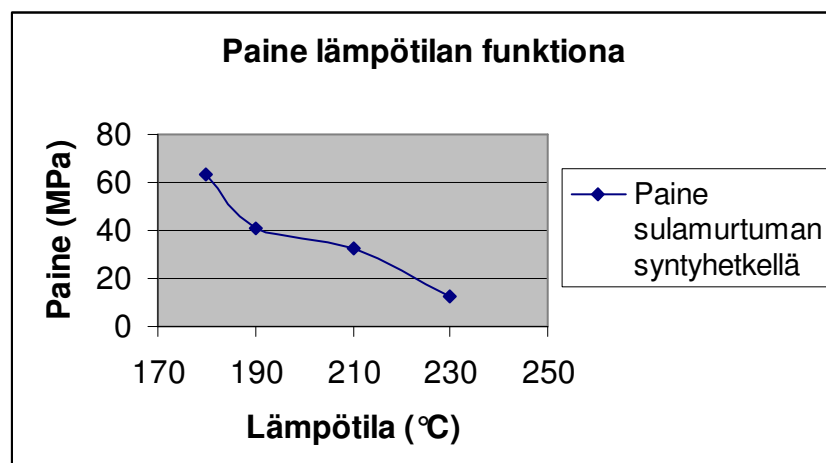


KUVIO 21. Paineen nousu ja lasku 230 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Seuraavasta kuviosta 22 käy ilmi, että tulokset sulamurtuman syntymisestä polypropeenissa käytettäessä jyrsittyä suutinta eri lämpötiloissa ovat epäluotettavia. 180 °C:n ja 190 °C:n lämpötiloissa prosessoidun polypropeenin leikkausnopeudet ja niitä vastaavat paineiden arvot osoittavat merkkejä luotettavista tuloksista. 210 °C:n ja 230 °C:n lämpötiloissa pursotetun polypropeenin tapauksissa paine laski pienemmillä leikkausnopeuksilla kuin matalammissa lämpötiloissa pursotettaessa. Sulamurtuman syntyminen ei näin ollen siirtynyt tapahtuvaksi suuremmilla leikkausnopeuksilla lämpötilaa nostettaessa. Kuviosta 23 käy kuitenkin ilmi, että paineiden arvot sulamurtuman syntyhetkellä olivat aina sitä pienempiä, mitä korkeammassa lämpötilassa polypropeenia prosessoitiin.



KUVIO 22. Sulamurtuman syntyminen 180, 190, 210 ja 230 °C:n lämpötiloissa käytettäessä jyrsettä suutinta

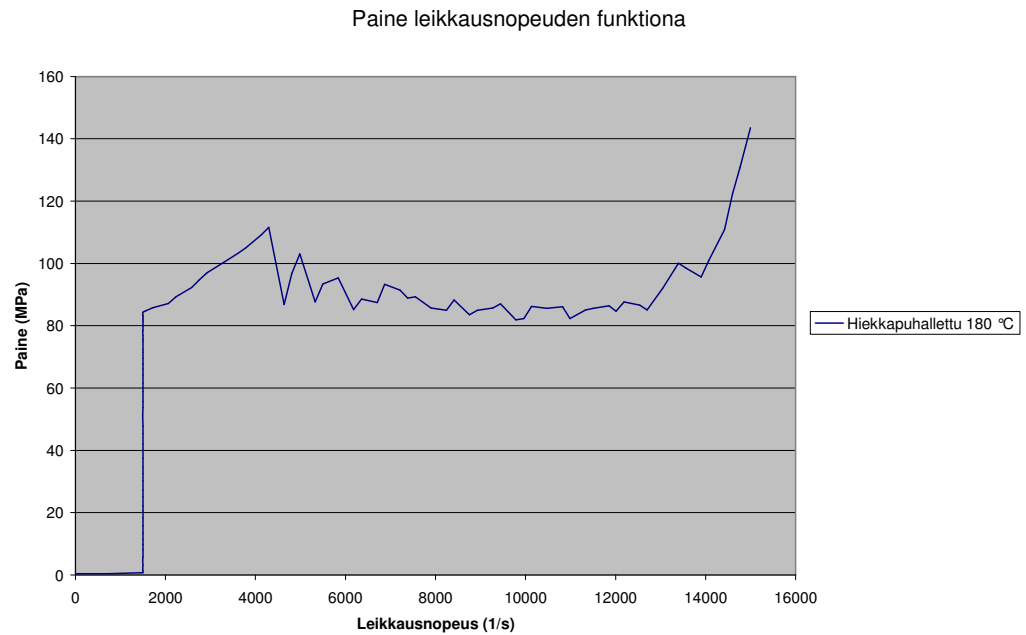


KUVIO 23. Lämpötilan nousun vaikutus sulamurtuman syntymishetkellä vallitsevaan sylinterin paineeseen käytettäessä jyrsettä suutinta

