

UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Tesi di Laurea

Ottenimento di curve reologiche attraverso un reometro filiera per compound di PVC con l'obiettivo di realizzare e verificare sperimentalmente le filiere destinate alla produzione di profili estrusi

Obtainment of rheological curves by means of a slit die rheometer for PVC compounds with the purpose to realize and verify the dies addressed to the production of extruded profiles

Relatore:

Laureando:

Massimiliano Montanari

Dott. Tiziano Bellezze

Correlatore:

Federico Fioretti

Anno Accademico 2018/2019

Ringraziamenti

La realizzazione di questo lavoro è frutto del contributo di diverse parti che tengo a ringraziare.

Il Dott. Tiziano Bellezze, per il supporto didattico e attraverso il quale sono entrato a contatto con l'azienda sotto citata.

L'azienda German Plast di Camerano (AN), dove si sono svolte le attività inerenti alla tesi, in particolare l'Ing. Federico Fioretti per la sua disponibilità nella realizzazione di questo progetto.

Infine, un ringraziamento speciale va alla mia famiglia che mi ha sostenuto durante il mio percorso di studi.

Indice

Introduzione1
Capitolo 1 Estrusione2
1.1 Introduzione2
1.2 Estrusore monovite
1.3 Estrusore bivite
1.4 Applicazioni del processo di estrusione13
1.5 Difetti e problemi di lavorazione15
Capitolo 2 Reologia17
2.1 Viscosità17
2.2 Viscoelasticità25
2.3 Comportamento reologico dei polimeri
2.4 Reometri
2.5 La reologia applicata all'estrusione
Capitolo 3 PVC e relativi compound studiati42
3.1 PVC
3.2 Compound
Capitolo 4 Strumentazioni e metodi
4.1 Legge di potenza
4.2 Reometro filiera
4.3 Metodo per l'ottenimento della portata massica dell'estruso polimerico65
4.4 Stima della densità del fuso ottenuto dai vari compound di PVC70
4.5 Impiego delle curve reologiche ottenute sperimentalmente per la progettazione di filiere di
produzione di profili estrusi75
Capitolo 5 Analisi e discussione dei risultati88
5.1 Note introduttive per i calcoli effettuati
5.2 PVC-1
5.3 PVC-2

5.4 PVC-3105
5.5 PVC-4114
5.6 PVC-5
5.7 PVC-6128
5.8 PVC-7137
5.9 PVC-8146
5.10 PVC-9154
5.11 PVC-10161
5.12 PVC-11
5.13 PVC-12176
5.14 Verifica della filiera
5.14.1 Verifica 1
5.14.2 Verifica 2
5.14.3 Verifica 3
5.14.4 Verifica 4195
5.14.5 Riepilogo dei risultati ottenuti dalle verifiche effettuate
Capitolo 6 Conclusioni199
Bibliografia e riferimenti

Introduzione

Il processo di estrusione rappresenta una delle tecnologie di lavorazione dei materiali polimerici più importanti, sia nell'ambito della ricerca che nella produzione industriale. La versatilità del processo permette la realizzazione di componenti continui a sezione costante con una vasta variabilità di forme, dimensioni e proprietà meccaniche.

Data la natura viscoelastica dei polimeri, uno dei più grandi problemi in cui si può incorrere durante il processo di estrusione è il fenomeno del rigonfiamento, ossia un recupero elastico che avviene in uscita dalla filiera. Il PVC ha un recupero elastico modesto se paragonato a quello di molti altri polimeri ed è questo uno dei motivi per cui il PVC è ampiamente impiegato nella produzione di profili estrusi. La possibilità di aggiungere diversi tipi di additivi che ne modificano proprietà meccaniche e termiche, ne consente inoltre l'impiego in una vasta gamma di applicazioni.

L'ottimizzazione dei parametri di processo durante l'operazione di estrusione gioca un ruolo molto importante nell'ottenimento di un manufatto privo di difetti estetici e funzionali e nel raggiungimento della produttività oraria desiderata. Risulta fondamentale quindi la conoscenza del comportamento reologico del materiale da processare, poiché sono proprio le proprietà viscoelastiche del fuso polimerico che governano il flusso del materiale sottoposto a lavorazione.

Lo scopo del presente lavoro di tesi è stato l'ottenimento delle curve reologiche di diversi compound di PVC attraverso l'utilizzo di un reometro filiera; le curve ottenute sono state modellate tramite la legge di potenza, ossia sono state approssimate ad una retta, in modo da poter simulare il comportamento del materiale in condizioni diverse da quelle con cui sono state ottenute le curve. I risultati ottenuti possono essere utilizzati nella progettazione di nuove filiere destinate alla realizzazione di profili estrusi o, come nel presente caso, nella verifica sperimentale di filiere già esistenti. La verifica sperimentale consiste nell'impostare i parametri di processo per l'estrusione di materiale attraverso una filiera di produzione e misurare la produttività oraria così ottenuta, per poi andare ad inserire quest'ultima nel modello ricavato sperimentalmente, verificando i parametri di processo e la bontà del modello.

Capitolo 1

Estrusione

1.1 Introduzione

L'estrusione è una delle principali tecniche di lavorazione dei materiali polimerici e consente la produzione di manufatti continui e a sezione costante, come ad esempio tubi, barre, profilati e lastre. Il processo di estrusione consiste nel costringere per compressione il materiale a passare per una filiera (anche chiamata matrice) opportunamente sagomata, in modo da ottenere la geometria desiderata. La macchina di estrusione è formata da un cilindro cavo con all'interno una o due viti senza fine rotanti che hanno il compito di plastificare e spingere il materiale. Il polimero è introdotto nel cilindro tramite una tramoggia di alimentazione sotto forma di pellet, polvere o granuli, al quale possono essere eventualmente aggiunte altre sostanze, come additivi, cariche e coloranti. Dopo il passaggio in filiera, il pezzo viene raffreddato in aria, acqua o a contatto con una superficie fredda, ottenendo così un semilavorato con una geometria stabile; con impianti industriali di grandi dimensioni, è possibile raggiungere produttività anche di 1000 Kg/h. Per profili particolari o complicati è possibile combinare più teste di alimentazione contemporaneamente, così da realizzare componenti multimateriale e dalle caratteristiche richieste.

Esistono due principali classi di estrusori: l'estrusore monovite e quello bivite, che a sua volta può essere classificato come co-rotante o contro-rotante a seconda che le viti ruotino nello stesso senso o in verso opposto [1].

1.2 Estrusore monovite

L'estrusore monovite (*Fig.1.1*) inizia ad essere studiato a partire dagli anni '50, e rappresenta la versione più semplice e più utilizzata nel settore industriale [2].



Fig.1.1 Schema di processo di un estrusore monovite [3]

La vite è decisamente il componente più importante di tutto l'impianto di estrusione. Solitamente ha diametro esterno costante, ma diametro del nocciolo variabile; questo porta ad avere altezze del filetto variabili. La vite è caratterizzata da diversi parametri i cui valori vengono scelti in base al materiale da processare (*Fig.1.2*):



Fig.1.2 Parametri della vite [4]

- passo della vite (b)
- diametro nominale del cilindro (Df) e del nocciolo (D)
- altezza del filetto (h)
- distanza tra filetto e superficie interna del cilindro (δ)
- orientazione (θ) e spessore del filetto (c)

Ogni vite è identificata tramite un codice a tre numeri (ad esempio 1-90-25): il primo numero indica il numero delle viti; il secondo indica il diametro (in mm) della vite comprese le creste della filettatura; il terzo indica il fattore di lunghezza della vite, cioè il rapporto L/D.

Il rapporto L/D è un parametro molto importante nella descrizione dell'estrusore, e in genere assume valori tra 24 e 34, con casi anche fino a 5 o 40 *[2]*.

Esistono diverse tipologie di viti (a uno o più principi, a passo decrescente, a passo decrescente a zone, a passo decrescente a gradini, etc.), ognuna per materiali e scopi tecnologici ben precisi.

In *Fig.1.3* è possibile identificare le zone a diverso diametro del nocciolo, che svolgono funzioni differenti durante il processo di estrusione.



Fig.1.3 Zone funzionali della vite [4]

Il materiale viene caricato in forma solida (pellet, polvere o granuli) dalla tramoggia e per gravità entra nel cilindro, andando a contatto con la vite di compressione nella cosiddetta zona di alimentazione (lunga circa il 30-40% della lunghezza della vite L, circa 10 volte il diametro). L'alimentazione può essere: "affamata", se il dosaggio alla tramoggia supera la capacità di trasporto della vite; "forzata", se invece il materiale incontra difficoltà e deve quindi essere spinto a forza. Per far sì che ci sia trasporto di materiale attraverso i canali che si formano tra cilindro e vite, deve

risultare maggiore l'attrito all'interfaccia polimero-cilindro (μ_c) rispetto all'attrito che si ha all'interfaccia polimero-vite (μ_v). Per questo motivo la vite è ben rifinita in superficie mentre il cilindro risulta ruvido e rivestito di acciaio nitrurato o cromato, per migliorarne la resistenza all'usura. Questa condizione può essere giustificata introducendo il modello a piatti paralleli: la superficie interna del cilindro ed il nocciolo della vite possono essere considerati come due piani (aventi rispettivamente superficie S_c e S_v) che sollecitano il materiale con una compressione P. Si possono quindi calcolare le due forze opposte che agiscono sul polimero:

$$F_c = PS_c\mu_c \qquad (1.1)$$

$$F_v = PS_v \mu_v \qquad (1.2)$$

Supponendo uguali le due superfici, si possono avere le seguenti condizioni:

- $\mu_{v} > \mu_{c} \rightarrow F_{v} > F_{c}$: il polimero aderisce alla vite, girando con essa senza avanzare;
- $\mu_v < \mu_c \rightarrow F_v < F_c$: il polimero aderisce al cilindro e viene quindi fatto avanzare dalla vite lungo l'estrusore.

Quest'ultima è la condizione di funzionamento efficace.

Il cilindro viene riscaldato tramite un sistema di riscaldamento, con il quale è possibile fornire o sottrarre calore in modo indipendente in varie zone del cilindro stesso. Il calore fornito al cilindro e quello venutosi a creare per attrito tra polimero e cilindro e tra granuli del polimero stesso, riscalda il materiale che forma un sottile film superficiale di polimero fuso lungo le pareti riscaldate.

Si arriva quindi alla zona di compressione e transizione (lunga circa il 20-30% della lunghezza della vite L, circa 6 volte il diametro), dove il diametro del nocciolo aumenta lasciando sempre meno spazio al materiale, che viene così sottoposto a una pressione e temperatura maggiori. Il polimero viene quindi completamene fuso e plastificato. La fusione sarà tanto più veloce quanto più alte sono state impostate la temperatura del cilindro e la velocità di rotazione della vite.

Nella zona di laminazione (lunga circa il 40-50% della lunghezza della vite L, circa 9 volte il diametro) il diametro del nocciolo torna ad essere costante, ma rimane maggiore rispetto a quello della zona di alimentazione. Temperatura e pressione raggiungono i valori massimi e il polimero è

completamente fuso; viene quindi miscelato omogeneamente e viene spinto attraverso la filiera. In testa alla vite, ma prima della filiera, possono essere presenti elementi miscelatori (per aumentare il miscelamento) e filtranti (per filtrare eventuali impurezze e parti di polimero non completamente fuso).

Il materiale scorre attraverso la filiera con una certa velocità di uscita dall'estrusore, che si comporta come una vera e propria pompa. Accettando le ipotesi semplificative che la portata dell'estrusore sia costante, che il flusso sia isotermo, che si possa trascurare il flusso nella zona tra filetto e cilindro, che l'altezza del filetto sia piccola rispetto al diametro del cilindro, e che si possa considerare il polimero come un fluido newtoniano, è possibile definire la portata della vite:

$$Qvite = AN - \frac{B}{\eta}\Delta P$$
 (1.3)

dove il primo termine (detto Q_d) rappresenta la "portata di trascinamento" che spinge il polimero all'uscita della testa di estrusione, e il secondo termine (detto Q_p) rappresenta la portata dovuta alla pressione che spinge il materiale in senso discorde a quello del primo termine, ed è inversamente proporzionale alla viscosità [1]. I parametri A e B dipendono dalla geometria della vite, N dipende dalla velocità di rotazione della vite, η è la viscosità e ΔP è la differenza di pressione.

Quando Q_p/Q_d vale 1/3, il profilo di velocità longitudinale assume il valore massimo tra quelli sempre positivi; in questo modo si realizza la condizione migliore per limitare il ristagno di materiale a lungo nella parete interna del cilindro e sua conseguente degradazione. Quando invece si superano i 10D-15D di lunghezza, la pressione cresce notevolmente e il contributo negativo alla portata favorisce il ritorno indietro del materiale. Dal momento che il materiale fuso non può fuoriuscire lateralmente dal filetto, il profilo della velocità trasversale provocherà esclusivamente circolazione di materia all'interno del filetto stesso. Si osserva quindi lungo la vite un profilo di pressione che cresce dalla tramoggia fino alla testa di estrusione. Entrando nella filiera, il materiale deve incontrare una pressione sufficiente per essere estruso; in queste condizioni la portata viene messa in relazione alla caduta di pressione attraverso la legge di Poiseuille *[2]*:

$$Qfil = k \frac{\Delta P}{\eta} \qquad (1.4)$$

con k che dipende dalla geometria della filiera. Ricordando la (1.3), si può scrivere:

$$Qlav = \frac{kAN}{k+B} \qquad (1.5)$$

che indica la portata di lavoro dell'estrusore, ottenuta intersecando le curve caratteristiche di vite e filiera (*Fig.1.4*).



Fig.1.4 Curve caratteristiche di vite e filiera e punto di funzionamento [1]

È possibile modificare la portata di lavoro operando sulla velocità di rotazione della vite o sulla temperatura della filiera. Incrementando il numero di giri della vite, il punto di lavoro si sposta in alto verso portate superiori; contestualmente aumenta però anche la pressione, quindi tale parametro va calibrato in modo da ottimizzare il processo (*Fig.1.5*).



Fig.1.5 Dipendenza del punto di funzionamento dai giri della vite [1]

Se si aumenta la temperatura della filiera, a parità di temperatura nell'estrusore, cresce la portata nella filiera stessa grazie ad una viscosità del polimero inferiore, innalzando il punto di lavoro della macchina (*Fig.1.6*).



Fig.1.6 Dipendenza del punto di funzionamento dalla temperatura della filiera [1]

1.3 Estrusore bivite

Il sistema bivite viene scelto quando sono richieste prestazioni superiori rispetto a quelle ottenibili con la versione monovite, e rappresenta la risposta ad alcuni problemi riscontrati con l'utilizzo di questa seconda tipologia, quali ad esempio la scarsa velocità di flusso e la ridotta capacità di "compounding", ovvero la miscelazione del polimero con cariche ed additivi di diverso genere [4]. In generale, è vero che la scelta dell'estrusore bivite porta vantaggi tecnologici importanti: la riduzione del tempo di lavorazione e di permanenza del polimero all'interno della camera limitando quindi eventuali fenomeni di degradazione; la possibilità di autopulizia delle viti; inoltre il movimento di materiale non avviene per trascinamento ma attraverso trasporto forzato [5].

Rispetto alla versione a vite singola, il cilindro di estrusione (unico e sagomato ad otto) ospita una coppia di viti che possono essere co-rotanti (*Fig.1.7*) o contro-rotanti (*Fig.1.8*). Quando sono co-rotanti le due viti ruotano in verso concorde; questa tipologia viene scelta quando è necessaria una precisione particolarmente elevata. Le viti contro-rotanti ruotano invece in verso opposto e permettono l'ottimizzazione del compounding.



Fig.1.7 Viti co-rotanti [4]



Fig.1.8 Viti contro-rotanti [4]

Una seconda classificazione si basa sulla compenetrazione delle viti, che si verifica o meno a seconda che i filetti di una si accoppino con quelli dell'altra, completamente (Fig. 1.9) o parzialmente (Fig. 1.10).



Fig.1.9 Viti compenetrate [4]



Fig.1.10 Viti non compenetrate [4]

Le viti co-rotanti ad alta velocità trovano applicazione principalmente nel compounding e nella rimozione di eventuali solventi per devolatilizzazione; se invece ruotano a velocità ridotte sono tipicamente utilizzate, come le contro-rotanti, per la produzione di profilati e tubi [6]. Un'altra differenza risiede nella diversa configurazione del flusso di materiale che scorre tra le viti: ad esempio, nel caso del compenetrato contro-rotante, il materiale ricircola in una zona a "C", senza passare frequentemente sull'altra vite. Al contrario, nel caso co-rotante, si osserva un flusso di polimero tra le due viti continuo seguendo un percorso che ricorda un otto; spesso si valutano soluzioni intermedie [2]. Nel percorso ad otto si notano differenze di pressione a seconda delle zone della vite: si alternano infatti aree ad alta e bassa pressione (*Fig.1.11*). Nel caso della vite contro-rotante invece si registrano alte pressioni nel punto di contatto dei flussi polimerici, e basse nella zona opposta (*Fig.1.12*).



Fig.1.11 Distribuzione delle pressioni nelle viti co-rotanti [6]



Fig.1.12 Distribuzione delle pressioni nelle viti contro-rotanti [6]

A differenza del monovite, nella zona di trasporto solido la rotazione delle due viti fa sì che l'estrusore si comporti come una pompa che spinge avanti il materiale, potendo trascurare così l'effetto dell'attrito tra vite e cilindro. La zona di fusione prevede un meccanismo molto diverso rispetto al caso del monovite, e il processo viene influenzato dai parametri geometrici delle viti e dalle condizioni di lavoro [2]. Invece che generare un film fluido superficiale che si espande verso il cuore della massa solida, nell'estrusore bivite non si osserva mai un così netta distinzione tra materia solida e materia fusa. I granuli a contatto con la canna riscaldata infatti iniziano a plastificare, e i restanti solidi costituiscono una sorta di sospensione con il polimero fuso; gradatamente la pressione cresce

e le dimensioni dei pellets rimasti diminuiscono fino ad ottenere materiale completamente fluido viscoso [4]. Possono essere presenti canali di sfiato per eliminare vapori e umidità dal cilindro. I parametri principali che devono essere controllati durante il processing sono gli stessi del caso monovite: la temperatura del cilindro, il carico dell'estrusore, la velocità della vite, la pressione e la temperatura del fuso.

1.4 Applicazioni del processo di estrusione

L'estrusione viene utilizzata per la realizzazione di molti prodotti, tra i quali si possono trovare tubi e altri profilati cavi, profilati pieni e film.

Per quanto riguarda tubi e profilati cavi di vario genere, il flusso di polimero fuso viene allargato per mezzo di un mandrino (*Fig.1.13*) e viene poi modellato esternamente dalla filiera. Il supporto del mandrino suddivide il flusso di massa generando nella direzione longitudinale dei cordoni di saldatura passanti, che possono essere punti difettosi. Per evitare tali punti vengono impiegati teste con mandrino a filtro o teste con distributore a spirale [7].



Fig.1.13 Filiera per tubi a mandrino cavo [7]

Per i profilati pieni bisogna apportare delle modifiche alla geometria della filiera nel caso in cui la sezione non sia circolare, per evitare il rigonfiamento (detto "die swelling") non uniforme del materiale estruso. La *Fig.1.14* mostra la filiera da utilizzare in base alla geometria che si vuole ottenere. Se il materiale è parzialmente cristallino la filiera è suddivisa in una zona riscaldata e in una

zona bruscamente raffreddata. Si forma così una "camicia" esterna di materiale solido con all'interno la massa fusa che gradualmente solidifica. Senza il brusco raffreddamento la repentina diminuzione di volume specifico (non lineare) farebbe formare delle soffiature nell'estruso.



Fig.1.14 Geometrie delle filiere per profilati pieni

Per la produzione di film si utilizzano delle filiere anulari o a corona circolare, dello stesso tipo utilizzato per la produzione di tubi. Cambia però la direzione di estrusione, ovvero il materiale è costretto ad uscire in direzione verticale verso l'alto e non orizzontalmente. Si forma quindi un colletto di materiale dentro al quale viene soffiata aria tramite dei ventilatori. Questa "bolla" di materiale viene convogliata e stirata in direzione longitudinale da delle guide o rulli (*Fig.1.15*). In questo modo è possibile ottenere film molto sottili, arrivando anche a 40 µm.



Fig.1.15 Sistema di produzione di film

1.5 Difetti e problemi di lavorazione

Un manufatto di qualità non deve presentare nell'esercizio continuo difetti strutturali o superficiali. Esistono diversi tipi di difetti che è possibile riscontrare, ognuno dei quali ha una sua relativa causa: bolle interne (presenza di elementi volatili nella massa fusa, si deve migliorare il degasaggio del materiale); bolle di grosse dimensioni (presenza di aria o alimentazione del polimero insufficiente); bollicine superficiali (temperatura di esercizio troppo elevata); colorazione scusa o noduli (materiale decomposto per surriscaldamento o per ristagno in punti morti); striature o noduli a occhio di pesce (presenza di sporco o particelle non disciolte); superficie ruvida (temperatura o pressione di esercizio troppo bassa).

I polimeri presentano un comportamento parzialmente viscoso e parzialmente elastico; il comportamento elastico è causa di uno dei più grandi problemi che si incontrano nel processo di estrusione: lo swelling, ossia il fenomeno di rigonfiamento.

Quando il polimero esce dalla filiera, è soggetto ad un recupero elastico della deformazione a cui è stato sottoposto dalla filiera stessa. Questo recupero è tempo-dipendente, nel senso che più tempo passa dall'applicazione della deformazione, meno recupero elastico si avrà; si dice infatti che i polimeri hanno una "memoria obsolescente". Una filiera corta quindi mostrerà uno swelling più

marcato rispetto ad una filiera lunga [8]. Questa dipendenza dal tempo non è costante, ma dipende dalla geometria del canale.

Lo swelling inoltre generalmente non è uniformemente distribuito nell'estruso. Questo è causato dal profilo di velocità non costante all'interno del canale; al centro del canale si hanno velocità di taglio minori rispetto a quelle che si hanno alla parete. Ci sono quindi zone che hanno un maggior recupero elastico rispetto ad altre e questo va a creare delle distorsioni nella geometria dell'estruso, rendendo necessari opportuni accorgimenti nella progettazione della filiera.

L'entità dello swelling varia da materiale a materiale. Alcuni polimeri possono avere un recupero elastico che va dal 100 al 300% (come ad esempio il polietilene); altri invece molto più bassi [8]. Quando il PVC è estruso a temperature intorno ai 170 °C, ha un recupero elastico del solo 10-20%. Questo è uno dei motivi per cui il PVC è uno tra i materiali più popolari nei processi di estrusione.

Capitolo 2

Reologia

Il concetto di reologia nasce nell'università di Columbus in Ohio, quando un gruppo di scienziati quali Bingham e Reiner fondano la *Società di reologia [9]*. Il termine (derivato dal greco $\dot{\rho}\dot{\epsilon}\omega$, *reo*, ossia "scorrere") indica la scienza che studia il legame tra sollecitazione applicata e deformazione mostrata dal materiale. Risaltano due aspetti fondamentali: la necessità di elaborare relazioni che dimostrino il legame tra il comportamento reologico dei materiali e la loro composizione, struttura, temperatura e pressione, e la necessità di scrivere equazioni costitutive che leghino la forza e la deformazione agente sul materiale *[10]*. L'obiettivo della reologia è quindi quello di definire parametri quantitativi che descrivano come i materiali si deformano in funzione di stress, tempo, e orientazione spaziale *[11]*.

2.1 Viscosità

La viscosità può essere definita come la resistenza al moto di un fluido. Da un punto di vista più quantitativo si può dire che la viscosità misura la capacità di scorrimento di un fluido sotto l'azione di forze di taglio. Maggiore la viscosità, a parità di forza applicata, minore il gradiente di scorrimento che si sviluppa nel fluido. O viceversa, a parità di gradiente, un fluido di viscosità maggiore richiede una forza di scorrimento maggiore. A livello matematico, si fa riferimento alla situazione di "flusso di scorrimento", in cui un materiale polimerico è inserito tra due piatti piani paralleli distanti h che si comportano come due superfici rigide (*Fig.2.1*); quello superiore viene messo in movimento con una forza tangenziale F ad una certa velocità v, definendo così un gradiente di deformazione e uno sforzo tangenziale nel polimero [12].



Fig.2.1 Flusso tra piatti paralleli [13]

Se si indica con s la distanza percorsa dalla superficie superiore, possiamo definire la deformazione a cui è sottoposto il fluido in ogni punto:

$$\gamma = \frac{s}{h} \qquad (2.1)$$

È importante aggiungere la relazione che intercorre tra la deformazione e la velocità che impiega il polimero a spostarsi; derivando la (2.1) rispetto al tempo, si ottiene il gradiente di deformazione γ , detto shear rate o velocità di deformazione di taglio:

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \qquad (2.2)$$

Si definisce inoltre lo sforzo tangenziale che agisce su una superficie A:

$$\tau = \frac{F}{A} \qquad (2.3)$$

La viscosità del fluido è allora definita come il rapporto tra lo sforzo tangenziale e la velocità di deformazione:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \qquad (2.4)$$

La viscosità ha come unità di misura il pascal per secondo (Pa*s), a volte indicato come Poiseuille. Nella *Tab.2.1* sono indicati dei valori tipici di alcuni materiali.

