

Nehomogenity ve vstřikovaných dílech

Bc. Petr Odehnal

Diplomová práce
yyyy



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Vložit oficiální zadání diplomové/bakalářské práce

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Studijní
program: Chemie a technologie
materiálů

Akademický
rok: 2004/2005

PODKLAD PRO ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

PŘEDKLÁDÁ:	ADRESA:	OSOBNÍ ČÍSLO:
ODEHNAL Petr, Bc.	Malhostovice 221 ; Drásov	T021382

TÉMA PRÁCE:

Nehomogenity ve vstřikovaných dílech

VEDOUcí PRÁCE:

Ing. Petr Halaška

ZÁSADY PRO VYPRACOVÁNÍ:

1. Vypracujte literární studii a dané téma
2. Připravte vzorky z vstřikovaných zkušebních těles
3. Proveďte nanoindentaci
4. proveďte DMA popřípadě DSC

SEZNAM DOPORUČENÉ LITERATURY:

Hatakeyama T., Quntin F.X., Thermal Analysis, JOHN WITLEY & SONS 1995.
ISBN 0 471 95103

PODPIS VEDOUcíHO PRÁCE: _____ DATUM: _____

Chtěl bych poděkovat vedoucímu mé diplomové práce Ing. Petru Halaškovi za velmi cenné rady, inspiraci a podporu při tvorbě této diplomové práce. Poděkování patří také doc.Ing. Karel Stoklasovi, CSc. a Ing. Martinu Obadalovi, Ph.D. za jejich pomoc.

Prohlašuji, že jsem na celé diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

Ve Zlíně, 10.5.2005

.....
Bc. Petr Odehnal

Abstrakt

Úkolem této diplomové práce bylo zjistit přítomnost a vliv nehomogenit na mechanické vlastnosti polymeru. Zkušební tělesa byla vyrobena vstřikováním z polypropylenu a polymethylmethakrylátu. Na nich byly provedeny zkoušky a měření jejich mechanických vlastností a struktury. Byly použity zkoušky nanoindentační, DMA, DSC, tahové zkoušky a polarizační mikroskopie. Výsledky z těchto zkoušek byly porovnány s modely vytvořenými v programu Moldflow Plastics Insight. Byla potvrzena závislost mezi mechanickými vlastnostmi a nehomogenitami struktury polymeru.

The aim of this diploma thesis is to find the polymer inhomogeneities and their influence on mechanical properties of polymer. The specimens were made of polypropylene and polymethylmethacrylate by injection molding. The structure and mechanical properties of these specimens were tested. Nanoindentation to fakt nevím jak, nemám tu technický slovník” DMA, DSC, polarized microscopy and tension tests were used. The results of these tests were compared with the models created in the computer program Moldflow Plastics Insight. The dependence between the mechanical properties and polymer structure inhomogeneities was confirmed.

OBSAH

ÚVOD.....	7
1 STUDIJNÍ ČÁST	8
1.1 VSTŘIKOVÁNÍ.....	8
1.1.1 Vstřikovací cyklus.....	8
1.2 FAKTORY OVLIVŇUJÍCÍ KONEČNOU STRUKTURU VÝROBKU.....	11
1.3 MATERIÁLOVÉ PARAMETRY	12
1.3.1 Uspořádanost v polymerních soustavách	13
1.3.2 Krystalizace z taveniny.....	15
1.3.3 Kinetika krystalizace tavenin.....	17
1.3.4 Teplota tání v oblasti 100 až 200 °C	19
1.3.5 Technická pevnost.....	20
1.3.6 Strukturní charakterizace.....	23
1.3.7 Struktura a vlastnosti orientovaných polymerů.....	24
1.3.8 Diagramy P-V-T.....	26
1.3.9 Tlaková historie.....	28
1.3.10 Viskozita.....	30
1.4 GEOMETRICKÉ PARAMETRY	30
1.5 VÝROBNÍ PARAMETRY	32
1.6 POLYPROPYLEN	33
1.6.1 Výroba polypropylenu.....	33
1.6.2 Molekulární struktura polypropylenu.....	33
1.6.3 Zpracování polypropylénu.....	36
1.7 NANOINDENTAČNÍ MĚŘENÍ.....	36
1.7.1 Mikrotvrdost.....	36
1.7.2 Hodnocení elasticko-plastických vlastností.....	38
1.8 DYNAMICKÁ TERMOMECHANICKÁ ANALÝZA (DMA)	39
1.9 DIFERENCIÁLNÍ SNÍMACÍ KALORIMETRIE (DSC).....	40
2 PRAKTICKÁ ČÁST.....	44
2.1 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH TĚLES	44
2.1.1 Materiál.....	44
2.1.2 Tvar zkušebního tělesa typu deska	45
2.1.3 Vstřikování	46
2.1.4 Příprava vzorků z desek pro jednotlivé zkoušky	54
2.2 MĚŘENÍ.....	58
2.2.1 Měřicí zařízení DUH 20	58
2.2.2 Měřicí zařízení DMA DX04T	60
2.2.3 Měřicí zařízení DSC 4	62
2.2.4 Zkušebním zařízením ZWICK 1456	64
2.2.5 Norma ČSN EN ISO 527.....	66
2.2.6 Polarizační mikroskopie	73
2.2.7 Simulace v programu MoldFlow Plastics Insight 5.1	74
2.3 VÝSLEDKY MĚŘENÍ	75
2.3.1 Měření na DUH 202	75
2.3.2 Měření na DMA	76
2.3.3 Měření na DSC	79
2.3.4 Tahová zkouška	81
2.3.5 Mikroskopie.....	82
2.4 DISKUSE VÝSLEDKŮ	104
2.4.1 Nanoindentační měření (mikrotvrdost).....	104
2.4.2 Měření DMA	104
2.4.3 Měření DSC.....	105

2.4.4	Mikroskopie (mikrostruktura)	105
2.4.5	Tahové zkoušky	106
ZÁVĚR.....		107
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ		108
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....		110
SEZNAM OBRÁZKŮ		111
SEZNAM TABULEK		114
SEZNAM PŘÍLOH		115

ÚVOD

V poslední době se stále více rozšiřuje využití polymerů pro nejrůznější aplikace. Díky svým charakteristickým vlastnostem (např. vysoká pevnost a tuhost při nízké hmotnosti výrobku) nacházejí polymerní materiály stále větší uplatnění v nejrůznějších průmyslových oborech (automobilový průmysl, zdravotnictví, potravinářský průmysl, elektrotechnika, elektronika, výrobky domácí spotřeby, atd.).

Při zpracování polymerních materiálů na konečný výrobek se velmi často používá vstřikování. V dnešní době se tímto způsobem zpracovává kolem 32 hm. % celkové produkce plastů (9), z čehož 90 % tvoří termoplasty (3). Důležitost této technologie je dána především možností vyrábět rozměrově přesné výrobky při téměř bezodpadové produkci a s nízkou spotřebou energie. Díky tomu se dnes setkáváme se vstřikovanými výrobky prakticky na každém kroku.

U procesu vstřikování dochází k roztavení polymeru a následnému vstříknutí taveniny do vstřikovací formy kde určitou dobu chladne. V průběhu ochlazování se ve vstřikovaném dílci tvoří struktura, jejíž konečná podoba je závislá na technologických podmínkách vstřikovacího procesu. Tato struktura dává předpoklady pro specifické vlastnosti vstřikovaného výrobku.

Při posuzování vlastností vstřikovaných výrobků jako celku je vždy velmi důležité znát vlastnosti jednotlivých struktur, které se mohou navzájem velmi lišit.

1 STUDIJNÍ ČÁST

1.1 Vstřikování

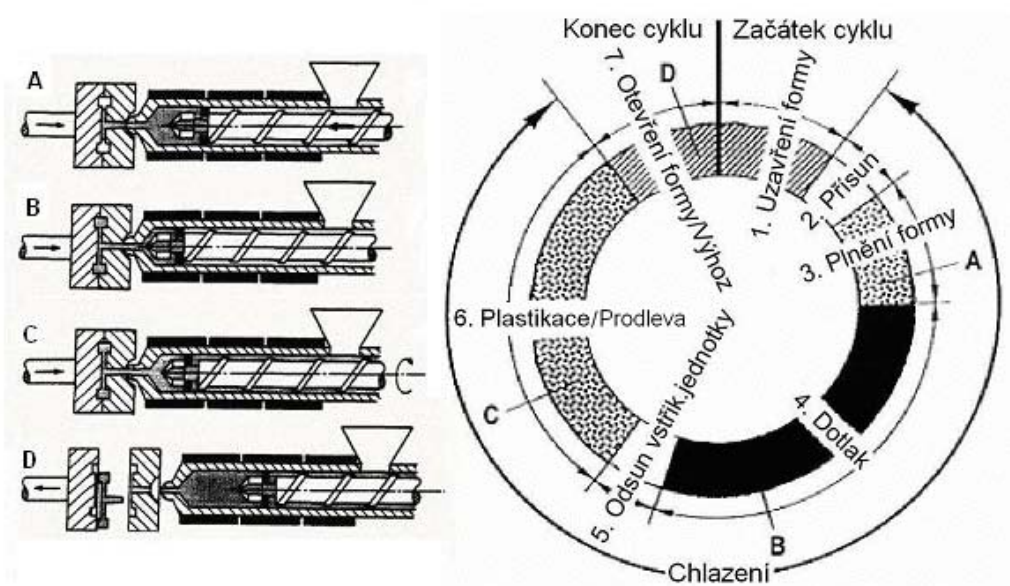
Technologie vstřikování je nejrozšířenějším způsobem výroby požadovaných dílů z plastů. Vyznačuje se poměrně složitým fyzikálním procesem, na kterém se podílí polymer, vstřikovací stroj a forma. V průběhu vstřikování je polymerní tavenina ve vstřikovacím stroji tlakem dopravována do dutiny formy a tam ochlazená ve tvaru vyráběné součásti.

Je nesporné, že kvalita použitého plastu bude vždy důležitá a volba správného typu bude mít podstatný vliv na konečnou aplikaci. Je třeba si také uvědomit, že správná volba plastu může být degradována nesprávným technologickým postupem, který je nutné dokonale znát a během výroby ho respektovat. (1)

1.1.1 Vstřikovací cyklus

Vstřikovací cyklus je sled operací souvisejících s výrobou výstřiku. Vznik nehomogenit ovlivňují pouze některé z nich. Jsou to plnění dutiny formy, dotlak a chlazení.

Typický vstřikovací cyklus je znázorněn na obrázku (Obr. 1)



Obr. 1. Vstřikovací cyklus (5)

Nejdříve dojde k uzavření formy (bod 1). Strojní doba na uzavření a otevření formy přitom závisí na rychlosti pohybující se formy a na dráze, kterou musí forma urazit. Usiluje se o zkrácení strojní doby na minimum, a proto se forma při zavírání pohybuje velkou rychlostí, která se sníží až při jejím dovržení, aby se forma nepoškodila (6).

Po uzavření se přisune vstřikovací jednotka k formě (bod 2) a po dosednutí vstřikovací trysky ke středicímu kroužku pravé strany formy nastává vstřikování přichystané taveniny.

Plnění dutiny formy (bod 3) se děje axiálním pohybem šneku směrem k formě. Doba plnění formy závisí na rychlosti vstřikování a tedy na rychlosti pohybu šneku. Je závislá také na technologických podmínkách, zejména na vstřikovacím tlaku a na teplotě taveniny, která se musí pohybovat pod teplotou degradace polymeru ($T_g < T_{tav} < T_{deg}$) (7).

Ve chvíli, kdy tavenina začíná plnit dutinu formy, se začíná také ochlazovat na stěně dutiny. Za čelem toku taveniny podél příčného řezu dutinou vznikají dva odlišné regiony. Jeden, na stěně dutiny tvořený zamrzlou vrstvou, kde polymer nemůže dále téct. Druhý, uvnitř této vrstvy, je horké jádro tekutého polymeru. V blízkosti ztuhlé vrstvy polymeru vzniká vysoký rychlostní gradient nebo také vysoká smyková rychlost. Na rozhraní obou vrstev má polymerní tavenina vysokou smykovou viskozitu, proto maximum smykové rychlosti neleží přímo na hraně vrstvy. Působením vysoké smykové rychlosti se generuje také vysoké smykové napětí, které způsobuje maximální orientaci makromolekulárních řetězců, příp. plniva v blízkosti stěn dutiny formy.

Zúžení profilu toku taveniny vnější ztuhlou vrstvou způsobí, že maximální rychlost v této oblasti je značně vyšší než na čele taveniny. Rychlostní maxima na čele vedou ke vzniku toku taveniny, který je kolmý na stěnu dutiny formy. Tento fenomén se nazývá fontánový tok. Protože fontánovým tokem se čelo ochladí, vysoká smyková viskozita čela taveniny způsobuje protažení v opačném směru toku. Toto protažení vysokoviskózní vrstvy na čele toku stimuluje další orientaci řetězců.