5.4.3 Sulamurtuma hiekkapuhallettua suutinta käytettäessä

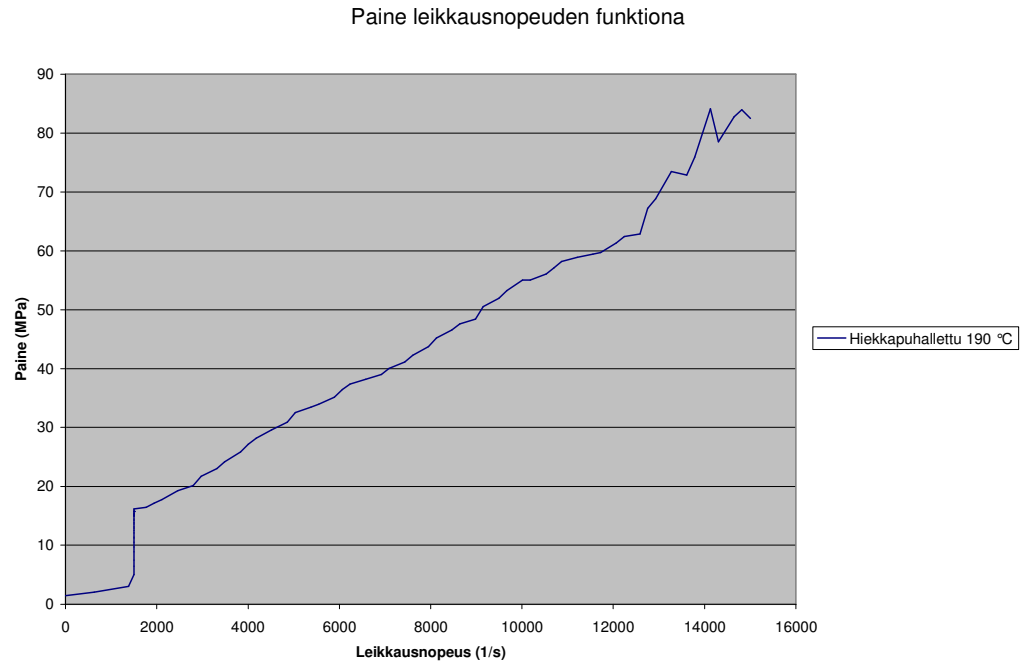
Viimeisenä kokeena tutkittiin sulamurtumaa suuttimella, jonka raon sisäpinta oli hiekkapuhallettu. 180 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin kohdalla sylinterin paine nousi testin alussa nopeasti noin 1,7 MPa:sta noin 84,8 MPa:iin. Tämän jälkeen paine nousi melko lineaarisesti, kunnes leikkausnopeuden ollessa noin 4290 1/s paine laski äkillisesti noin 111,6 MPa:sta noin 86,8 MPa:iin. Tällöin materiaalissa alkoi tapahtua selvää sulamurtumaa. Leikkausnopeuden kasvaessa

paine vaihteli suurella amplitudilla. Testin loppupuolella leikkausnopeuden ollessa noin 14900 1/s paine alkoi uudelleen nousta. Testi loppui leikkausnopeuden ollessa noin 15000 1/s, eikä paine ehtinyt uudelleen laskea. Sylinterissä vallitsi ennen testin loppua noin 143,5 MPa:n paine. Sulamurtuman syntyminen käy ilmi seuraavasta kuviosta 24.