Fluido	Viscosità approssimata (Pa s)
Vetro (T ambiente)	10 ⁴⁰
Vetro fuso (500°C)	10 ¹²
Bitume	10 ⁸
Polimero fuso	10 ⁵
Miele	10 ¹
Glicerolo	10 ⁰
Olio	10 ⁻¹
Acqua	10 ⁻³
Aria	10-5

Tab.2.1 Valori tipici di viscosità di diversi materiali

Il metodo più semplice per rappresentare dati di viscosità è quello di riportarli in un grafico sforzogradiente di deformazione, chiamato curva di flusso. I diversi materiali mostrano curve di flusso molto differenti, e si possono identificare due principali comportamenti detti comportamento newtoniano e non newtoniano [12]. Nel caso in cui la curva di flusso sia costituita da una retta (*Fig.2.2*) il fluido viene detto newtoniano. In questo caso la viscosità è costante per uno stesso materiale (a parità di temperatura e pressione), nel senso che non dipende dalle condizioni di flusso applicate ed è pari alla pendenza della retta. Tra i fluidi newtoniani troviamo l'acqua e liquidi monofasici a basso peso molecolare. Quando invece il legame tra sforzo di taglio e velocità di deformazione non è lineare, ci troviamo in presenza di un fluido non newtoniano: la curva di flusso non è più lineare e la viscosità dipende dallo shear rate. Per un fluido non newtoniano si ha quindi:

$$\tau = \eta(\dot{\gamma})\dot{\gamma} \qquad (2.5)$$

I comportamenti non newtoniani fondamentali possono essere ricondotti a due tipologie diverse: la prima categoria è quella dei fluidi pseudoplastici, nei quali la viscosità diminuisce all'aumentare della velocità di deformazione; la seconda è quella dei fluidi dilatanti, nei quali invece la viscosità aumenta all'aumentare del gradiente di deformazione (*Fig.2.2*).



Fig.2.2 Curve di flusso dei diversi tipi di fluido [9]

Un'ulteriore alternativa è offerta da cosiddetti fluidi di Bingham (*Fig.2.2*), in cui la viscosità è costante come per i fluidi newtoniani, ma si osserva una deformazione apprezzabile solo dopo il superamento di un valore soglia di sollecitazione, sotto il quale si comportano come materiali solidi;

per definizione hanno viscosità infinita a bassi shear rate. La soglia di scorrimento può esistere anche per gli pseudo-plastici, superata la quale si comportano come la loro controparte tradizionale [2]. Non tutti i fluidi reagiscono immediatamente quando deformati, ma alcuni di loro mostrano un transitorio in cui lo sforzo cresce progressivamente fino al valore finale [10]. Questi sono i timedependent, ovvero quei fluidi in cui la viscosità è funzione del tempo, e tra i più importanti si trovano i materiali a comportamento tissotropico, antitissotropico, e reopectico. I tissotropici, come ad esempio le vernici, mostrano una natura pseudoplastica quando sollecitati, ma durante il riposo recuperano le proprietà iniziali senza ripercorrere la curva tracciata durante la fase di carico; essi quindi non mostrano un comportamento completamente reversibile e si ottiene un ciclo di isteresi; in sostanza la viscosità diminuisce sotto sforzo, cessato il quale ritorna a crescere grazie alle interazioni intermolecolari in un tempo più o meno lungo. I materiali antitissotropici come le sospensioni di

amido di mais seguono un comportamento opposto rispetto ai precedenti, con un ciclo di isteresi invertito *[14]*. I reopectici mostrano a loro volta un ciclo di isteresi, ma con tratto d'andata a natura dilatante e tratto di ritorno newtoniano, con la viscosità che quindi aumenta quando cresce il tempo di applicazione dello sforzo.

La maggior parte dei fusi polimerici rientra nella categoria dei fluidi pseudoplastici e questo risulta essere un vantaggio nel campo della produzione, in quanto le forze da applicare al materiale diminuiscono se crescono le velocità di scorrimento [2].

Piuttosto che dalla curva di flusso, il comportamento viscoso di un fluido non newtoniano è spesso rappresentato in reologia dal grafico della viscosità in funzione del gradiente di scorrimento in doppia scala logaritmica, poiché le due grandezze possono variare anche di diversi ordini di grandezza. Questo grafico prende il nome di curva reologica.

La *Fig.2.3* mostra le curve reologiche di un fluido newtoniano e di un non newtoniano a comportamento pseudoplastico; si può notare che nel caso newtoniano la viscosità rimane costante al variare dello shear rate, mentre nello pseudoplastico diminuisce all'aumentare dello shear rate.



Fig.2.3 Curve reologiche di un fluido newtoniano e di uno pseudoplastico

Prendendo come esempio la curva reologica di un polimero qualsiasi (*Fig.2.4*), si nota che a bassi valori di shear rate il polimero presenta un tratto iniziale a viscosità costante, chiamato plateau newtoniano. La lunghezza di questo tratto dipende dal polimero e dal valore iniziale di viscosità: più è alto questo valore, più è corto il plateau.



Fig.2.4 Curva reologica di un polimero pseudoplastico

Aumentando il gradiente di deformazione, la viscosità comincia a diminuire, spesso raggiungendo un andamento lineare in questa rappresentazione logaritmica. Alcuni materiali, raggiunto un certo valore di shear rate, presentano un secondo plateau newtoniano. Nel primo plateau, a bassi valori del gradiente di deformazione, la viscosità viene spesso chiamata "viscosità a sollecitazione nulla", mentre nel secondo, per alti valori del gradiente, "viscosità a sollecitazione infinita".

La forma della curva reologica dei polimeri può essere spiegata introducendo il concetto di entanglements, ossia dei nodi fisici formati dall'interconnessione tra due macromolecole nel fuso polimerico. Il numero di entanglements dipende dalla natura chimica del polimero e da esso dipende la viscosità del materiale: più entanglements ci sono, più le macromolecole sono ostacolate e, di conseguenza, maggiore sarà la viscosità. A valori bassi di gradienti di deformazione, il numero di questi nodi rimane elevato e costante. All'aumentare dello shear rate, sono più gli entanglements che si distruggono rispetto a quelli che si riformano; diminuisce così il numero totale di nodi, rendendo possibile alle macromolecole di orientarsi nella direzione del flusso, provocando una diminuzione della viscosità. Il secondo plateau newtoniano corrisponde ad una situazione in cui tutte le macromolecole sono orientate nella direzione del flusso e, scorrendo parallelamente l'una all'altra, non hanno la possibilità di formare entanglements /2].

A differenza del caso newtoniano, in cui il valore di viscosità resta costante per tutta la curva, la determinazione di tale valore nei fluidi non newtoniani risulta più complicata, ma ugualmente essenziale per i test reologici sui materiali.

La disponibilità di una relazione analitica semplice che permetta di determinare a priori la viscosità di un fluido per un assegnato valore di sforzo o di gradiente di scorrimento è infatti di grande utilità pratica. Proprio per questo motivo è possibile trovare nella letteratura numerosissimi esempi di espressioni matematiche per la viscosità in funzione del gradiente di velocità. Tra questi i più utilizzati nel campo dei polimeri fusi sono la rappresentazione a legge di potenza e i modelli di Ellis, Cross, Carreau e Yasuda *[12]*.

La rappresentazione a legge di potenza nasce dall'osservazione che la viscosità di molti fluidi pseudoplastici presenta un andamento lineare ad alti gradienti di velocità, come già mostrato in *Fig.2.4*. La viscosità di un fluido a legge di potenza può essere scritta come:

$$\eta = m \,\dot{\gamma}^{(n-1)} \qquad (2.6)$$

dove m è detta consistenza ed n indice di flusso. Questa rappresentazione verrà approfondita nel Capitolo 4.

Il modello di Ellis esprime la viscosità come:

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + (\tau \dot{\gamma})^{1-n}}$$
(2.7)

e conferma l'esistenza del primo plateau newtoniano per bassi shear rate (η_0 è la viscosità a sollecitazione nulla), ma descrive il passaggio da comportamento newtoniano a non newtoniano piuttosto rapido.

Quando il tratto lineare è seguito dal secondo plateau di viscosità, si può ricorrere alla legge di Cross, che tiene conto della viscosità a sollecitazione infinita η_{∞} :

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{(\eta_0 - \eta_{\infty})}{1 + (\tau \dot{\gamma})^{1-n}}$$
(2.8)

Un'ulteriore complicazione delle leggi costitutive del sistema fluido che si vuole modellare nasce dalla possibilità di descrivere con migliore precisione la zona di passaggio da comportamento newtoniano a non newtoniano: per descrivere un passaggio più graduale rispetto a quello proposto da Ellis, uno dei modelli più popolari è quello di Carreau:

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{(\eta_0 + \eta_{\infty})}{[1 + (\tau \dot{\gamma})^a]^{\frac{1-n}{a}}}$$
(2.9)

Nella versione senza secondo plateau ($\eta_{\infty} = 0$) prende il nome di modello di Yasuda. In entrambi i modelli compare un ulteriore parametro a che rende più precisa la transizione tra i due regimi di comportamento.

2.2 Viscoelasticità

I materiali polimerici presentano un comportamento meccanico viscoelastico che può essere visto come la combinazione di un comportamento viscoso (tipico dei fluidi) e di un comportamento elastico (tipico dei solidi). Un polimero in fase completamente solida è caratterizzato da un comportamento elastico; tuttavia se si analizza una tipica curva sforzo-deformazione si notano delle deviazioni dal comportamento puramente elastico, dovute all'insorgenza di componenti viscose. Allo stesso modo, un polimero allo stato fuso mostra un comportamento prevalentemente viscoso, ma il già citato fenomeno dello swelling è indice di insorgenza di componenti elastiche.

Sia la natura elastica che quella viscosa non sono fenomeni lineari, ma sono influenzati dalle condizioni di lavoro del materiale. Per questi materiali si parla di "memoria obsolescente", ovvero la caratteristica tipica dei fusi polimerici di "ricordare" parzialmente la forma assunta in precedenza ma di "dimenticarla" una volta trascorsa una certa quantità di tempo a causa dello scioglimento dei nodi fisici nella struttura [2].

Per cercare di quantificare il concetto di memoria obsolescente, si introduce il numero di Deborah "De" *[15]*. Il numero di Deborah fu introdotto nel 1964 da Markus Reiner e si ispira al versetto "I monti si sciolgono come cera davanti all'Eterno" dal cantico della profetessa Deborah riportato nella Bibbia; infatti dalla definizione del numero di Deborah deriva che per tempi di applicazione del carico molto lunghi anche le montagne "si sciolgono".

$$De = \frac{\Lambda}{t}$$
 (2.10)

Questo parametro rappresenta il rapporto tra il tempo caratteristico di rilassamento del materiale Λ e il tempo del processo di deformazione t in condizioni isoterme. Più è piccolo il numero, più è viscoso il materiale. Se si applica una deformazione molto rapida, De assume valori molto alti e il materiale si comporta come un solido elastico; viceversa, applicando una deformazione molto lenta, De assume valori prossimi allo zero e il materiale si comporta come un fluido viscoso ideale.

Dal momento che il tempo di raffreddamento concesso durante i processi di lavorazione è in genere molto breve, il polimero non riesce a rilassare completamente, e conserva una parte di stress residui al suo interno *[15]*. Analogamente, al diminuire della temperatura le dinamiche di rilassamento vengono rallentate, e quindi prevale la natura elastica del polimero.

I tipici test utilizzati per la verifica del comportamento viscoelastico dei polimeri e il suo studio quantitativo sono quelli di scorrimento (creep), di rilassamento degli sforzi (step strain) e di deformazione oscillatoria. Il test di creep è basato sull'applicazione immediata di uno sforzo costante (*Fig.2.5a*) ad un polimero con una certa lunghezza iniziale frapposto tra i due piatti paralleli, valutando poi la risposta del campione in termini di allungamento. In un materiale completamente elastico si sarebbe osservata una deformazione istantanea e costante dovuta alla sollecitazione, e un analogo recupero della stessa; in un materiale completamente viscoso invece la deformazione sarebbe stata lineare nel tempo e si sarebbe mantenuta anche una volta rimosso lo sforzo. Nel caso di un materiale viscoelastico si verifica un comportamento intermedio (*Fig.2.5b*): in un primo momento si verifica una deformazione continua a crescere anche con sforzo costante, perché nel tempo tutte le catene si risistemano tenendo conto della sollecitazione applicata anche se piccola [16]. Rimosso lo sforzo si ha solo un recupero parziale della stessa e non totale come nel caso del solido elastico.

Ulteriori differenze emergono quando si confrontano polimeri reticolati e polimeri non reticolati: nel primo caso a causa dei legami chimici le catene possono allungarsi solo fino ad un certo punto e poi si arriva a rottura, per i non reticolati si potrebbe verificare la rottura anche con sforzi molto bassi, purché si lasci tempo sufficiente al materiale per cedere [2].



Fig.2.5 Test di creep: curva della sollecitazione imposta (a) e della deformazione (b) [17]

Il test di rilassamento degli sforzi rappresenta l'inverso di quello di scorrimento: al materiale viene imposta una deformazione istantanea (Fig.2.6a) e si mantiene questa condizione monitorando la variazione nel tempo dello sforzo che si oppone ad esso. Con questo test è nuovamente palese come il comportamento del polimero sia intermedio tra quello puramente elastico, che reagisce alla deformazione con l'insorgere di uno sforzo ad essa proporzionale che rimane invariato per tutta l'applicazione della deformazione, e quello puramente viscoso, che risponde alla deformazione con un valore di sforzo tendente all'infinito che si azzera nel momento in cui la deformazione risulta costante. In virtù della deformazione, il materiale mostra un certo valore di sforzo [12]; questo valore però non resta costante ma decresce esponenzialmente all'aumentare del tempo tendendo a zero durante la prova (Fig.2.6b). Anche in questo test è possibile osservare differenze tra i polimeri reticolati e quelli non reticolati: a differenza dei secondi, nei primi si conserva una certa quantità di sforzo che dipende dal grado di reticolazione, e quindi il valore non si azzera nel tempo ma tende ad un plateau [16].



Fig.2.6 Test di rilassamento degli sforzi: curva della deformazione (a) e dello sforzo (b) [17]

La deformazione oscillatoria si realizza sottoponendo il polimero ad uno stimolo oscillatorio, attraverso lo spostamento sinusoidale di uno dei due piatti tra cui è interposto:

$$\gamma = \gamma_0 * \sin(\omega t) \qquad (2.11)$$

con γ_0 deformazione massima e ω frequenza di oscillazione. Alla temperatura appropriata, i polimeri sono in grado di smorzare vibrazioni elevate ed ingenti quantità di energia. La risposta del materiale sarà uno sforzo misurato in funzione della deformazione, che oscilla a sua volta sinusoidalmente con una frequenza analoga a quella della deformazione, ma con un angolo θ di sfasamento compreso tra 0° e 90°, detto "phase lag". Questi risultati potrebbero essere rappresentati con relazioni tra ampiezza, sfasamento e frequenza, ma tipicamente si scrivono con grandezze che vengono direttamente calcolate dagli strumenti di misura [10]. È vero quindi che lo sforzo registrato nel polimero è la somma di un contributo elastico e di uno viscoso, e riscrivibile come:

$$\sigma/\gamma_0 = G'\sin(\omega t) + G''\cos(\omega t) \qquad (2.12)$$

con G' modulo conservativo e G'' modulo dissipativo o di smorzamento. In genere la misura dello sfasamento si indica con tan(θ), ovvero il rapporto tra il modulo dissipativo e quello elastico *[18]*. I due moduli tengono conto rispettivamente delle caratteristiche elastiche e viscose del materiale, e rimanendo nel campo lineare dipendono solo dalla frequenza della deformazione. Risulta quindi che in un materiale completamente elastico, caratterizzato dall'assenza di dissipazioni viscose, il ritardo è nullo e non è presente il modulo dissipativo; al contrario per un fuso completamente viscoso non c'è conservazione di energia e G' è pari a zero. Quando la temperatura si avvicina a quella di transizione vetrosa il comportamento viscoelastico prevale; per temperature inferiori prevale l'elasticità. Quando la frequenza cresce molto invece, anche oltre il limite misurato dagli strumenti a disposizione, il comportamento è prettamente elastico, caratterizzato da un aumento di G' tale che si raggiunge il cosiddetto "modulo vetroso" G_g *[10]*.

Il primo modello matematico ideato per tentare di riassumere il comportamento viscoelastico è stato il modello di Maxwell, in cui il polimero viene considerato come un complesso detto "unità di Maxwell", composto da due elementi in serie che rappresentano i due comportamenti fondamentali del materiale (*Fig.2.7*).



Fig.2.7 Unità di Maxwell [10]

Sono quindi presenti una molla che rappresenta la sua natura elastica, tale che:

$$\sigma = G\gamma \qquad (2.13)$$

e uno smorzatore viscoso (o pistone) che tenga conto dei processi irreversibili della sua natura viscosa, tale che:

$$\sigma = \eta \left(\frac{dy}{dt}\right) \qquad (2.14)$$

Dal momento che i due elementi sono collegati in serie, lo sforzo in ciascuna unità è il medesimo, mentre la deformazione totale è data dalla somma dei due contributi; si scrive in questo modo l'equazione rappresentativa del modello (2.15) come:

$$\eta \dot{y} = \tau \left(\frac{d\sigma}{dt}\right) + \sigma \qquad (2.15)$$

con $\tau = \eta/G$ che prende il nome di tempo di rilassamento *[12]*. Questo fornisce un'indicazione della tendenza del materiale a recuperare la conformazione iniziale: se il tempo è piccolo allora il rilassamento è veloce; se è grande allora basta poca sollecitazione per variare la viscosità e il rilassamento è più lento. Il modello fornisce una descrizione abbastanza veritiera del comportamento dei materiali viscoelastici, ma è conveniente convertirlo in uno spettro continuo quando ci si riferisce ai fusi polimerici, che necessitano di più di un tempo di rilassamento. La modifica si completa facendo in modo che la quantità di unità nel modello iniziale cresca senza imporre limiti, sovrapponendole in modo che il modulo G possa essere descritto con una funzione continua; si ottiene così uno "spettro discreto dei tempi di rilassamento" *[2]*.

Esiste anche la versione in parallelo, che prende il nome di modello di Voigt. In seguito all'applicazione di una sollecitazione, l'estensione della molla non è immediata causa della presenza dello smorzatore, e la situazione opposta si verifica rimosso lo sforzo. In questo modello è la deformazione ad essere uguale per le due unità, mentre lo sforzo complessivo è dato dalla somma dei due contributi. In ogni caso, la migliore approssimazione del comportamento reale dei polimeri è data da modelli a più elementi, come ad esempio quelli di Alfrey o di Jeffrey, in cui coppie di molla e smorzatore in parallelo vengono combinate con altre coppie dei due elementi in serie *[19]*.

2.3 Comportamento reologico dei polimeri

A livello microscopico, i polimeri sono composti da catene molto lunghe e flessibili che, a seconda della loro libertà rotazionale, si possono trovare in un numero enorme di diverse conformazioni dipendente esponenzialmente dal peso molecolare. Isolando una catena singola, per esempio in una soluzione, si può osservare come la condizione di equilibrio che prevede un aggrovigliamento detto gomitolo statistico (random coil), viene modificata sotto l'applicazione di uno sforzo che riesce a trasmettersi attraverso le interazioni tra le singole catene e segmenti molecolari *[20]*. Dalla situazione quiescente in cui il gomitolo assumerebbe una conformazione. In questo modo, l'orientazione media dei singoli piccoli segmenti costituenti l'intera catena cresce notevolmente, fino a provocare per sollecitazioni superiori una vera e propria distensione della catena nella direzione di applicazione della forza, contrastata dall'agitazione termica che vorrebbe ripristinare la situazione iniziale. Se
infatti la sollecitazione diventa nulla, la catena recupera una condizione di equilibrio, indice di un comportamento elastico (elasticità entropica). In ogni caso il recupero non è istantaneo, ma viene smorzato a causa dei fenomeni di attrito tra i singoli segmenti e con le altre catene sempre presenti nel caso reale di fuso polimerico; più le catene sono lunghe più è facile che ruotino e si aggroviglino. In questa situazione, le singole catene mostrano una libertà rotazionale decisamente più limitata rispetto alla soluzione diluita precedente; i nodi tra le macromolecole sono veri e propri impedimenti fisici per il moto, sono composti da legami deboli tra le catene ma molto numerosi e vengono chiamati entanglements *[12]*.

Quando si raggiunge un valore di sforzo critico, la deformazione della catena diventa tale che la resistenza opposta al moto diminuisce, e la forza di ritorno perde la diretta proporzionalità con la sollecitazione esterna. Questo effetto è alla base della natura pseudo-plastica dei fusi polimerici, e spiega l'andamento della curva viscosità/shear rate.

I fusi polimerici reali non sono composti da catene di uguale lunghezza, ma mostrano una distribuzione dei pesi molecolari che ne influenza le proprietà e la reologia. È vero infatti che tracciando un grafico in cui si relazionano la viscosità di diversi fusi polimerici nella zona newtoniana con il loro peso molecolare, si evidenzia un valore soglia che dipende principalmente dalla rigidità delle catene; sotto questo valore si ha risposta lineare unitaria tra le due grandezze, mentre sopra la curva incrementa notevolmente la sua pendenza seguendo una legge tipo:

$$\eta \propto M^{3,4} \qquad (2.16)$$

Al di sotto di tale valore, il comportamento evidenziato dai fusi è causato dall'assenza o comunque dalla facilità con cui i nodi presenti tra le catene si sciolgono *[12]*. Il valore critico rappresenta il punto in cui la lunghezza delle catene è tale da non poter trascurare l'impedimento degli entanglements come se il polimero fosse in condizione di estrema diluizione; il sistema va considerato come un polimero reticolato in cui l'attrito cresce notevolmente e di conseguenza cresce anche la viscosità (*Fig.2.8*).



Fig.2.8 Viscosità di alcuni materiali polimerici in relazione al peso molecolare [10]

Per convenzione si definisce questo peso molecolare critico come 2 o 3 volte il peso molecolare medio tra gli entanglements, che è relativo esclusivamente alla chimica del materiale. Oltre al peso molecolare, anche la distribuzione dei pesi molecolari influenza la curva di viscosità/shear rate, nonostante tutte convergano sempre in un punto comune una volta sciolti gli entanglements. Fusi con distribuzioni centrate su pesi molecolari superiori mostrano infatti più entanglements e partono da valori più alti di viscosità, ma sono i primi che incontrano il ginocchio e la diminuzione della stessa. Inoltre, polimeri con distribuzione più stretta mantengono la viscosità di plateau più a lungo rispetto

a quelli con distribuzione più larga, a causa del fatto che questi ultimi possiedono anche un alto numero di catene più corte che si sbrogliano facilmente [21]. In aggiunta al peso molecolare, un'altra variabile che impatta sul comportamento reologico dei polimeri è la loro organizzazione strutturale. Le tecnologie produttive sono in grado di realizzare polimeri composti da catene lineari, ma anche caratterizzati da ramificazioni estese e morfologie articolate come quelle ad anello. Le ramificazioni modificano la risposta del polimero alle sollecitazioni esterne: con gli entanglements, le strutture ramificate sono più viscose e mostrano un tempo di rilassamento superiore [12]. Superato il ginocchio però le più ramificate sono caratterizzate da un valore di viscosità inferiore perché tenderanno stare più lontane ed essere molto meno dense rispetto alle versioni non ramificate (*Fig.2.9*).



Fig.2.9 Influenza delle ramificazioni sulla viscosità [21]

Molti polimeri sono caratterizzati da ramificazioni che superano in lunghezza quella critica, e quindi influenzano notevolmente le proprietà reologiche del fuso in base alla loro lunghezza e geometria. Una ramificazione superiore induce inoltre una più ampia distribuzione dei pesi molecolari, e quindi modifica la viscosità del plateau [10].

Inoltre, quando il polimero viene caricato è possibile notare differenze dalle sue curve caratteristiche; l'aggiunta del filler ad esempio incrementa la viscosità e tende a sostituire il plateau newtoniano con un tratto lineare a bassi shear. Il motivo di questa variazione risiede nell'aggregazione tra le particelle di carica, che provoca un comportamento del materiale più simile a quello tipo Bingham rispetto ad uno pseudoplastico [2]. Un altro fattore che influenza la viscosità di un fuso polimerico è la temperatura. In condizioni di temperatura superiori infatti la curva si modifica: il valore di viscosità del plateau diminuisce e il ginocchio risulta traslato verso shear rate maggiori (*Fig.2.10*).



Fig.2.10 Influenza della temperatura sulla viscosità [10]

La viscosità di un polimero fuso aumenta anche con la pressione, a causa dell'azione di compattamento sulle catene molecolari che ne peggiora le caratteristiche di scorrimento. Questa dipendenza diventa rilevante nelle trasformazioni che richiedono alte pressioni per tempi lunghi. Nella *Fig.2.11* si può vedere come la viscosità di un polimero è influenzata dalle diverse variabili in gioco.



Fig.2.11 Effetto di diverse variabili sulla viscosità [13]

2.4 Reometri

Gli strumenti e le attrezzature utilizzate per determinare le proprietà reologiche dei materiali sono chiamati reometri. Questi sistemi restituiscono equazioni costitutive che correlano una grandezza cinematica, come ad esempio velocità o portata, ed una dinamica, come ad esempio forza o coppia. I tipici meccanismi si fondano sulla possibilità di far percorrere al polimero traiettorie chiuse, quindi ripetibili nel tempo senza variare il valore dello sforzo applicato; sono quindi definiti reometri rotazionali. Queste macchine presentano due meccanismi di funzionamento principali: deformazione controllata o sforzo controllato. I reometri a deformazione controllata sono i primi ad essere stati proposti, e presentano generalmente un costo superiore *[12]*. Si registra il valore della coppia attraverso un trasduttore, mentre un motore esterno di elevata potenza determina il gradiente di velocità; non sono adatti per studiare i fenomeni di creep, e di snervamento. I reometri a sforzo controllato calcolano invece la velocità di rotazione, mentre il motore determina sia il moto che la coppia; ciò nonostante la temperatura e la velocità di deformazione non sono perfettamente uniformi nel campione.