Stupeň orientace závisí především na teplotě taveniny a rychlosti čela toku taveniny. Relaxace orientace probíhá rychleji při vyšší teplotě taveniny a silně orientovaná zamrzlá vrstva je menší při vyšší teplotě taveniny, protože teplota tuhnutí taveniny je dosažena blíže stěny dutiny. Rychlost čela taveniny také silně ovlivňuje orientaci. Při vysoké rychlosti je orientace výraznější a blíže ke stěně dutiny. Ostatní parametry jako teplota stěny dutiny, velikost dotlaku mají jenom malý vliv na orientaci. (25)

Plochý tvar rychlostních profilů většiny polymerních tavenin (pseudoplastické tokové vlastnosti) způsobuje největší orientaci polymerních řetězců směrem k povrchu výstřiku, zatímco řetězce v blízkosti středu dutiny mají náhodnou svinutou konfiguraci.

Makromolekulární řetězce se orientují radiálně kolem vtokového ústí, ve směru toku taveniny. To způsobuje relativně vysoké napětí v okolí vtoku, protože protažené řetězce mají tendenci zaujmout původní sbalenou konfiguraci. (26)

Po naplnění formy taveninou dochází k postupnému tuhnutí, které je provázáno objemovými změnami. Aby byl zachován dokonalý tvar a rozměry budoucího výrobku, je nutné doplnit další polymer, a to se děje ve fázi dotlaku (bod 4) (8).

Nejdůležitějším aspektem dotlaku je doplnění taveniny do dutiny formy, aby se kompenzovaly efekty teplotního smrštění v průběhu chlazení. Výsledkem je zabránění tvorbě bublin a propadlin na výstřiku a minimalizace objemového smrštění a deformace. Fáze dotlaku začíná v bodě přepnutí a končí zamrznutím ústí vtoku. (25)

Bod přepnutí znamená ve vstřikovacím cyklu změnu řízení plnicích parametrů. Při plnění dutiny formy je řízena nejprve rychlost toku taveniny a po naplnění dutiny se v bodě přepnutí změni na řízení tlaku taveniny v dutině.

Orientace makromolekul se dále vyvíjí v průběhu dotlakové fáze vstřikovacího procesu, když tavenina plní dutinu formy, aby se kompenzovalo objemové smrštění. (26)

Orientace řetězců je různá pro amorfnní a semikrystalické polymery. Vyšší teplotní smrštění semikrystalických polymerů umožňuje stlačení většího množství polymeru v průběhu dotlaku. Tento další tok zvyšuje stupeň orientace, zvláště ve středu průřezu stěny výstřiku. (25)

Po zatuhnutí vtokového systému dochází k dalšímu tuhnutí výstřiku ve formě a vstřikovací jednotka se už může odsunout (bod 5). Následuje příprava nové dávky taveniny před čelem šneku (bod 6), která probíhá tavením granulí polymeru kontaktem se stěnami komory a vlivem disipovaného tepla. Pohyb materiálu je umožněn rotací šneku a jeho konstrukce umožňuje také vyvolání tlakového gradientu, který napomáhá míchání a tavení.

Po zplastikování potřebného množství materiálu se pohyb šneku zastaví a tavenina je připravena pro vstřikování. Mezitím pokračuje chlazení výstřiku, které je nejdelší dobou

v cyklu, protože výrobek vyhozený při vysoké teplotě by se mohl poškodit vyhazovači nebo by se mohl zdeformovat po dopadu na chladnější povrch (2, 6, 8).

Chlazení překrývá jak dotlak tak i plnění formy, protože tavenina je ochlazována bezprostředně poté, co dosáhne dutiny formy. Výstřik se ochlazuje také po vyhození z dutiny formy, kdy teplota vyhazování výstřiku je obvykle vyšší než teplota okolí.

Při dotlaku i chlazení se výrazně mění tlak a teplota v dutině formy, což má za následek také změny objemu výstřiku. Změnu objemu nazýváme smrštění. Tyto změny popisuje PVT diagram, což je závislost měrného objemu polymeru na teplotě a tlaku v dutině formy (Obr. 13).

Jestliže se smrštění vyskytuje v nevázaném a nedeformovaném polymeru, smršťuje se polymer isotropně. Smrštění samotné je způsobeno změnou stavu taveniny polymeru při vysokém tlaku a teplotě, které jsou uvnitř dutiny formy, na tuhou fázi při nízkém tlaku a teplotě. U semikrystalických polymerů tato změna zahrnuje také proces krystalizace. Uvnitř dutiny formy brání její tvarové části smrštění polymeru, pokud je ve viskoplastickém stavu. Protože rozměry vázané dutinou formy brání volumetrickým změnám, vznikají ve stěně napětí, která se neprojeví, pokud je výstřik chlazen v dutině formy. (4-6)

Výrobek ochlazený na požadovanou bezpečnou teplotu je vyhozen z formy vyhazovacím systémem (bod 7). Při vyhazování se využívá smrštění polymeru a následných vazeb v dutině formy, které výstřik zafixují na jedné straně formy.

Dráha otevření formy je dána rozměrem výrobku ve směru otevírání formy a musí být tak velká, aby bylo možné výrobek z formy vyjmout. Pokud nenásledují činnosti spojené s přípravou formy pro další cyklus (čištění, vkládání vložek, lubrikace), forma se uzavírá a celý cyklus začíná znovu (2, 6).

1.2 Faktory ovlivňující konečnou strukturu výrobku

Výsledný vstřikovaný výrobek je závislý na interakci těchto skupin parametrů:

- Materiálové parametry:

Materiál amorfní, semikrystalický

Křivky Tlaku-Měrného objemu-Teploty (PVT)

Viskozita

- Geometrické parametry:

Tloušťka stěny dílce

Počet, typ a umístění vtokových ústí

Průměr vtokového ústí

Vazba na vtokové větve a vtokovou vložku

- Výrobní parametry:

Čas plnění formy

Stupeň dotlaku

Teplota formy

Teplota taveniny

1.3 Materiálové parametry

Vstřikováním lze zpracovávat jak termoplasty, tak i reaktoplasty a kaučukové směsi. Zatímco v prvním případě je interval pro tváření teoreticky neomezeným, v dalších dvou případech je tento interval omezen probíhajícím síťováním. Čím je teplota tváření vyšší, tím je tvářecí interval kratší. Vstřikovací termoplasty mají zpravidla lepší tokové vlastnosti než např. vytlačovací typy. Vstřikovat lze vyztužené i lehčené materiály. (1)

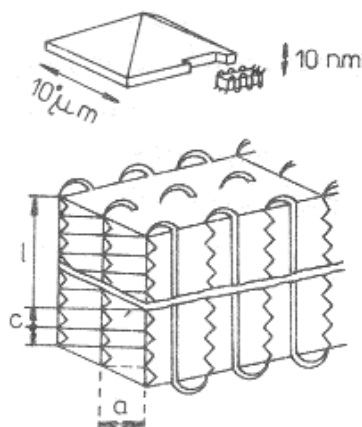
Plasty jako materiál jsou látky, jejichž struktura je tvořena makromolekulárními řetězci (oproti kovům, které mají strukturu tvořenou krystalickými mřížkami). Jsou rozděleny na dva základní druhy:

- **termoplasty**, které mají řetězce přímé (lineární polymery) nebo řetězce s bočními větvemi (rozvětvené polymery). Při ohřevu se uvolní soudružnost řetězců a hmota je viskózní. V tomto stavu se může tvářet. Po ochlazení se dostanou opět do původního pevného stavu.
- **reaktoplasty**, které mají v konečné fázi zpracování řetězce příčně propojeny chemickými vazbami a vytváří prostorovou trojrozměrnou síť. Při tváření vlivem teploty a tlaku nastává zesíťování plastu. Jakmile je chemický proces ukončen, další tváření již není možné. (1)

Polymerní materiály nejčastěji používané při vstřikování mohou být také rozděleny na amorfnní, semikrystalické, směsi a plněné systémy. Makromolekuly v amorfním polymeru jsou náhodně distribuované. Příkladem amorfního polymeru je například polykarbonát, akrylonitril butadien styren a další. Semikrystalické polymery mají molekuly částečně pravidelně uspořádané. Jako semikrystalické polymery lze označit polybutylen tereftalát, polyamidy a další. Technickými polymery jsou často směsi dvou a více polymerů. Míchání probíhá v dvoušnekovém extruderu. Plniva, jako krátká skleněná vlákna, barevné přísady, retardéry hoření apod., jsou přidávány k polymerům pro zlepšení mechanických a jiných vlastností polymeru. Semikrystalické polymery mají největší smrštění. Následují je směsové polymery a amorfnní polymery. Systémy s plnivem mají nejmenší smrštění. (9)

1.3.1 Uspořádanost v polymerních soustavách

Uspořádání, tvar a strukturu polymerních molekul v krystalických a amorfních oblastech studuje morfologie polymerů. Termín morfologie se však používá i v přeneseném smyslu a morfologií látky se pak rozumí její uspořádanost na nadmolekulární úrovni. Zahrnují se do ní takové faktory, jako je stupeň krystalizace, tvar krystalitů, jejich velikost, orientace atd.



Obr. 2. Schéma struktury monokrystalů polyethylenu (15)

l - perioda skládání, ortorombická základní buňka, $a = 0,74 \text{ nm}$, $b = 0,5 \text{ nm}$, $c = 0,255 \text{ nm}$

Rozměr, tvar a pravidelnost monokrystalů závisí na typu rozpouštědla, na teplotě, rychlosti růstu i na jiných faktorech. Tloušťka monokrystalů bývá kolem 10 nm, avšak dodatečným temperováním monokrystalu vzroste až na několik desítek nanometrů.

Protože jsou polymerní řetězce mnohonásobně delší, než zjištěná tloušťka lamel, musí polymerní řetězec na povrchu lamely tvořit ohyb, načež se antiparalelně vrací do lamely, což mnohokrát opakuje. Takovému způsobu uložení řetězců se říká skládání.

Vzájemná vzdálenost protilehlých ohybů se nazývá perioda skládání (zhruba je to tloušťka krystalu). Rovina, v níž leží polymerní segmenty téhož skládaného řetězce, se nazývá rovina skladu (Obr. 2).

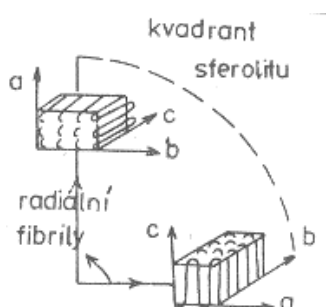
Je-li roztok při krystalizaci vystaven smykovému namáhání, nevznikají útvary destičkovité, lamelární, ale vláknité či jehlicovité, zvané fibrilární. Polymerní řetězce tu jsou orientovány ve směru fibrily. V krajním případě řetězce ohyby vůbec netvoří a krystal je vytvořen z napřímených řetězců.

Při krystalizaci z taveniny se současným působením smykového pole mohou vzniknout kombinované útvary zvané šiš-kebab (ražniči). Jádru (šiš) struktury je vláknité a obsahuje značný podíl napřímených řetězců. Na něm pak jsou epitaxiálně narostlé lamely (kebab) vytvořené ze skládaných řetězců.(15)

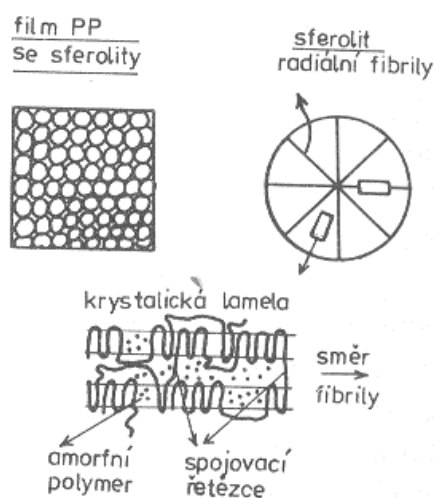
1.3.2 Krystalizace z taveniny

Při krystalizaci z taveniny nejsou podmínky pro vznik monokrystalických lamel příznivé. K růstovým plochám tu přistupují molekuly, které jsou propletené se sousedními molekulami, a to je nepříznivé pro vznik zcela pravidelných struktur. Přesto se však polymerní řetězce i při krystalizaci z podchlazené taveniny v jistém stupni skládají a vytvářejí lamelami útvary, které mají podobnou tloušťku jako monokrystalové vzniklé v roztoku. Krystalické lamely vzniklé ze společného zárodku se rozrůstají v polykrystalických útvarech, z nichž nejtypičtější jsou sférolity.

Sférolity jsou kulové agregáty krystalických substruktur, které vyrůstají ze středu sférolitu radiálním směrem. Má-li být prostor sférolitu vyplněn, musí se tyto substrukтуры větvit. Rozměry sférolitů se pohybují od několika mikrometrů až do makroskopických velikostí několika milimetrů. Schéma struktury sférolitů polypropylenu ukazují obrázky (Obr. 3 a Obr. 4).