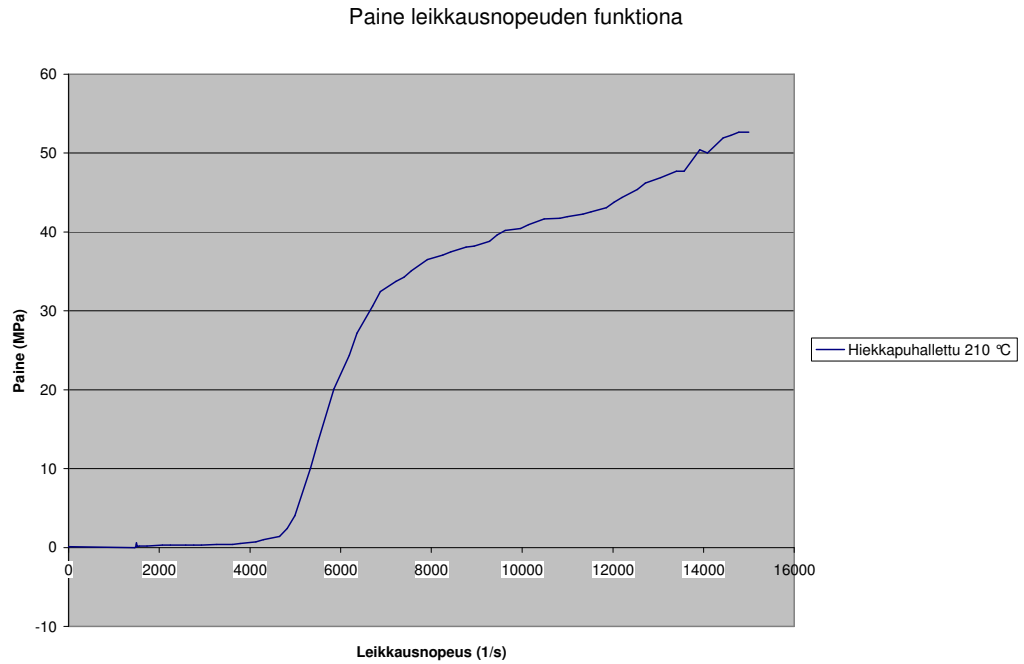
KUVIO 24. Paineen nousu ja lasku 180 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

190 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin tapauksessa sylinterin paine nousi testin alussa noin 16,2 MPa:iin ja jatkoi lineaarista nousua. Leikkausnopeuden ollessa noin 13270 paine laski noin 73,5 MPa:sta noin 72,9 MPa:iin. Selkeämpi paineen lasku tapahtui leikkausnopeuden ollessa noin 14130, jolloin paine laski noin 84,1 MPa:sta noin 78,5 MPa:iin. Kuviosta 25 käy ilmi myös, että paine lähti laskuun leikkausnopeuden ollessa noin 14820 1/s, jolloin paine oli noin 84 MPa.