Tra le numerose configurazioni geometriche possibili, le principali sono il reometro a cilindri coassiali, piatto-cono e quello piatto-piatto, ed è importante confrontare i risultati ottenuti solo con quelli ricavati con lo stesso sistema, altrimenti ci saranno sicuramente delle incoerenze [2].

I reometri a cilindri coassiali sono composti da un recipiente esterno che contiene un cilindro e nell'intercapedine tra i due viene inserito il materiale del quale si vuole conoscere la viscosità. Il

cilindro viene messo in rotazione e il materiale oppone una certa resistenza imponendo una rotazione al recipiente esterno, la cui velocità angolare viene misurata ed è proporzionale proprio alla viscosità del mezzo *[15]*. Rappresenterebbero in teoria la geometria migliore tra i reometri rotazionali, grazie al fatto che se il gap tra i cilindri è molto ridotto si può assumere costante lo shear rate. Questi reometri sono principalmente utilizzati per materiali a bassa viscosità, altrimenti l'aumento di temperatura a causa dell'attrito può complicare la misura. Un'altra complicazione risiede nel caricamento, nella pulizia della macchina, e nell'assicurare la concentricità dei cilindri *[10]*.

I reometri piatto-cono (*Fig.2.12*) sono i più utilizzati per lo studio delle proprietà viscoelastiche dei fusi. Il polimero viene disposto per l'appunto tra una superficie piana e un cono tagliato al vertice, assemblati su un asse di simmetria comune, per impedirne il contatto con il piatto; uno di questi viene messo in moto rotativo controllato in una piccola camera in cui si può anche lavorare in atmosfera inerte. Viene scelto quando si indaga il valore di viscosità del materiale soffermandosi su bassi shear; si trova in questo modo il punto di ginocchio, ma non i valori dove la viscosità crolla *[19]*. Il vantaggio più evidente è rappresentato dalla possibilità di realizzare un gradiente di deformazione omogeneo e quindi sollecitare il polimero con uno sforzo di taglio costante in tutti i suoi punti. Sono però presenti anche delle problematiche, ad esempio la difficoltà nel mantenere costante il gap tra piatto e cono per tutta la prova, limitandone l'uso a bassi valori di shear rate.



Fig.2.12 Reometro rotazionale piatto-cono [8]

I reometri piatto-piatto si scelgono per un caricamento più agevole, una preparazione più semplice del campione e una maggiore regolarità del flusso. Lavorano in un intervallo di shear rate analogo a quello dei reometri piatto-cono, ed è di fondamentale importanza la scelta del gap tra i piatti. Tuttavia, lo sforzo di taglio non è costante su tutto il campione, ma esistono correzioni specifiche che ne tengono conto durante la misura. Una variante è offerta dalla geometria a dischi eccentrici, con i due piatti paralleli leggermente sfasati di una quantità nota (*Fig.2.13*) [10].



Fig.2.13 Reometro piatto-piatto [22]

Per calcolare la viscosità dei fusi polimerici è inoltre disponibile il reometro capillare (*Fig.2.14*), specialmente quando si vogliono valutare le proprietà del materiale a più alti valori di shear. Il sistema è composto da una camera in cui il fuso, forzato attraverso un pistone o una differenza di pressione, scorre in un capillare intercambiabile a sezione circolare o rettangolare con una certa velocità; conoscendo la portata del materiale e misurando la differenza di pressione alle due estremità del capillare, si ricava la viscosità. Dal momento che la viscosità viene influenzata dalla pressione, e all'interno dello strumento è presente un gradiente di pressione, il valore di viscosità non sarà costante

in tutti i punti della macchina. L'alimentazione può anche essere solida, e considerata la struttura della macchina, è possibile impiegare elevati valori di sforzo tramite il pistone, e quindi si possono studiare polimeri dotati di elevata viscosità. Tramite questo reometro è possibile ricavarsi anche misure caratteristiche relative al fenomeno dello swelling *[8]*.



Fig.2.14 Reometro capillare [8]

Un'ulteriore strumentazione è il plastometro (*Fig.2.15*), ovvero una struttura molto diffusa dato il relativamente basso costo, e dalla quale si ricavano informazioni sulla capacità del materiale di fluire. È composta da un fornetto in cui i pellet di polimero vengono plastificati ad una temperatura standardizzata e costretti a scorrere in un capillare per via del loro peso o attraverso l'applicazione di un peso aggiuntivo. In uscita si valuta il melt flow index (MFI), ovvero una misura in grammi su dieci minuti della portata del fuso che fornisce un'indicazione della viscosità del materiale: più il MFI è basso, più il materiale è viscoso. Viene utilizzato come controllo qualità e per valutare se un materiale è adatto per un processo tecnologico o meno, ma ha una limitata accuratezza e ripetibilità *[8]*.



Fig.2.15 Plastometro [8]

Un'altra alternativa è data dallo slit die rheometer (reometro a feritoia rettangolare) che verrà approfondito nel Capitolo 4.

2.5 La reologia applicata all'estrusione

Nella *Fig.2.16* si possono osservare, per ogni tipologia di lavorazione, le tipiche condizioni di processo relative a viscosità e shear rate.

L'estrusione opera in una zona di shear rate abbastanza elevati, che si trovano nella zona lineare della curva; come già accennato, in questa zona la viscosità del polimero dipende dal gradiente di deformazione e diminuisce di molto all'aumentare di questo.

È molto importante quindi la conoscenza del comportamento reologico del polimero che si sta lavorando, poiché da questo dipendono la portata (quantità di materiale prodotto nell'unità di tempo) e la qualità del manufatto.

Se si hanno esigenze di qualità, per esempio, bisogna essere consapevoli che ogni materiale ha una sua temperatura di lavorazione: una temperatura troppo bassa può portare a difetti sul manufatto (striature o superficie ruvida), mentre una temperatura troppo alta può bruciare o degradare il

materiale. Avere un intervallo di temperatura di lavorazione equivale ad avere un intervallo di viscosità, che equivale a sua volta a lavorare in un certo intervallo di shear rate; bisogna quindi disporre di un impianto di estrusione capace di lavorare con quelle temperature e con quei gradienti di deformazione.



Fig.2.16 Curva reologica e principali processi tecnologici [13]

In modo simile, se si vuole una certa portata, la conoscenza dei valori di viscosità è indispensabile per conoscere l'entità dei gradienti di pressione in gioco; da questo dipende sia la velocità di rotazione della vite dell'estrusione che applica la deformazione, sia la progettazione della filiera.

Estrudere efficacemente significa produrre la maggior quantità possibile della miglior qualità possibile intervenendo sulle condizioni di lavoro; per poter ottimizzare il processo risulta quindi indispensabile conoscere il comportamento reologico del polimero che si sta lavorando.

Diversi compound dello stesso materiale presentano comportamenti reologici molto diversi; in questo lavoro di tesi verranno caratterizzati 12 diversi compound di PVC.

Capitolo 3

PVC e relativi compound studiati

3.1 PVC

PVC è la sigla che indica il cloruro di polivinile (o polivinilcloruro). È un polimero termoplastico ottenuto sintetizzando il cloruro di vinile, avente formula C_2H_3Cl . Rappresenta uno dei polimeri più diffusi al mondo con una produzione di circa 40 milioni di tonnellate all'anno, superato solamente da polietilene e polipropilene *[23]*. È possibile lavorarlo tramite le due principali lavorazioni dei polimeri, estrusione e stampaggio ad iniezione, e tramite altre lavorazioni come calandratura, termoformatura, soffiaggio, espansione, stampaggio rotazionale. Fu scoperto per caso nel 1872, ma dato che in forma pura è un solido bianco, rigido e fragile, non fu possibile la sua lavorazione fino al 1926 quando Waldo Semon della B.F. Goodrich sviluppò una tecnica di miscelamento con degli additivi plastificanti, rendendolo più flessibile e facile da lavorare.

La sua produzione avviene tramite polimerizzazione a catena del cloruro di vinile, ottenendo lunghe molecole lineari del tipo mostrato in *Fig.3.1*.



Fig.3.1 Catena di PVC [24]

La polimerizzazione ha inizio tramite l'aggiunta di un iniziatore, ossia un composto capace di generare radicali. Un radicale è un atomo o una molecola che ha un elettrone spaiato, rendendolo

estremamente reattivo, cioè capace di legarsi alle molecole vicine sottraendo un elettrone. Alcuni iniziatori innescano la reazione velocemente, ma decadono altrettanto velocemente; altri iniziatori hanno un effetto opposto. Solitamente si utilizza una combinazione dei due diversi iniziatori, in modo da conferire alla polimerizzazione un andamento uniforme.

La reazione è di tipo esotermica, ovvero produce calore; è quindi necessario controllare la temperatura all'interno del reattore per evitare un eccessivo surriscaldamento, il quale può portare ad una reazione esplosiva. Inoltre, surriscaldamenti locali di piccola entità possono portare ad alterazioni di proprietà meccaniche e di aspetto, perciò è molto importante disperdere il calore di reazione. Per fare ciò sono possibili diverse soluzioni: polimerizzazione in sospensione, in emulsione, in soluzione.

La polimerizzazione in sospensione è il processo più diffuso (circa l'80% della produzione) e consiste nel mantenere il cloruro di vinile disperso in acqua tramite agitazione. Con l'aggiunta dell'iniziatore, ogni goccia di monomero polimerizza separatamente e si trasforma in una sferetta di polimero, recuperata per filtrazione e asciugatura.

Il processo in emulsione (usato nel 12% della produzione) consiste nel liquefare il cloruro di vinile ed emulsionarlo in acqua tramite sostanze che ne facilitano l'emulsione; si ottiene così un lattice dal quale il polimero viene separato per asciugatura con aria calda o per precipitazione.

La polimerizzazione in soluzione è la meno usata e consiste nel disperdere il cloruro di vinile in un solvente organico in cui il polimero sia insolubile; in questo modo la reazione procede in condizioni controllate e il polimero viene purificato tramite una semplice filtrazione. Si ottiene così un polimero molto puro e dalle caratteristiche omogenee, ma dati i rischi ambientali e di sicurezza che si hanno dall'uso di solventi organici, questo metodo trova applicazione solo in laboratorio o in impianti pilota *[23]*.

Il polimero ottenuto al termine della reazione si presenta come polvere o granulato bianco. È un omopolimero lineare, ossia formato da monomeri della stessa specie, i quali sono uniti tra loro da un estremo all'altro andando a formare un'unica lunga catena. Tra le catene possono formarsi legami di Van del Waals e a idrogeno, ovvero legami deboli. I monomeri sono disposti secondo un abbinamento testa-coda, cioè alternano i gruppi -CH₂- e -CHCl- lungo la catena. La struttura stereochimica è prevalentemente atattica, il che significa che i gruppi laterali sono posizionati casualmente rispetto alla catena principale; in piccola parte è di tipo sindiotattica, ovvero i gruppi laterali si alternano nella loro posizione rispetto alla catena principale, ed è per questo motivo che il polimero presenta un certo grado di cristallinità e non è completamente amorfo.

Circa il 57% della massa del PVC è cloro. La presenza di questo grosso atomo lungo la catena implica, oltre ad una struttura prevalentemente amorfa, la presenza di intense forze coesive dovute alle forze di dipolo, rendendo il materiale poco flessibile e difficile da lavorare.

Le proprietà del PVC dipendono da eventuali additivi aggiunti, ma in linea di massima possono essere presi in considerazione i valori della tabella in *Tab.3.1*, suddivisi per PVC rigidi e morbidi.

Property	Rigid PVC	Flexible PVC
Density (g/cm ³)	1.3–1.45	1.1–1.35
Thermal conductivity (W/m K)	0.14-0.28	0.14-0.17
Yield strength (psi)	4500-8700	1450–3600
Young's modulus (psi)	490,000	
Flexural strength (psi)	10,500	
Compression strength (psi)	9500	
Coefficient of thermal expansion (linear) (mm/mm °C)	5×10 ⁻⁵	
Vicat B (°C)	65–100	Not recommended
Resistivity (Ω m)	10 ¹⁶	10 ¹² -10 ¹⁵
Surface resistivity (Ω)	10 ¹³ -10 ¹⁴	10 ¹¹ -10 ¹²

Tab.3.1 Proprietà del PVC [25]

Il PVC ha una temperatura di fusione che va da 100 °C a 260 °C, ma già alla temperatura di transizione vetrosa (80-85 °C) inizia a scolorarsi e a degradarsi, rendendolo non adatto al processo di estrusione. Inoltre, degradandosi rilascia acido cloridrico (HCl), il quale catalizza l'emissione di altro acido cloridrico dalle unità monomeriche successive. Data l'importanza di evitare il rilascio di acido cloridrico (tossico e molto pericoloso per la salute umana) e di alzare la temperatura di lavorazione, al PVC vengono aggiunti degli stabilizzanti termici che bloccano le reazioni di degradazione, rendendo possibile la lavorazione del polimero fino a 200 °C. Gli stabilizzanti termici sono basati su composti di piombo, bario/zinco, stagno, calcio/zinco o composti organici; agiscono sostituendosi agli atomi di cloro labili oppure assorbendo acido cloridrico.

Oltre a stabilizzanti termici, possono essere aggiunti altri additivi, come pigmenti, plastificanti, lubrificanti, antifiamma e riempitivi.

I pigmenti servono per dare al polimero una colorazione diversa da quella che ha naturalmente, ossia bianca; possono essere a base organica o inorganica a seconda dell'applicazione.

I plastificanti servono per rendere il polimero più flessibile, resiliente e facile da maneggiare. Esistono diversi tipi di plastificanti, adatti ai diversi usi che dovrà avere il prodotto finale; possono essere ftalati (a basso e ad alto peso molecolare), esteri del cicloesano, trimellitati, polimerici, esteri alifatici, esteri

epossidici, bioplastificanti. Nella *Fig.3.2* si può osservare come varia la resistenza a trazione del materiale in funzione del tipo e del contenuto percentuale di plastificante.



Fig.3.2 Dipendenza della resistenza a trazione dal contenuto % di diversi tipi di plastificanti

I lubrificanti sono saponi metallici, cere minerali o siliconi che possono mescolarsi al PVC (lubrificanti interni) abbassandone la viscosità o rimanere a contatto con la superficie esterna del polimero senza mescolarsi (lubrificanti esterni) facilitando lo scorrimento sulle superfici metalliche durante le lavorazioni.

Gli antifiamma sono composti organici contenenti cloro, il quale rallenta la reazione di combustione; il PVC, che contiene cloro, è quindi già di per sé una materia plastica con ottima resistenza alla fiamma. Talvolta però l'aggiunta di additivi (in particolare plastificanti) ne riduce tale proprietà, rendendo necessario l'utilizzo di tali sostanze, come ad esempio triossido di antimonio, zinco borato, zinco stannato o zinco idrossistannato.

I riempitivi sono particelle solide minerali che vengono incorporate nel PVC per migliorare alcune proprietà (scorrevolezza, miscibilità, resistenza all'urto, brillantezza superficiale, caratteristiche antifiamma, etc.) e permettono di ottimizzare i costi di formulazione dati i costi inferiori rispetto al PVC. Vengono utilizzati per di più silicati e carbonati, con una maggior preferenza per il carbonato di calcio. Dalla *Tab.3.2* è possibile vedere come cambiano alcune proprietà in funzione del contenuto percentuale di carbonato di calcio.

0/	Densità (g/cc)	Modulo elastico (MPa)	Carico di snervamento (Kg/m²)
0	1,41	3000	550
10	1,46	3300	470
20	1,52	3600	425
30	1,57	4100	390
40	1,62	5400	365

Tab.3.2 Proprietà in funzione del contenuto (%) di CaCO3

Solitamente per il PVC non si supera il 15% di CaCO₃.

La miscela così ottenuta di resina di PVC e additivi prende il nome di compound. La miscelazione può avvenire sia in fase di produzione dei granuli destinati poi alla lavorazione sia durante la lavorazione stessa. I compound possono essere in granuli o in "dry blend". I granuli si ottengono riscaldando la mescola desiderata e inviandola ad un estrusore; dagli estrusori escono "spaghetti" omogenei di compound di PVC che vengono tagliati da lame apposite in forma di granulo. In forma "dry blend", invece, il polimero viene miscelato con gli additivi necessari, setacciato e imballato come polvere asciutta.

Andando a modificare il tipo di additivo e il suo contenuto percentuale, si ottiene una vasta gamma di compound di PVC, ognuno con determinate proprietà meccaniche, termiche e chimiche, rendendolo un polimero molto versatile. Inoltre, la sua resistenza alla degradazione ne allunga notevolmente la vita utile, andandolo quindi a preferire rispetto ad altre soluzioni meno durevoli in una vasta gamma di applicazioni.

Alcuni dei campi dove viene comunemente utilizzato sono: edilizia (tubi, raccordi, condotti, rivestimenti, isolanti, tende, grondaie, recinzioni, membrane, coperture, etc.), automotive (rivestimenti interni, cruscotti, paraurti, coperture, tappetini, etc.), campo medico (sacche, tubi, capsule, cannule, cateteri, contenitori, protezioni, occhiali, mascherine, boccagli, valvole etc.),

elettronica (scatole, cavi, isolanti, supporti, prese elettriche, connettori, rivestimenti, tastiere, componenti LED, etc.), packaging (confezioni, contenitori, blister, bottiglie, pellicole, etc.), altro (teloni, tovaglie, articoli per la doccia, articoli sportivi, abbigliamento speciale, valigeria, calzature, giocattoli, componenti vari, etc.). In *Tab.3.3* è possibile vedere i principali settori applicativi del PVC in Italia, facendo una media per il periodo di riferimento 2006-2014.

Tab.3.3 Principali settori applicativi del PVC in Italia (la voce "Diversi" indica articoli medicali, usi tecnici e vari) [26]

Media 2006-2014	Valore %
Edilizia/costruzioni	34,22%
Imballaggio	15,48%
Elettricità	7,96%
Cartotecnica	5,22%
Mobile/arredamento	4,43%
Tempo libero	3,42%
Agricoltura	2,36%
Calzature/abbigliamento	1,60%
Elettrodomestici	1,36%
Trasporto	1,61%
Telecomunicazioni	1,95%
Diversi*	10,64%
Export compound	9,72%
Totale	100%

Il PVC, essendo un polimero termoplastico, è riciclabile. L'utilizzo di PVC riciclato permette di raggiungere molti obiettivi di efficienza delle risorse. Per produrre PVC riciclato si stima un consumo di energia primaria tra il 45% e il 90% inferiore rispetto alla produzione di PVC vergine (a seconda del tipo di PVC e del processo di riciclo); inoltre per ogni kg di materiale riciclato, vengono prodotti 2 kg di CO₂ in meno rispetto alla produzione di 1 kg di materiale vergine. Naturalmente la qualità dei prodotti derivati da materiale riciclato è inferiore, andando a limitarne l'uso in alcune applicazioni. I principali mercati di sbocco per il PVC riciclato sono: barriere antirumore, recinzioni, panchine, pedane antiscivolo, pavimentazioni, paraurti, sistemi di drenaggio, cartelli stradali, etc.

3.2 Compound

In questo lavoro di tesi sono stati studiati 12 diversi compound di PVC; ognuno di questi è caratterizzato dalla presenza di diversi additivi in diverse concentrazioni che ne vanno a modificare colore, rigidità, densità, proprietà meccaniche e proprietà termiche.

La presenza o meno di plastificanti porta ad avere, rispettivamente, un materiale plastificato (anche detto morbido) o rigido; tra i 12 compound studiati si trovano 9 rigidi, maggiormente impiegati, e 3 morbidi. La presenza di riempitivi (o cariche) comporta, tra le altre cose, un aumento dei valori di densità e di viscosità; ciò si traduce in una diminuzione della scorrevolezza e sono dunque necessarie temperature e pressioni maggiori durante il processo di estrusione.

Il compound PVC-1 è un materiale rigido trasparente; data la sua natura atossica è impiegato per usi generali.

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico Specific Weight	ISO 1183	g/cm3	1,345
Grado Vicat (5 Kg.) Vicat Point (5 Kg.)	ISO 306	°C	77,5
Durezza Hardness	ISO 868	Shore D	78
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	44,5
Carico di Snervamento Yield Point	ISO 527	N/mm2	46,5
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	170
Modulo Elastico Flexural Modulus	ISO 178	N/mm2	2500
Izod 23 °C Impact Strength	ISO 180	J/m	130
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 0
Caratter. Alimentari Foodstuff Properties	CEE 90/128 - ITA 21/3/73 and updating		NO

<i>Tab.3.3 Scheda tecnica di PVC-1</i>	Tab.3.3	Scheda	tecnica	di P	VC-1
--	---------	--------	---------	------	------

Il compound PVC-2 è un materiale rigido molto caricato di colore bianco; viene impiegato prevalentemente per edilizia, tapparelle, porte, rivestimenti.

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico	ISO 1183	g/cm3	1,500
Specific Weight			
Grado Vicat (5 Kg.)	ISO 306	°C	81
Vicat Point (5 Kg.)			
Durezza	ISO 868	Shore D	82
Hardness			
Carico di Rottura	ISO 527	N/mm2	40,5
Tensile Strength			
Carico di Snervamento	ISO 527	N/mm2	40,5
Yield Point			
Allungamento a Rottura	ISO 527	%	125
Elongation at Break			
Modulo Elastico	ISO 178	N/mm2	3350
Flexural Modulus			
Izod 23 °C	ISO 180	J/m	130
Impact Strength			
Infiammabilità	UL 94 (internal test)	Class	V 0
Inflammability			
Volume Resistivity (20 °C)	ASTM D 257	Ohm x cm	> 10exp15
Dielectric Rigidity (25 °C)	DIN 53481	kV / cm	400 - 480

Il compound PVC-3 è un materiale rigido di colore grigio; viene impiegato prevalentemente nella produzione di profili antiurto.

Tab.3.5 Scheda tecnica di PVC-3

<u>Caratteristica</u>	<u>Metodo di Prova</u>	<u>UM</u>	Valore
Peso Specifico	ISO R 1183	gr/cc (±0.02)	1,42
Carico di Snervamento	ISO R 527	<i>N/mm²</i> >	40
Carico di Rottura	ISO R 527	<i>N/mm²</i> >	34
Allungamento a Rottura	ISO R 527	% >	135
Vicat 5 Kg	ISO R 306	°C (±2)	78
$Izod + 23 \ ^{\circ}C$	ISO R 180	$J/m \ (\pm 50)$	300
Modulo Elastico	ISO 178	<i>N/mm²</i> (±100)	2500

Il compound PVC-4 è un materiale rigido molto caricato di colore grigio; viene comunemente impiegato per profili tecnici con elevata resistenza alla distorsione termica.

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico Specific Weight	ISO 1183	g/cm3	1,600
Grado Vicat (5 Kg.) Vicat Point (5 Kg.)	ISO 306	°C	83 <mark>,</mark> 5
Durezza Hardness	ISO 868	Shore D	83
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	36,5
Carico di Snervamento Yield Point	ISO 527	N/mm2	35
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	110
Modulo Elastico Flexural Modulus	ISO 178	N/mm2	4050
Izod 23 °C Impact Strength	ISO 180 ASTM D 256	J/m	55
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 0
Temperatura minima di esercizio Minimum working temperature	n.a.	°C	-15*
Temperatura massima di esercizio Maximum working temperature	n.a.	°C	65

Tab.3.6 Scheda tecnica di PVC-4

Il compound PVC-5 è un materiale rigido molto caricato di colore marrone; è adatto per profili tecnici da esterno.

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico Specific Weight	ISO 1183-1	g/cm3	1,500
Grado Vicat (50 N) Vicat Point (50 N)	ISO 306 - B50	°C	79,5
Durezza Hardness	ISO 868	Shore D	80
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	37
Carico di Snervamento Yield Point	ISO 527	N/mm2	40
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	140
Modulo Elastico Flexural Modulus	ISO 178	N/mm2	3100
Izod 23 °C Impact Strength	ISO 180 ASTM D 256	J/m	230
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 0

Tab.3.7 Scheda tecnica di PVC-5

Il compound PVC-6 è un materiale rigido abbastanza caricato di colore nero; viene comunemente impiegato per profili antiurto.

Tab.3.8 Scheda tecnica di PVC-6

Caratteristica	Metodo prova	UM	Tolleranza	Valore
Densità (colore naturale)	ISO 1183	gr/cm ³	± 0,02	1.44
Carico di snervamento	ISO 527	N/mm ²	≥	40
Carico di rottura	ISO 527	N/mm ²	≥	35
Allungamento a rottura	ISO 527	%	≥	135
Modulo elastico a trazione	ISO 527	N/mm ²	± 200	2600
Izod +23°C	ISO 180	J/m	≥	200
Vicat Softening Temperature	ISO 306/B-50°C/h	°C	± 2	78
Stabilità termica Rosso Congo	CEI 20-34/3-2	Minuti	≥	35

Il compound PVC-7 è un materiale rigido di colore bianco; è impiegato prevalentemente nella produzione di profili antiurto.