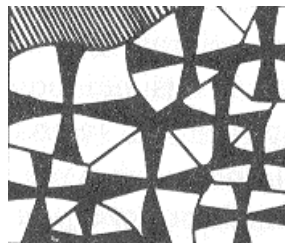


Obr. 3. Schéma struktury sférolitu polypropylenu (15)



Obr. 4. Schéma nadmolekulové struktury polypropylenu (15)

Krystalické substrukтуры sférolitu jsou dvojlomné. Při zkoumání sféroliticky zkrystalovaného polymeru polarizačním mikroskopem byly zjištěny charakteristické obrazce tvaru maltézských křížů (Obr. 5).



Obr. 5. Struktura sféroliticky zkrystalovaného polymeru v polarizačním mikroskopu (15)

Tyto a další optické jevy umožňují získat informace o struktuře sférolitu. Polarizačním mikroskopem je možno sledovat vznik a růst sférolitu při krystalizaci. Růst sférolitu končí dotykem se sousedním rostoucím sférolitem. Na jejich styčné ploše dochází k prorůstání lamel, což je příznivé pro soudržnost hmoty. Obvykle je prostor sférolitu zcela vyplněn, a stupeň krystalizace uvnitř sférolitu je stejný jako průměrný stupeň krystalizace vzorku jako celku. Amorfní podíl může být uvnitř sférolitu:

- a) ve formě defektů na povrchu skladů, když se řetězec nevrací do lamely přímo na sousedním místě, nýbrž až na nějakém místě vzdálenějším a vytváří tak amorfní smyčku.
- b) ve formě tzv. spojovacích molekul, jejichž části jsou zabudovány do dvou různých lamel.
- c) ve formě amorfního materiálu v mezilamelárních oblastech.
- d) ve formě defektů uvnitř krystalů.

Podle schematické představy z (Obr. 4) formulované Samuelsem tvoří radiální krystalické fibrily „paprsky kola“ sférolitu. Amorfní podíl tvoří „maltu“ mezi paprsky. Krystaly jsou spojeny prostřednictvím spojovacích molekul jak ve směru radiálních fibril, tak i kolmo na ně. Ve stadiu pomalejší, tzv. sekundární krystalizace dochází ke vzniku nahodile rozložených krystalitů i v původně amorfních oblastech mezi fibrilami.

Zvýšením tlaku vzroste teplota tání krystalů tak, že lze provádět krystalizaci při vyšší teplotě. Vznikají přitom krystaly s delší periodou skládání než za obvyklých podmínek; např. u polyethylenu byly za zvýšeného tlaku připraveny z taveniny lamelární krystalické útvary o tloušťce až 3 000 nm (třicetkrát větší než monokrystaly z roztoku). Takovým útvarům se říká krystaly napřimených řetězců.(15)

1.3.3 Kinetika krystalizace tavenin

Nukleace

Při teplotě tání T_m je nukleační bariéra nekonečná, ale s klesající teplotou [tj. s rostoucím podchlazením $(T_m - T)$] rychle klesá.

Primární nukleace se označuje jako homogenní, jestliže v soustavě nejsou přítomny žádné předem vytvořené zárodky ani cizí povrchy. Nukleaci je možno experimentálně sledovat např. polarizačním mikroskopem podle vzniku dvojlomných oblastí. Při homogenní nukleaci vznikají zárodky skutečně nejprve přibližně lineárně s časem a nahodile v prostoru. Nakonec dosahuje počet vzniklých zárodků konstantní hodnoty a dále se již nemění.

Jsou-li v soustavě přítomné cizí povrchy (náhodné nečistoty, zbytky katalyzátorů, zbytky krystalů neúplně roztaveného polymeru, stěny nádoby, záměrně přidané nukleační činidlo) zárodek vzniká na nich, je vzniklý nový povrch menší a rovněž nukleační bariéra je v porovnání s homogenní nukleací menší. Nukleace tohoto typu se nazývá heterogenní - pro polymery je typická a dochází k ní již při menším podchlazení (10 až 30°C).

Nukleace mnoha polymerů značně závisí na jejich teplotní historii. Malé uspořádané oblasti mohou v tavenině přetrvávat i po dlouhou dobu a po ochlazení pak působí jako předurčená centra krystalizace („samonukleace“). Jejich počet a rozměry závisejí na teplotě předešlé krystalizace a na teplotě a době, po kterou byl polymer taven. Příklad údajů je uveden v tab.I.

Tabulka I. Rychlost krystalizace izotaktického polypropylenu (taveného při 180°C 15 min)

$\frac{T_k}{^\circ\text{C}}$	$\frac{N}{m^{-3}} \cdot 10^{-12}$	$\frac{r}{\mu\text{m min}^{-1}}$	$\frac{t_{0,5}}{\text{min}}$	$\frac{K}{\text{min}^{-3}}$
145	0,47	0,27	264	$3,9 \cdot 10^{-8}$
135	0,65	1,60	40	$1,1 \cdot 10^{-5}$
125	1,56	12	4	$1,1 \cdot 10^{-2}$

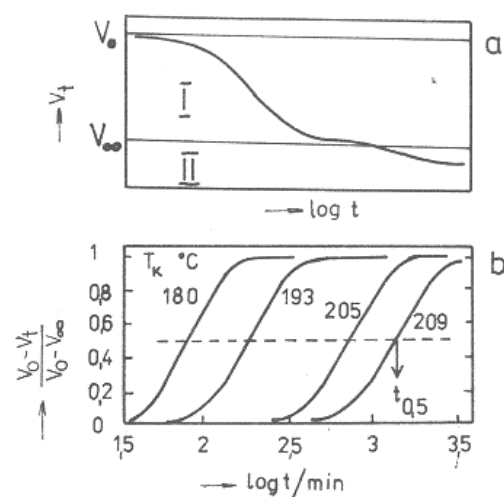
T_k - teplota krystalizace; N - koncentrace zárodků (vzniklých sférolitů); r - radiální rychlost růstu sférolitů; $t_{0,5}$ - poločas krystalizace stanovený dilatometricky; K - konstanta Avramiho rovnice; v případě okamžité nukleace a sférolitického růstu je $K = 4\pi N r^3 / 3$.

U izotaktického polypropylenu je nukleace heterogenní a prakticky okamžitá. Ihned po ochlazení taveniny na krystalizační teplotu vznikne jistý počet N center, od nichž rostou sférolity, při čemž N se v průběhu času nemění. Při nižší teplotě krystalizace je N větší, sférolity mohou narůst jen do menších rozměrů a vznikne jemnozrnnější struktura. Zvýšení teploty a prodloužení doby tavení vede ke snížení N .(15)

Růst krystalů

Jakmile je zárodek vytvořen, zbytek molekuly se rychle naskládá na růstové ploše, při čemž zachovává přibližně stejnou periodu skládání, jakou má zárodek. Růst probíhá po vrstvách; obecně se může stát, že pro vytvoření jedné vrstvy je potřebná mnohonásobná nukleace. V každém případě vzniká lamelární útvar.(15)

Při nižší teplotě krystalizace vznikají tenčí lamelární krystaly z roztoku i z taveniny. Jestliže se polymer zkrystalizovaný při nízké teplotě temperuje na vyšší teplotu, dochází (zpravidla táním a rekrytalizací) ke vzniku tlustších lamel. (15)



Obr. 6. **a** - Znázornění změny objemu při primární a sekundární krystalizaci

I - oblast primární krystalizace

II - oblast sekundární krystalizace;

b - závislost relativní objemové změny izotaktického polystyrenu (konverze X), při různých teplotách krystalizace T_k .(15)

Celková rychlost krystalizace

Závislost stupně krystalizace (tj. obsahu krystalicky uspořádaných oblastí v semikrystalické soustavě) na době krystalizace vykazuje rysy typické pro dvoustupňový proces. V prvním stupni, při tzv. primární krystalizaci, proběhne největší část přeměny. Na něj pak navazuje mnohem pomalejší druhý stupeň, tak zvaná sekundární krystalizace. Příklad teplotní závislosti objemu při izotermické krystalizaci ukazuje obrázek (Obr. 6).

Počáteční objem vzorku je V_0 , s postupující krystalizací se objem zmenšuje a v čase t má hodnotu V_t . Po dostatečně dlouhé době proběhne primární krystalizační přeměna prakticky do rovnováhy a objem nabývá limitní hodnoty V_∞ . Stupeň přeměny (konverzi) X při primární krystalizaci lze definovat vztahem

$$X = \frac{V_0 - V_t}{V_0 - V_\infty} \quad (1)$$

kde X nabývá hodnoty od 0 do 1.

Projevy sekundární krystalizace jsou patrné již v posledních stádiích primární krystalizace a projevují se ještě po dlouhé době (týdny, měsíce). Při sekundární krystalizaci dochází k uspořádávání toho materiálu, který byl pro špatnou krystalizační schopnost vypuzen z primárních krystalů. Během sekundární krystalizace se pomalu organizuje a částečně začleňuje do existujících lamel, čímž se jejich tloušťka zvětšuje. Zároveň dochází ke kineticky obtížnému zdokonalování stavby krystalů.(15)

1.3.4 Teplota tání v oblasti 100 až 200 °C

Polymery s touto teplotou tání se používají jako polotvrdé až tvrdé plasty. Zesíťováním nelze omezit jejich sklon ke krystalizaci natolik, aby mohly být surovinami pro výrobu pryže. Jejich krystalizace se naopak využívá k dosažení dostatečně vysokého modulu, protože teplota zesíťování těchto polymerů leží zpravidla pod 20 °C. Má-li být modul pružnosti E nejméně řádu 10^2 MPa, musí být stupeň krystalizace vyšší než 50 %. Při chlazení z oblasti taveniny (ve formě) musí výrobek pro dosažení dostatečného stupně krystalizace strávit přiměřeně dlouhou dobu v teplotní oblasti maximální rychlosti krystalizace. Vlastnosti výrobku závisejí i na morfologii. Mikrozná struktura (menší sférolity) je výhodnější pro mechanické i optické vlastnosti, houževnatost i transparentci.

Polypropylen ($T_m = 176\text{ °C}$) krystalizuje rychle při teplotách pod 125 °C , v přítomnosti nukleačních činidel už pod 140 °C . Ve druhém případě lze pracovat s vyšší teplotou taveniny, což by normálně vedlo ke zpomalení krystalizace. Sekundární krystalizace polypropylenu způsobuje komplikace v dodatečném zmenšování objemu (tzv. dosmršťování). Je pomalé při 20 °C , rychlé např. při 120 °C (za 7 dnů kolem 0,4%). Dosmršťování vstřikovaných výrobků lze zmenšit zvýšením teploty taveniny a formy, aby objemové změny proběhly v co největší míře už při vlastním procesu.(15)

1.3.5 Technická pevnost

Příčinou menší skutečné pevnosti polymerů proti teoretické jsou mikrostrukturní a technologické defekty. Rozměry mikrostrukturních defektů závisí na chemické a nadmolekulární struktuře. Jejich nebezpečnost z hlediska vzniku předčasného, obvykle křehkého lomu, souvisí mimo jiné s omezenou schopností polymeru vytvářet plastické deformace.

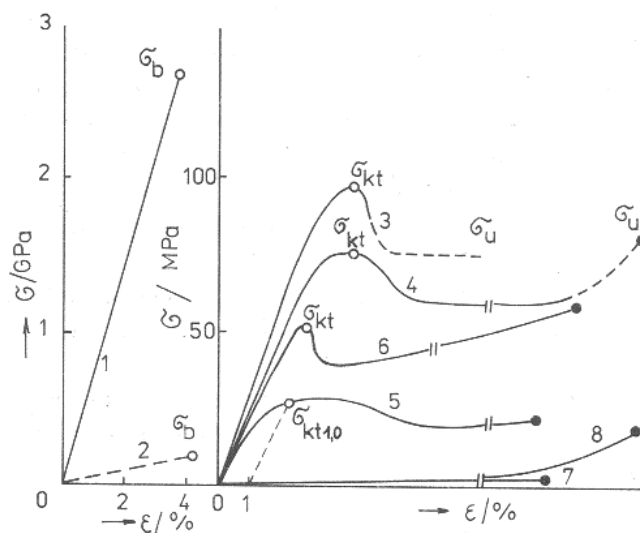
Kromě strukturních charakteristik rozhodují o růstu defektů a vzniku nebezpečných náhlých lomů pseudokřehkého charakteru podmínky, za nichž vnější síly působí. Nejdůležitější jsou rychlost zatěžování a vlivy okolního prostředí (teploty, relativní vlhkosti vzduchu, popř. korozně působícího prostředí). Uvedené faktory ve vzájemné kombinaci rozhodují o tom, zda dojde k rychlému zvětšování mikrodefektů za vzniku trhliny kritické délky a ke křehkému lomu, nebo zda bude zvětšování mikrodefektů pomalé (nebo bude potlačeno) a před porušením dojde plastickou deformací ke zpevnění polymeru a k tvárnému lomu.