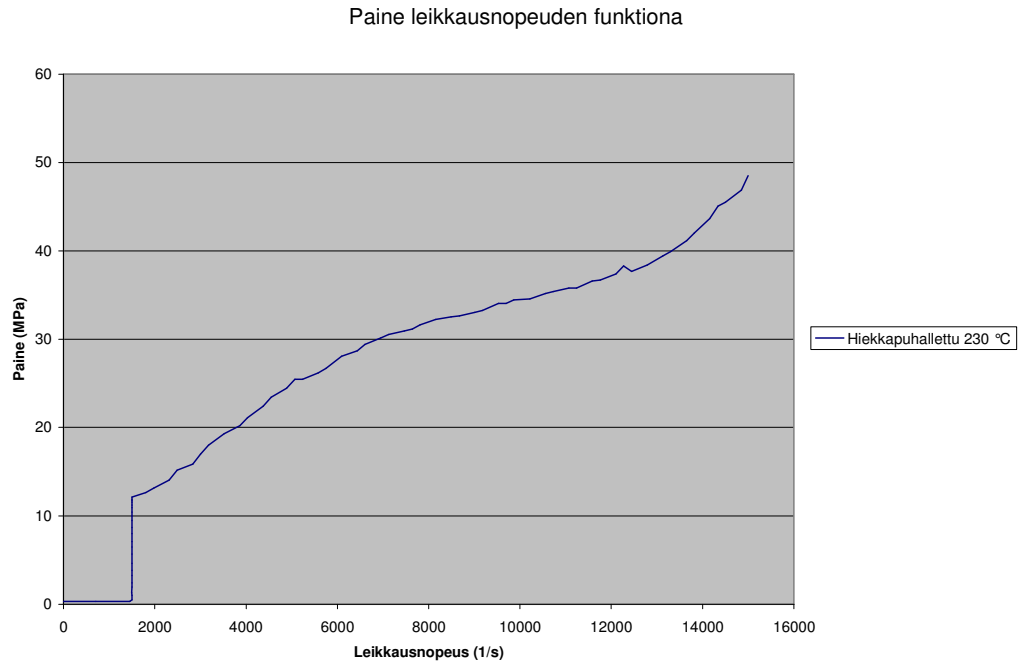
KUVIO 25. Paineen nousu ja lasku 190 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Prosessoidessa polypropeenä 210 °C:n lämpötilassa sylinterin paine nousi eri tavalla kuin aikaisemmissa tutkimuksen kokeissa. Kuviosta 26 käy ilmi, että paine ei noussut äkillisesti testin alussa eli leikkausnopeuden ollessa noin 1500 1/s. Paine nousi hitaasti, kunnes leikkausnopeuden ollessa noin 4650 1/s paineen nousu kiihtyi. Noin 6880 1/s:n leikkausnopeudessa paineen nousu alkoi hidastua. Sulamurtumaa alkoi tapahtua leikkausnopeuden ollessa noin 13910 1/s, jolloin sylinterin paine oli noin 50,4 MPa. Kuviosta 26 näkyy selvästi myös, että sulamurtuma alkoi pehmeästi muuttuen paineen noustessa sharkskin-murtumaksi. Paineen alkaessa oskilloida sulamurtuma muuttui kaoottiseksi.



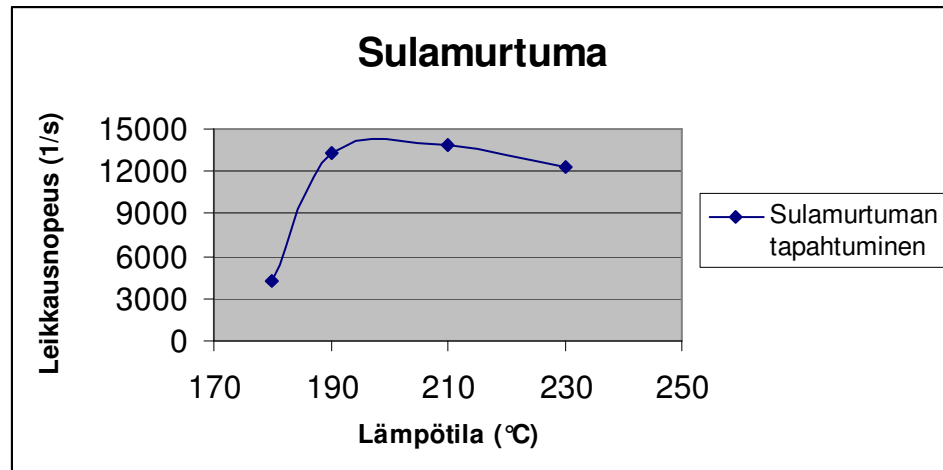
KUVIO 26. Paineen nousu ja lasku 210 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

230 °C:n lämpötilassa pursotetun polypropeenin tapauksessa sylinteriin nousi välittömästi testin alettua noin 12,1 MPa:n paine, mikä ilmenee kuviosta 27. Paine nousi tämän jälkeen melko tasaisesti, kunnes sen kasvu alkoi hidastua leikkausnopeuden ollessa noin 5200 1/s. Paine laski ainoan kerran pursotuksen aikana leikkausnopeuden ollessa noin 12270 1/s, jolloin sylinterin paine oli noin 38,3 MPa. Tämän jälkeen ei ollut nähtävissä selviä merkkejä sulamurtumasta, ja paine nousi koko ajan. Testin lopussa sylinterin paine oli noin 48,5 MPa.