Tab.3.9 Scheda tecnica di PVC-7

<u>Caratteristica</u>	<u>Metodo di Prova</u>	<u>UM</u>	Valore
Peso Specifico	ISO R 1183	gr/cc (±0.02)	1,42
Carico di Snervamento	ISO R 527	<i>N/mm²</i> >	40
Carico di Rottura	ISO R 527	<i>N/mm²</i> >	34
Allungamento a Rottura	ISO R 527	% >	135
Vicat 5 Kg	ISO R 306	°C (±2)	78
$Izod + 23 \ ^{o}C$	ISO R 180	$J/m \ (\pm 50)$	300
Modulo Elastico	ISO 178	<i>N/mm²</i> (±100)	2500

Il compound PVC-8 è un materiale rigido di colore argento; è solitamente impiegato per profili tecnici.

Tab.3.10 Scheda tecnica di PVC-8

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico	ISO 1183-1	g/cm3	1,400
Grado Vicat (50 N)	ISO 306 - B50	°C	79,5
Durezza Hardness	ISO 868	Shore D	76
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	40
Carico di Snervamento Yield Point	ISO 527	N/mm2	43
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	150
Modulo Elastico Flexural Modulus	ISO 178	N/mm2	2600
Izod 23 °C Impact Strength	ISO 180 ASTM D 256	J/m	100
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 0

Il compound PVC-9 è un materiale rigido molto caricato di colore grigio; è impiegato nella produzione di profili tecnici.

INFORMAZIONI TECNICHE	TEST METODO	UNITA' DI MISURA	VALORE
TECHNICAL INFORMATION	TEST METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
PESO SPECIFICO SPECIFIC WEIGHT	ISO 1183	gr/cm3	1,615
DUREZZA HARDNESS	ISO 868	Shore D	82
GRADO VICAT (5Kg) VICAT POINT (5Kg)	ISO 306	°C	81
INFIAMMABILITA' INFLAMMABILITY	UL 94	Classe	V0

Tab.3.11 Scheda tecnica di PVC-9

Il compound PVC-10 è un materiale morbido di colore bianco; è molto utilizzato per guaine di cavi elettrici.

Tab.3.12 Scheda tecnica di PVC-10

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico Specific Weight	ISO 1183	g/cm3	1,245
Durezza Hardness	ISO 868	Shore A	71
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	14
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	320
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 1
Temp. di Inig. a Torsione Cold Flex	ISO 458	°C	- 34
Stabilità Termica Heat Stability	ISO 182A	Minutes	25
Indice di ossigeno Oxygen Index	ISO 4589	%	23
Resistività di Volume (20 °C) Volume Resistivity (20 °C)	ASTM D 257	Ohm x cm	4,8x10 ¹¹
Resistività di Volume (70 °C) Volume Resistivity (70 °C)	ASTM D 257	Ohm x cm	
Gas Alogenidrici Halogenous Gas	CEI 20-37	mg/g	
Rigidità Dielettrica (25 °C) Dielectric Rigidity (25 °C)	ASTM D 149	KV/mm	

Il compound PVC-11 è un materiale morbido trasparente; viene utilizzato per l'isolamento dei cavi elettrici.

TECHNICAL INFORMATION	TESTING METHOD	UNIT OF MEASURE	VALUE
Peso Specifico Specific Weight	ISO 1183	g/cm3	1,240
Durezza Hardness	ISO 868	Shore A	80
Carico di Rottura Tensile Strength	ISO 527	N/mm2	21
Allungamento a Rottura Elongation at Break	ISO 527	%	350
Infiammabilità Inflammability	UL 94 (internal test)	Class	V 1
Temp. di Irrig. a Torsione Cold Flex	ISO 458	°C	- 24
Stabilità Termica Heat Stability	ISO 182A	Minutes	25
Indice di ossigeno Oxygen Index	ISO 4589	%	23
Resistività di Volume (20 °C) Volume Resistivity (20 °C)	ASTM D 257	Ohm x cm	0,07×10 ¹⁴
Resistività di Volume (70 °C) Volume Resistivity (70 °C)	ASTM D 257	Ohm x cm	0,3x10 ¹¹
Gas Alogenidrici Halogenous Gas	CEI 20-37	mg/g	
Rigidità Dielettrica (25 °C) Dielectric Rigidity (25 °C)	ASTM D 149	KV/mm	
KI 20 °C x 24h in acqua	CEI 20-34/0-1	Mohm x Km	
KI 70 °C x 2h in acqua KI 70 °C x 2h in H2O	CEI 20-34/0-1	Mohm x Km	

Tab.3.13 Scheda tecnica di PVC-11

Il compound PVC-12 è un materiale morbido trasparente; viene utilizzato principalmente per profili isolanti.

PROPRIETA'	UNITA'	VALORE
Proprietà Fisiche:		
Peso specifico	g / cm³	1,160
Durezza Shore A - 15 secondi	punti	57
Proprietà Meccaniche:		
Carico di rottura	N / mm ²	12,5
Allungamento a rottura	%	380
Proprietà Termiche:		
Stabilità termica a 200°C	min	30

Tab.3.14 Scheda tecnica di PVC-12

Capitolo 4

Strumentazioni e Metodi

Lo scopo di questa tesi è stato l'ottenimento delle curve reologiche di diversi compound di PVC con l'obiettivo di utilizzare tali dati per la progettazione e la verifica di filiere destinate alle produzioni di profili estrusi.

Al fine di effettuare la modellazione matematica del comportamento reologico dei polimeri esaminati, si è fatto ricorso della rappresentazione a legge di potenza; per le prove sperimentali si è ricorsi all'utilizzo di un reometro a feritoia rettangolare.

Un parametro fondamentale da conoscere per compiere questo studio è sicuramente la densità di ciascun compound fuso alle varie temperature di prova, ma la sua determinazione si è rivelata non esente da particolari problemi, nel corso di questo lavoro di tesi.

I risultati ottenuti sono poi stati utilizzati per la verifica sperimentale di una filiera già esistente.

4.1 Legge di potenza

È stato già discusso nel Capitolo 2 che i fusi polimerici sono fluidi pseudoplastici. La tipica curva per questa tipologia di fluido è rappresentata nella *Fig.4.1*.

Il tipico intervallo di velocità di deformazione di taglio (che, da qui in poi, sarà denominata con il termine inglese "shear rate"), nella maggior parte delle lavorazioni di polimeri, va da 1 s⁻¹ fino ad arrivare a 10000 s⁻¹, e anche di più per alcuni tipi di lavorazione; sempre nella *Fig.4.1* si può notare che in quel intervallo la curva può essere approssimata con una linea retta, e questo è possibile per la maggior parte dei polimeri.

Una linea retta in un grafico doppio logaritmico indica che le variabili possono essere correlate da un'equazione a legge di potenza.

Questa è generalmente scritta come:

$$\eta = m \, \dot{\gamma}^{n-1} \qquad (4.1)$$

o anche:

$$\tau = m \, \dot{\gamma}^n \qquad (4.2)$$

dove m è detta consistenza e n indice di flusso.



Fig.4.1 Curva reologica tipica di un fluido polimerico pseudoplastico [8]

L'indice di flusso n esprime la misura di quanto diminuisca la viscosità all'aumentare della shear rate. Quando n è pari a 1 il fluido è newtoniano. I fluidi pseudoplastici presentano valori di n che vanno da 0 a 1; la maggior parte dei polimeri amorfi (compreso il PVC) ha valori di n inferiore a 0,5. La legge di potenza è semplice dal punto di vista matematico e rappresenta una buona approssimazione dell'andamento della viscosità, ma la sua validità è limitata ad un certo intervallo di velocità di deformazione. Non tiene infatti conto dei due plateau newtoniani e del tratto di transizione da newtoniano a non newtoniano; se per esempio la shear rate tendesse a zero (valori molto bassi di velocità di deformazione), la viscosità così calcolata tenderebbe a zero.

Inoltre, è valida solo per flussi semplici e monodimensionali; per flussi più complicati o tridimensionali bisogna utilizzare un'equazione della legge di potenza più generale di quella vista precedentemente.

Si introduce quindi il tensore delle velocità di deformazione:

$$\Delta = \begin{bmatrix} 2 * \frac{\partial v_x}{\partial x} & \frac{\partial v_x}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial x} & \frac{\partial v_x}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial x} \\ \frac{\partial v_x}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial x} & 2 * \frac{\partial v_y}{\partial y} & \frac{\partial v_y}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial y} \\ \frac{\partial v_x}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial x} & \frac{\partial v_y}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial y} & 2 * \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{bmatrix}$$
(4.3)

Poiché la viscosità è una grandezza scalare, viene messa in relazione con gli invarianti del tensore delle velocità di deformazione, che sono a loro volta grandezze scalari.

$$I_1 = \Delta_{ii} = \Delta_{xx} + \Delta_{yy} + \Delta_{zz} \qquad (4.4)$$

$$I_{2} = \Delta_{ij}\Delta_{ji} = \Delta_{xx}^{2} + \Delta_{yy}^{2} + \Delta_{zz}^{2} + 2\Delta_{xy}^{2} + 2\Delta_{xz}^{2} + 2\Delta_{yz}^{2}$$
(4.5)

$$I_{3} = \det \Delta = \det \begin{bmatrix} \Delta_{xx} & \Delta_{xy} & \Delta_{xz} \\ \Delta_{yx} & \Delta_{yy} & \Delta_{yz} \\ \Delta_{zx} & \Delta_{zy} & \Delta_{zz} \end{bmatrix}$$
(4.6)

Se il fluido si può considerare incomprimibile, il primo invariante è nullo.

Il terzo invariante si annulla quando si hanno flussi rettilinei o bidimensionali. La legge di potenza per un moto generico diventa:

$$\tau_{ij} = \left[m * \left(\sqrt{0.5 * I_2}\right)^{n-1}\right] * \Delta_{ij} \qquad (4.7)$$

4.2 Reometro filiera

Per ricavare i parametri utili alla costruzione delle curve reologiche è stato utilizzato un reometro a feritoia rettangolare; questo reometro è collegato direttamente ad un impianto d'estrusione, svolgendo a tutti gli effetti la funzione di filiera. Questa particolare alternativa ai più comuni reometri rotazionali ha un condotto con sezione rettangolare ed è provvisto di misuratori di pressione in varie posizioni del canale stesso. Una tipica geometria del reometro a feritoia rettangolare si può osservare in *Fig.4.2*.



Fig.4.2 Reometro a feritoia rettangolare [8]

Misurando la portata volumetrica \dot{V} di materiale in uscita dalla feritoia, è possibile determinare il valore apparente di shear rate alla parete (valore massimo) del condotto:

$$\dot{\gamma}_{app\,W} = \frac{6*V}{a*h^2} \qquad (4.8)$$

dove a è la larghezza e h l'altezza della feritoia.

Lo sforzo di taglio alla parete può essere determinato dal gradiente di pressione misurato da un sensore di pressione posto lungo il canale ad una distanza *L* dall'uscita della filiera:

$$\tau_W = \frac{\Delta P h}{L 2} \qquad (4.9)$$

Queste equazioni sono valide per condotti a sezione rettangolare e per rapporti tra lunghezza e altezza della feritoia molto alti, solitamente per a/h > 10 [8]. Si può quindi determinare la viscosità apparente:

$$\eta_{app} = \frac{\tau_W}{\dot{\gamma}_{app\,W}} \qquad (4.10)$$

Bisogna tenere in considerazione che questi sono valori apparenti, ovvero ottenuti utilizzando equazioni valide per i fluidi newtoniani.

Per determinare i valori effettivi è necessario l'utilizzo di opportuni coefficienti di correzione.

Per un fluido non newtoniano che segue la legge di potenza, il valore reale di shear rate alla parete è:

$$\dot{\gamma}_W = \frac{2n+1}{3n} \dot{\gamma}_{app\,W} \qquad (4.11)$$

mentre il valore reale della viscosità è:

$$\eta = \frac{3n}{2n+1}\eta_{app} \qquad (4.12)$$

È necessaria quindi la conoscenza dell'indice di flusso *n*. Questo indice lo si può ricavare tramite regressione lineare, ossia utilizzando il metodo dei minimi quadrati tra sforzo di taglio e shear rate apparente; è possibile utilizzare il valore apparente poiché la retta così ottenuta ha la stessa pendenza di quella che si otterrebbe utilizzando il valore reale, cambia solo l'intercetta.

Se il gradiente di pressione è costante, è possibile estrapolare i valori della pressione lungo tutto il canale. È stato però appurato che gli effetti di pressione e di temperatura causano generalmente un gradiente di pressione non lineare [8].

I vantaggi principali di questa tipologia di reometro sono l'accuratezza dei dati ottenuti utili per l'estrusione e l'intervallo di shear rate in cui opera; d'altro canto, questi reometri necessitano l'utilizzo di sensori di pressione molto precisi e calibrati frequentemente, poiché da questi dipende l'accuratezza dei dati sperimentali ottenuti e quindi dei calcoli che successivamente verranno eseguiti. In caso contrario, i sensori non permetterebbero di ricavare dati utili per caratterizzare il comportamento viscoelastico del materiale.

In particolare, lo slit die rheometer utilizzato durante questo studio di tesi (*Fig.4.3*) presenta le seguenti caratteristiche geometriche:

 $a=0{,}04m$

h = 0,002m

Queste dimensioni soddisfano la condizione a/h > 10 necessaria per rendere valide le equazioni tipiche del reometro a feritoia rettangolare.



Fig.4.3 Slit die rheometer utilizzato

Questo reometro filiera è dotato di tre diversi sensori (*Fig.4.4*), due dei quali (N.1 e N.3) sono in grado di misurare sia la pressione che la temperatura del fuso polimerico all'interno del canale; l'altro, quello nella posizione centrale (N.2), è in grado di misurare solo la pressione.



Fig.4.4 Sensori di pressione e di temperatura

I tre sensori sono posizionati lungo il canale ad una distanza dall'uscita della filiera rispettivamente di:

 $L_1 = 0,105m$

 $L_2 = 0,075m$

 $L_3 = 0,015m$

Durante la sperimentazione con il reometro, i valori misurati di pressione e temperatura sono stati letti attraverso i tre dispositivi con display, montati in un quadro di controllo, come mostrato nella foto di *Fig.4.5*; le misure eseguite avevano una sensibilità di pressione e temperatura rispettivamente di 1 bar e 1 °C.



Fig.4.5 Quadro di controllo con display per la lettura della pressione e della temperatura

Il reometro è stato installato alla fine di un estrusore TM45/25 monovite della Tecno System. Questo modello particolarmente nuovo (anno di costruzione 2018) ha una vite da 45mm e un rapporto L/D della vite pari a 25.

Il cilindro è realizzato in acciaio bimetallico ed è possibile controllarne la temperatura tramite un termoregolatore elettronico a microprocessore; si può controllare in modo indipendente la temperatura di 8 diverse zone (4 nel cilindro vero e proprio, 1 nell'attacco per i tiranti e 3 nella zona di predisposizione alla filiera). Il riscaldamento avviene per mezzo di resistenze elettriche a fascia, mentre il raffreddamento avviene tramite l'utilizzo di elettroventole.

La vite, realizzata in acciaio da nitrurazione, ha un profilo di compressione universale, adatto alla lavorazione di vari polimeri.

Nella Tab.4.1 sono elencate alcune specifiche tecniche dell'estrusore fornite da Tecno System.

Diametro vite	mm	45
L/D		25
Giri vite max.	rpm	57
Motore di comando		MOTORE SIEMENS COMPATTO ASINCRONO
Potenza	kW	17,5
Giri motore max.	rpm	1450
Potenza totale installata senza filiera	kW	25
Capacità tramoggia	dm ³	66
Interasse di estrusione	mm	1050
Lunghezza max.	mm	1800
Larghezza max.	mm	1035
Altezza max. con tramoggia	mm	1850
Peso	kg	1800

Tab.4.1 Specifiche tecniche dell'estrusore TM45/25

4.3 Metodo per l'ottenimento della portata massica dell'estruso polimerico

Le misurazioni hanno avuto inizio attivando l'estrusore e portando in temperatura di prova il cilindro; quest'ultimo è infatti dotato di un sistema di riscaldamento a zone, con il quale è possibile controllare la temperatura di diverse zone del cilindro (*Fig.4.6*), solitamente impostando un gradiente di temperatura crescente all'avvicinarsi all'uscita della filiera.



Fig.4.6 Pannello di controllo dell'estrusore, con in evidenza il controllo di temperatura a zone

Una volta raggiunta la temperatura di prova, si caricava nella tramoggia di alimentazione il materiale sotto forma di granuli tramite un sistema di aspirazione (*Fig.4.7*); si impostava poi la velocità di rotazione della vite (*Fig.4.8*) e si attende che il materiale plasticizzi ed inizi ad uscire dalla filiera.


Fig.4.7 Aspirazione dei granuli



Fig.4.8 Pannello di controllo dell'estrusore, con in evidenza il controllo di velocità di rotazione della vite

Il materiale che iniziava ad uscire dalla filiera presentava dei difetti a causa di impurezze nell'estrusore o di una non completa fusione dei granuli; era opportuno quindi attendere un tempo sufficientemente lungo per regolarizzare il flusso e la qualità dell'estruso. Un flusso non regolare porterebbe a continue variazioni di pressione nel canale; non appena il flusso diventava regolare la pressione registrata dai sensori risultava stabile. Solo in queste condizioni, nel corso della presente sperimentazione, sono stati registrati i valori di pressione e di temperatura rilevati dai vari sensori. Nella *Fig.4.9* si può osservare l'estrusore in funzione durante una delle misurazioni effettuate.



Fig.4.9 Estrusione del compound PVC-1

Per ricavare la portata volumetrica si misurava prima la portata massica, ossia la quantità in grammi di materiale estruso nell'unità di tempo.

Il reometro utilizzato in questo studio di tesi non era dotato di taglio in testa automatico ed è stata quindi necessaria un'operazione di taglio manuale dell'estruso, che in particolare è stata effettuata con una raschietta metallica ogni 120 secondi con l'ausilio di un cronometro. L'intervallo di tempo scelto è stato considerato sufficientemente lungo da minimizzare l'errore dovuto all'operazione manuale di taglio, il quale può dipendere significativamente dall'operatore che la esegue.

Ottenuto il campione, questo viene numerato (*Fig.4.10*) e successivamente pesato (*Fig.4.11*) tramite l'utilizzo di una bilancia avente una sensibilità di 0,1 gr.



Fig.4.10 Campioni numerati di PVC-1



Fig.4.11 Pesatura del campione nº11 del compound PVC-11

4.4 Stima della densità del fuso ottenuto dai vari compound in PVC

Per passare dalla portata massica alla portata volumetrica è necessario conoscere la densità del fuso polimerico alla temperatura di uscita dalla filiera. Solitamente nelle schede tecniche dei compound è riportata la sola densità a temperatura ambiente ed è perciò necessario trovare delle soluzioni per misurare tali grandezze in relazione alla temperatura. Per queste misure ad alte temperature esistono strumenti specifici, per i quali è necessario un certo investimento economico; non avendo a disposizione tali strumenti, sono state ideate diverse soluzioni senza però ottenere risultati affidabili sulla conversione della portata massica nella portata volumetrica. Si è deciso così di ricorrere al modello Tait PVT modificato a 2 domini; questo particolare modello è molto utilizzato da diversi software di simulazione di stampaggio ad iniezione, dove è essenziale la conoscenza della relazione tra pressione, volume e temperatura per simulare la compressibilità del materiale.

Tramite questo modello è possibile ricavarsi il volume specifico \hat{V} (e quindi la densità, dato che questa è l'inverso del volume specifico) in ogni condizione di temperatura T e di pressione P:

$$\hat{V}(T,P) = \hat{V}_0(T) \left[1 - C \ln\left(1 + \frac{P}{B(T)}\right) \right] + \hat{V}_t(T,P)$$
(4.13)

dove C è una costante che vale 0,0894, mentre i parametri \hat{V}_0 , \hat{V}_t e B dipendono dal materiale e dalle condizioni di temperatura e pressione:

$$\hat{V}_0 = \begin{cases} b_{1s} + b_{2s}(T - b_5) & \text{se } T \le b_5 + b_6 P\\ b_{1m} + b_{2m}(T - b_5) & \text{se } T > b_5 + b_6 P \end{cases}$$
(4.14)

$$B = \begin{cases} b_{3s} * \exp[-b_{4s}(T-b_5)] & \text{se } T \le b_5 + b_6 P \\ b_{3m} * \exp[-b_{4m}(T-b_5)] & \text{se } T > b_5 + b_6 P \end{cases}$$
(4.15)

$$\hat{V}_t = \begin{cases} b_7 * \exp[b_8(T - b_5) - (b_9 P)] & \text{se } T \le b_5 + b_6 P \\ 0 & \text{se } T > b_5 + b_6 P \end{cases}$$
(4.16)

Nelle equazioni (4.14), (4.15) e (4.16) compaiono un totale di 13 coefficienti $(b_{1s}, b_{1m}, b_{2s}, b_{2m}, b_{3s}, b_{3m}, b_{4s}, b_{4m}, b_5, b_6, b_7, b_8, b_9)$ caratteristici del materiale.

I coefficienti da utilizzare per calcolare \hat{V}_0 , \hat{V}_t e B dipendono dalle condizioni di temperatura; il termine $b_5 + b_6 P$ indica la temperatura di transizione, la quale è dipendente dalla pressione.

In questo lavoro di tesi sono stati studiati 12 diversi compound di PVC, ognuno caricato con diverse tipologie e diverse quantità di additivi; di questi compound non sono però noti i 13 coefficienti necessari per applicare il modello Tait PVT.

I software di simulazione dello stampaggio a iniezione dispongono di un database contenente tutte le informazioni sulla compressibilità, compresi i coefficienti sopra citati, dei materiali polimerici più comuni. Dal database di uno di questi software si è andati a ricercare i coefficienti relativi ad un PVC rigido esente da cariche (*Tab.4.2*).

b _{1s}	К	0,0007543		
b _{1m}	m^3/kg	0,0007543		
b _{2s}	K/Pa	2,00E-07		
b _{2m}	m^3/kg*K	5,00E-07		
b _{3s}	m^3/kg	2,83E+08		
b _{3m}	Ра	2,12E+08		
b _{4s}	m^3/kg*K	0,003579		
b _{4m}	1/K	4,73E-03		
b ₅	К	350,15		
b ₆	K/Pa	2,00E-07		
b ₇	Ра	0		
b ₈	1/K	0		
b ₉		0		

Applicando il modello Tait PVT, è possibile ricavare la densità di questo materiale in ogni condizione di temperatura e pressione.

Nella *Tab.4.3* sono riportate le densità del PVC non caricato relative alla pressione di 1 bar e alle temperature di 0, 25, 100, 150 e 200 °C. È importante sottolineare che in condizioni standard, ovvero pressione atmosferica (1 bar) e temperatura ambiente (25 °C), la densità così calcolata coincide con quella dichiarata dal produttore di questo PVC.

Nella *Tab.4.4* si osserva come la pressione influenzi la densità del materiale a parità di temperatura. L'intervallo di pressione in cui lavorano gli estrusori (da pochi bar a qualche centinaio di bar) è tale da poter considerare, senza commettere grandi errori, la densità del fuso polimerico indipendente dalla pressione e funzione della sola temperatura.

Pressione	Temperatura	V(T,P)	Densità	
Bar	°C	cm^3/g	g/cm^3	
1	0	0,739	1,353	
1	25	0,744	1,344	
1	100	0,766	1,306	
1	150	0,791	1,265	
1	200	0,816	1,226	

Tab.4.3 Densità a diverse temperature e pressione costante del PVC non caricato

Tab.4.4 Densità a diverse pressioni e temperatura costante del PVC non caricato

Pressione	Temperatura	V(T,P)	Densità	
Bar	°C	cm^3/g	g/cm^3	
1	25	0,744	1,344	
10	25	0,744	1,345	
100	25	0,742	1,348	
1000	25	0,727	1,376	
10000	25	0,653	1,532	

Conoscendo la densità di questo materiale in diverse condizioni di temperatura, è possibile calcolarne la variazione percentuale relativa ad una qualsiasi variazione di temperatura a pressione costante. Nella *Tab.4.5* si possono osservare le riduzioni percentuali di densità del PVC non caricato quando questo viene scaldato a diverse temperature partendo dalla stessa temperatura iniziale di 25 °C e mantenendo una pressione costante di 1 bar. Si è fatto il calcolo per un intervallo di temperature che va da 150 a 210 °C, con passi di 5 °C, perché è questo l'intervallo in cui sono state effettuate le misurazioni per i diversi compound.

Tab.4.5 Riduzione percentuale della densità del PVC senza cariche dovuta a diversi innalzamenti di temperatura partendo da temperatura ambiente

Pressione	Temperatura	Densità	Riduzione rispetto a T ambiente
Bar	°C	g/cm^3	%
1	25	1,344	0,000%
1	150	1,265	5,928%
1	155	1,261	6,224%
1	160	1,257	6,518%
1	165	1,253	6,811%
1	170	1,249	7,102%
1	175	1,245	7,391%
1	180	1,241	7,678%
1	185	1,237	7,963%
1	190	1,233	8,247%
1	195	1,230	8,529%
1	200	1,226	8,809%
1	205	1,222	9,087%
1	210	1,218	9,364%

Nelle schede tecniche fornite dai produttori di compound non sono presenti informazioni riguardo al tipo di cariche aggiunte e alla loro quantità.

Se dalla densità riportata sulle schede tecniche dei vari compound si sottrae il valore di densità del PVC non caricato nelle stesse condizioni di pressione e temperatura, si ottiene la quota di densità dovuta alle cariche aggiunte. È quindi possibile ricavarsi il contenuto percentuale di cariche.