Z hlediska metodického se pojednává o pevnosti podle podmínek namáhání. Nejčastěji se pevnost dělí na:

- a) pevnost vyznačující se většími hodnotami smluvního nebo skutečného napětí, kterou materiál získá při krátkodobém pseudostatickém nebo rázovém namáhání. Čas do lomu τ_u je krátký.
- b) Pevnost vyznačující se malými hodnotami napětí při dlouhodobém působení statických nebo cyklických sil (kríp, únava).(15)

Pevnost při krátkodobém statickém namáhání plastů

Krátkodobými zkouškami se charakterizuje pevnostní a deformační chování při spojitém zvětšování vnějších sil. U polymerů se nejčastěji provádějí zkoušky tahem nebo ohybem, méně často ve smyku nebo v tlaku.

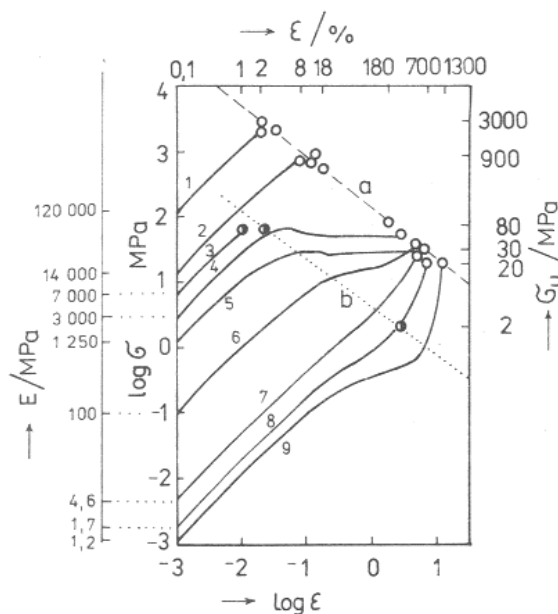


Obr. 7. Charakteristické pracovní diagramy namáhání v tahu různých polymerních materiálů (15).

- 1- vlákna s velkým modulem pružnosti E a pevnosti,
- 2- křehké reaktoplasty a některé lineární amorfnní termoplasty pod T_b ,
- 3- semikrystalické plasty s velkou krystalinitou,
- 4- semikrystalické plasty s malou a střední krystalinitou, některé tvárné amorfnní termoplasty (PC, PETP) nad T_b ,
- 5- amorfnní termoplasty při teplotách blízkých T_g ,
- 6- směsi amorfnních termoplastů s elastomery,
- 7- nekystalizující pryže nad T_g ,
- 8- kystalizující pryže nad T_g . (Přerušované části křivek značí vznik předčasných lomů.)

Ze smluvních pracovních diagramů uvedených na obr.10 se stanovuje mez křehké pevnosti σ_b , mez kluzu σ_k (obvykle horní) nebo smluvní mez kluzu, napětí při přetržení σ_u (u křehkých je $\sigma_u = \sigma_b$). Z deformačních charakteristik se určuje poměrná deformace při přetržení ϵ_u (v analogii s kovy označovaná při zkoušce tahem jako tažnost). Podle typu polymeru zahrnuje hodnota ϵ_u převážně jen elastické deformace (elastomery, vysoce orientovaná vlákna), nebo naopak převážně deformace trvalé (semikrystalické a některé lineární amorfnní polymery s typem křivky 3 až 6 na obrázku (Obr. 7)).(15)

V technické praxi se zatím používají převážně hodnoty pevnosti stanovené při 20 °C a při malých rychlostech deformace (řádově jednotky milimetrů za minutu). Přehled pevností v tahu (mezí kluzu v tahu a tažností pro nejvýznamnější polymerní materiály) je uveden v příloze 1. Smluvní diagramy v tahu pro jednotlivé skupiny polymerních materiálů jsou v logaritmických souřadnicích znázorněny na obrázku (Obr. 8).



Obr. 8. Vztahy mezi napětím a poměrným prodloužením v log. souřadnicích při teplotě 20 °C. (Čísla polymerů jsou shodná s čísly v příloze 1) (15)

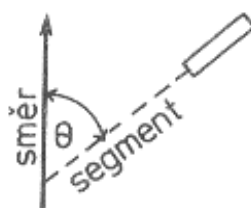
Největší hodnotu pevnosti a nejmenší tažnost mají vlákna z aromatických polyamidů typu Kevlar. Řádově menší pevnost a větší tažnost mají běžná vlákna z PETP, PA, PVAL a PP. Pevnost semikrystalických a lineárních izotropních tvárných plastů leží mezi 30 až 80 MPa, při tažnosti několik desítek až set procent.

U semikrystalických polymerů pevnost v tahu roste a tažnost klesá s rostoucí krystalinitou a celkové deformace jsou za mezí kluzu téměř zcela nevratné (plastické). Naproti tomu polymery s hustou sítí (reaktoplasty) mají ve skelném stavu při pevnosti 40 až 70 MPa jen omezenou plasticitu. Celkové deformace, které bývají menší než čtyři procenta, jsou téměř až do lomu pružné (vratné). (15)

1.3.6 Strukturní charakterizace

Orientační funkce

Strukturní jednotky polymerních systémů, např. segmenty řetězců nebo krystality, jsou obecně anizotropní. Prostorové uložení těchto jednotek vzhledem ke zvolenému prostorovému směru je charakterizováno úhlem mezi jednotkou a zvoleným směrem, tzv. orientačním úhlem θ (Obr. 9). Rozdílné jednotky (např. různé segmenty) mají různou orientaci, různé hodnoty orientačního úhlu.



Obr. 9. Poloha anizotropní strukturní jednotky vzhledem ke zvolenému směru (15).

θ je orientační úhel

Jsou-li anizotropní jednotky uspořádány paralelně se zvoleným směrem, je orientace úplná. Takový typ uspořádání se označuje jako jednosměrná orientace. Vysoký stupeň jednosměrné orientace je typický pro vlákna. (15)

Měření stupně orientace

Při měření se využívá toho, že odezva polymerních řetězců na různé optické, akustické, mechanické či jiné podněty je obecně jiná ve směru řetězců než kolmo k nim. Popis hlavních metod uvádí Samuels a zvláště Ward, v jehož knize je popsáno využití metod NMR, spektroskopie Ramanovy a fluorescenční, dichroismu ultrafialového, viditelného a infračerveného a malouhlového rozptylu světla a paprsků X.

Experimentálně nejjednodušší a nejpoužívanější metodou pro rychlé kvalitativní zhodnocení průměrného stupně orientace je měření dvojhlomu. Je to rozdíl indexu lomu ve směru orientace a ve směru k němu kolmém.

1.3.7 Struktura a vlastnosti orientovaných polymerů

Hlavním cílem orientačních pochodů je získání produktu se zlepšenými vlastnostmi: se zvýšenou tuhosti (modulem pružnosti), pevnosti v tahu σ_b , energií potřebnou k přetržení w_b , se zlepšenou odolností proti únavě opakovanými deformacemi atd. Jednosměrnou orientaci vzniká výrazná anizotropie mechanických vlastností: posílí se směr orientace, ale oslabí se směr příčný.

U jednosměrně orientovaných fólií typicky amorfního polymeru, jako je polystyren, byl ve směru orientace zjištěn vzrůst modulu na dvojnásobek, pevnosti i tažnosti na trojnásobek a rázové houževnatosti dokonce na osminásobek. Ve směru kolmém se však pevnost a houževnatost mohou snížit a pozoruje se i tendence k rozvláknování. Proto je výhodnější orientace biaxiální, při níž se sice jen málo zvýší pevnost polymeru v podélném směru (asi 1,5krát), avšak zlepší se pevnost i v příčném směru. Biaxiálně orientované polystyrénové folie jsou pak pevné a houževnaté.

U semikrystalických polymerů je vliv orientace na mechanické vlastnosti výraznější než u polymerů amorfních.(15)

U dokonale hookovského (lineárního) systému je energie potřebná k přetržení

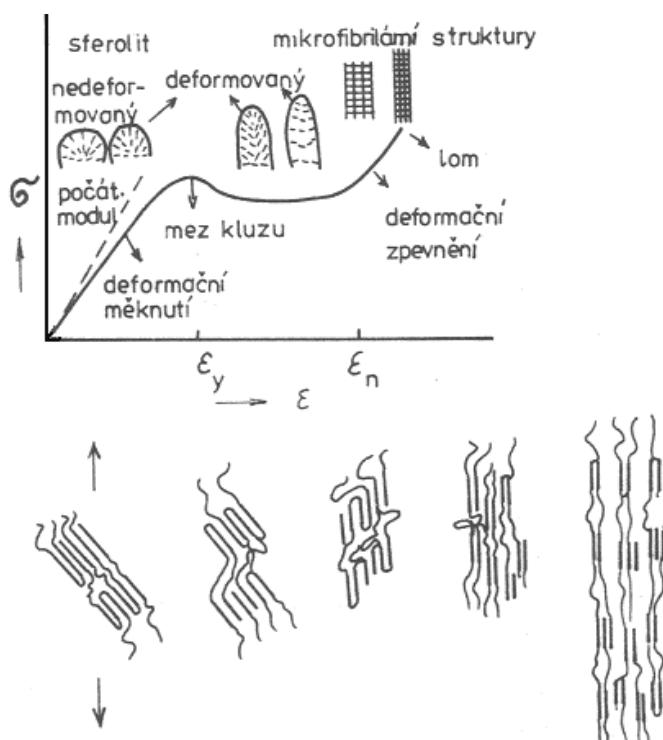
$$w_b = \frac{\delta_b \cdot \varepsilon_b}{2} \quad (2)$$

Součin pevnosti a tažnosti je jistou mírou energie potřebné k přetržení i u reálného systému a v daném případě se se stupněm orientace příliš nemění. To lze zřejmě vysvětlit tím, že se u materiálu s malým stupněm orientace zbývající stadia dloužení uskuteční v průběhu trhací zkoušky. Při rychlém protahování však takové dloužení nestačí proběhnout, a proto jsou hodnoty změřené tažnosti nízké.

Strukturní změny probíhající při dloužení polymeru se sférolitickou strukturou jsou schematicky ukázány na obrázku 13. Při malých deformacích (asi do 1%) je deformace homogenní, pak však narůstají smykové síly, které u lamel svírajících s tahovým napětím úhel menší než 90° působí kluz podél řetězců. Tím se z lamel odtrhávají krystalické bloky a orientují se osou c rovnoběžně se směrem orientace. Protože jsou tyto bloky prostřednictvím spojovacích (vazebných) molekul spojeny s dalšími lamelami, dochází k jejich rozpadu i v případě, že byly původně méně výhodně orientovány, a tak plastická deformace vzrůstá.

Bloky vzniklé z dané lamely zůstávají spojeny, přestože se mohou octnout na

různých místech a je tedy zřejmé, že se zvyšuje počet spojovacích (vazebných) molekul. Napětí potřebné k rozrušení lamelami struktury je v různých místech stejné, a proto zůstává napětí v průběhu dlužení po dobu existence krčku téměř konstantní (Obr. 10).



Obr. 10. Přeměny sférolitické struktury na fibrilární za podmínky nehomogenního dlužení se vznikem krčku.(15)

Nahoře: příslušná tahová křivka

Při vysokém stupni orientace (u polypropylenu kolem $f = 0,76$) ztrácí protažené sférolity svou identitu a vzniká struktura fibrilární. Její základní jednotkou je mikrofibrila.

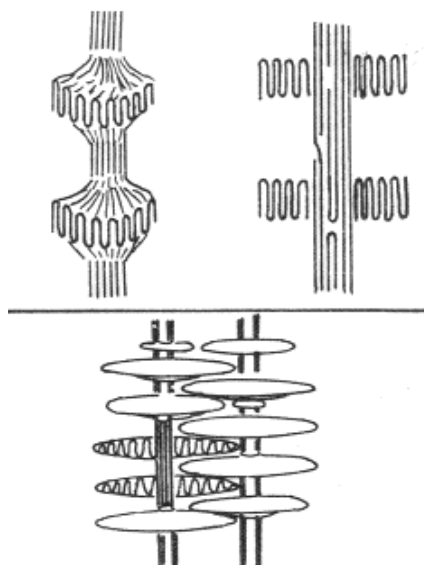
Mikrofibrily jsou lineární útvary pozorovatelné elektronovým mikroskopem, viditelné na snímcích povrchu mírně naleptaných vláken a filmů. Mají průměr kolem 10 až 20 nm, délku několik desítek mikrometrů. Obsahují krystalické bloky, amorfni oblasti a spojovací molekuly, které přemostují amorfni oblasti, spojují krystalické bloky a dodávají mikrofibrile velkou pevnost a velký modul. V důsledku toho se projevuje mikrofibrila spíše jako krystal s místními méně pevnými oblastmi než jako soustava, v níž se amorfni a krystalické oblasti střídají. Vyšší organizační jednotkou je svazek mikrofibril, - fibrila.

Pevnost vláknité struktury zřejmě úzce souvisí s počtem, konformací a prostorovým rozložením spojovacích (vazebných) molekul. Pro zajištění soudržnosti

struktury musí část vazebných molekul spojovat navzájem i mikrofibrily a fibrily. Druhým faktorem pevnosti jsou defekty struktury, lokalizované u konců mikrofibril.