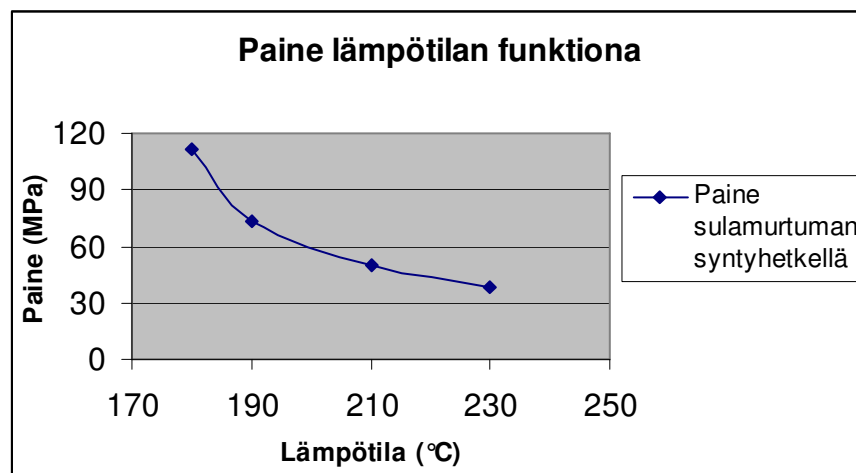


KUVIO 27. Paineen nousu ja lasku 230 °C:ssa leikkausnopeuden kasvaessa

Lämpötilan nousun vaikutus sulamurtuman syntymiseen on nähtävissä kuviosta 28. Nostettaessa lämpötilaa 180 °C:sta 190 °C:seen ja edelleen 210 °C:seen on nähtävissä merkkejä siitä, että sulamurtuma syntyi aina sitä suuremmalla leikkausnopeudella, mitä korkeammassa lämpötilassa materiaalia prosessoitiin. 230 °C:n lämpötilassa prosessoidun materiaalin kohdalla ensimmäinen merkki sulamurtumasta näkyi huomattavasti pienemmällä leikkausnopeudella kuin yhdenkään matalammassa lämpötilassa prosessoidun materiaalin kohdalla. Nämä poikkeavat tulokset saattoivat johtua kuitenkin jo aikaisemmin mainitusta suuttimen kiinnitysmekanismin puuttumisesta. Virheen mahdollisuutta saattoi kasvattaa myös se, että käytettyä suutinta ei lämmitetty erikseen. Tämän vuoksi lämpötilan vaihtelut suuttimessa olivat suuret eri kohdissa testiä, koska edellisestä pursotuksesta oli kulunut kauan aikaa, ja suuttimen lämpötila oli ehtinyt laskea liian paljon. 230 °C:n lämpötilassa tehdyn testin tuloksiin tuo kuitenkin luotettavuutta se seikka, että paineen lasku oli hyvin pieni, ja laskun jälkeen paine nousi selvästi eikä ehtinyt laskea enää kertaakaan testin aikana. Kuviosta 29 käy ilmi, että sulamurtuman hetkellä vallinnut sylinterin paine oli tässäkin testissä pienempi aina, kun testi suoritettiin korkeammassa lämpötilassa.



KUVIO 28. Sulamurtuman syntyminen 180, 190, 210 ja 230 °C:n lämpötiloissa käytettäessä hiekkapuhallettua suutinta