Partendo dai presupposti che in ogni compound la carica presente in maggior misura solitamente è il carbonato di calcio e che questo ha una densità che varia di molto poco nell'intervallo di temperatura delle misure eseguite, si fa l'assunzione che la quota di densità dovuta a tutte le cariche non vari con la temperatura. La variazione di densità si può quindi attribuire alla sola matrice polimerica del compound.

In definitiva, per stimare in modo approssimato la densità di un compound ad una temperatura diversa da quella ambiente si applica la riduzione percentuale relativa a quella temperatura (*Tab.4.5*) alla sola

quantità di matrice polimerica non caricata in PVC, che è nota e pari a 1,344 gr/cm³, e poi aggiungere a questa la quota relativa alle cariche, che è indipendente dalla temperatura.

4.5 Impiego delle curve reologiche ottenute sperimentalmente per la progettazione di filiere di produzione di profili estrusi

I risultati ottenuti dalle misure descritte nei paragrafi precedenti possono essere utilizzati nella progettazione e nella verifica di filiere destinate alla produzione di profili estrusi. In questo studio si è eseguita la verifica sperimentale di una filiera già esistente.

La verifica si svolge nei seguenti passaggi:

- scelta una filiera di produzione ed installata sull'estrusore, si imposta una certa velocità di
 rotazione della vite, si registra il gradiente di pressione che si viene a creare e si misura la
 portata volumetrica relativa a questo gradiente di pressione;
- ricorrendo alle equazioni che descrivono il comportamento reologico dei vari compound, ottenute sperimentalmente mediante il reometro filiera, si imposta la portata volumetrica misurata nel passaggio precedente e si ricava il gradiente di pressione che si deve raggiungere nella stessa filiera.

Se il gradiente di pressione così ottenuto è simile a quello misurato, significa che il modello è accurato.

Per la verifica si è scelta una filiera dedicata alla produzione di un profilo estruso utilizzato come accessorio nel settore dell'arredamento e realizzato con uno dei compound studiati in questo lavoro di tesi: il PVC-6.

Il profilo (*Fig.4.12*) può essere visto come l'unione di tre diversi profili a sezione rettangolare; dato che ha spessore pressoché uniforme in ogni sua parte, ai fini dei calcoli da effettuare in questo studio, esso può essere modellato considerandolo come un unico profilo a sezione rettangolare con lunghezza pari a quella della linea media del profilo stesso.



Fig.4.12 Profilo estruso in PVC-6

Per facilitare il flusso del fuso polimerico, comunemente il canale di adduzione del polimero nella filiera va modificandosi gradualmente partendo dal cilindro dell'estrusore fino ad arrivare all'uscita della stessa, che porta alla produzione del profilo desiderato; per questo motivo la filiera è composta da diverse parti, ognuna delle quali presenta sezioni geometricamente differenti.

Inizialmente si ha un tratto convergente conico a sezione circolare per meglio adattarsi al cilindro dell'estrusore (*Fig.4.13*); poi assume una geometria che assomiglia a quella finale ma più grossolana, con uno spessore del canale pari a 2-5 volte quello finale (*Fig.4.14*) e così rimane finché attraverso un altro tratto conico (*Fig.4.15*) le dimensioni diminuiscono e le geometrie diventano quelle finali dell'estruso da produrre (*Fig.4.16*).



Fig.4.13 Tratto convergente conico a sezione circolare della filiera, visto dal lato in contatto con il sistema cilindro-vite dell'estrusore. Questa geometria è quella di raccordo tra queste due parti rispettivamente di formatura e plastificazione del polimero sottoposto a estrusione



Fig.4.14 Sezione rettangolare con accorgimenti progettuali



Fig.4.15 Secondo tratto conico



Fig.4.16 Sezione finale della filiera

Dalla *Fig.4.14* si può notare come la sezione intermedia non sia formata dall'unione di tre geometrie rettangolari; in realtà anche la sezione finale della filiera presenta geometrie non perfettamente rettangolari ma allargate nelle pareti terminali, come si può osservare in *Fig.4.17*.



Fig.4.17 Allargamento delle pareti terminali della sezione d'uscita

Questi accorgimenti sono stati presi in fase di progettazione tenendo in considerazione la variazione delle geometrie degli estrusi dovute al rigonfiamento che essi subiscono all'uscita dalla filiera come illustrato nel Capitolo 1.

In questa tipologia di profilo si possono avere zone a diversa portata volumetrica, come ad esempio nei punti terminali del profilo, in quanto si ha un'azione frenante aggiuntiva data dalle pareti terminali; un leggero allargamento dello spessore (*Fig.4.17*) consente di aumentare la portata di materiale in questa zona. Inoltre, quando il profilo presenta dei punti angolosi non adeguatamente raccordati, si hanno dei punti con resistenza viscosa minore rispetto agli altri e la portata è maggiore; se è possibile si modifica leggermente la sezione del profilo inserendo delle appendici che hanno un effetto frenante, oppure, come nel caso preso in esame (*Fig.4.18*), si raccordano gli spigoli mantenendo lo spessore uniforme [27].



Fig.4.18 Spigoli vivi raccordati

Dato che lo spessore del profilo rimane costante lungo la linea media del profilo stesso, anche queste sezioni possono essere modellate come un'unica sezione rettangolare.

Per ricavare la differenza di pressione da applicare è possibile quindi utilizzare le equazioni del reometro a feritoia rettangolare. Introducendo la (4.8) nella (4.11) si ottiene:

$$\dot{\gamma}_W = \frac{2(s+2)\dot{V}}{a*h^2}$$
 (4.17)

avendo introdotto $s = \frac{1}{n}$, ossia l'inverso dell'indice di flusso, ed è quindi possibile ricavarsi la shear rate alla parete tramite la portata volumetrica.

Inserendo la (4.9) nell'equazione dei fluidi a legge di potenza (4.2), è possibile ricavare il gradiente di pressione in funzione della velocità di deformazione alla parete:

$$\Delta P = \frac{2 * m * L * (\dot{\gamma}_W)^n}{h}$$
 (4.18)

Nel primo tratto la sezione è circolare, perciò non si possono utilizzare le equazioni del reometro a feritoia rettangolare. Le equazioni per un fluido a legge di potenza che scorre in un canale a sezione circolare sono:

$$\dot{\gamma}_W = \frac{(s+3)\dot{V}}{\pi R^3}$$
 (4.19)

$$\Delta P = \frac{2 * m * L * (\dot{\gamma}_W)^n}{R}$$
 (4.20)

dove R è il raggio della sezione circolare.

Applicando le equazioni adeguate ad ogni sezione, si ottiene il gradiente di pressione relativo ad ogni parte della filiera; sommando i vari contributi, si ottiene il gradiente di pressione da applicare tramite l'estrusore per far scorrere il fuso polimerico attraverso tutta la filiera con la portata desiderata.

Il tratto a sezione circolare, così come uno dei tratti a sezione rettangolare, è convergente conico; non avendo a disposizione equazioni per questa tipologia di canali, si è deciso di discretizzare questi tratti, ossia vengono considerati come se fossero l'unione di tanti tratti a sezione costante, via via decrescente. La scelta del passo di campionamento influisce sull'errore generato dalla discretizzazione: più è piccolo il passo, migliore è l'approssimazione del tratto a profilo conico, minore è l'errore.

Le dimensioni delle sezioni possono essere misurate direttamente dalla filiera tramite strumenti di misura (manuali o macchine tridimensionali).

Misurando le grandezze delle sezioni dei tratti non conici e le lunghezze dei tratti conici è possibile modellare tramite CAD l'intero canale di scorrimento del fuso della filiera (*Fig.4.19* e *Fig.4.20*).



Fig.4.19 Modellazione CAD del canale della filiera con vista in modalità ombreggiata



Fig.4.20 Modellazione CAD del canale della filiera con vista in modalità wireframe

Dalle *Fig.4.21* e *Fig.4.5.22* è possibile osservare, tramite la vista laterale del modello CAD, le lunghezze dei diversi tratti che caratterizzano il canale di scorrimento dell'intera filiera.



Fig.4.21 Vista laterale della modellazione CAD del canale della filiera in modalità ombreggiata



Fig.4.22 Vista laterale della modellazione CAD del canale della filiera in modalità wireframe

Dalle *Fig.4.23* e *Fig.4.24*, tramite una vista frontale della sezione finale della filiera (quella da dove esce il polimero estruso), è possibile osservare le diverse dimensioni delle varie sezioni che compongono il canale.



Fig.4.23 Vista frontale della modellazione CAD del canale della filiera in modalità ombreggiata



Fig.4.24Vista frontale della modellazione CAD del canale della filiera in modalità wireframe

Una volta definiti i passi di campionamento delle varie sezioni che compongono la filiera, è possibile misurare, tramite gli strumenti presenti nel software CAD, le grandezze geometriche delle sezioni discretizzate.

Per il tratto a sezione rettangolare è stato scelto un passo di 0,25 mm; data la lunghezza totale pari a 3,75 mm, si avranno 15 sezioni discrete ognuna con una lunghezza pari al passo di campionamento. Per il tratto a sezione circolare è stato scelto un passo pari a 2,3 mm; la lunghezza di questo tratto è

di 27,6 mm e si avranno quindi 12 sezioni discrete ognuna lunga appunto 2,3 mm.

Nella *Tab.4.6* sono indicate le dimensioni dei tratti a sezione rettangolare, partendo dalla sezione finale della filiera (Sezione 1r) ed andando a ritroso fino ad arrivare alla sezione rettangolare più a monte (Sezione 17r), passando per le 15 sezioni discrete.

Nella *Tab.4.7* sono indicate invece le dimensioni delle 12 sezioni discrete che simulano il tratto convergente, partendo sempre dalla sezione più a valle (Sezione 1c) fino a quella più a monte (Sezione 12c).

Se	ezione 1r			Se	ezione 2r	
а	m	0,03492000		а	m	0,03492000
h	m	0,00095		h	m	0,00095
L	m	0,03125		L	m	0,00025
		•				
Se	ezione 3r			Se	ezione 4r	
а	m	0,03541867		а	m	0,03591734
h	m	0,00122		h	m	0,00149
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Se	ezione 5r	_		Se	ezione 6r	
а	m	0,03641601		а	m	0,03691468
h	m	0,00176		h	m	0,00203
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Sezione 7r				Se	zione 8r	
а	m	0,03741335		а	m	0,03791202
h	m	0,0023		h	m	0,00257
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Sezione 9r				Se	zione 10r	
а	m	0,03841069		а	m	0,03890936
h	m	0,00284		h	m	0,00311
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Se	zione 11r			Sezione 12r		
а	m	0,03940803		а	m	0,03990670
h	m	0,00338		h	m	0,00365
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Se	zione 13r			Se	zione 14r	
а	m	0,04040537		а	m	0,04090404
h	m	0,00392		h	m	0,00419
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Se	zione 15r			Se	zione 16r	
а	m	0,04140271		а	m	0,04190138
h	m	0,00446		h	m	0,00473
L	m	0,00025		L	m	0,00025
Se	zione 17r					
а	m	0,04240000				
h	m	0,005				
L	m	0,0424				

Tab.4.6 Dimensioni dei tratti della filiera a sezione rettangolare

Se	ezione 1c			Se	zione 2c			
R	m	0,00975000		R	m	0,01090909		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		
		•						
Se	ezione 3c			Sezione 4c				
R	m	0,01206818		R	m	0,01322727		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		
Se	Sezione 5c			Se	zione 6c			
R	m	0,01438636		R	m	0,01554545		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		
		•						
Se	ezione 7c			Sezione 8c				
R	m	0,01670454		R	m	0,01786363		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		
Se	ezione 9c			Se	zione 10c			
R	m	0,01902272		R	m	0,02018181		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		
Se	zione 11c			Sezione 12c				
R	m	0,02134090		R	m	0,02250000		
L	m	0,0023		L	m	0,0023		

Tab.4.7 Dimensioni dei tratti della filiera a sezione circolare

Il gradiente di pressione totale viene misurato, tramite un sensore in dotazione con l'estrusore, nel cilindro e non nella filiera, per cui è necessario considerare anche i tratti di canale del cilindro (da valle fino al punto in cui è posizionato il sensore) e dell'anello distanziale interposto tra cilindro e filiera. Entrambi i tratti sono a sezione circolare con raggio pari a quello del cilindro; nella *Tab.4.8* si possono osservare le loro dimensioni.

Tab.4.8 Dimensioni di cilindro e anello distanziale

Sezione a	nello dista	nziale	Sezi	one cilindr	D
R	m	0,04500000	R	m	0,04500000
L	m	0,0201	L	m	0,038

Capitolo 5

Analisi e discussione dei risultati

5.1 Note introduttive per i calcoli effettuati

Nei prossimi paragrafi verranno analizzati i risultati ottenuti mediante il reometro filiera, relativi a tutti i compound studiati in questo lavoro di tesi. Verranno quindi mostrati i grafici doppio logaritmici delle misurazioni e delle corrispettive regressioni lineari ottenute applicando la legge di potenza. Tutte le curve e le corrispondenti rette sono costruite sulla base dei punti ottenuti dalle misure sperimentali: ogni punto indica una diversa shear rate applicata al fuso polimerico, che si traduce in un diverso valore di viscosità. Le diverse shear rate si ottengono variando la velocità di rotazione della vite dell'estrusore.

Per ogni prova sono state utilizzate solitamente 8 diverse velocità di rotazione (3, 9, 15, 21, 27, 33, 39 e 45 rpm) in modo da ottenere 8 diversi punti nel grafico doppio logaritmico. Per alcuni materiali non è stato possibile registrare tutte e 8 le misurazioni a causa di diversi fattori: può accadere infatti che ad alte velocità di rotazione della vite si raggiungano deformazioni tali da degradare il polimero; oppure per alcune condizioni si possono raggiungere pressioni tali da superare il massimo misurabile dai sensori di pressione installati nel reometro filiera.

Per ogni compound sono state eseguite misurazioni a diversi profili di temperatura del cilindro, solitamente due o tre. Come primo profilo di temperatura è stato preso quello a cui solitamente viene estruso il materiale nell'azienda dove è stato svolto il tirocinio; gli altri profili sono stati ottenuti a temperature nell'intorno di questo intervallo, con variazioni di ± 5 o ± 10 °C, a seconda del tipo di compound.

Il reometro è dotato di due sensori di temperatura e si è visto che questi misurano temperature maggiori rispetto a quelle impostate sul cilindro; la differenza aumenta all'aumentare della velocità di rotazione della vite. Questo è dovuto al fatto che lo scorrimento del fuso nella filiera (dove sono presenti i sensori) genera un gradiente di temperatura che è funzione della portata e quindi della

velocità di rotazione della vite. Dato che il fuso esce ad una temperatura diversa da quella impostata nel cilindro, si prende a riferimento quella misurata dal sensore 1 (*Fig.4.4*) che indica la temperatura del fuso proprio in uscita dal sistema cilindro-vite, poiché è su questa che si basa il calcolo della densità del fuso. Inoltre, dato che si avrebbero tante temperature misurate dal sensore 1 quante sono le velocità di rotazione della vite impostate (a parità di profilo di temperatura del cilindro) e quindi altrettante densità, si è deciso di considerare come temperatura di prova la media aritmetica delle 8 diverse temperature misurate durante tutta la prova, poiché la variazione di densità in questo intervallo di temperatura (10-15 °C) può considerarsi trascurabile.

La presenza di tre sensori di pressione dà origine al calcolo di tre diversi sforzi di taglio, che a loro volta permettono di ricavarsi tre diversi valori di viscosità e si ottengono quindi 3 curve da una stessa prova. Se il gradiente di pressione nel canale fosse regolare, si otterrebbero gli stessi risultati e le curve coinciderebbero; come già accennato nel Capitolo 4, così non è e le curve si discostano l'una dalle altre in modo poco significativo. Per ogni prova, si avranno anche tre valori di n e tre valori di m.

Per ogni prova verranno mostrate nei grafici le curve relative a tutti i sensori di pressione; di seguito, per non appesantire questo documento con le numerose figure da inserire, verranno considerati solo i valori relativi ad un solo sensore e, come per la temperatura, è stato scelto il sensore 1.

5.2 PVC-1

Per questo compound sono state eseguite solamente due prove con due diversi profili di temperatura del cilindro; temperature più basse non permettevano la lettura delle pressioni poiché superiori al massimo misurabile dai sensori posti sul reometro filiera, mentre temperature più alte portavano il materiale a degradazione.

I profili di temperatura utilizzati si possono osservare nella *Tab.5.1*, dove la Tc_1 indica la temperatura della zona di cilindro più vicina alla tramoggia di alimentazione e la Tc_7 indica quella della zona più vicina alla filiera.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	170	170	170	170
2	150	160	165	180	180	180	180

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini si possono leggere nelle *Tab.5.2* e *Tab.5.3*, rispettivamente per la prova 1 e prova 2.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Tempo	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	178	175	268	182	36	120	106,0
2	9	180	177	330	226	45	120	293,3
3	15	182	179	334	230	46	120	459,8
4	21	184	181	335	230	45	120	652,8
5	27	186	183	331	227	45	120	834,3
6	33	188	185	325	222	44	120	1004,2
7	39	190	187	323	220	43	120	1174,2
8	45	191	190	321	219	43	120	1357,7

Tab.5.2 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-1

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	187	184	211	145	29	120	112,2
10	9	189	186	263	180	36	120	306,3
11	15	191	189	281	192	38	120	483,8
12	21	192	190	292	200	40	120	683,5
13	27	194	192	293	200	40	120	875,9
14	33	196	194	293	200	40	120	1042,8
15	39	197	195	296	202	40	120	1211,9
16	45	198	196	299	203	40	120	1374,9

Tab.5.3 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-1

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1 e 2:

 $Tp_1 = 185 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 195 \ ^{\circ}C$

A queste temperature, tramite il metodo elaborato nel Paragrafo 4 del Capitolo 4, si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,238 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,230 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori si possono osservare nelle *Tab.5.4* e *Tab.5.5* rispettivamente per le prove 1 e 2.

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋwı	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	254286	241333	233333	121,6	117,4	116,5	2090,9	2055,7	2002,1
2	313333	300000	293333	336,5	324,8	322,5	931,1	923,5	909,6
3	317143	305333	300000	527,5	509,2	505,5	601,2	599,6	593,4
4	318095	305333	293333	749,0	723,0	717,7	424,7	422,3	408,7
5	314286	301333	293333	957,2	924,0	917,3	328,3	326,1	319,8
6	308571	294667	286667	1152,2	1112,2	1104,1	267,8	264,9	259,6
7	306667	292000	280000	1347,6	1300,8	1291,3	227,6	224,5	216,8
8	304762	290667	280000	1557,7	1503,7	1492,8	195,6	193,3	187,6

Tab.5.4 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.5 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ý w1	Ϋ́ w2	Ýwз	η 1	η ₂	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	200000	192000	186667	90,4	92,2	92,4	2212,9	2082,5	2019,5
10	249524	238667	233333	246,7	251,7	252,3	1011,3	948,2	924,7
11	266667	254667	246667	389,7	397,6	398,6	684,3	640,6	618,9
12	277143	265333	260000	550,6	561,7	563,1	503,4	472,4	461,8
13	278095	265333	260000	705,6	719,8	721,6	394,1	368,6	360,3
14	278095	265333	260000	840,0	856,9	859,1	331,1	309,6	302,7
15	280952	268000	260000	976,2	995,9	998,4	287,8	269,1	260,4
16	283810	269333	260000	1107,5	1129,8	1132,6	256,3	238,4	229,6

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di n ed m, riportati nella Tab.5.6.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,08594	0,08958	0,09036	177499	166602	161322
2	0,13313	0,12982	0,12941	115360	112154	109502

Tab.5.6 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (Fig.5.1) e per la prova 2 (Fig.5.2). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; dalle Fig.5.1 e Fig.5.2 si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.1 Curve reologiche della prova 1 del PVC-1



Fig.5.2 Curve reologiche della prova 2 del PVC-1

Le *Fig.5.3* e *Fig.5.4* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.3 Legge di potenza della prova 1 del PVC-1



Fig.5.4 Legge di potenza della prova 2 del PVC-1

Nella *Fig.5.5* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, a parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.5 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-1

La *Fig.5.6* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Queste rette dovrebbero essere traslate e parallele, poiché la teoria afferma che le linearizzazioni di curve ottenute in diverse condizioni di temperatura hanno la stessa pendenza ma diversa intercetta. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele; questo lo si poteva dedurre dai valori di *n* riportati in *Tab.5.6*, i quali sono diversi per le due prove. La differenza non è però di grande entità e può essere attribuita agli errori di misurazione e alle varie assunzioni fatte.



Fig.5.6 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-1

5.3 PVC-2

Per questo compound sono state eseguite tre prove con profili di temperatura del cilindro elevati, poiché molto caricato; durante la prima prova è stato possibile prendere solo 6 misurazioni, poiché ad alte velocità di rotazione della vite la pressione era superiore al massimo misurabile dal sensore. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.7*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	170	170	170	170
2	150	160	165	180	180	180	180
3	150	160	165	190	190	190	190

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.8*, *Tab.5.9* e *Tab.5.10*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	176	175	179	122	24	120	120,7
2	9	178	177	256	174	34	120	317,0
3	15	181	180	298	201	40	120	527,6
4	21	184	183	321	216	42	120	736,7
5	27	186	186	337	226	44	120	957,6
6	33	190	191	345	230	44	120	1081,6

Tab.5.8 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-2

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
7	3	188	189	116	78	14	120	131,3
8	9	187	186	215	145	28	120	342,2
9	15	190	189	251	168	32	120	553,9
10	21	191	191	280	187	36	120	768,7
11	27	194	194	301	201	38	120	988,4
12	33	196	196	317	211	40	120	1216,5
13	39	198	199	331	221	42	120	1450,8
14	45	200	201	342	228	44	120	1669,5

Tab.5.9 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-2

Tab.5.10 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-2

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
15	3	199	200	91	61	11	120	138,2
16	9	197	197	176	118	21	120	357,1
17	15	198	198	219	139	26	120	574,2
18	21	200	200	238	158	29	120	794,0
19	27	201	202	262	174	32	120	1019,4
20	33	203	204	284	189	35	120	1249,9
21	39	204	206	300	200	38	120	1473,7
22	45	206	208	314	209	39	120	1694,1

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 185 \ ^\circ C$

$$Tp_2 = 195 \ ^{\circ}C$$

 $Tp_3 = 200 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,393 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,385 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_3 = 1,382 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.11*, *Tab.5.12* e *Tab.5.13* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Tab.5.11 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	169524	161333	153333	48,2	49,1	49,2	3520,0	3287,2	3114,5
2	242857	230667	220000	126,5	128,9	129,3	1920,1	1789,5	1701,5
3	282857	266667	260000	210,5	214,5	215,2	1343,7	1243,0	1208,2
4	304762	286667	273333	293,9	299,6	300,5	1036,8	957,0	909,6
5	320000	300000	286667	382,1	389,4	390,6	837,5	770,5	733,9
6	327619	305333	286667	431,6	439,8	441,2	759,2	694,3	649,8

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋwı	Ϋw2	Ýwз	η1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
7	109524	102667	86667	43,8	44,0	42,2	2498,8	2331,6	2055,3
8	203810	192000	180000	114,2	114,8	109,9	1784,2	1673,1	1637,9
9	238095	222667	206667	184,9	185,8	177,9	1287,7	1198,7	1161,8
10	265714	248000	233333	256,6	257,8	246,9	1035,5	962,0	945,2
11	285714	266667	246667	329,9	331,5	317,4	865,9	804,5	777,1
12	300952	280000	260000	406,1	408,0	390,7	741,1	686,3	665,5
13	314286	293333	273333	484,3	486,5	465,9	648,9	602,9	586,7
14	324762	302667	286667	557,3	559,9	536,2	582,7	540,6	534,7

Tab.5.12 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Tab.5.13 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
15	85714	80000	66667	42,6	42,6	40,9	2010,9	1877,3	1628,7
16	166667	156000	133333	110,1	110,1	105,8	1513,3	1416,8	1260,6
17	207619	184000	166667	177,1	177,1	170,1	1172,4	1039,2	980,0
18	225714	209333	186667	244,9	244,8	235,2	921,7	855,0	793,7
19	248571	230667	206667	314,4	314,3	301,9	790,6	733,8	684,5
20	269524	250667	226667	385,5	385,4	370,2	699,2	650,4	612,3
21	284762	265333	246667	454,5	454,4	436,5	626,5	583,9	565,1
22	298095	277333	253333	522,5	522,4	501,8	570,5	530,9	504,9

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di n ed m, riportati nella Tab.5.14.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,29978	0,29090	0,28948	54862	53891	51781
2	0,41010	0,40669	0,44053	26064	24771	19362
3	0,47803	0,47826	0,51823	15890	14686	10761

Tab.5.14 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.7*), per la prova 2 (*Fig.5.8*) e per la prova 3 (*Fig.5.9*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.7 Curve reologiche della prova 1 del PVC-2



Fig.5.8 Curve reologiche della prova 2 del PVC-2



Fig.5.9 Curve reologiche della prova 3 del PVC-2

Le *Fig.5.10*, *Fig.5.11* e *Fig.5.12* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.


Fig.5.10 Legge di potenza della prova 1 del PVC-2



Fig.5.11 Legge di potenza della prova 2 del PVC-2



Fig.5.12 Legge di potenza della prova 3 del PVC-2

Nella *Fig.5.13* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.13 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-2

La *Fig.5.14* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele. La differenza non è però di grande entità e può essere attribuita agli errori di misurazione e alle varie assunzioni fatte.