Při krystalizaci z deformované taveniny (např. v trysce při spřádání vláken, při vyfukování fólie, vstřikování) vznikají rovnoběžně se směrem deformace lineární zárodky, zvané též řádkové. Skládají se z paralelně uložených napřímených řetězců. Na nich pak epitaxiálně narůstají lamely ze skládaných řetězců, které jsou orientovány rovinou lamely kolmo k deformaci. Tento útvar se v anglické literatuře nazývá šiš-kebab, ražniči.

V méně deformovaných místech taveniny probíhá souběžně obvyklý sférolitický růst. Za řízených podmínek byla laboratorně připravena vlákna polyethylenu o velikosti modulu dosahující až 90 GPa, která mají strukturu schematicky naznačenou na obrázku (Obr. 11). Její předností je rozměrová stabilita při vyšších teplotách a potlačení jevu fibrilace (rozvlákňování).(15)

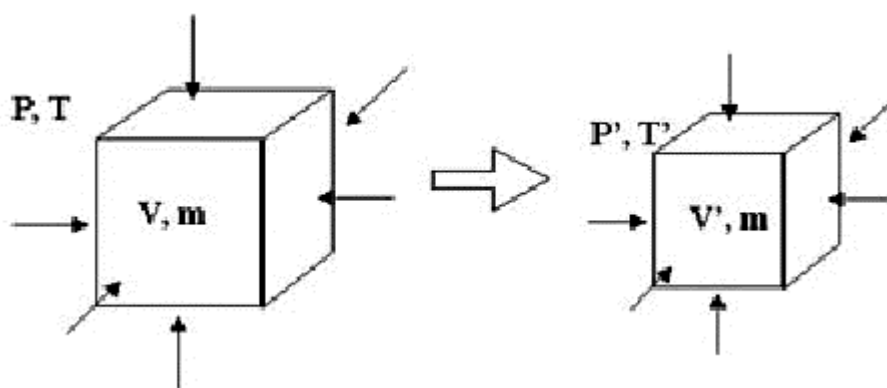


Obr. 11. Schéma řádkového zárodku s přirostlými lamelami, šiš-kebab (15)

Dole: schéma struktury vláken polyethylenu připravených za laboratorně řízených podmínek

1.3.8 Diagramy P-V-T

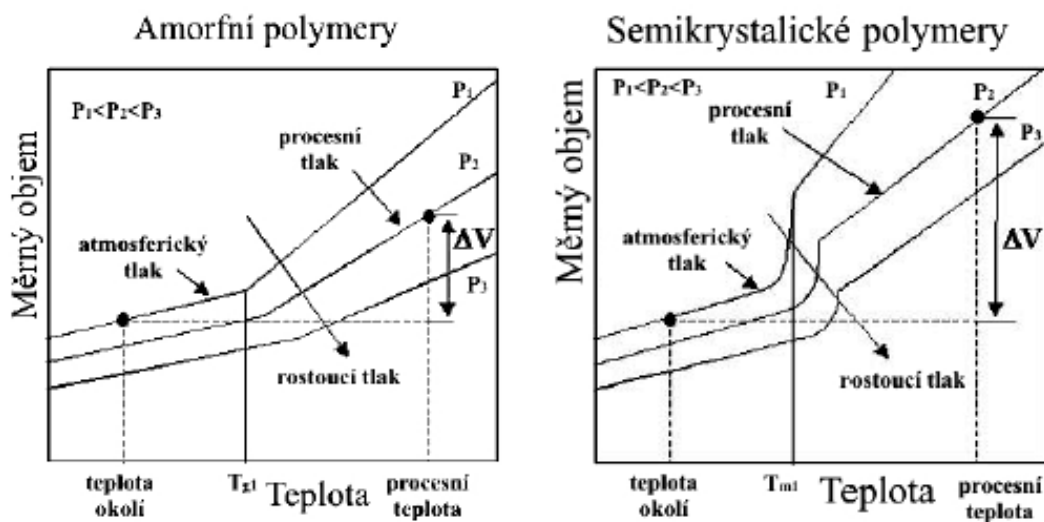
PVT diagramy popisují změnu měrného objemu s teplotou a tlakem.



Obr. 12. Stavová změna systému PVT (9)

Měrný objem je definovaný jako objem vztažený na jednotku hmotnosti. Podle obrázku (Obr. 12) se tlak a teplota změni z tlaku P a teploty T na P' a T' . Systém o stejné hmotnosti m změni měrný objem z V na V' . PVT data se získávají měřením na standardizovaném zařízení.

Vzorek je ohříván v uzavřené komoře. Je měřena změna objemu vzorku, vystaveného řadě tlaků. PVT chování materiálu hraje důležitou roli v souvislosti s výrobou a konečným tvarem výrobku.



Obr. 13 Závislost měrného objemu na teplotě a tlaku pro amorfní a semikrystalické polymery (9)

Změna objemu vstřikovaného dílce, měřeného při procesní teplotě a teplotě okolí, může představovat až 20% změnu. Semikrystalické polymery mají vyšší smrštění než amorfní v důsledku uspořádávání a skládání řetězců pod bodem zatuhnutí. To vede k větším rozdílům ve specifickém objemu V mezi fází taveniny a tuhé fáze

semikrystalických materiálů. Přítomnost plniva (jako třeba krátkých skleněných vláken) snižuje rozdíl ve specifickém objemu V mezi fází taveniny a solidu.

Obrázek (Obr. 13) popisuje objem V jako funkci teploty T pro dva typy polymerů. Pro amorfní polymer je strmost křivky vyšší nad teplotou skelného přechodu T_g . Větší smrštění nastává nad teplotou T_g .

U semikrystalických polymerů nastává skok v měrném objemu v bodu tání. Tento velký pokles měrného objemu představuje daleko větší smrštění než u polymerů amorfních. U semikrystalických polymerů nastává ještě další změna strmosti křivky specifického objemu a to pod bodem tání. Měrný objem je také ovlivněn tlakem; rozdílné tlakové podmínky způsobují posuv křivky T - V . Křivka měrného objemu klesá dolů s rostoucím tlakem. Horní křivka je závislostí při atmosférickém tlaku. Teplota skelného přechodu s rostoucím tlakem mírně roste.

PVT diagramy pro plněné polymery vykazují snížení měrného objemu než u neplněných materiálů. Plnivo zvyšuje hustotu. Plniva také posouvají křivky T - V dolů a snižují strmost. Toto vyrovnání křivky T - V má za následek snížení celkového smrštění součástí. Nicméně pokud jsou použita vlákna jako plnivo, výsledné vlastnosti jsou nepříznivé vzhledem ke zvětšení anizotropie. (9)

1.3.9 Tlaková historie

Idealizovaný průběh tlakové historie v dutině formy lze popsat čtyřmi etapami:

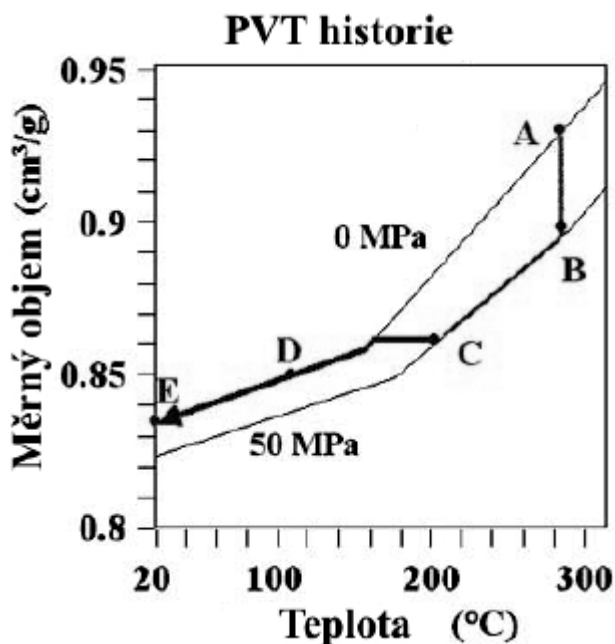
plnění, dotlak, chlazení a vyhazování výrobku.



Obr. 14. Průběh tlaku v procesu vstřikování (9)

A – tavenina bez tlaku za vstřikovací teploty, B – natlakovaná tavenina; stav, kdy čelo taveniny dosáhne konce dutiny, C – zcela zaplněná forma taveninou; čas, kdy ústí vtoku zatuhne, D – ztuhlý polymer, E – hotová součást; čas vyhazování z formy

Tyto stavy na obrázku (Obr. 14) odpovídají bodům v PVT diagramu na obrázku (Obr. 15).



Obr. 15. Závislost měrného objemu a teploty na tlakové historii (9)

V PVT diagramu materiál postupuje ze stavu taveniny (bodu A) do konečného ztuhlého stavu (bod E). Objemové smrštění S_v je pak definováno jako poměr rozdílu objemu formy a součásti, vztažené na objem formy. Z PVT diagramu, objemové smrštění S_v lze vyjádřit jako $(V_c - V_E) / V_c$.

Nejvíce ovlivňuje PVT diagram rychlost ochlazování. Rychlé chlazení vede k menšímu smrštění součásti. Pomalé chlazení vede k větší krystalinitě a většímu smrštění. Rozdíly v rychlostech chlazení mohou také zapříčinit tvorbu propadlin. (2,9)

1.3.10 Viskozita

Viskozitní chování materiálu je důležité pro určení tokové dráhy a disipace, generované během toku taveniny. Pro polymery je rozhodující smyková viskozita. Ta je charakterizována jako míra odporu taveniny proti smykové síle. Podle chování materiálu na rychlosti smykové deformace lze látky rozdělit jako dilatantní, newtonské a pseudoplastické.

Dilatantní látky jsou obecně složité struktury. S rostoucí rychlostí smykové deformace roste i odpor vůči smýkání. Jde například o plněné polymery.

Newtonské látky (voda, olej) nemění viskozitu s rychlostí smykové deformace.

Plasty se řadí mezi látky pseudoplastické. Čím více smýkáme, tím menší je odpor proti smýkání. Smyková viskozita klesá s teplotou, ale citlivost je různá podle typu polymeru. Přítomnost plniv zvyšuje smykovou viskozitu. Viskozita je rozhodující pro určení vstřikovacího tlaku pro danou rychlost nebo délku toku při maximálním tlaku. (2)

1.4 Geometrické parametry

Geometrickými parametry pro návrh součásti a tvaru formy se rozumí tloušťka stěn součásti, počet a umístění vtokových ústí, jejich průměr, typ a vazba na větve tokového systému.

Třemi primárními určujícími faktory pro volbu tloušťky stěny součásti jsou:

- Návrh součásti podle tuhosti
- Doba chlazení
- Délka toku taveniny

Průhyb pod daným zatížením je silně závislý na tloušťce stěny. S klesající tloušťkou stěny roste s třetí mocninou. Součást vyztužená žebry může zajistit požadovanou tuhost i při nižší tloušťce stěny. Strukturní podmínky jsou určující pro minimální tloušťku stěny výrobku. Viskozita materiálu ovlivňuje délku toku taveniny. Délka toku je funkcí tloušťky stěny. Volí se požadovaná tloušťka součásti v závislosti na zatečení taveniny. (10)

Chlazení formy spotřebuje více jak dvě třetiny času celkového vstřikovacího cyklu vstřikování. Uniformní chlazení zlepšuje kvalitu součásti redukcí reziduálních napětí a udržením tvarové přesnosti a stálosti. Chladicí čas je funkcí teploty formy, teploty taveniny, materiálových vlastností formy a polymeru a tloušťky stěny.

Čas chlazení roste exponenciálně s rostoucí tloušťkou stěny výrobku. Delší čas chlazení většinou vyžadují polymery semikrystalické než amorfní. Vtokové ústí zajišťuje spojení mezi tokovým kanálem a vstřikovanou součástí. Musí pojmout tolik taveniny, aby zaplnila dutiny během plnění a fáze dotlaku. Pro návrh umístění a velikosti vtokového ústí se pamatuje na tyto pravidla:

- Ústí by mělo být umístěno na tenší části výrobku
- Umístění vtokového ústí musí dovolovat vytěsnění vzduchu
- Vícenásobná vtoková ústí by měla být umístěna tak, aby studené svary výrazně neovlivňovaly pevnost výrobku
- Ústí vtoku by mělo být tvarováno tak, že ztuhne po přiměřeném dotlaku
- Nesmí nastat turbulentní tok taveniny
- Velikost ústí obvykle bývá 50 % až 75 % tloušťky součásti

Centrální srážkou dvou proudů taveniny klesne tuhost při laboratorních podmínkách až o 50 %. Místo setkání dvou čel taveniny totiž představuje vryp (vrub), což je místo s nižší pevností. Může zde také dojít k únavovým lomům.