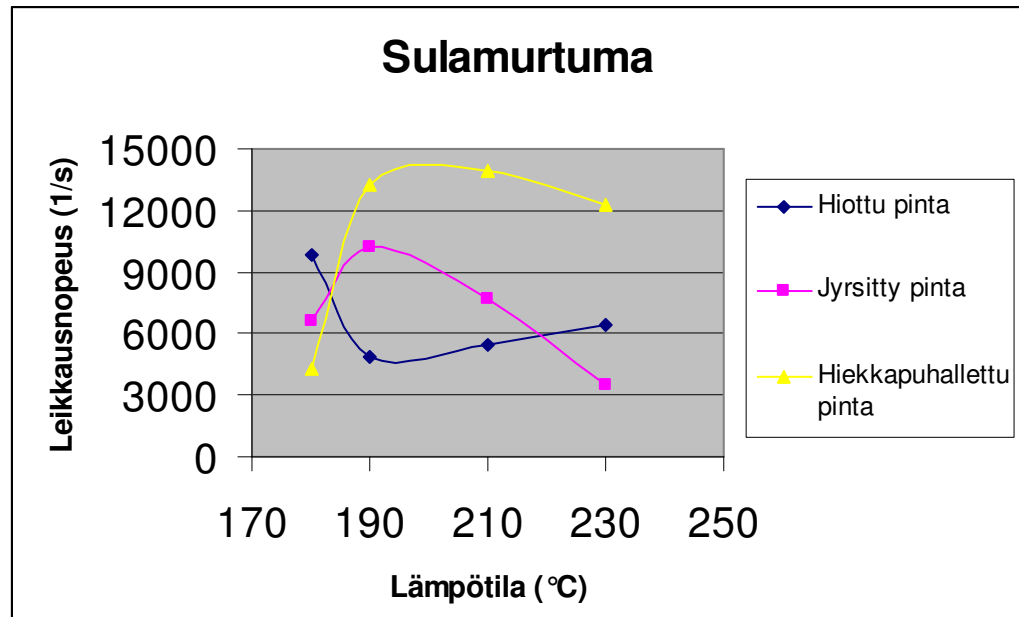
KUVIO 29. Lämpötilan nousun vaikutus sulamurtuman syntymishetkellä vallitsevaan sylinterin paineeseen käytettäessä hiekkapuhallettua suutinta

5.4.4 Yhteenveto tuloksista

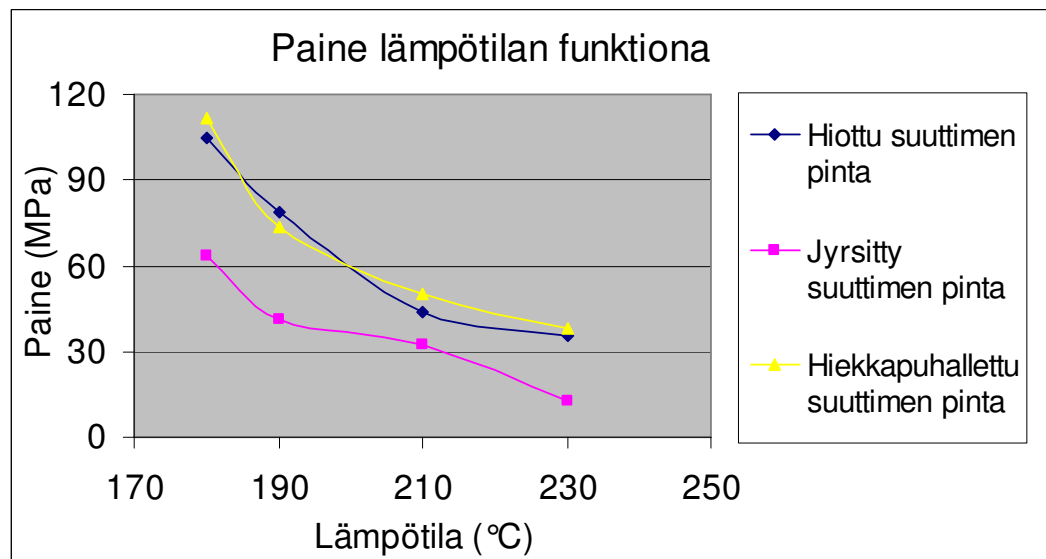
Kaikilla kolmella rakosuuttimella neljässä eri lämpötilassa prosessoitaessa testituloksissa esiintyi tuloksia, jotka horjuttivat tutkimuksen luotettavuutta. Vaikka tutkimustuloksissa esiintyy virheitä, voidaan kuviosta 30 nähdä, että korkeammilla lämpötiloilla prosessoitaessa sulamurtuma syntyi selvästi suuremmilla leikkausnopeuksilla käytettäessä suutinta, jonka raon sisäpinta oli hiekkapuhallettu. Kuvi-