Fig.5.14 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-2

5.4 PVC-3

Per questo compound sono state eseguite tre prove a diversi profili di temperatura del cilindro. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.15*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	170	170	170	170
2	150	160	165	180	180	180	180
3	150	160	165	190	190	190	190

Tab.5.15 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-3

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.16*, *Tab.5.17* e *Tab.5.18*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	175	173	209	145	30	120	116,1
2	9	179	178	293	200	41	120	312,9
3	15	182	180	330	223	45	120	522,1
4	21	184	183	327	220	44	120	745,8
5	27	186	186	326	220	44	120	933,9
6	33	188	188	324	220	43	120	1191,4
7	39	190	191	325	219	43	120	1422,7
8	45	192	195	322	217	42	120	1639,5

Tab.5.16 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-3

Tab.5.17 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-3

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	188	187	147	102	21	120	123,6
10	9	188	187	234	160	32	120	325.8
11	15	191	190	256	174	35	120	547,9
12	21	193	192	274	186	37	120	772,8
13	27	194	193	284	193	39	120	1009,5
14	33	196	196	288	195	39	120	1225,6
15	39	197	198	295	200	39	120	1454,3
16	45	199	200	299	202	40	120	1663,2

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
17	3	199	199	100	69	14	120	128,1
18	9	197	196	183	126	25	120	332,7
19	15	199	198	212	144	30	120	553,5
20	21	201	200	232	158	32	120	788,7
21	27	202	202	250	170	34	120	1016,9
22	33	203	203	260	177	35	120	1247,3
23	39	204	205	270	183	36	120	1470,3
24	45	205	206	277	187	37	120	1679,1

Tab.5.18 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-3

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 185 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 195 \ ^{\circ}C$

 $Tp_3 = 200 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,313 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,305 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.19*, *Tab.5.20* e *Tab.5.21* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ŷw2	Ýwз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	198095	192000	193333	79,3	83,6	95,8	2497,5	2296,7	2019,0
2	278095	265333	266667	213,8	225,3	258,1	1300,9	1177,7	1033,3
3	313333	296000	293333	356,7	375,9	430,6	878,5	787,4	681,2
4	310476	292000	286667	509,5	537,0	615,1	609,4	543,7	466,0
5	309524	292000	286667	638,0	672,5	770,3	485,1	434,2	372,2
6	307619	292000	280000	813,9	857,9	982,6	377,9	340,4	284,9
7	308571	290667	280000	972,0	1024,4	1173,4	317,5	283,7	238,6
8	305714	288000	273333	1120,1	1180,5	1352,2	272,9	244,0	202,1

Tab.5.19 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.20 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	139048	134667	133333	58,1	59,5	60,7	2392,0	2264,1	2196,4
10	221905	212000	206667	153,2	156,8	160,0	1448,2	1352,2	1291,5
11	242857	230667	226667	257,7	263,7	269,1	942,5	874,9	842,3
12	260000	246667	240000	363,5	371,9	379,6	715,3	663,3	632,3
13	269524	256000	253333	474,8	485,8	495,8	567,7	527,0	510,9
14	273333	258667	253333	576,4	589,8	602,0	474,2	438,6	420,8
15	280000	265333	253333	684,0	699,8	714,3	409,4	379,1	354,7
16	283810	268000	260000	782,2	800,4	816,9	362,8	334,9	318,3

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋwı	Ýw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
17	94286	90667	86667	47,6	48,1	47,9	1980,0	1884,1	1809,2
18	173333	166667	160000	123,7	125,0	124,4	1401,5	1333,5	1286,0
19	200952	190667	193333	205,8	207,9	207,0	976,7	917,0	934,0
20	220000	209333	206667	293,2	296,3	294,9	750,4	706,5	700,7
21	237143	225333	220000	378,0	382,0	380,3	627,3	589,9	578,5
22	246667	234667	226667	463,7	468,6	466,4	532,0	500,8	486,0
23	256190	242667	233333	546,6	552,3	549,8	468,7	439,3	424,4
24	262857	248000	240000	624,2	630,8	627,9	421,1	393,2	382,2

Tab.5.21 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.22*.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,15126	0,14132	0,11910	114473	114476	126532
2	0,25693	0,24822	0,24078	54579	54291	55098
3	0,37787	0,37098	0,37395	24768	24403	23405

Tab.5.22 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.15*), per la prova 2 (*Fig.5.16*) e per la prova 3 (*Fig.5.17*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.15 Curve reologiche della prova 1 del PVC-3



Fig.5.16 Curve reologiche della prova 2 del PVC-3



Fig.5.17 Curve reologiche della prova 3 del PVC-3

Le *Fig.5.18*, *Fig.5.19* e *Fig.5.20* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.18 Legge di potenza della prova 1 del PVC-3



Fig.5.19 Legge di potenza della prova 2 del PVC-3



Fig.5.20 Legge di potenza della prova 3 del PVC-3

Nella *Fig.5.21* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.21 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-3

La *Fig.5.22* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele.



Fig.5.22 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-3

5.5 PVC-4

Per questo compound sono state eseguite tre prove con profili di temperatura del cilindro elevati, poiché molto caricato. In nessuna prova si è riusciti a prendere tutte le misurazioni, a causa della pressione superiore al massimo misurabile dal sensore.

I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella Tab.5.23.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	190	190	190	190
2	150	160	165	195	195	195	195
3	150	160	165	200	200	200	200

Tab.5.23 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-4

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.24, Tab.5.25* e *Tab.5.26*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	198	197	142	93	16	120	139,0
2	9	198	197	261	173	31	120	369,0
3	15	200	199	310	207	38	120	627,9
4	21	203	203	336	224	41	120	900,0

Tab.5.24 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-4

Tab.5.25 Dati ottenuti durante la	prova 2 per il 1	PVC-4
-----------------------------------	------------------	-------

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
5	3	202	201	134	88	15	120	141,5
6	9	203	202	238	158	27	120	382,8
7	15	204	204	289	193	35	120	642,7
8	21	207	207	318	212	38	120	913,8
9	27	209	210	342	228	41	120	1178,6

Tab.5.26 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-4

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
10	3	206	206	111	72	11	120	142,1
11	9	207	206	224	149	26	120	379,9
12	15	209	208	263	175	31	120	640,8
13	21	211	212	298	198	35	120	914,7
14	27	213	213	325	216	39	120	1184,3
15	33	215	216	345	230	41	120	1435,2

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 200 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2\!=205~^\circ C$

 $Tp_3 = 210 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,482 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,478 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_3 = 1,474 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.27*, *Tab.5.28* e *Tab.5.29* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Tab.5.27 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ŷw2	Ýwз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	134286	122667	100000	40,2	39,7	37,7	3339,0	3088,4	2653,6
2	247619	229333	200000	106,8	105,4	100,0	2319,3	2175,0	1999,2
3	294286	274667	246667	181,7	179,4	170,2	1619,9	1530,8	1449,0
4	319048	297333	266667	260,4	257,2	244,0	1225,2	1156,2	1092,9

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋ w1	Ŷw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
5	126667	116000	93333	42,3	41,9	39,8	2991,4	2767,5	2344,0
6	225714	209333	173333	114,6	113,4	107,7	1970,4	1846,1	1609,1
7	274286	256000	226667	192,3	190,4	180,9	1426,2	1344,7	1253,3
8	301905	281333	246667	273,4	270,7	257,1	1104,1	1039,3	959,2
9	324762	302667	266667	352,7	349,1	331,7	920,8	866,9	804,0

Tab.5.29 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
10	104762	94667	66667	41,0	40,5	37,3	2554,4	2336,6	1785,6
11	212381	197333	166667	109,6	108,3	99,8	1937,0	1821,9	1669,7
12	249524	232000	200000	184,9	182,7	168,4	1349,2	1269,8	1187,9
13	282857	262667	226667	264,0	260,8	240,3	1071,5	1007,2	943,1
14	308571	286667	253333	341,8	337,7	311,2	902,8	849,0	814,1
15	327619	305333	266667	414,2	409,2	377,1	790,9	746,2	707,2

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.30*.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,47251	0,48417	0,53846	24674	21744	15019
2	0,44525	0,45393	0,50182	25218	22505	15506
3	0,47985	0,49153	0,58207	19396	16996	9335

Tab.5.30 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.23*), per la prova 2 (*Fig.5.24*) e per la prova 3 (*Fig.5.25*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve.



Fig.5.23 Curve reologiche della prova 1 del PVC-4



Fig.5.24 Curve reologiche della prova 2 del PVC-4



Fig.5.25 Curve reologiche della prova 3 del PVC-4

Le *Fig.5.26*, *Fig.5.27* e *Fig.5.28* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.26 Legge di potenza della prova 1 del PVC-4



Fig.5.27 Legge di potenza della prova 2 del PVC-4



Fig. 5.28 Legge di potenza della prova 3 del PVC-4

Nella *Fig.5.29* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.29 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-4

La *Fig.5.30* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come tutte le rette ottenute abbiano praticamente la stessa pendenza.



Fig.5.30 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-4

5.6 PVC-5

Per questo compound sono state eseguite solamente due prove con due diversi profili di temperatura del cilindro; temperature più basse non permettevano la lettura delle pressioni poiché superiori al massimo misurabile dai sensori, mentre temperature più alte portavano il materiale a degradazione. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.31*.

Tab.5.31 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-5

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	180	180	180	180
2	150	160	165	190	190	190	190

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.32* e *Tab.5.33*, rispettivamente per la prova 1 e prova 2.

Tab.5.32 Date	i ottenuti	durante	la prova	1 per il	<i>PVC-5</i>
---------------	------------	---------	----------	----------	--------------

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	186	185	200	135	26	120	141,4
2	9	187	186	294	197	39	120	376,6
3	15	192	191	310	208	41	120	618,0
4	21	193	193	328	219	42	120	863,3
5	27	195	196	337	225	43	120	1089,1
6	33	197	198	343	229	44	120	1314,2
7	39	200	202	346	231	44	120	1545,0
8	45	202	205	348	232	44	120	1780,3

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	s	gr
9	3	196	195	154	105	19	120	146,6
10	9	197	196	227	153	29	120	388,2
11	15	199	199	262	176	34	120	641,1
12	21	201	201	283	190	36	120	882,5
13	27	203	203	298	200	38	120	1125,7
14	33	204	205	310	207	39	120	1351,0
15	39	206	208	318	212	40	120	1584,3
16	45	208	210	324	216	41	120	1817,4

Tab.5.33 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-5

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1 e 2:

 $Tp_1 = 195 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 200 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,385 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,382 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.34* e *Tab.5.35* rispettivamente per le prove 1 e 2.

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η_2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	189524	178667	166667	72,4	73,5	74,9	2616,7	2430,9	2226,5
2	279048	261333	253333	192,9	195,7	199,4	1446,6	1335,0	1270,7
3	294286	276000	266667	316,5	321,2	327,2	929,7	859,2	815,1
4	311429	290667	273333	442,2	448,7	457,0	704,3	647,8	598,1
5	320000	298667	280000	557,9	566,1	576,6	573,6	527,6	485,6
6	325714	304000	286667	673,2	683,1	695,7	483,9	445,0	412,0
7	328571	306667	286667	791,4	803,1	817,9	415,2	381,9	350,5
8	330476	308000	286667	911,9	925,4	942,5	362,4	332,8	304,2

Tab.5.34 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.35 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	145714	138667	120000	59,8	60,9	58,0	2435,0	2277,0	2069,4
10	215238	202667	186667	158,5	161,3	153,5	1358,3	1256,8	1215,7
11	248571	233333	220000	261,7	266,3	253,6	949,9	876,2	867,6
12	268571	252000	233333	360,2	366,6	349,1	745,6	687,4	668,5
13	282857	265333	246667	459,5	467,6	445,3	615,6	567,4	554,0
14	294286	274667	253333	551,5	561,2	534,4	533,6	489,4	474,1
15	301905	281333	260000	646,7	658,1	626,7	466,8	427,5	414,9
16	307619	286667	266667	741,8	755,0	718,9	414,7	379,7	371,0

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.36*.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m 1	m ₂	m ₃
1	0,20788	0,20362	0,19846	84894	81201	78790
2	0,29278	0,28480	0,30791	46545	45495	37173

Tab.5.36 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.31*) e per la prova 2 (*Fig.5.32*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.31 Curve reologiche della prova 1 del PVC-5



Fig.5.32 Curve reologiche della prova 2 del PVC-5

Le *Fig.5.33* e *Fig.5.34* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.33 Legge di potenza della prova 1 del PVC-5



Fig.5.34 Legge di potenza della prova 2 del PVC-5

Nella *Fig.5.35* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.35 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-5

La *Fig.5.36* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele.



Fig.5.36 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-5

5.7 PVC-6

Per questo compound sono state eseguite tre prove con profili di temperatura del cilindro elevati, poiché abbastanza caricato. Nella prima prova si è riusciti a prendere solo 5 misurazioni, a causa della pressione elevata ad alte velocità di rotazione della vite.

I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella Tab.5.37.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	175	175	175	175
2	150	160	165	185	185	185	185
3	150	160	165	195	195	195	195

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.38*, *Tab.5.39* e *Tab.5.40*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Tempo	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	182	180	175	119	24	120	111,8
2	9	183	182	287	193	39	120	315,9
3	15	186	185	320	215	43	120	530,8
4	21	189	188	333	224	44	120	737,5
5	27	191	191	341	229	45	120	953,5

Tab.5.38 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-6

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
6	3	191	190	133	91	18	120	113.8
7	9	192	191	222	150	30	120	323,5
8	15	195	194	260	176	35	120	544,5
9	21	196	196	288	194	39	120	763,2
10	27	198	198	301	203	40	120	984,3
11	33	199	200	314	211	42	120	1189,8
12	39	201	203	321	216	43	120	1413,1
13	45	203	205	328	220	44	120	1636,4

Tab.5.39 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-6

Tab.5.40 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-6

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	s	gr
14	3	202	201	99	68	13	120	119,1
15	9	201	200	174	118	24	120	329,5
16	15	203	203	219	149	30	120	564,4
17	21	204	204	246	165	33	120	790,4
18	27	205	206	263	177	35	120	1011,8
19	33	207	208	280	188	38	120	1219,6
20	39	208	210	290	195	39	120	1429,0
21	45	209	211	303	203	40	120	1636,0

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 185 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 195 \ ^{\circ}C$

 $Tp_3 = 205 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,333 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,325 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_3 = 1,318 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.41*, *Tab.5.42* e *Tab.5.43* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Tab.5.41 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	165714	157333	153333	45,1	45,6	46,1	3672,9	3453,6	3326,1
2	272381	256000	253333	127,5	128,7	130,3	2136,6	1988,8	1944,8
3	303810	285333	280000	214,2	216,3	218,9	1418,3	1319,2	1279,3
4	316190	297333	286667	297,6	300,5	304,1	1062,4	989,4	942,7
5	323810	304000	293333	384,8	388,5	393,2	841,5	782,4	746,1

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ý w1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
6	125714	120000	113333	44,7	45,2	44,3	2810,3	2654,2	2559,4
7	210476	198667	193333	127,2	128,5	125,9	1655,2	1545,8	1535,9
8	246667	233333	226667	214,0	216,3	211,9	1152,5	1078,6	1069,8
9	273333	257333	253333	300,0	303,2	297,0	911,1	848,7	853,1
10	285714	269333	260000	386,9	391,1	383,0	738,4	688,7	678,8
11	298095	280000	273333	467,7	472,7	463,0	637,4	592,3	590,4
12	304762	286667	280000	555,5	561,4	549,9	548,7	510,6	509,2
13	311429	292000	286667	643,2	650,1	636,7	484,2	449,1	450,2

Tab.5.42 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Tab.5.43 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
14	93333	89333	80000	41,2	41,6	40,3	2266,2	2146,3	1986,6
15	164762	156000	153333	113,9	115,2	111,4	1446,0	1354,7	1376,3
16	207619	197333	193333	195,2	197,2	190,8	1063,8	1000,5	1013,1
17	233333	218667	213333	273,3	276,2	267,2	853,7	791,6	798,3
18	249524	234667	226667	349,9	353,6	342,1	713,2	663,6	662,6
19	265714	249333	246667	421,7	426,2	412,4	630,0	585,0	598,2
20	275238	258667	253333	494,2	499,4	483,2	557,0	518,0	524,3
21	287619	269333	260000	565,7	571,7	553,1	508,4	471,1	470,0

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.44*.

Prova	n ₁ n ₂		n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,31603	0,31109	0,30519	53060	51085	51150
2	0,33333	0,32749	0,33904	38696	37577	34472
3	0,42099	0,41291	0,43898	21059	20673	17569

Tab.5.44 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.37*), per la prova 2 (*Fig.5.38*) e per la prova 3 (*Fig.5.39*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.37 Curve reologiche della prova 1 del PVC-6



Fig.5.38 Curve reologiche della prova 2 del PVC-6



Fig. 5.39 Curve reologiche della prova 3 del PVC-6

Le *Fig.5.40*, *Fig.5.41* e *Fig.5.42* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.40 Legge di potenza della prova 1 del PVC-6



Fig.5.41 Legge di potenza della prova 2 del PVC-6



Fig.5.42 Legge di potenza della prova 3 del PVC-6

Nella *Fig.5.43* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.43 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-6

La *Fig.5.44* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute dalle prove 1 e 2 abbiano praticamente la stessa pendenza, mentre la retta ottenuta dalla prova 3 abbia una pendenza diversa.



Fig.5.44 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-6

5.8 PVC-7

Per questo compound sono state eseguite tre prove con diversi profili di temperatura del cilindro. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.45*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	175	175	175	175
2	150	160	165	185	185	185	185
3	150	160	165	195	195	195	195

Tab.5.45 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-7

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.46*, *Tab.5.47* e *Tab.5.48*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	181	180	169	117	25	120	117,5
2	9	182	181	272	185	37	120	311,8
3	15	186	184	294	199	40	120	525,5
4	21	188	187	303	205	41	120	748,6
5	27	190	189	309	209	42	120	981,9
6	33	191	191	312	211	42	120	1194,3
7	39	194	194	313	212	42	120	1421,4
8	45	196	197	312	211	41	120	1631,3

Tab.5.46 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-7

Tab.5.47 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-7

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	192	191	133	92	19	120	128,7
10	9	192	191	210	143	29	120	324,5
11	15	194	193	236	161	33	120	528,6
12	21	196	196	255	173	35	120	756,8
13	27	197	197	271	184	37	120	992,9
14	33	199	199	279	189	38	120	1210,2
15	39	201	201	286	193	39	120	1437,6
16	45	202	203	290	196	39	120	1642,7
Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
-------------	-----------	----------------	----------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------	-------	--------------
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
17	3	200	199	107	73	15	120	130,6
18	9	200	199	165	113	24	120	329,2
19	15	203	202	190	130	27	120	537,7
20	21	204	204	216	146	30	120	764,8
21	27	205	205	234	159	32	120	998,9
22	33	207	207	246	166	33	120	1214,8
23	39	208	209	257	173	34	120	1455,0
24	45	209	210	265	178	36	120	1657,1

Tab.5.48 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-7

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 190 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 195 \ ^\circ C$

 $Tp_3 = 205 \ ^\circ C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,309 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,305 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.49*, *Tab.5.50* e *Tab.5.51* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η_2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	160000	154667	160000	62,3	63,9	69,6	2566,3	2418,7	2300,3
2	258095	245333	240000	165,4	169,7	184,6	1560,0	1445,8	1300,3
3	279048	264000	260000	278,8	286,0	311,1	1000,8	923,1	835,8
4	287619	272000	266667	397,2	407,4	443,1	724,1	667,6	601,8
5	293333	277333	273333	521,0	534,4	581,2	563,0	519,0	470,3
6	296190	280000	273333	633,7	650,0	707,0	467,4	430,8	386,6
7	297143	281333	273333	754,2	773,6	841,4	394,0	363,7	324,9
8	296190	280000	266667	865,6	887,8	965,7	342,2	315,4	276,2

Tab.5.49 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.50 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋwı	Ý w₂	Ý wз	η 1	η 2	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	125714	121333	120000	55,5	56,4	56,9	2265,8	2149,4	2109,3
10	199048	189333	186667	139,9	142,3	143,4	1422,8	1330,3	1301,3
11	223810	213333	213333	227,9	231,8	233,7	982,1	920,1	913,0
12	241905	229333	226667	326,3	331,9	334,5	741,4	690,9	677,5
13	257143	244000	240000	428,0	435,5	438,9	600,7	560,3	546,8
14	264762	250667	246667	521,7	530,8	535,0	507,5	472,2	461,1
15	271429	256000	253333	619,8	630,5	635,5	438,0	406,0	398,6
16	275238	260000	253333	708,2	720,5	726,2	388,7	360,9	348,9

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	ŋ 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
17	100952	96000	93333	50,7	51,2	51,9	1991,8	1875,1	1798,8
18	156190	149333	153333	127,8	129,0	130,8	1222,5	1157,2	1172,4
19	180000	172000	173333	208,7	210,8	213,6	862,6	816,0	811,4
20	204762	193333	193333	296,8	299,8	303,8	689,9	644,9	636,3
21	221905	210667	206667	387,7	391,6	396,9	572,4	538,0	520,8
22	233333	220000	213333	471,4	476,2	482,6	494,9	462,0	442,0
23	243810	229333	220000	564,7	570,4	578,1	431,8	402,1	380,6
24	251429	236000	233333	643,1	649,6	658,3	391,0	363,3	354,4

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.52*.

<i>Tab.5.52</i>	Valori	di n	ed m	per	tutte	le	prove
-----------------	--------	------	------	-----	-------	----	-------

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,21423	0,20666	0,18387	75757	74767	82750
2	0,29404	0,28613	0,28265	42538	42065	42252
3	0,35263	0,34665	0,33892	26731	26090	26795

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.45*), per la prova 2 (*Fig.5.46*) e per la prova 3 (*Fig.5.47*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.45 Curve reologiche della prova 1 del PVC-7



Fig.5.46 Curve reologiche della prova 2 del PVC-7



Fig.5.47 Curve reologiche della prova 3 del PVC-7

Le *Fig.5.48*, *Fig.5.49* e *Fig.5.50* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.48 Legge di potenza della prova 1 del PVC-7



Fig.5.49 Legge di potenza della prova 2 del PVC-7



Fig.5.50 Legge di potenza della prova 3 del PVC-7

Nella *Fig.5.51* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.51 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-7

La *Fig.5.52* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele.



Fig.5.52 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-7

5.9 PVC-8

Per questo compound sono state eseguite tre prove con diversi profili di temperatura del cilindro. Durante le prime due prove è stato possibile fare solo 6 misurazioni, poiché ad alte velocità di rotazione della vite l'estruso presentava delle bolle d'aria che invalidavano la misurazione. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.53*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	170	170	170	170
2	150	160	165	180	180	180	180
3	150	160	165	190	190	190	190

Tab.5.53 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-8

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.54, Tab.5.55* e *Tab.5.56*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Tempo	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	176	175	135	93	18	120	88,7
2	9	176	175	213	147	30	120	238,9
3	15	179	178	256	174	35	120	381,7
4	21	181	180	285	195	39	120	531,1
5	27	183	182	306	207	41	120	708,3
6	33	185	185	321	217	42	120	899,0

Tab.5.54 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-8

Tab.5.55 Dati ottenuti durante la	prova 2 per il PVC-8
-----------------------------------	----------------------

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
7	3	185	184	115	78	14	120	95,2
8	9	185	184	183	125	25	120	255,6
9	15	188	188	213	145	29	120	404,5
10	21	190	189	242	164	33	120	561,6
11	27	190	190	267	180	36	120	738,5
12	33	192	192	284	191	38	120	932,9

Tab.5.56 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-8

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
13	3	195	194	93	64	13	120	99,9
14	9	196	195	155	106	21	120	263,8
15	15	197	196	185	126	25	120	417,6
16	21	198	198	207	140	28	120	587,7
17	27	199	200	229	155	30	120	769,8
18	33	200	201	246	166	33	120	961,0
19	39	201	202	260	174	34	120	1175,9
20	45	203	205	270	182	35	120	1393,4

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 180 \ ^{\circ}C$

 $Tp_3 = 200 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,297 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,289 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_3 = 1,282 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.57*, *Tab.5.58* e *Tab.5.59* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Tab.5.57 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η ₁	η ₂	η 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	127619	122667	113333	33,0	33,4	32,7	3872,0	3676,6	3461,1
2	201905	194667	193333	88,8	89,9	88,2	2274,4	2166,3	2192,2
3	242857	230667	226667	141,8	143,6	140,9	1712,3	1606,6	1608,6
4	270476	258667	253333	197,3	199,8	196,1	1370,5	1294,8	1292,1
5	290476	274667	266667	263,2	266,4	261,5	1103,7	1030,9	1019,8
6	304762	288000	273333	334,1	338,2	331,9	912,3	851,7	823,6

Tab.5.58 Valori di s	forzo di taglio.	velocità di def	^c ormazione e	viscosità i	per la p	prova 2
100.0.00 / 01011 01 5	<i>joi 20 un nagno</i> ,	reroerrer en erej	0111101210110 0	riscostier p		101012

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ŷw2	Ýwз	η 1	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
7	108571	102667	86667	34,7	34,8	32,2	3132,5	2949,4	2689,7
8	173333	165333	160000	93,1	93,5	86,5	1862,6	1769,0	1849,5
9	201905	192000	186667	147,3	147,9	136,9	1371,0	1298,1	1363,4
10	229524	217333	213333	204,5	205,3	190,1	1122,6	1058,4	1122,3
11	253333	238667	233333	268,9	270,0	250,0	942,2	883,8	933,5
12	269524	253333	246667	339,6	341,1	315,8	793,5	742,7	781,2

Tab.5.59 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ý w2	Ýwз	η 1	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
13	87619	84000	80000	36,4	36,9	36,9	2405,5	2279,1	2166,9
14	146667	140000	133333	96,2	97,3	97,5	1524,9	1438,5	1367,7
15	175238	166667	160000	152,3	154,1	154,3	1150,9	1081,8	1036,8
16	196190	185333	180000	214,3	216,8	217,2	915,6	854,8	828,8
17	217143	205333	193333	280,7	284,0	284,5	773,7	723,0	679,6
18	233333	220000	213333	350,4	354,6	355,1	665,9	620,5	600,7
19	246667	230667	220000	428,7	433,8	434,6	575,3	531,7	506,3
20	256190	241333	226667	508,0	514,1	514,9	504,3	469,4	440,2

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.60*.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,38071	0,37265	0,38513	35220	34790	31833
2	0,39917	0,39609	0,45698	27190	26089	18997
3	0,40205	0,39361	0,39243	22114	21793	20928

Tab.5.60 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.53*), per la prova 2 (*Fig.5.54*) e per la prova 3 (*Fig.5.55*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.53 Curve reologiche della prova 1 del PVC-8



Fig.5.54 Curve reologiche della prova 2 del PVC-8



Fig.5.55 Curve reologiche della prova 3 del PVC-8

Le *Fig.5.56*, *Fig.5.57* e *Fig.5.58* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.56 Legge di potenza della prova 1 del PVC-8



Fig.5.57 Legge di potenza della prova 2 del PVC-8



Fig.5.58 Legge di potenza della prova 3 del PVC-8

Nella *Fig.5.59* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.59 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-8

La *Fig.5.60* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come tutte le rette ottenute abbiano praticamente la stessa pendenza.