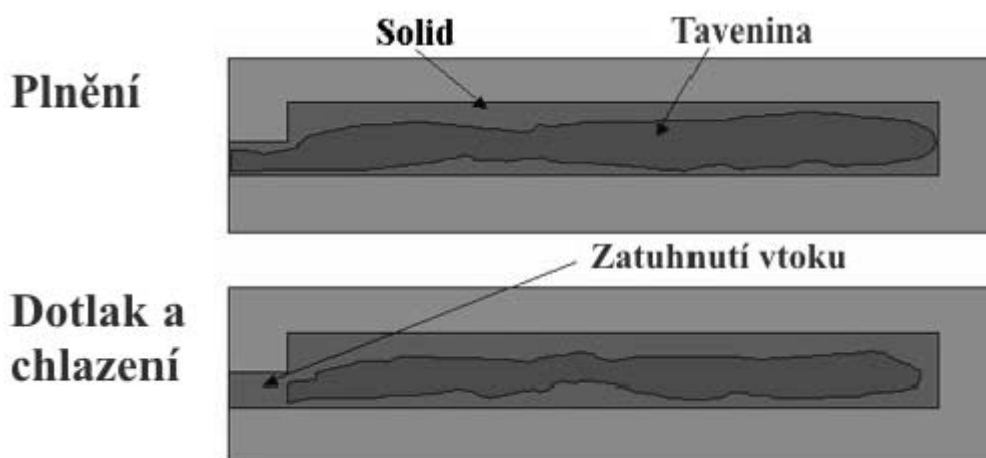
Poloha vtokového ústí a jejich počet má významný vliv na závažnost a polohu studených svarů. Vícenásobná vtoková ústí se při vstřikování používají pro:

- Odstranění omezení délky toku taveniny, daným tlakovým výkonem stroje a průměrem vtoku
- Redukci odlišností tlakové distribuce uvnitř součásti
- Snížení vstřikovacího cyklu a zvětšení rychlosti produkce
- Volbu různé tloušťky součásti

Po zvolení pozice a velikosti vtokových ústí, musí být rozhodnuto o typu ústí. Podle procesních požadavků je lze rozdělit na ručně oddělované (přímý, vějířový vtok, a další) nebo automaticky oddělované (bodový, tunelový vtok). (1,9,10)

1.5 Výrobní parametry

Dalšími konstrukčními parametry při výrobě vstřikovaných součástí je doba plnění a délka dotlaku, v závislosti na teplotě formy a taveniny.



Obr. 16. Vtokové ústí a jeho zatuhnutí(9)

Vtokové ústí bývá užší než součást a proto také ztuhne při dotlaku a chlazení jako první. Po zatuhnutí vtoku již nemůže být dodáván další materiál. Tavenina blízko stěny chladne rychleji, protože teplota stěny formy je daleko nižší než teplota taveniny. To vede k zamrznutí vrstvy blíže stěny.

Existují tři odlišné tokové oblasti v dutině formy: rozdílný tok v blízkosti nebo uvnitř vtokového ústí, dutinový tok, postupující čelo taveniny (fontánový tok).

Obrázek (Obr. 14) ukazuje typický průběh teplotní historie v dutině formy během vstřikovacího cyklu. Vtokové ústí ztuhne dříve, protože je užší než stěny v dutině formy. Jakmile je teplota součásti hodně pod teplotou tuhnutí, je vyhozena z formy. Cyklus začíná uzavřením formy a plněním temperované formy taveninou o dané teplotě. Tento průběh má vztah s tlakovou historií uvnitř formy (Obr. 15). Tlak během plnění rapidně roste. Po zaplnění formy je ihned přepnuto na dotlak. Jde o konstantně udržovaný tlak. Jakmile ztuhne vtokové ústí, tlak klesá s časem do té doby, než je výrobek vyhozen. Je důležité sledovat neuniformnost smršťování součásti, které vede ke zborcení. Špatná volba dotlaku může mít za následek nízkou kvalitu povrchu, propadliny, bubliny, zbytkové pnutí a neuniformní smrštění.(1,9)

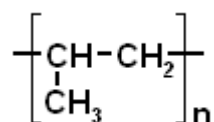
1.6 Polypropylen

1.6.1 Výroba polypropylenu

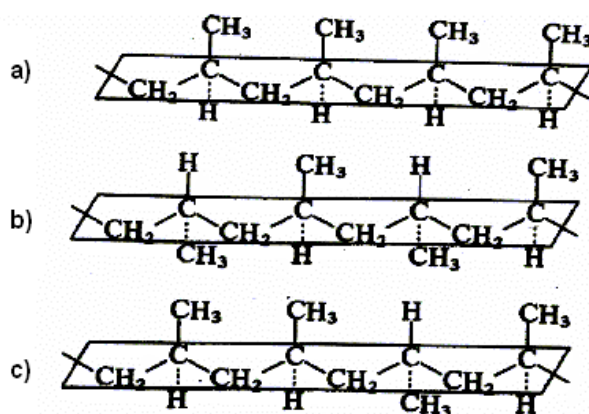
Monomerem pro výrobu polypropylenu je propen ($\text{CH}_3=\text{CH}-\text{CH}_3$), který se získává při tepelné úpravě ropy. Klasický postup polymerizace polypropylenu je založen na Zieglerových-Nattových katalyzátorech tvořených nejčastěji komplexem TiCl_3 s diethylaluminiumchloridem nebo triethylalumiinem (18).

1.6.2 Molekulární struktura polypropylenu

Polypropylen má hlavní řetězec tvořen uhlíkovými atomy, přičemž na každém druhém uhlíku je vázána methylová skupina (20):



Polypropylen může mít vzhledem k podmínkám polymerace různý typ uspořádání, který je dán polohou methylové skupiny vzhledem k uhlíkovému řetězci polymeru (19). Podle podmínek polymerace jsou tedy možné tyto typy uspořádání: izotaktické, syndiotaktické a ataktické (Obr. 17).



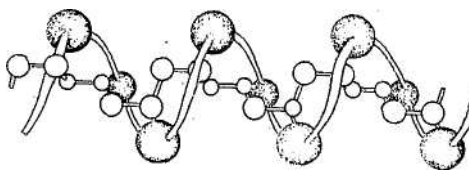
Obr. 17. Stereoizomery polypropylenu: a - izotaktický, b - syndiotaktický, c -ataktický (18)

PP má převážně izotaktickou strukturu, tj. takovou, že všechny methylové skupiny jsou nad nebo pod nákresovou rovinou. Ve skutečnosti mají molekuly izotaktického PP terciární symetrii, která je důsledkem toho, že methylové skupiny jsou podél hlavního uhlíkového řetězce uspořádané spirálovitě, jak je patrné z obrázku (Obr. 18). Syndiotaktický PP je má střídavě nad rovinou nebo pod ní. Ataktická struktura je extrémním případem neuspořádanosti, kdy methylové skupiny jsou rozloženy statisticky nad a pod nákresovou rovinou (20).

Na přechodu mezi čistě izotaktickou a ataktickou strukturou je stereobloková struktura. U ní se střídají v polymerním řetězci delší nebo kratší úseky molekul s izotaktickou a ataktickou strukturou.

Jednotlivé stereoizomery se značně liší fyzikálními, mechanickými i chemickými vlastnostmi. Izotaktická forma je značně krystalická, má lepší mechanické a chemické vlastnosti, jako např. vyšší modul pružnosti, vyšší hustotu, vyšší teplotu tání a lepší odolnost proti chemickým činidlům, zatímco ataktický PP je amorfni kaučukovitá hmota rozpustná dobře v celé řadě rozpouštědel (20).

Ataktické podíly jsou měkké, parafinového až blátivého charakteru, je tedy žádoucí co nejvíce snížit množství ataktického podílu, který zhoršuje výše uvedené vlastnosti, na druhou stranu však zlepšuje nízkou rázovou houževnatost (19).



Obr. 18. Polypropylénové řetězce se strukturou izotaktickou (19)

Stereobloky mají určitou krystalinitu (ataktické úseky nedovolují dokonalejší krystalické uspořádání) a v ostatních vlastnostech jsou na přechodu mezi oběma strukturami (20).

Všechny uvedené struktury jsou zastoupeny ve vyrobeném PP, přičemž izotaktický podíl tvoří obvykle více než 80% hmotnosti, stereobloky několik procent a ataktické podíly nemají přesahovat 10% (20).

V oblasti mezi teplotou skelného přechodu a teplotou tání krystalizuje izotaktický polypropylen ve třech modifikacích:

α - monoklinická

β - hexagonická

γ - triklinická.

Izotaktický PP vzhledem ke své struktuře dobře krystalizuje v monoklinické soustavě. (20).

α -modifikace je termodynamicky nejstabilnější. Vzniká krystalizací nad teplotou 130°C a je tvořena levotočivými a pravotočivými šroubovicemi. Tato modifikace se může vyskytovat v různém uspořádání s náklonem methylových skupin nahoru nebo dolů, přičemž se nemění krystalická buňka, ani vzájemná poloha pravotočivých a levotočivých šroubovic.

V β -krystalech jsou segmenty uspořádány se stejným smyslem šroubovic. Tato modifikace je méně stabilní a objevuje se při teplotách krystalizace 110 až 120°C. Při zahřátí nad 130°C přechází na stabilní α -modifikaci. (21).

Triklinická γ -modifikace je tvořena nízkomolekulárními podíly, které nevytvářejí sférolity. Je stabilní při teplotě pod 110°C a byla pozorována i při krystalizaci polypropylenu za zvýšeného tlaku (21).

Velmi rychlým ochlazením taveniny lze získat tzv. smektickou formu polypropylenu, která je méně uspořádaná než výše uvedené krystalografické modifikace, ale stále ještě obsahuje drobné oblasti s určitým stupněm uspořádání. Ty tvoří přechod mezi amorfní strukturou PP a obvyklým semikrystalickým polypropylenem (21).

1.6.3 Zpracování polypropylénu

PP se zpracovává vstřikováním při teplotě 205 - 280°C a vytlačováním na trubky, desky, folie a profily při teplotě 200 – 270°C. Tavný index se podle typu pohybuje mezi 0,4 – 13 g/10min. Desky a trubky se spojují svařováním polypropylenovým drátem (pistolí pro svařování horkým plynem o teplotě 200 až 220°C). Folie lze svařovat sálavým teplem nebo tepelným impulsem.

PP lze použít na různé výrobky, u nichž je požadována tuhost, mechanická pevnost a dobré elektroizolační vlastnosti. V automobilovém průmyslu se např. uplatňují vstřikované dílce z PP na přístrojové desky, ventilátory aj. Ve spotřebním průmyslu se PP uplatňuje jako součásti vysavačů, ventilátorů, sušičů na vlasy, mixérů, hraček, kufrů aj. Odolnost vůči sterilizačním teplotám umožňuje použít PP na dílce injekčních stříkaček aj. Trubky mají dobrou chemickou odolnost a jsou vhodné např. pro kanalizační odpady v chemickém průmyslu. Folie, zejména dvousměrně orientované, mohou v obalové technice konturovat celofánu. Používají se pro balení potravin a pro výrobu varných sáčků. Stále významnější, i když náročná je aplikace PP pro výrobu kondenzátorů. Zavádějí se i zpěňovatelné typy PP pro strukturní lehčené dílce. (19)

1.7 Nanoindentační měření

1.7.1 Mikrotvrdost

Indentační zkoušky jsou téměř 100 let používané pro hodnocení tvrdosti materiálů. Vzhledem k rostoucí potřebě hodnotit mechanické vlastnosti materiálů ve velmi malých objemech (tenké vrstvy, nanostrukturní materiály), byly vyvinuty mikrotvrdoměry a asi před 15-ti lety ultramikrotvrdoměry (nanoindentory), které záznamenávají závislosti zatížení indentoru P a hloubky proniknutí indentoru h během indentace, tzv. indentační křivky.

Z indentačních křivek $P(h)$ lze získat množství parametrů pro hodnocení elasticko-plastických a lomových vlastností v malých objemech materiálů. (11)

Mikrotvrdost materiálu vyjadřuje jeho odpor proti lokální plastické deformaci při zatížení diamantovým hrotem (indentorem). Zkouška spočívá ve vtlačování indentoru daného tvaru do vzorku zatížením P . Hodnota mikrotvrdosti je dána poměrem velikosti zatížení P působícím na indenter a plochu vytvořeného vtisku A .

