

The world leader in serving science



POLİPROPİLEN İLE KRİSTALLENME ÖLÇÜMLERİ

Kiyoji Sugimoto (1), Jint Nijman (2)

(1) EKO, 1-21-8 Hatagaya, Shibuya-Ku, Tokyo, Japan(2) Thermo Fisher Scientific, Dieselstrasse 4, 76227 Karlsruhe, Germany

GİRİŞ

Farklı propilen örneklerinin kristallenme esnasındaki dinamik ve mekanik özellikleri "Kontrollü Yüksek Sıcaklık Test Ünitesi "(CTC) ve "HAAKE MARS" model rotasyonel reometre sistemi kullanılarak tespit edilmiştir.

Dinamik modülde gerçekleşen büyük değişimler sebebiyle kristallenme eğrisi iki farklı boyda paralel-plate ölçüm sensörleri yardımıyla iki aşamada çizilmiş ve tüm ölçüm aralığı için en optimum sonuçlar elde edilmiştir.

SİSTEMLER

Mekanik özelliklerin (G', G''...) ölçülmesinde HAAKE MARS Reometre Sistemi ve Sıcaklık kontrolü için "Yüksek Sıcaklık Test Ünitesi " kullanılmıştır. Ölçüm sistemi olarak 8mm ve 20mm'lik plate-plate ölçüm sistemleri kullanılmıştır.



Şekil 1a/b. MARS ve Standart Reometre arasındaki kuvvet dengesi karşılaştırması.

KONTROLLÜ YÜKSEK SICAKLIK TEST ÜNİTESİ (CTC)

CTC konvensiyonel ve radyasyonel olarak 2 farklı ısıtma sistemine sahip bir sıcaklık kontrol ünitesidir . Sıvı Nitrojen yardımıyla -150 C -600 C sıcaklık aralığında çalışmalar yapmak mümkündür ve ısıstma hızı 20 K / dakika'dır.

Çift cidarlı vakum yalıtımı sayesinde çok düşük sıcaklıklarda bile dış yüzeylerdeki buz oluşumu ihmal edilebilmektedir.



Şekil 2. CTC Ünitesinin Şematik Olarak Gösterilmesi

CTC ünitesi yan ve arka yönlere doğru bağımsız olarak hareket edebilen 2 ayrı kısımdan oluşmuştur. CTC ünitesi " parking position" yeteneği sayesinde, sökülmeden diğer sıcaklık kontrol üniteleri ile çalışabilmeye olanak sağlar.

CTC ünitesini oluşturan her iki kısımdada gözlem yapmaya uygun pencereler bulunmaktadır.







Şekil 3. Ölçüm pozisyonu (sol), arkaya doğru hareket (orta), park pozisyonu (sağ)

ÖRNEK HAZIRLAMA

Tablet formdaki örnekler erimesi için cihazın ölçüm sensörüne yerleştirilir ve örnekler tamamen eridikten sonra gerçek ölçümler başlatılır.

ÖLÇÜM SONUÇLARI

Şekil 4'te gösterildiği gibi iki farklı polipropilen (PP) örneği için kristallenme eğrileri çizilmiştir. Her bir örnek aynı soğuma hızlarında iki kere ölçülmüştür. Erimiş faz için 20mm'lik, kristal faz için 8mm'lik plate/plate ölçüm sistemleri kullanılmıştır.

İki farklı boyda ölçüm sistemi kullanılmasına rağmen veri serileri arasındaki mükemmel geçiş sayesinde kristallenme eğrilerinde çok iyi sonuçlar elde edilmiştir.

Örneklerdeki büzülmeden kaynaklanan yüksek orandaki normal kuvvet ve çok düşük olan erime viskozitesinden dolayı iki farklı ölçüm sistemi kullanılmıştır.

Şekil 5 'te Molekül yapısı birbirinden faklı 3 adet PP (Polipropilen) örneği için birbirine benzer kristallenme eğrileri görülmektedir ancak her bir örnek için kristallenme sıcaklıklarının faklı olduğu açıkça görülmektedir (105 C, 110 C ve 120 C) Bununla beraber örneklerde görülen "yüksek erime viskozitesinden" dolayı çalışmalarda 8mm lik plate-plate ölçüm sistemleri kullanılmıştır.





Şekil 5. 3 faklı PP örneği için 8mm plate/plate sistem ile ölçülen kristallenme eğrileri Kristallenme fazı sırasında PP örneklerinde meydana gelen büzülmeden dolayı oluşan negatif normal kuvvet (Normal Force) sebebiyle reometrenin gövde dizaynı ve normal force ölçüm hücresi çok büyük önem kazanmıştır. Bu çalışmanın ölçüm geometrisiyle aynı düzlemde bulunan iki kolondan oluşan kusursuz gövde dizaynı ve yanlışsız normal forse sensörlerine sahip HAAKE MARS Reometreyle yapılmış olması çok büyük bir avantajdır.

LİNEER VİSKOELASTİK DAĞILIMIN DOĞRULANMASI

Reometre yardımıyla her veri noktası için osilasyon verileri elde edilebilir. Osilasyon verilerinin sinüs eğrileri yardımıyla yapılan lineer analizi software programı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. (Şekil 6)



Şekil 6. Erimiş faz için Osilasyon datalarının Sinüs eğrileri ve Lissajou çizimi (sol), glassy modülü dizisi (sağ)