Fig.5.60 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-8

5.10 PVC-9

Per questo compound sono state eseguite solamente due prove con due diversi profili di temperatura del cilindro; temperature più basse non permettevano la lettura delle pressioni poiché superiori al massimo misurabile dai sensori, mentre temperature più alte portavano il materiale a degradazione. Durante la seconda prova sono state fatte solo 5 misurazioni. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.61*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	150	160	165	185	185	185	185
2	150	160	165	195	195	195	195

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.62* e *Tab.5.63*, rispettivamente per la prova 1 e prova 2.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Tempo	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	190	188	105	70	11	120	135,5
2	9	192	190	182	119	21	120	342,3
3	15	194	193	236	154	27	120	570,7
4	21	196	196	267	176	31	120	813,2
5	27	198	198	293	193	34	120	1063,9
6	33	200	200	313	206	37	120	1300,8
7	39	202	203	328	216	39	120	1529,4
8	45	204	205	340	224	40	120	1754,8

Tab.5.62 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-9

Tab.5.63 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-9

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	200	200	91	59	9	120	144,4
10	9	201	200	155	102	16	120	366,9
11	15	203	202	199	130	22	120	605,1
12	21	204	204	235	154	26	120	847,0
13	27	206	206	262	172	30	120	1104,1

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1 e 2:

 $Tp_2 = 200 \ ^{\circ}C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,500 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,497 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.64* e *Tab.5.65* rispettivamente per le prove 1 e 2.

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋw1	Ŷw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η 2	η₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	99048	92000	66667	39,5	39,6	36,9	2505,3	2323,8	1804,4
2	172381	157333	133333	99,9	100,0	93,3	1726,0	1573,2	1428,6
3	223810	204000	173333	166,5	166,7	155,6	1344,1	1223,4	1113,9
4	253333	233333	200000	237,3	237,6	221,7	1067,7	982,1	902,0
5	278095	256000	220000	310,4	310,8	290,1	895,9	823,6	758,4
6	297143	273333	240000	379,5	380,1	354,7	782,9	719,2	676,7
7	311429	286667	253333	446,2	446,9	417,0	697,9	641,5	607,5
8	322857	297333	260000	512,0	512,7	478,5	630,6	579,9	543,4

Tab.5.64 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ϋ w1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	85714	77333	53333	39,2	38,9	35,9	2188,3	1986,9	1487,0
10	146667	134667	100000	99,5	98,9	91,1	1473,7	1361,7	1097,3
11	188571	172000	140000	164,1	163,1	150,3	1148,9	1054,6	931,5
12	222857	204000	166667	229,8	228,3	210,4	970,0	893,5	792,2
13	248571	228000	193333	299,5	297,6	274,2	830,0	766,1	705,0

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.66*.

Tab.5.66	Valori	di n e	ed m per	tutte le prove
----------	--------	--------	----------	----------------

Prova	n ₁	n ₂	n ₃ m ₁		m ₂	m ₃	
1	0,45422	0,45304	0,51911	20221	18699	11497	
2	0,52678	0,53370	0,63714	12656	11207	5550	

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.61*) e per la prova 2 (*Fig.5.62*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale si traduca in una non perfetta sovrapposizione delle curve.



Fig.5.61 Curve reologiche della prova 1 del PVC-9



Fig.5.62 Curve reologiche della prova 2 del PVC-9

Le *Fig.5.63* e *Fig.5.64* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig. 5.63 Legge di potenza della prova 1 del PVC-9



Fig.5.64 Legge di potenza della prova 2 del PVC-9

Nella *Fig.5.65* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.65 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-9

La *Fig.5.66* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele.



Fig.5.66 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-9

5.11 PVC-10

Per questo compound sono state eseguite solamente due prove con due diversi profili di temperatura del cilindro; temperature più basse non permettevano la lettura delle pressioni poiché superiori al massimo misurabile dai sensori, mentre temperature più alte portavano il materiale a degradazione. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.67*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	140	145	150	150	150	150	150
2	140	145	150	160	160	160	160

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.68* e *Tab.5.69*, rispettivamente per la prova 1 e prova 2.

Tab.5.68 Dati ottenuti dur	rante la prova .	per il PVC-10
----------------------------	------------------	---------------

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	158	154	49	36	8	120	77,2
2	9	159	156	74	53	11	120	213,9
3	15	159	156	90	64	13	120	338,5
4	21	158	156	99	71	15	120	448,1
5	27	159	157	103	74	15	120	555,6
6	33	160	158	107	76	16	120	658,9
7	39	160	158	111	79	16	120	758,0
8	45	160	158	114	81	17	120	854,7

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	166	162	44	32	7	120	79,2
10	9	166	162	69	50	11	120	218,4
11	15	166	163	77	56	12	120	344,1
12	21	169	167	82	58	13	120	475,7
13	27	170	168	86	62	13	120	587,4
14	33	169	167	93	65	14	120	682,6
15	39	169	167	97	69	14	120	784,4
16	45	169	167	99	70	15	120	890,3

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1 e 2:

 $Tp_1 = 160 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 170 \ ^\circ C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,157 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,150 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.70* e *Tab.5.71* rispettivamente per le prove 1 e 2.

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋwı	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	45714	46667	46667	33,4	33,9	34,0	1370,3	1374,9	1370,6
2	69524	69333	66667	92,4	94,0	94,3	752,1	737,2	706,6
3	84762	84000	80000	146,3	148,8	149,3	579,4	564,4	535,8
4	93333	93333	93333	193,6	197,0	197,6	482,0	473,7	472,2
5	97143	97333	93333	240,1	244,3	245,1	404,6	398,4	380,9
6	100952	100000	100000	284,7	289,7	290,6	354,5	345,2	344,1
7	104762	104000	100000	327,6	333,3	334,3	319,8	312,1	299,1
8	107619	106667	106667	369,4	375,8	377,0	291,4	283,8	283,0

Tab.5.70 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.71 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	40952	41333	40000	36,1	36,9	36,4	1133,1	1118,7	1097,4
10	64762	65333	66667	99,7	101,9	100,5	649,8	641,2	663,3
11	72381	73333	73333	157,0	160,5	158,4	461,0	456,8	463,1
12	77143	76000	80000	217,1	221,9	218,9	355,4	342,5	365,4
13	80952	81333	80000	268,0	274,0	270,3	302,0	296,8	295,9
14	87619	85333	86667	311,5	318,4	314,1	281,3	268,0	275,9
15	91429	90667	86667	357,9	365,9	361,0	255,4	247,8	240,1
16	93333	92000	93333	406,3	415,3	409,7	229,7	221,5	227,8

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.72*.

Prova	n ₁	n ₂ n ₃		m ₁	m ₂	m ₃
1	0,35715	0,34680	0,34496	13590	14221	14041
2	0,32918	0,31743	0,32458	13221	13912	13470

Tab.5.72 Valori di n ed m per tutte le prove

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.67*) e per la prova 2 (*Fig.5.68*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.67 Curve reologiche della prova 1 del PVC-10



Fig.5.68 Curve reologiche della prova 2 del PVC-10

Le *Fig.5.69* e *Fig.5.70* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.69 Legge di potenza della prova 1 del PVC-10



Fig.5.70 Legge di potenza della prova 2 del PVC-10

Nella *Fig.5.71* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.71 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-10

La *Fig.5.72* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute non siano proprio parallele.



Fig.5.72 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-10

5.12 PVC-11

Per questo compound sono state eseguite tre prove a diversi profili di temperatura del cilindro. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.73*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	140	145	150	150	150	150	150
2	140	145	150	155	155	155	155
3	140	145	150	160	160	160	160

|--|

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.74*, *Tab.5.75* e *Tab.5.76*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Tempo	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	159	154	83	60	13	120	78,9
2	9	158	154	122	87	18	120	210,3
3	15	159	155	135	96	20	120	321,5
4	21	159	156	142	101	21	120	428,3
5	27	160	157	146	103	21	120	534,1
6	33	161	158	148	105	22	120	645,8
7	39	162	159	151	107	22	120	757,6
8	45	163	160	152	108	22	120	879,0

Tab.5.74 Dati ottenuti durante la prova 1 per il PVC-11

Tab.5.75 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-11

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	164	161	78	56	11	120	79,6
10	9	164	160	117	83	17	120	212,5
11	15	164	160	129	92	19	120	326,5
12	21	164	161	132	94	20	120	436,9
13	27	165	162	136	96	20	120	545,7
14	33	166	163	140	99	20	120	660,9
15	39	166	163	143	101	21	120	775,0
16	45	167	164	146	103	21	120	894,9

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
17	3	169	166	71	51	10	120	80,2
18	9	168	165	106	76	15	120	215,5
19	15	168	165	118	84	18	120	332,1
20	21	169	166	121	86	18	120	444,7
21	27	170	168	125	88	18	120	557,7
22	33	171	168	129	92	19	120	673,9
23	39	171	168	134	95	19	120	794,6
24	45	171	168	137	97	20	120	915,8

Tab.5.76 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-11

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 160 \ ^{\circ}C$

 $Tp_2 = 165 \ ^{\circ}C$

 $Tp_3 = 170 \ ^\circ C$

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,152 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,148 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.77*, *Tab.5.78* e *Tab.5.79* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	78095	78667	80000	43,1	44,0	45,2	1809,9	1788,1	1768,4
2	115238	114667	113333	115,0	117,3	120,6	1002,0	977,9	939,9
3	127619	126667	126667	175,8	179,3	184,3	725,8	706,6	687,2
4	134286	133333	133333	234,2	238,8	245,6	573,3	558,3	543,0
5	138095	136000	133333	292,1	297,8	306,2	472,8	456,7	435,4
6	140000	138667	140000	353,2	360,1	370,3	396,4	385,1	378,1
7	142857	141333	140000	414,3	422,4	434,4	344,8	334,6	322,3
8	143810	142667	140000	480,7	490,1	504,0	299,2	291,1	277,8

Tab.5.77 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.78 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋwı	Ϋw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	73333	73333	66667	43,7	44,4	41,0	1679,3	1652,1	1627,9
10	110476	109333	106667	116,6	118,5	109,3	947,7	922,7	975,7
11	121905	121333	120000	179,1	182,1	168,0	680,6	666,4	714,4
12	124762	124000	126667	239,7	243,6	224,8	520,5	509,0	563,5
13	128571	126667	126667	299,4	304,3	280,7	429,5	416,2	451,2
14	132381	130667	126667	362,6	368,5	340,0	365,1	354,5	372,5
15	135238	133333	133333	425,2	432,2	398,7	318,1	308,5	334,4
16	138095	136000	133333	490,9	499,0	460,4	281,3	272,5	289,6

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ϋw1	Ϋw2	Ýwз	η 1	η ₂	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
17	66667	66667	60000	42,8	43,4	40,0	1556,2	1534,5	1501,1
18	100000	100000	93333	115,1	116,7	107,4	868,7	856,6	869,0
19	111429	110667	113333	177,4	179,9	165,5	628,1	615,2	684,7
20	114286	113333	113333	237,5	240,9	221,6	481,1	470,5	511,3
21	118095	116000	113333	297,9	302,1	278,0	396,4	384,0	407,7
22	121905	121333	120000	360,0	365,1	335,9	338,6	332,4	357,3
23	126667	125333	120000	424,5	430,4	396,0	298,4	291,2	303,0
24	129524	128000	126667	489,2	496,1	456,4	264,8	258,0	277,5

Tab.5.79 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.80*.

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,24703	0,24000	0,23037	33368	34248	35690
2	0,24716	0,24122	0,27249	31372	31948	27037
3	0,25829	0,25289	0,28748	27235	27729	22879

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.73*), per la prova 2 (*Fig.5.74*) e per la prova 3 (*Fig.5.75*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.73 Curve reologiche della prova 1 del PVC-11



Fig.5.74 Curve reologiche della prova 2 del PVC-11



Fig.5.75 Curve reologiche della prova 3 del PVC-11

Le *Fig.5.76*, *Fig.5.77* e *Fig.5.78* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.76 Legge di potenza della prova 1 del PVC-11



Fig. 5.77 Legge di potenza della prova 2 del PVC-11



Fig.5.78 Legge di potenza della prova 3 del PVC-11

Nella *Fig.5.79* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.


Fig.5.79 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-11

La *Fig.5.80* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come tutte le rette ottenute abbiano praticamente la stessa pendenza.



Fig.5.80 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-11

5.13 PVC-12

Per questo compound sono state eseguite tre prove a diversi profili di temperatura del cilindro. I profili di temperatura utilizzati sono riportati nella *Tab.5.81*.

Prova	Tc ₁	Tc ₂	Tc ₃	Tc ₄	Tc ₅	Tc ₆	Tc ₇
	°C						
1	140	145	150	150	150	150	150
2	140	145	150	155	155	155	155
3	140	145	150	160	160	160	160

Tab.5.81 Profili di temperatura del cilindro per il PVC-12

I dati ricavati dai sensori presenti nel reometro filiera ed il peso dei vari provini sono riportati nelle *Tab.5.82, Tab.5.83* e *Tab.5.84*, rispettivamente per la prova 1, prova 2 e prova 3.

Tab.5.82 Dati ottenuti durante	e la prova 1 per il PVC-12
--------------------------------	----------------------------

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
1	3	157	154	40	30	7	120	68,0
2	9	156	153	67	48	10	120	192,7
3	15	156	152	82	59	12	120	311,6
4	21	156	151	90	65	13	120	427,2
5	27	157	151	95	68	14	120	542,6
6	33	159	153	98	70	15	120	653,1
7	39	159	155	99	71	15	120	769,5
8	45	160	156	101	72	15	120	884,3

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
9	3	164	160	32	24	6	120	72,6
10	9	163	159	58	42	9	120	198,0
11	15	162	157	73	52	11	120	318,4
12	21	162	157	81	58	12	120	437,0
13	27	163	158	85	61	13	120	555,2
14	33	164	160	87	62	13	120	673,1
15	39	165	161	90	64	13	120	789,2
16	45	165	161	93	66	14	120	904,8

Tab.5.83 Dati ottenuti durante la prova 2 per il PVC-12

Tab.5.84 Dati ottenuti durante la prova 3 per il PVC-12

Misurazione	Giri vite	T ₁	T ₃	P ₁	P ₂	P ₃	Тетро	Peso provini
	rpm	°C	°C	bar	bar	bar	S	gr
17	3	169	164	29	22	6	120	74,1
18	9	168	163	52	38	8	120	202,1
19	15	167	162	66	47	10	120	326,6
20	21	167	162	72	52	11	120	448,3
21	27	168	163	76	54	12	120	569,9
22	33	169	165	79	56	12	120	691,3
23	39	169	165	83	59	12	120	810,2
24	45	169	165	86	61	13	120	926,6

Le temperature di prova sono, arrotondate, rispettivamente per le prove 1, 2 e 3:

 $Tp_1 = 160 \ ^\circ C$

 $Tp_2 = 165 \ ^{\circ}C$

Tp₃ = 170 °C

A queste temperature si ottengono le densità del fuso alle temperature di prova:

 $\rho_1 = 1,072 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_2 = 1,068 \text{ gr/cm}^3$

 $\rho_3 = 1,065 \text{ gr/cm}^3$

Applicando le equazioni del reometro è possibile ricavarsi i valori relativi a sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità; tali valori sono riportati nelle *Tab.5.85*, *Tab.5.86* e *Tab.5.87* rispettivamente per le prove 1, 2 e 3.

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ŷw1	Ŷw2	Ýwз	η 1	η 2	ŋ 3
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
1	37143	38667	40000	31,3	32,0	32,4	1188,4	1208,1	1232,7
2	62857	62667	60000	88,6	90,7	92,0	709,7	690,9	652,5
3	77143	77333	73333	143,2	146,7	148,7	538,6	527,3	493,2
4	84762	85333	80000	196,4	201,1	203,9	431,7	424,4	392,4
5	89524	89333	86667	249,4	255,4	258,9	359,0	349,8	334,7
6	92381	92000	93333	300,2	307,4	311,7	307,7	299,3	299,5
7	93333	93333	93333	353,7	362,2	367,2	263,9	257,7	254,2
8	95238	94667	93333	406,4	416,2	422,0	234,3	227,4	221,2

Tab.5.85 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 1

Tab.5.86 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 2

Misurazione	τ ₁	τ2	τ3	Ý w1	Ϋw2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η 2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
9	29524	30667	33333	31,0	31,7	33,3	953,6	967,9	1001,8
10	54286	54667	53333	84,4	86,4	90,7	642,9	632,6	587,7
11	68571	68000	66667	135,8	139,0	145,9	505,0	489,4	456,9
12	76190	76000	73333	186,4	190,7	200,3	408,8	398,5	366,2
13	80000	80000	80000	236,8	242,3	254,5	337,9	330,2	314,4
14	81905	81333	80000	287,0	293,8	308,5	285,3	276,9	259,3
15	84762	84000	80000	336,5	344,4	361,7	251,9	243,9	221,2
16	87619	86667	86667	385,8	394,9	414,7	227,1	219,5	209,0

Misurazione	τ1	τ2	τ3	Ý w1	Ý w2	Ýwз	$\mathbf{\eta}_1$	η2	η ₃
	Ра	Ра	Ра	s ⁻¹	s ⁻¹	s ⁻¹	Pa*s	Pa*s	Pa*s
17	26667	28000	33333	31,4	32,4	35,3	848,2	863,4	944,3
18	48571	49333	46667	85,7	88,5	96,3	566,5	557,8	484,7
19	61905	61333	60000	138,6	142,9	155,6	446,7	429,1	385,7
20	67619	68000	66667	190,2	196,2	213,6	355,5	346,6	312,2
21	71429	70667	73333	241,8	249,4	271,5	295,4	283,3	270,1
22	74286	73333	73333	293,3	302,6	329,3	253,3	242,4	222,7
23	78095	77333	73333	343,7	354,6	386,0	227,2	218,1	190,0
24	80952	80000	80000	393,1	405,5	441,4	205,9	197,3	181,2

Tab.5.87 Valori di sforzo di taglio, velocità di deformazione e viscosità per la prova 3

Applicando la legge di potenza si ricavano i valori di *n* ed *m*, riportati nella *Tab.5.88*.

Tab.5.88 Valori di n ed m per tutte le prove

Prova	n ₁	n ₂	n ₃	m ₁	m ₂	m ₃
1	0,36628	0,35164	0,34352	11499	12350	12570
2	0,42155	0,40412	0,37052	7764	8416	9746
3	0,42776	0,40411	0,34839	6744	7534	9829

Inserendo i dati ottenuti in un grafico doppio logaritmico si ottengono le curve reologiche per la prova 1 (*Fig.5.81*), per la prova 2 (*Fig.5.82*) e per la prova 3 (*Fig.5.83*). Come già accennato, le curve sono tre per ogni prova per via della presenza di tre sensori di pressione; si nota come il gradiente di pressione non lineare all'interno del canale crei una non coincidenza matematica delle curve, ma ingegneristicamente possono essere considerate sovrapposte.



Fig.5.81 Curve reologiche della prova 1 del PVC-12



Fig.5.82 Curve reologiche della prova 2 del PVC-12



Fig.5.83 Curve reologiche della prova 3 del PVC-12

Le *Fig.5.84*, *Fig.5.85* e *Fig.5.86* mostrano come la linearizzazione delle curve tramite la legge di potenza comporta un certo allontanamento dall'andamento reale; si osserva comunque che l'errore commesso dall'approssimazione è di piccola entità.



Fig.5.85 Legge di potenza della prova 1 del PVC-12



Fig. 5.85 Legge di potenza della prova 2 del PVC-12



Fig.5.86 Legge di potenza della prova 3 del PVC-12

Nella *Fig.5.87* sono riportate le curve reologiche di tutte le prove effettuate a diverse temperature. Si può osservare come l'aumento di temperatura comporti un abbassamento della curva reologica e di come, parità di velocità di deformazione, la viscosità diminuisca.



Fig.5.87 Curve reologiche di tutte le prove per il PVC-12

La *Fig.5.88* mostra, invece, le linearizzazioni delle curve relative a tutte le prove. Si osserva come le rette ottenute dalle prove 2 e 3 abbiano praticamente la stessa pendenza.



Fig. 5.88 Legge di potenza di tutte le prove per il PVC-12

5.14 Verifica della filiera

La verifica delle curve reologiche ottenute è consistita nell'estrudere attraverso la filiera vista nel Paragrafo 4.5, il suo tipico materiale d'impiego (il PVC-6) utilizzando uno dei profili di temperatura del cilindro con cui è stato caratterizzato lo stesso materiale. Per questa verifica, sono stati applicati 4 diversi gradienti di pressione variando la velocità di rotazione della vite, così da ottenere 4 provini in un intervallo di tempo di 240 secondi; pesando i provini è stato possibile ricavarsi la portata massica, e di conseguenza la produttività oraria, ottenuta con quel gradiente di pressione. La pressione è stata misurata da un sensore posto nel cilindro; tramite questa misura si può ricavare il gradiente di pressione da applicare affinché il fuso venga fatto scorrere per tutto il tratto di canale compreso tra il sensore e l'uscita della filiera, che si trova alla pressione atmosferica di 1 bar. Dato il limitato intervallo di pressione misurabile dal sensore, le verifiche sono state eseguite a basse velocità di rotazione della vite, addirittura più basse di quelle utilizzate per l'ottenimento della curva reologica: questa è dunque anche una verifica dell'accuratezza del modello fuori dall'intervallo di parametri con cui è stato ottenuto.

Tutte le verifiche sono state eseguite con lo stesso profilo di temperatura, ovvero quello relativo alla prova 2 del PVC-6. I parametri che regolano il comportamento reologico del materiale in queste condizioni di temperatura sono riportati nella *Tab.5.89*.

ρ	gr/cm ³	1,325
m		38696
n		0,33333

Tab.5.89 Parametri reologici del PVC-6 nelle condizioni di temperatura della prova 2

5.14.1 Verifica 1

Per la prima verifica è stata impostata una velocità di rotazione della vite pari a 0,9 rpm. La pressione misurata dal sensore, l'intervallo di tempo della prova ed il peso del provino così ottenuto sono riportati nella *Tab.5.90*.

Tab.5.	.90	Paran	netri	della	verifica	1
					./	

Giri Vite	P Tempo		Peso provino
rpm	bar	S	gr
0,9	124	240	87,2

Da questi parametri è possibile ricavarsi il gradiente di pressione, la portata volumetrica e la produttività oraria (*Tab.5.91*).

Tab.5.91 Parametri relativi al gradiente di pressione, portata volumetrica e produttività oraria della verifica 1

ΔΡ	Ý	Produttività oraria
bar	m ³ /sec	kg/h
123	2,742E-07	1,31

Questo valore di produttività oraria (e dunque questa portata volumetrica) viene inserito nel calcolo del gradiente di pressione visto nel Paragrafo 4.5; se la modellizzazione della curva reologica tramite la legge di potenza è valida, si dovrebbe ottenere un valore di gradiente di pressione simile a quello ottenuto sperimentalmente dalla misura fornita dal sensore installato alla fine del cilindro di estrusione in prossimità della filiera di produzione.

Si ricavano, quindi, i valori di shear rate e del gradiente di pressione per ogni sezione del canale: sezione rettangolare (Tab.5.92) e sezione circolare (Tab.5.93) della filiera e le sezioni di anello distanziale e cilindro (Tab.5.94).