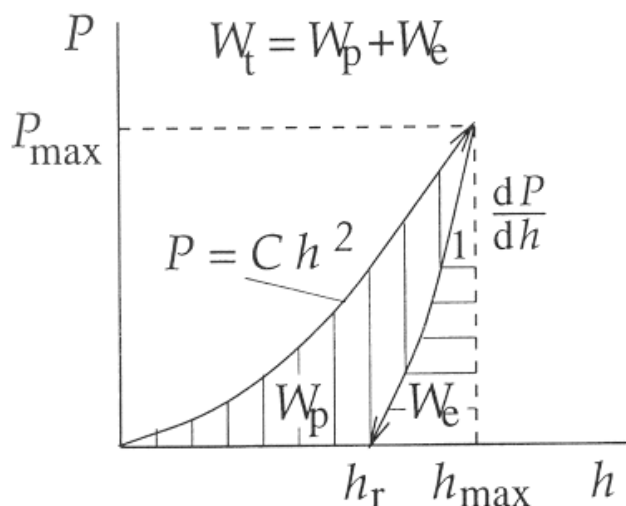
Nejčastěji používaným indentorem je Vickersův jehlan s vrcholovým úhlem mezi stěnami 136° , pro který platí:

$$HV = 1854,4 P/d^2 \quad (3)$$

Kde zatížení P je v [g] a h je hloubka vtisku v [μm]

Z geometrie Vickersova jehlanu vyplývá také vztah mezi hloubkou proniknutí hrotu do materiálu h a velikostí úhlopříčky vtisku d : (11)

$$d = 7h \quad (4)$$



Obr. 19. Indentační křivka elasticko-plastického materiálu (12)

1.7.2 Hodnocení elasticko-plastických vlastností

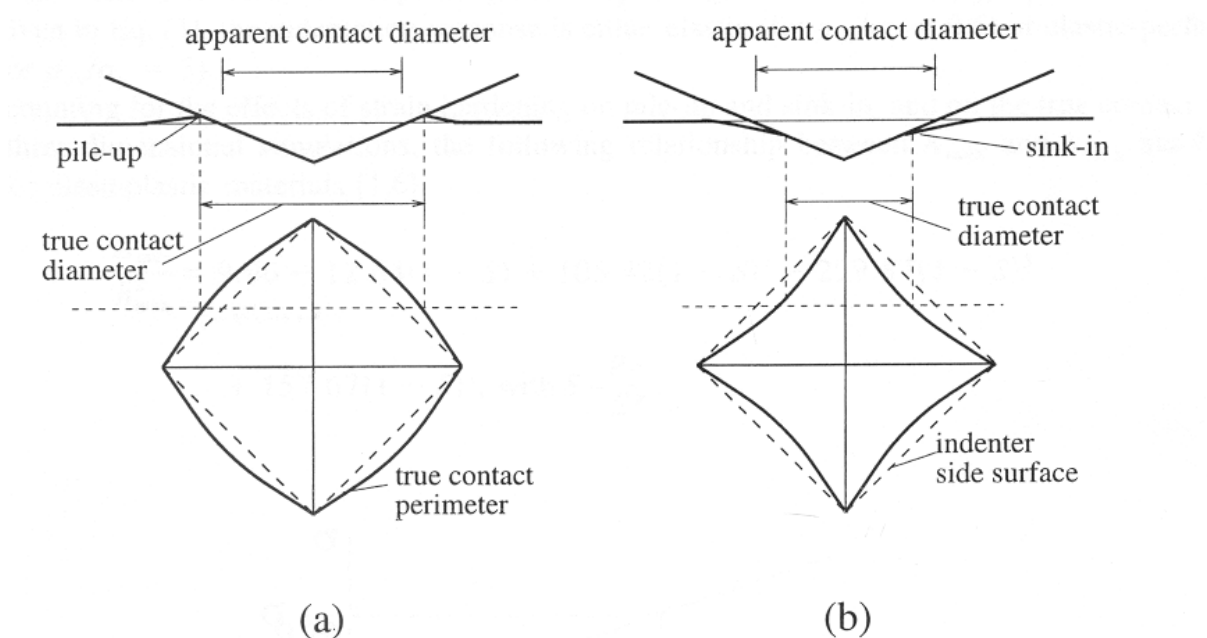
Na obrázku (Obr. 19) je vidět, že z indentační křivky lze určit velikost energie spotřebované při indentaci W_t (plocha pod zatěžovací částí indentační křivky), její elastickou složku W_e (plocha pod odlehčovací částí indentační křivky) a plastickou složku $W_p = W - W_e$.

Poměr $R = W_e/W_t$ vyjadřuje tzv. faktor zpětné elastické deformace.

V posledních letech jsou indentační křivky analyzovány pomocí různých metod, což umožňuje získat další informace o vlastnostech v mikro a nano-objemech.

Kromě nanotvrdosti a modulu pružnosti lze zjistit i koeficient zpevnění a mez kluzu. Metoda zahrnuje vliv deformace tvaru vtisku (pile-up, sink-in), viz obrázek (Obr. 20).

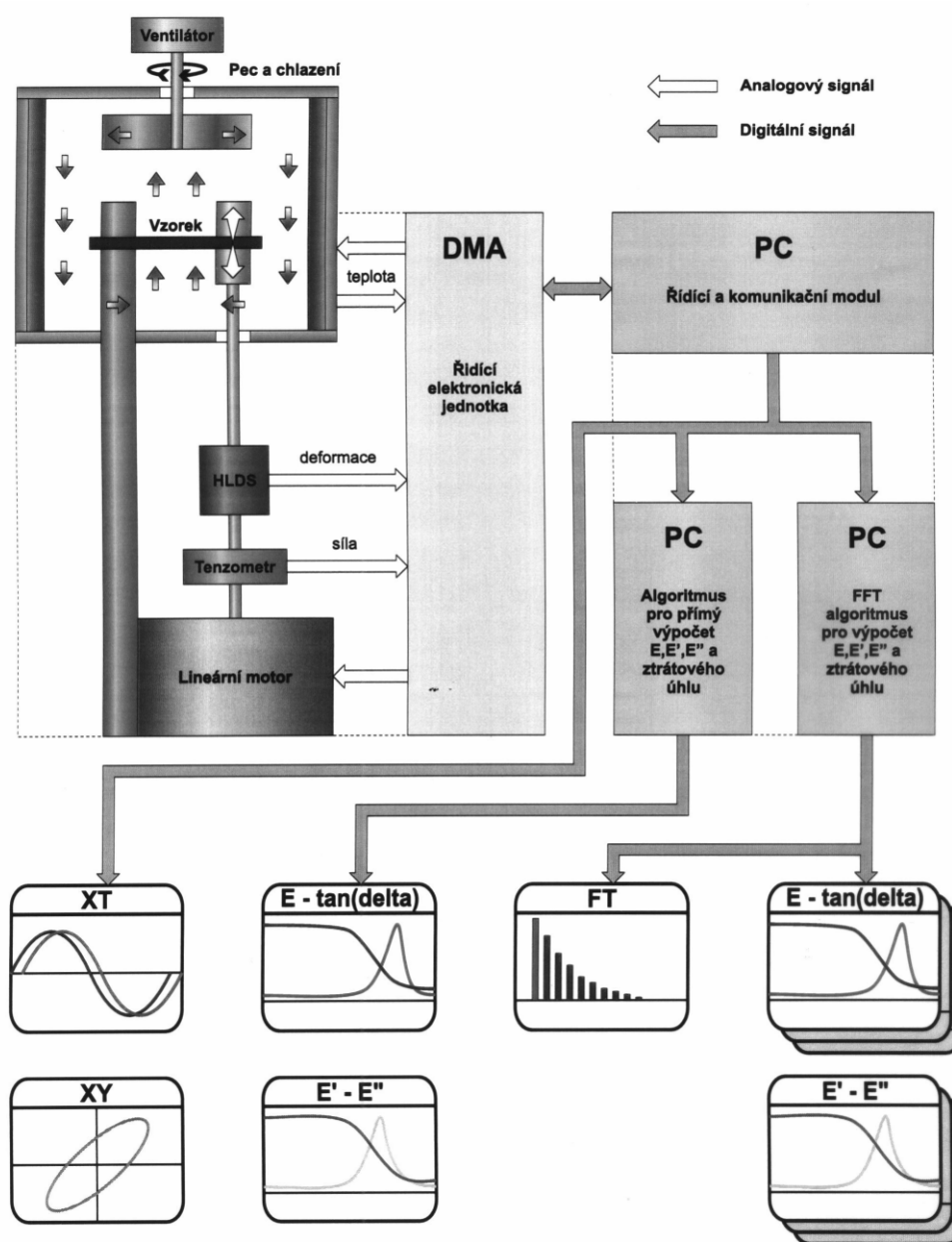
Při analýzách se musí brát v úvahu i tzv. vliv velikosti vtisku. To znamená, že naměřené hodnoty závisí na velikosti vtisku, tedy i na velikosti zatížení indentoru.(14)



Obr. 20. Tvar vtisku při a) vzniku valu (pile-up), b) vtažení okraje (sink-in) okolo vtisku (12)

1.8 Dynamická termomechanická analýza (DMA)

Princip dynamické termomechanické analýzy spočívá v mechanickém namáhání vzorku definovanou silou resp. napětím a měřením jeho deformační odezvy za různých podmínek (např. s měnící se teplotou). Pokud má mechanické namáhání sinusový průběh, jedná se o klasickou dynamickou analýzu. Některé přístroje, nazývané obvykle dynamické termomechanické spektrometry, umožňují aplikovat i namáhání vzorku vhodným nesinusovým průběhem, který má široké spektrum harmonických frekvencí. Analýzou dat lze získat naráz výsledky pro celé toto spektrum frekvencí. (17)



Obr. 21 Schéma DMA DX04T (20)

DMA DX04T lze velmi dobře použít k určení:

- teploty skelného přechodu, bodu měknutí a tání
- mechanických ztrát v materiálu (charakterizují jeho tlumící schopnosti)
- tečení metodou creepu (postupná změna rozměrů materiálu při zatížení)
- stupně krystalizace, míry orientace a gel pointu
- dlouhodobé teplotní stability (stárnutí materiálu)

1.9 Diferenciální snímací kalorimetrie (DSC)

Tato termoanalytická metoda je založena na indikaci změn entalpie studovaného materiálu. Měřenou veličinou je difference tepelného toku, který udržuje vzorek na zvoleném teplotním programu. Základní sledovanou veličinou je tepelná kapacita C , což je vlastně teplo Q absorbované systémem při nárustu teploty o 1 K:

$$C = \frac{dQ}{dT} \quad (5)$$

Při kvantitativnější práci s DSC je nutné mít přesně definované dvě veličiny-teplotu a energii (tepelný tok).

Určení teploty vyžaduje korekci na zpoždění systému. Při kalibraci energetického toku se posuzuje měřicí cyklus plného (se vzorkem) a prázdného kelímku měřený ve stejném teplotním intervalu. Teploty se kalibrují srovnáním s teplotou tání (T_m) vysoce čistých materiálů (kovy - In, Sn, speciální organické látky). Teplota izotermního měření se postupně zvyšuje v oblasti T_m standardu a za T_m se pak považuje teplota, při které byla pozorována maximální entalpická změna. Je nutné použít řadu standardů, neboť kalibrace založená na jediném standardu platí pouze pro teploty blízké T_m standardu. (13)

DSC křivky jsou závislosti rozdílů v příkonech tepelné energie do měřeného a do referenčního vzorku na čase, takže plocha křivky odpovídá energii studované přeměny. Konverzní faktor pro přepočet plochy na entalpickou změnu se získává za využití

speciálních materiálů, které jsou termodynamicky dobře definovány a interní a mají přesně definovanou závislost entalpie (resp. tepelné kapacity C_p) na teplotě.

Promývací plyn je zahřátý na pracovní teplotu před vstupem do prostoru uložení vzorku. Vakuum a chladicí vzduch vstupuje do modulu otvory v měřicím prostoru, ne však přímo do komory s měřeným vzorkem. Zvonový kryt nad měřicí komorou a uzavřený kroužek ve tvaru O zabezpečuje tepelnou izolaci a umožňuje evakuaci prostoru.(3)

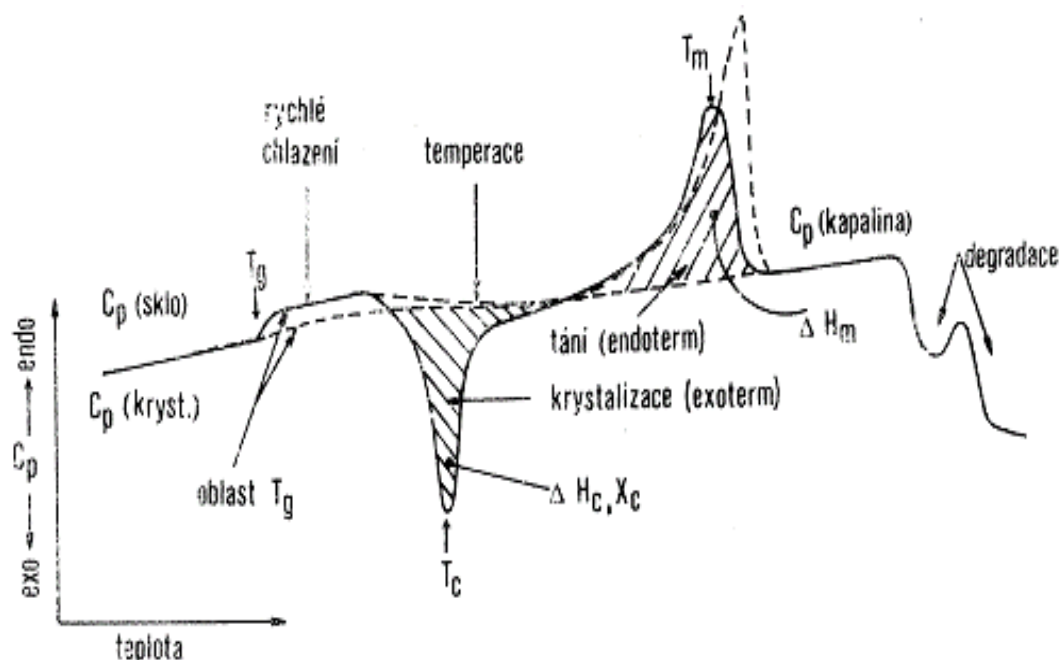
Využití DSC

DSC je velmi využívaná metoda, neboť většina fyzikálních procesů je doprovázena dostatečnou změnou tepelné kapacity nebo tepelného obsahu, která je vhodná pro detekci, pakliže se analýza provádí dostatečně rychle. Aplikace DSC zahrnuje především:

- určení měrného tepla c_p
- určení termodynamických parametrů, entalpie H a entropie S
- stanovení teploty skelného přechodu T_g
- určení krystalinity x_c , tepla krystalizace ΔH_f a rychlosti krystalizace v_c
- určení teploty tání T_m , tepla tání ΔH_m , stability krystalitů
- sledování kinetiky termické či oxidační degradace
- studium kinetiky polymerace

Pro polymery jsou hlavní možnosti metod shrnuty přehledně na modelové křivce na obrázku (Obr. 22).