osta voidaan myös nähdä, että käytettäessä sisäpinnaltaan hiottua suutinta sulamurtuman syntymishetkellä leikkausnopeus oli selvästi pienempi kuin muilla suuttimilla prosessoitaessa. Suuttimella, jonka raon pinta oli jyrsitty, prosessoidun polypropeenin sulamurtuman syntymistä ilmaiseva kuvaaja jää kahden muun suuttimen vastaavien kuvaajien väliin. Edellä mainittuja seikkoja tarkastellen voidaan todeta, että suuttimen pinnan karheus selvästi vaikutti sulamurtuman syntymiseen. Niin sanotun wall slip -ilmiön tapahtuminen näyttäisi olevan riippuvainen pinnan karheudesta. Kappaleessa 4.1 Sulamurtuman periaate puhutaan selityksistä wall slip -ilmiön syntymiselle. Näitä selityksiä suuttimen tai suulakkeen ja sulan muovin välisestä vuorovaikutuksesta voidaan soveltaa tässä tutkimuksessa. Näyttää siltä, että hiekkapuhalletun suuttimen pinnan ja sulan muovin välisen kitkan johdosta sula ei liukunut suuttimen pinnalla niin helposti kuin sileämmillä pinnoilla. Leikkausnopeuden kasvaessa materiaali leikkausohentui, jolloin polymeeriketjut vapautuivat ja orientoituivat sulan virtaussuuntaan. Näin ollen kävi niin, että lopulta kitka pienentyi niin paljon, että polymeeriketjut liukuivat myös hiekkapuhallettua seinämää vasten. Pinnan ollessa sileämpi ketjut liukuivat pienemmän kitkan johdosta helpommin, jolloin sylinterin paine pääsi purkautumaan matalammilla leikkausnopeuksilla.

Karheammalla suuttimen pinnalla kitka oli suurempi, ja näin ollen sula saattoi pysyä helpommin kiinni suuttimen seinämässä. Luotettavia tuloksia saatiin, kun tarkasteltiin painetta lämpötilan funktiona eri suuttimilla prosessoitaessa. Kuviosta 31 ilmenee, että paineen arvot sulamurtuman syntymishetkellä laskivat melko lineaarisesti suhteessa lämpötilan nousuun. Kun lämpötilaa nostettiin, materiaalin viskositeetti pienentyi ja näin ollen leikkausnopeuden kasvaessa paine ei noussut niin suureksi kuin pursottaessa muovia matalammissa lämpötiloissa. Virheitä tutkimustuloksiin saattoi aiheuttaa esimerkiksi suuttimien rakojen sisäpintojen eri pinnankarheusluokka. Tarkasteltaessa suuttimia ei voitu olla täysin varmoja siitä, että suuttimien raot ovat mitoiltaan samanlaisia. Suuttimien rakojen leveys oli helppo mitata ja todeta sen olevan 5 mm. Raon paksuuden mittaaminen oli kuitenkin vaikeampaa. Nimellismitaltaan 0,3 mm oleva raon paksuus saattoi vaihdella syvemmillä suuttimen sisässä paljonkin. Ja koska suuttimet valmistettiin eri työstömenetelmillä ja näin ollen niissä oli eri pinnankarheudet, suuttimien raon paksuus oli vaikea saada kaikkiin kolmeen suuttimeen samaksi.



KUVIO 30. Sulamurtuman syntyminen eri lämpötiloissa eri suuttimia käytettäessä



KUVIO 31. Paine sulamurtuman syntymishetkellä suhteessa lämpötilan nousuun tutkittuna eri suuttimilla

6 PÄÄTÄNTÄ

Yhteenvedona voidaan todeta, että leikkausnopeuden arvoa, jolla polypropeenisola alkoi murtua, oli vaikea määrittää. Sulamurtuma olisi voitu selvemmin tunnistaa, jos paine olisi oskilloinut selvästi tarkasteltaessa sitä leikkausnopeuden funktiona. Tässä tutkimuksessa sulamurtuman alkukohdaksi määritettiin se leikkausnopeuden arvo, jolla paine ensimmäisen kerran laski. Tämän kohdan kuitenkin voidaan ajatella olevan se kohta, jossa polypropeenissa alkoi ensimmäisen kerran tapahtua ns. sharkskin-murtumaa. Koska leikkausnopeuden kasvaessa paine ei oskilloinut missään kohtaa pursotusta, voidaan ajatella, että niin sanottua slip-stick- tai spurt-murtumaa tai sitä seuraavaa epäsäännöllistä suurta sulamurtumaa ei ehtinyt lainkaan tapahtua pursotuksen aikana.