Se	ezione 1r		S	ezione 2r	
Ý	1/sec	86,82	Ý	1/sec	86,82
dP	bar	112,87	dP	bar	0,90
Se	ezione 3r		S	ezione 4r	
Ý	1/sec	51,90	Ý	1/sec	34,31
dP	bar	0,59	dP	bar	0,42
Se	ezione 5r		S	ezione 6r	
Ý	1/sec	24,25	Ý	1/sec	17,99
dP	bar	0,32	dP	bar	0,25
Sezione 7r		S	ezione 8r		
Ý	1/sec	13,82	Ý	1/sec	10,93
dP	bar	0,20	dP	bar	0,17
Sezione 9r		Se	Sezione 10r		
Ý	1/sec	8,83	Ý	1/sec	7,27
dP	bar	0,14	dP	bar	0,12
Se	zione 11r		Se	zione 12r	
Ý	1/sec	6,08	Ý	1/sec	5,15
dP	bar	0,10	dP	bar	0,09
Se	zione 13r		Se	ezione 14r	
Ý	1/sec	4,41	Ý	1/sec	3,81
dP	bar	0,08	dP	bar	0,07
Se	zione 15r		Se	zione 16r	
Ý	1/sec	3,32	Ý	1/sec	2,92
dP	bar	0,06	dP	bar	0,06
Se	zione 17r				
Ý	1/sec	2,58			
dP	bar	9,01			

Tab.5.92 Valori per le sezioni rettangolari della filiera

Se	ezione 1c		9	ezione 2c	
Ϋ́	1/sec	0,56	Ý	1/sec	0,40
dP	bar	0,15	dP	bar	0,12
Se	ezione 3c		9	ezione 4c	
Ϋ́	1/sec	0,30	Ý	1/sec	0,23
dP	bar	0,10	dP	bar	0,08
				·	
Sezione 5c			9	ezione 6c	
Ϋ́	1/sec	0,18	Ý	1/sec	0,14
dP	bar	0,07	dP	bar	0,06
Se	ezione 7c		Sezione 8c		
Ϋ́	1/sec	0,11	Ý	1/sec	0,09
dP	bar	0,05	dP	bar	0,04
Se	ezione 9c		S	ezione 10c	
Ϋ́	1/sec	0,08	Ý	1/sec	0,06
dP	bar	0,04	dP	bar	0,04
Sezione 11c		S	ezione 12c		
Ý	1/sec	0,05	Ý	1/sec	0,05
dP	bar	0,03	dP	bar	0,03

Tab.5.93 Valori per le sezioni circolari della filiera

Tab.5.94 Valori per le sezioni dell'anello distanziale e cilindro

Sezione anello distanziale		Sezione anello distanziale		Sezi	one cilindr	0
Ý	1/sec	0,01	Ϋ́	1/sec	0,01	
dP	bar	0,06	dP	bar	0,12	

Sommando i gradienti di pressione di tutte le sezioni si ottiene un gradiente di pressione totale per tutto il canale di scorrimento pari a 126 bar, arrotondato all'intero più vicino.

5.14.2 Verifica 2

Per la seconda verifica è stata impostata una velocità di rotazione della vite pari a 1,1 rpm. La pressione misurata dal sensore, l'intervallo di tempo della prova ed il peso del provino così ottenuto sono riportati nella *Tab.5.95*.

Tab.5.95 Parametri della verifica 2	

Giri Vite	Р	Тетро	Peso provino
rpm	bar	S	gr
1,1	130	240	104,7

Da questi parametri è possibile ricavarsi il gradiente di pressione, la portata volumetrica e la produttività oraria (*Tab.5.96*).

Tab.5.96 Parametri relativi al gradiente di pressione, portata volumetrica e produttività oraria della verifica 2

ΔΡ	Ý	Produttività oraria
bar	m ³ /sec	kg/h
129	3,292E-07	1,57

Questo valore di produttività oraria (e dunque questa portata volumetrica) viene inserito nel calcolo del gradiente di pressione. Si ricavano, quindi, i valori di shear rate e del gradiente di pressione per ogni sezione del canale: sezione rettangolare (Tab.5.97) e sezione circolare (Tab.5.98) della filiera e le sezioni di anello distanziale e cilindro (Tab.5.99).

Se	ezione 1r		S	ezione 2r	
Ý	1/sec	104,08	Ý	1/sec	104,08
dP	bar	119,90	dP	bar	0,96
Se	ezione 3r		S	ezione 4r	
Ý	1/sec	62,22	Ý	1/sec	41,13
dP	bar	0,63	dP	bar	0,45
Se	ezione 5r		S	ezione 6r	
Ý	1/sec	29,08	Ý	1/sec	21,56
dP	bar	0,34	dP	bar	0,27
			·		
Sezione 7r		S	ezione 8r		
Ý	1/sec	16,57	Ý	1/sec	13,10
dP	bar	0,21	dP	bar	0,18
	•				
Sezione 9r		S	Sezione 10r		
Ý	1/sec	10,59	Ý	1/sec	8,72
dP	bar	0,15	dP	bar	0,13
Se	zione 11r		S	ezione 12r	
Ý	1/sec	7,29	Ý	1/sec	6,17
dP	bar	0,11	dP	bar	0,10
Se	zione 13r		S	ezione 14r	
Ý	1/sec	5,28	Ý	1/sec	4,57
dP	bar	0,09	dP	bar	0,08
Se	zione 15r		S	ezione 16r	
Ý	1/sec	3,98	Ý	1/sec	3,50
dP	bar	0,07	dP	bar	0,06
			·		
Se	zione 17r				
Ý	1/sec	3,09			
dP	bar	9,58			

Tab.5.97 Valori per le sezioni rettangolari della filiera

Se	ezione 1c		S	ezione 2c	
Ý	1/sec	0,68	Ý	1/sec	0,48
dP	bar	0,16	dP	bar	0,13
Se	ezione 3c		S	ezione 4c	
Ý	1/sec	0,36	Ý	1/sec	0,27
dP	bar	0,10	dP	bar	0,09
Sezione 5c			S	ezione 6c	
Ý	1/sec	0,21	Ý	1/sec	0,17
dP	bar	0,07	dP	bar	0,06
Se	Sezione 7c		Sezione 8c		
Ý	1/sec	0,13	Ý	1/sec	0,11
dP	bar	0,05	dP	bar	0,05
Se	ezione 9c		Se	ezione 10c	
Ý	1/sec	0,09	Ý	1/sec	0,08
dP	bar	0,04	dP	bar	0,04
Sezione 11c		Se	ezione 12c		
Ý	1/sec	0,06	Ý	1/sec	0,05
dP	bar	0,03	dP	bar	0,03

Tab.5.98 Valori per le sezioni circolari della filiera

Tab.5.99 Valori per le sezioni dell'anello distanziale e cilindro

Sezione anello distanziale		Sezione anello distanziale		Sezi	one cilindr	0
Ý	1/sec	0,01	Ϋ́	1/sec	0,01	
dP	bar	0,07	dP	bar	0,12	

Sommando i gradienti di pressione di tutte le sezioni si ottiene un gradiente di pressione totale per tutto il canale di scorrimento pari a 134 bar, arrotondato all'intero più vicino.

5.14.3 Verifica 3

Per la terza verifica è stata impostata una velocità di rotazione della vite pari a 1,5 rpm. La pressione misurata dal sensore, l'intervallo di tempo della prova ed il peso del provino così ottenuto sono riportati nella *Tab.5.100*.

Tab.5.100 Parametri della verifica 3

Giri Vite	Р	Tempo	Peso provino
rpm	bar	S	gr
1,5	148	240	133,9

Da questi parametri è possibile ricavarsi il gradiente di pressione, la portata volumetrica e la produttività oraria (*Tab.5.101*).

Tab.5.101 Parametri relativi al gradiente di pressione, portata volumetrica e produttività oraria della verifica 3

ΔΡ	Ý	Produttività oraria
bar	m ³ /sec	kg/h
147	4,211E-07	2,01

Questo valore di produttività oraria (e dunque questa portata volumetrica) viene inserito nel calcolo del gradiente di pressione. Si ricavano, quindi, i valori di shear rate e del gradiente di pressione per ogni sezione del canale: sezione rettangolare (Tab.5.102) e sezione circolare (Tab.5.103) della filiera e le sezioni di anello distanziale e cilindro (Tab.5.104).

Se	ezione 1r		S	ezione 2r	
Ý	1/sec	133,11	Ý	1/sec	133,11
dP	bar	130,15	dP	bar	1,04
		-			
Se	ezione 3r		S	ezione 4r	
Ý	1/sec	79,57	Ý	1/sec	52,61
dP	bar	0,68	dP	bar	0,49
		-			
Se	ezione 5r		S	ezione 6r	
Ý	1/sec	37,19	Ý	1/sec	27,58
dP	bar	0,37	dP	bar	0,29
Se	ezione 7r		S	ezione 8r	
Ý	1/sec	21,20	Ý	1/sec	16,75
dP	bar	0,23	dP	bar	0,19
Se	ezione 9r		Se	Sezione 10r	
Ý	1/sec	13,54	Ý	1/sec	11,15
dP	bar	0,16	dP	bar	0,14
Se	zione 11r		Se	ezione 12r	
Ý	1/sec	9,32	Ý	1/sec	7,89
dP	bar	0,12	dP	bar	0,11
			·		
Se	zione 13r		Se	ezione 14r	
Ϋ́	1/sec	6,76	Ý	1/sec	5,84
dP	bar	0,09	dP	bar	0,08
Sezione 15r		Se	Sezione 16r		
Ý	1/sec	5,09	Ý	1/sec	4,47
dP	bar	0,07	dP	bar	0,07
Se	zione 17r				
Ý	1/sec	3,96			
dP	bar	10,39			

Tab.5.102 Valori per le sezioni rettangolari della filiera

Sezione 1c		Sezione 2c			
Ý	1/sec	0,86	Ý	1/sec	0,62
dP	bar	0,17	dP	bar	0,14
				-	
Se	ezione 3c		9	Sezione 4c	
Ϋ́	1/sec	0,46	Ý	1/sec	0,35
dP	bar	0,11	dP	bar	0,09
Se	ezione 5c		9	Sezione 6c	
Ϋ́	1/sec	0,27	Ý	1/sec	0,21
dP	bar	0,08	dP	bar	0,07
Se	ezione 7c		Sezione 8c		
Ϋ́	1/sec	0,17	Ý	1/sec	0,14
dP	bar	0,06	dP	bar	0,05
Se	ezione 9c		S	ezione 10c	
Ϋ́	1/sec	0,12	Ý	1/sec	0,10
dP	bar	0,05	dP	bar	0,04
Sezione 11c		Sezione 12c			
Ý	1/sec	0,08	Ý	1/sec	0,07
dP	bar	0,04	dP	bar	0,03

Tab.5.103 Valori per le sezioni circolari della filiera

Tab.5.104 Valori per le sezioni dell'anello distanziale e cilindro

Sezione anello distanziale			Sezi	one cilindr	0
Ϋ́	1/sec	0,01	Ϋ́	1/sec	0,01
dP	bar	0,07	dP	bar	0,14

Sommando i gradienti di pressione di tutte le sezioni si ottiene un gradiente di pressione totale per tutto il canale di scorrimento pari a 146 bar, arrotondato all'intero più vicino.

5.14.4 Verifica 4

Per la quarta verifica è stata impostata una velocità di rotazione della vite pari a 1,9 rpm. La pressione misurata dal sensore, l'intervallo di tempo della prova ed il peso del provino così ottenuto sono riportati nella *Tab.5.105*.

Tab.5.105 Parametri della verifica 4

Giri Vite	Р	Tempo	Peso provino
rpm	bar	S	gr
1,9	176	240	166,8

Da questi parametri è possibile ricavarsi il gradiente di pressione, la portata volumetrica e la produttività oraria (*Tab.5.106*).

Tab.5.106 Parametri relativi al gradiente di pressione, portata volumetrica e produttività oraria della verifica 4

ΔΡ	Ý	Produttività oraria
bar	m ³ /sec	kg/h
175	5,245E-07	2,50

Questo valore di produttività oraria (e dunque questa portata volumetrica) viene inserito nel calcolo del gradiente di pressione. Si ricavano, quindi, i valori di shear rate e del gradiente di pressione per ogni sezione del canale: sezione rettangolare (*Tab.5.107*) e sezione circolare (*Tab.5.108*) della filiera e le sezioni di anello distanziale e cilindro (*Tab.5.109*).

Se	ezione 1r		5	ezione 2r		
Ý	1/sec	165,81	Ý	1/sec	165,81	
dP	bar	140,03	dP	bar	1,12	
Se	ezione 3r		S	ezione 4r		
Ý	1/sec	99,13	Ý	1/sec	65,53	
dP	bar	0,73	dP	bar	0,52	
Se	ezione 5r		S	ezione 6r		
Ý	1/sec	46,33	Ý	1/sec	34,35	
dP	bar	0,40	dP	bar	0,31	
Se	ezione 7r		S	ezione 8r		
Ý	1/sec	26,40	Ý	1/sec	20,87	
dP	bar	0,25	dP	bar	0,21	
Sezione 9r		S	Sezione 10r			
Ý	1/sec	16,87	Ý	1/sec	13,89	
dP	bar	0,17	dP	bar	0,15	
Se	zione 11r		S	Sezione 12r		
Ý	1/sec	11,61	Ý	1/sec	9,83	
dP	bar	0,13	dP	bar	0,11	
Se	zione 13r		S	ezione 14r		
Ý	1/sec	8,42	Ý	1/sec	7,28	
dP	bar	0,10	dP	bar	0,09	
Sezione 15r		S	Sezione 16r			
Ý	1/sec	6,35	Ý	1/sec	5,57	
dP	bar	0,08	dP	bar	0,07	
Se	zione 17r					
Ý	1/sec	4,93				
dP	bar	11,18				

Tab.5.107 Valori per le sezioni rettangolari della filiera

Sezione 1c		Sezione 2c			
Ϋ́	1/sec	1,08	Ý	1/sec	0,77
dP	bar	0,19	dP	bar	0,15
Se	ezione 3c		e.	ezione 4c	
Ϋ́	1/sec	0,57	Ý	1/sec	0,43
dP	bar	0,12	dP	bar	0,10
Se	ezione 5c		ģ	ezione 6c	
Ý	1/sec	0,34	Ý	1/sec	0,27
dP	bar	0,09	dP	bar	0,07
Se	ezione 7c		Sezione 8c		
Ϋ́	1/sec	0,21	Ý	1/sec	0,18
dP	bar	0,06	dP	bar	0,06
					-
Se	ezione 9c		S	ezione 10c	
Ϋ́	1/sec	0,14	Ý	1/sec	0,12
dP	bar	0,05	dP	bar	0,04
Sezione 11c		Sezione 12c			
Ý	1/sec	0,10	Ý	1/sec	0,09
dP	bar	0,04	dP	bar	0,04

Tab.5.108 Valori per le sezioni circolari della filiera

Tab.5.109 Valori per le sezioni dell'anello distanziale e cilindro

Sezione anello distanziale			Sezi	one cilindr	0
Ϋ́	1/sec	0,01	Ϋ́	1/sec	0,01
dP	bar	0,08	dP	bar	0,15

Sommando i gradienti di pressione di tutte le sezioni si ottiene un gradiente di pressione totale per tutto il canale di scorrimento pari a 157 bar, arrotondato all'intero più vicino.

5.14.5 Riepilogo dei risultati ottenuti dalle verifiche effettuate

Nella *Tab.5.110* sono riportati, per tutte le verifiche effettuate, i gradienti di pressione misurati dal sensore dell'estrusore durante la lavorazione, quelli ricavati tramite modellazione della curva reologica (considerando le stesse condizioni di temperatura e di portata volumetrica) e i relativi errori percentuali compiuti applicando il modello studiato in questo lavoro di tesi.

Verifica	$\Delta \mathbf{P}$ misurato	$\Delta \mathbf{P}$ ricavato	Errore
	bar	bar	%
1	123	126	2,44
2	129	134	3,88
3	147	146	0,68
4	175	157	10,29

Tab.5.110 Gradienti di pressione misurati e ricavati e relativi errori per tutte le verifiche effettuate

Per le prime 3 verifiche la differenza tra i due gradienti di pressione è molto piccola, inferiore al 4%; per la verifica 4, invece, la differenza è maggiore, poco superiore al 10%. Ciò significa che, stando ai risultati ottenuti da queste verifiche, se si dovesse applicare questo modello con l'obiettivo di ottimizzare i parametri di processo di estrusione per garantire la produttività oraria desiderata, si compirebbe un errore massimo poco superiore al 10%, il che è un buon risultato.

Capitolo 6

Conclusioni

Lo scopo di questo lavoro di tesi è stato l'ottenimento delle curve reologiche di diversi compound di PVC attraverso l'utilizzo di un reometro filiera; le curve ottenute sono state modellate tramite la legge di potenza, ossia sono state approssimate ad una retta, in modo da poter simulare il comportamento del materiale in condizioni diverse da quelle con cui sono state ottenute le curve. I risultati così ottenuti sono stati utilizzati nella verifica sperimentale di una filiera dedicata alla produzione di profili estrusi.

Il reometro utilizzato è del tipo a feritoia rettangolare ed è stato installato in un estrusore industriale, svolgendo quindi la funzione di filiera. Impostando nell'estrusore parametri come temperatura d'esercizio e velocità di rotazione della vite, si produceva un gradiente di pressione (misurato tramite dei sensori posti all'interno del canale della filiera) che permetteva l'estrusione del materiale. Per poter applicare le equazioni relative a questa tipologia di reometro, oltre al gradiente di pressione è necessaria la conoscenza della portata volumetrica. Pesando dei provini ottenuti estrudendo il materiale per 120 secondi, è possibile ricavarsi la portata massica; per passare dalla portata massica alla portata volumetrica è necessario conoscere il valore di densità del fuso alle temperature di prova, non fornita dai produttori di compound.

Il principale problema incontrato durante questo studio è stato proprio quello di ricavare tali valori di densità di fuso polimerico senza l'ausilio di strumenti specifici, che necessitano di un certo investimento economico. Si è deciso di ricorrere al modello Tait PVT modificato a 2 domini, il quale permette di calcolarsi il valore del volume specifico in qualunque condizione di temperatura e pressione, previa la conoscenza di alcuni coefficienti caratteristici del materiale.

Un altro problema incontrato è relativo al fatto che per i compound studiati in questa sperimentazione non sono noti questi coefficienti. Si è pertanto deciso di procedere, in questo studio, applicando il modello Tait PVT a un PVC rigido esente da ogni tipo di carica, di cui si conoscono i coefficienti poiché presenti nel database di un software di simulazione dello stampaggio a iniezione; conoscendo la densità di questo materiale (che si ottiene dall'inverso del volume specifico) in diverse condizioni di temperatura, è possibile calcolarne la variazione percentuale relativa ad una qualsiasi variazione di temperatura. Nelle schede tecniche dei vari compound non sono però presenti informazioni riguardo al tipo di cariche aggiunte e alla loro quantità; se dalla densità riportata sulle schede tecniche dei vari compound si sottrae il valore di densità del PVC non caricato, nelle stesse condizioni di pressione e temperatura (P=1 bar; T=25 °C), si ottiene la quota di densità dovuta alle cariche aggiunte ed è possibile ricavarsi il contenuto percentuale delle stesse. Partendo dal presupposto che in ogni compound la carica presente in maggior misura è costituita tipicamente da carbonato di calcio e che questo composto ha una densità nota e che varia molto poco nell'intervallo di temperatura delle misure eseguite, è stata fatta l'assunzione che la densità non vari con la temperatura per la parte corrispondente alle sole cariche. Pertanto, la variazione di densità del compound di PVC fuso, in relazione con la temperatura, è stata calcolata considerando la sola matrice polimerica del compound. In definitiva, per stimare in modo approssimato la densità di ognuno dei compound esaminati a una temperatura diversa da quella ambiente, è stata applicata la riduzione percentuale che essa assume in corrispondenza di tale temperatura, considerando la sola quantità di matrice polimerica in PVC non caricata, che è nota e pari a 1,344 gr/cm³. Al risultato ottenuto è stata poi aggiunta la quota di densità relativa alle cariche.

Una volta nota la densità del fuso alla temperatura di prova, e quindi nota la portata volumetrica, è stato possibile ricavare i valori di viscosità e velocità di deformazione necessari per tracciare le curve reologiche dei diversi materiali; queste curve sono poi state modellate tramite la legge di potenza.

La conoscenza del comportamento reologico del materiale consente di ottimizzare i parametri di processo (come temperatura di esercizio e velocità di rotazione della vite) durante l'operazione di estrusione, in modo da ottenere sia un manufatto privo di difetti estetici e funzionali, sia la produttività oraria desiderata.

Per verificare i risultati ottenuti e la bontà del modello, sono state fatte 4 verifiche impiegando una filiera destinata alla produzione di profili estrusi e, come materiale, è stato utilizzato uno dei vari compound in PVC studiati (PVC-6). Impostando la velocità di rotazione della vite, si è misurato il gradiente di pressione formatosi lungo il canale della filiera e la portata volumetrica di materiale estruso relativa a quel gradiente di pressione; dopo aver modellato e discretizzato la sezione della filiera in modo da renderla simile a quella del reometro a feritoia rettangolare, si sono utilizzate le equazioni reologiche ad esso relative per ottenere il gradiente di pressione fornito dal modello, partendo dalla portata volumetrica appena calcolata. Per la verifica finale sono stati confrontati il

gradiente di pressione misurato con quello calcolato per valutare la bontà del modello messo a punto in questo studio.

Per 3 prove su 4, il gradiente di pressione ricavato dal modello è molto simile a quello misurato durante il processo di estrusione vero e proprio, con differenze inferiori al 4%; per una sola prova su 4, si è riscontrata una differenza poco superiore al 10%.

Sulla base di tali risultati è possibile validare i dati reologici ottenuti con il reometro filiera per i vari materiali studiati e affermare che il modello fornito dalla legge di potenza, nonostante le varie assunzioni fatte, permette l'ottimizzazione dei parametri di processo dell'estrusione con un buon margine di errore.

Uno sviluppo futuro della presente tesi potrebbe essere un'ottimizzazione ancora migliore dei parametri di processo attraverso l'utilizzo di modelli più complicati di quello a legge di potenza, che tengono conto anche del passaggio da comportamento newtoniano a pseudoplastico del fuso polimerico; oppure si potrebbe considerare uno studio più accurato per quanto riguarda la densità del compound alle differenti temperature di esercizio.

Bibliografia e riferimenti

[1] Guaita M. Ciardelli F. La Mantia F. Pedemonte E., Fondamenti di Scienza dei Polimeri, Pacini Editore 1999, Pisa

[2] Rolfini R., La reologia applicata al processo di estrusione, A.A. 2017-2018, Politecnico di Torino

[3] Deng J. Li K., Energy monitoring and quality control of a single screw extruder, 2014, Applied Energy Vol. 113

[4] Lafleur P. Vergnes B., Polymer Extrusion, ISTE Ltd 2014, Londra, UK

[5] Perigozzo M., Processi di lavorazione e riciclaggio dei polimeri, A.A. 2010-2011, Università degli studi di Padova

[6] Giles H. Wagner J. Mount E., Extrusion: the definitive processing guide and handbook, William Andrew 2005, USA

[7] Hansjurgen Saechtling, Manuale delle materie plastiche, 7a edizione, Tecniche Nuove

[8] Chris Rauwendaal, Polymer Extrusion, Hanser Publishers, Munich Hanser Publications, Cincinnati, 5th Edition

[9] Tecnologia e Scienze applicate Treccani, Vol. 5, cap. 4.3, 249-262

[10] Dealy J. Wissbrun K., Melt Rheology and its Role in Plastics Processing, Kluwer Academic Publishers 1999, USA

[11] Janmey P. Schliwa M., Rheology, 2008, Institute for Medicine and Engineering, University of Pennsylvania, USA

[12] Grizzuti N., Reologia dei materiali polimerici: scienza ed ingegneria, Edizioni Nuova Cultura 2012, Roma

[13] Vlsachopoulos J., The Role of Rheology in Polymer Extrusion, 2003, Department of Chemical Engineering, McMaster University, Canada

[14] Mewis J. Wagner N., Thixotropy, 2008, Advances in Colloid and Interface Science, Vol. 147-148

[15] Ossawald T. Menges G., Material Science of Polymers for Engineers 3rd edition, Hanser 2012, USA

[16] Malkin A. Isayev A., Rheology. Concepts, Methods, and Applications 2nd edition, ChemTec Publishing 2011, USA

[17] Guedes R., Creep and Fatigue in Polymer Matrix Composites 1st edition, Woodhead Publishing 2010, Portugal

[18] Dealy J. Read D. Larson R., Structure and Rheology of Molten Polymers from Structure to Flow Behavior and Back Again 2nd edition, Hanser 2018, USA

[19] Ossawald T. Rudolph N., Polymer Rheology: Fundamentals and Applications, Hanser 2013, USA

[20] Enciclopedia della Scienza e della Tecnica Treccani, Random Coil, 2008

[21] La Mantia F., Grado e curve di flusso: che informazioni danno?, Università di Palermo 2015

[22] Ferri D., Reometria di polimeri in regime oscillatorio, Centro Ricerche "Claudio Buonerba" 2006, Mantova

[23] M. W. Allsopp; G. Vianello (2012). "Poly(Vinyl Chloride"

[24] Chanda, Manas; Roy, Salil K. (2006). Plastics technology handbook

[25] PVC Technology, 4th edition W. V. Titow

[26] Elaborazione su dati Plastic Consult

[27] Fioretti F., Progettazione di filiere di estrusione per profilati in materiale termoplastico, A.A. 2004-2005, Università Politecnica delle Marche