Työssä onnistuttiin melko hyvin. Tuloksissa esiintyi kuitenkin ristiriitaisuutta aikaisempien tutkimusten kanssa. Esimerkiksi sulamurtuman olisi pitänyt syntyä poikkeuksetta aina korkeammissa lämpötiloissa suuremmilla leikkausnopeuksilla. Pääsääntöisesti tässä tutkimuksessa tapahtuikin näin ja tulosvirheille pystyttiin löytämään luonnollinen selitys. Loppusanoina voidaan todeta, että tämän tutkimuksen tulokset osoittavat, että suuttimen pinnan karheudella on vaikutusta sulamurtuman syntymiseen.

LÄHTEET

Bertola, V., Meulenbroek, B., Wagner, C., Storm, C., Morozov, A., van Saarloos, W. & Bonn, D. 2003. Experimental Evidence for an Intrinsic Route to Polymer Melt Fracture Phenomena: A Nonlinear Instability of Viscoelastic Poiseuille Flow [verkkojulkaisu]. [viitattu 12.4.2006]. Saatavissa: www.lorentz.leidenuniv.nl/~saarloos/Papers/meltfractureexp.pdf

Black, W. 2000. Wall slip and boundary effects in polymer shear flows [verkkojulkaisu]. University of Wisconsin - Madison. [viitattu 3.4.2006]. Saatavissa: www.engr.wisc.edu/groups/fsd/research/slip/black_dissert.pdf

Borealis GmbH. 2003. Data Sheets [verkkojulkaisu]. [viitattu 4.5.2007]. Saatavissa: http://www.borealisgroup.com/public/customer/data_sheets/Data_sheets.jsp

Halkola, H, Järvelä, P., Järvelä, P. & Syrjälä, S. Ekstruusio eli suulakepuristus [verkkojulkaisu]. [viitattu 12.4.2006]. Saatavissa: www.tut.fi/plastics/liitteet/MOL-6200/6.Ekstruusio.pdf

Halley, P. & Mackay, M. 1993. Effect of metals on the processing of LLDPE through a slit die [verkkojulkaisu]. [viitattu 14.4.2006]. Saatavissa: www.egr.msu.edu/~mackay/PDF%20Papers/MEM%20papers/1994-JoR-ExitMetals.pdf

Järvelä, P., Syrjälä, K., & Vastela, M. 1999. Ruiskuvalu. Plastdata Oy.

Keinonen, M. & Järvelä, P. 2002. Muovien leikkausohentuminen ja sen mallintaminen. Raportti 12/02. Materiaaliopin laitos, muovi- ja elastomeeritekniikka. Tampereen Teknillinen Korkeakoulu, Tampere.

Marsh, R. 2003. Rheological viewpoint of thermoplastic melts [verkkojulkaisu]. Bohlin Instruments [viitattu 12.4.2006]. Saatavissa: www.iop.org/EJ/article/0960-1317/15/8/003/jmm5_8_003.pdf

Sentmanat, M. & Hatzikiriakos, S. 2004. Mechanism of gross melt fracture elimination in the extrusion of polyethylenes in the presence of boron nitride [verkkojulkaisu]. [viitattu 17.9.2006]. Saatavissa:

<http://www.springerlink.com/content/96b4yvj16cpwp8np/>

Shore, J., Ronis, D., Piché, L. & Grant, M. Theory of melt fracture instabilities in the capillary flow of polymer melts [verkkojulkaisu]. [viitattu 12.4.2006]. Saatavissa: www.physics.mcgill.ca/~grant/Papers/melt_fracture_long.pdf, 12.4.2006

Tampereen teknillinen yliopisto, materiaaliopin laitos. 2004. Polymeerien kemiallinen rakenne [verkkojulkaisu]. [viitattu 4.5.2007]. Saatavissa:

http://www.ims.tut.fi/vmv/2004/vmv_4_4_1.php

Tao, Z. & Huang, J. 2002. Observation of melt fracture of polypropylene resins in capillary flow [verkkojulkaisu]. Department of Plastics Engineering, University of Massachusetts Lowell [viitattu 20.4.2006]. Saatavissa: www.sciencedirect.com

Vlachopoulos, J. & Strutt, D. The Role of Rheology in Polymer Extrusion [verkkojulkaisu]. [viitattu 12.4.2006]. Saatavissa:

www.polydynamics.com/Role_of_Rheology_in_Extrusion.PDF