U DSC je možné pozorovat přechody I. a II. řádu. Přechody I. řádu dle teorie poskytují úzké píky, ovšem u polymerů, které obsahují různé konfigurace, konformace a makromolekuly různé délky, se píky pochopitelně rozšiřují. Fázové přechody II. řádu (T_g) jsou doprovázeny skokovou změnou tvaru křivky, většinou tepelná kapacita vzrůstá.(13)



Obr. 22. Modelová DSC křivka polymeru (13)

Teplota skelného přechodu

Řada studií u amorfních polymerů se soustřeďuje na určení T_g resp. změny c_p v oblasti skelného přechodu. Skelný přechod je nerovnovážný proces a je kinetického charakteru. T_g patří mezi fázové přechody II. řádu, což znamená, že první derivace termodynamických veličin jsou spojitou funkcí. Diskontinuity se projeví u druhých derivací, což umožňuje stanovit T_g pomocí DSC snadno ze skokové změny měrného tepla c_p : na závislosti $c_p = f(T)$ se objeví půlvlna (schod). Teplota skelného přechodu se určuje grafickou extrapolací – buď bodem extrapolovaného nástupu či inflexním bodem. (13)

Krystalinita polymerů

Při kalorimetrických měřeních se předpokládá, že krystalinita x_c je přímo úměrná ploše pod píkem, který odpovídá teplu tání ΔH_f . Konstantou úměrnosti je teplo tání zcela krystalického materiálu ΔH_f^0 .

$$x_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \quad (6)$$

Pomocí DSC lze určit x_c stanovením tepla nutného k roztavení krystalické části polymeru a jeho porovnáním s ΔH_f^0 tání zcela krystalického polymeru. (13)

Teplota tání

Endotermní tání se objevuje u polymerů v širokém teplotním intervalu a je funkcí řady parametrů (teploty krystalizace vzorku, mol. hmotnosti polymeru apod.). Za teplotu tání polymeru se většinou považuje maximum endotermu tání. (13)

Teplota krystalizace

Při ochlazování roztaveného polymeru dochází často k výraznému podchlazení než dojde ke krystalizaci polymeru. Jakmile krystalizace začne, probíhá často rychleji než tání. Jako teplota krystalizace se uvádí vrchol exotermu krystalizace.

Kromě primární krystalizace se na DSC křivkách může v nepříznivých případech tzv. studená krystalizace, která je způsobena orientací nejbližších monomerních jednotek nad T_g v pevném stavu, proto exoterm studené krystalizace je níže než exoterm primární krystalizace. (13)

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Příprava zkušebních těles

Na zkušební tělesa byl použit materiál polypropylen ve formě granulátu. Granulát nebylo nutné sušit, protože materiál není náchylný k nasakování vzdušné vlhkosti. Z tohoto materiálu byly vystříknuty zkušební tělesa typu deska na vstřikovacím stroji DEMAG ERGOtech 50-200, při různých vstřikovacích podmínkách. Dále byly z těchto zkušebních těles připraveny vzorky pro jednotlivé zkoušky.

2.1.1 Materiál

Typ polymeru byl vybrán Mosten GB 003 od společnosti Chemopetrol, která se zabývá výrobou polymerů.



Obr. 23. PP Mosten GB 003 -granulát

Charakteristika

Polypropylén Mosten GB 003 je homopolymer se střední distribucí molekulových hmotností pro víceúčelové použití. Je vhodný pro vstřikování, pro výrobu tkacích pásků, provazů, motouzů, a výrobu folií pro následné tvarování. Je vhodný též pro vstřikování technických dílů, hraček a sortimentu domácích potřeb.

Některé vlastnosti materiálu které udává výrobce jsou uvedeny v Tabulce II.

Tabulka II. Typické vlastnosti polypropylénu Mosten GB 003

<i>VLASTNOST</i>	<i>JEDNOTKA</i>	<i>TYPICKÁ HODNOTA</i>
Index toku taveniny	g/10 min	3,2
Hustota	kg/m ³	907
Napětí na mezi kluzu	MPa	35
Celková tažnost	%	100

Podrobnější informace o polypropylénu Mosten GB 003 jsou uvedeny v příloze 2.

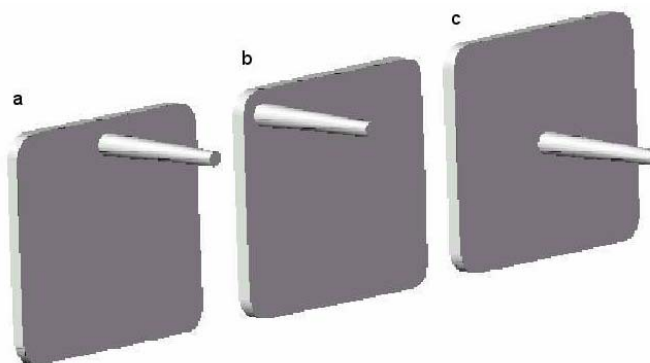
Jako druhý materiál byl zvolen polymethylmethakrylát a to typ Plexiglass N8 od výrobce Röhm GmbH & Co. KG . Vlastnosti polymethylmethakrylátu Plexiglass jsou uvedeny v Tabulce III.

Tabulka III. Typické vlastnosti Polymethylmethakrylátu Plexiglass N8

<i>VLASTNOST</i>	<i>JEDNOTKA</i>	<i>TYPICKÁ HODNOTA</i>
Modul pružnosti	MPa	2740
Hustota	kg/m ³	1188
Smykový modul	MPa	1010
Koef. tepelné roztažnosti	1/C	$7 \cdot 10^{-5}$

2.1.2 Tvar zkušebního tělesa typu deska

Vzhledem ke konstrukci formy se nabízela tři možná umístění vtokového ústí.



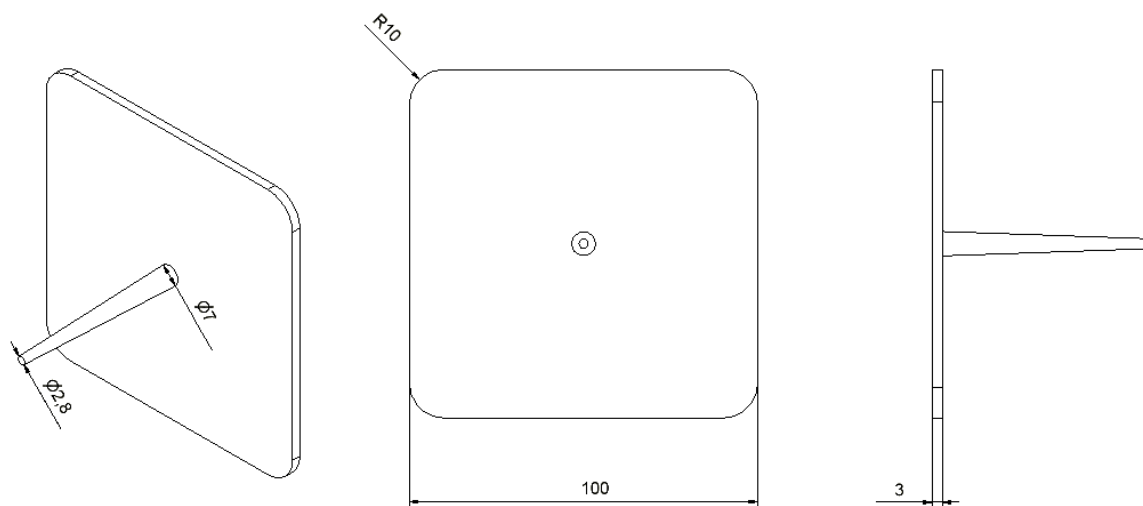
Obr. 24. Případy umístění kuželového vtoku

a – středu hrany desky, b – do rohu, c – do středu

Pro zkoušky bylo vybráno těleso s umístěním vtoku do středu.

Zkušební tělesa typu deska mají rozměry:

- délka $l = (100 \pm 2) \text{ mm}$
- šířka $b = (100 \pm 2) \text{ mm}$
- tloušťka $h = (3 \pm 0,2) \text{ mm}$



Obr. 25. Zkušební těleso typu deska.

2.1.3 Vstřikování

Vstřikovací stroj ERGOTECH

Tato jednotka umožňuje celou řadu operací, které lze dále rozšířit doplňky za zvláštními příplatky např. programovatelný přítlak vstřikovací trysky k formě, přepínání vstřikovacího tlaku na dotlak podle času, nebo podle polohy vstřikovacího pístu, tisk procesových parametrů atd. Výměna forem je nejen rychlá, ale také časově programovatelná.



Obr. 26. Vstřikovací stroj ERGOTECH

Některé základní parametry Vstřikovacího stroje ERGOTECH 50-200 které udává výrobce jsou uvedeny v Tabulce IV.

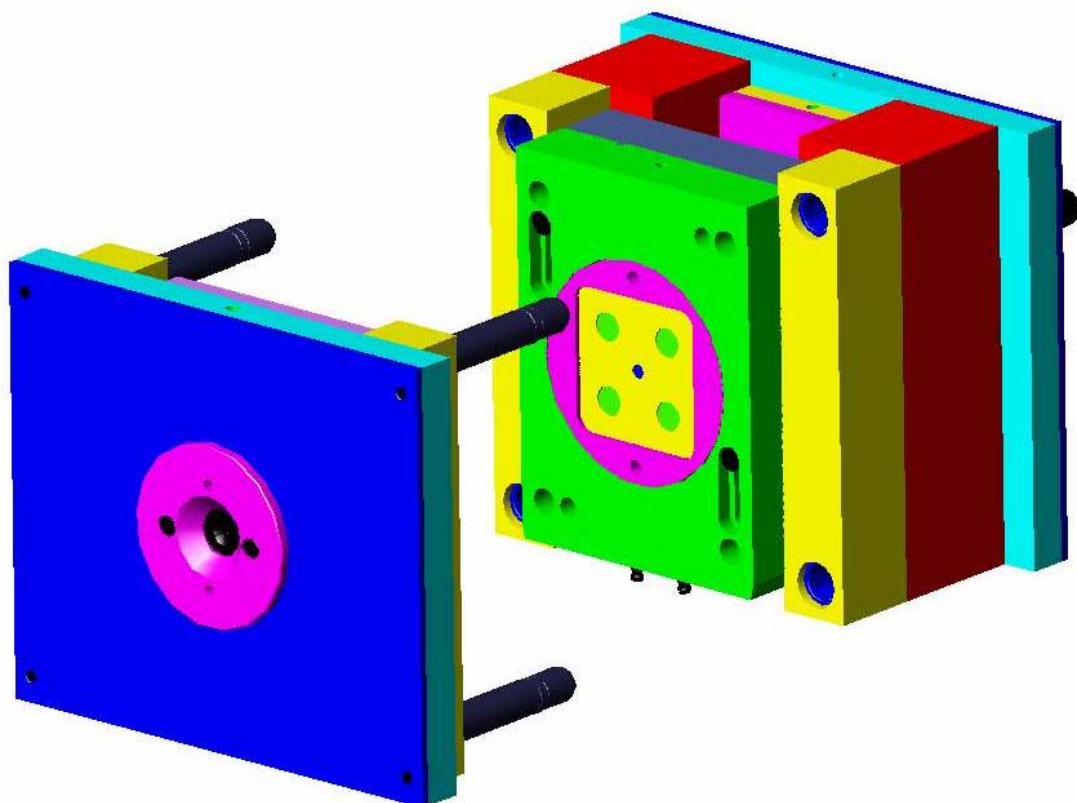
Tabulka IV. Parametry Vstřikovacího stroje ERGOTECH 50-200

Uzavírací síla	500 kN
Max. otevření	400 mm
Rozměry upínacích desek	520 x 520 mm
Vstřikovací tlak	189 MPa
Zdvihový objem	106 cm ³

Ostatní parametry vstřikovacího stroje jsou uvedeny v příloze 3.

Vstřikovací forma

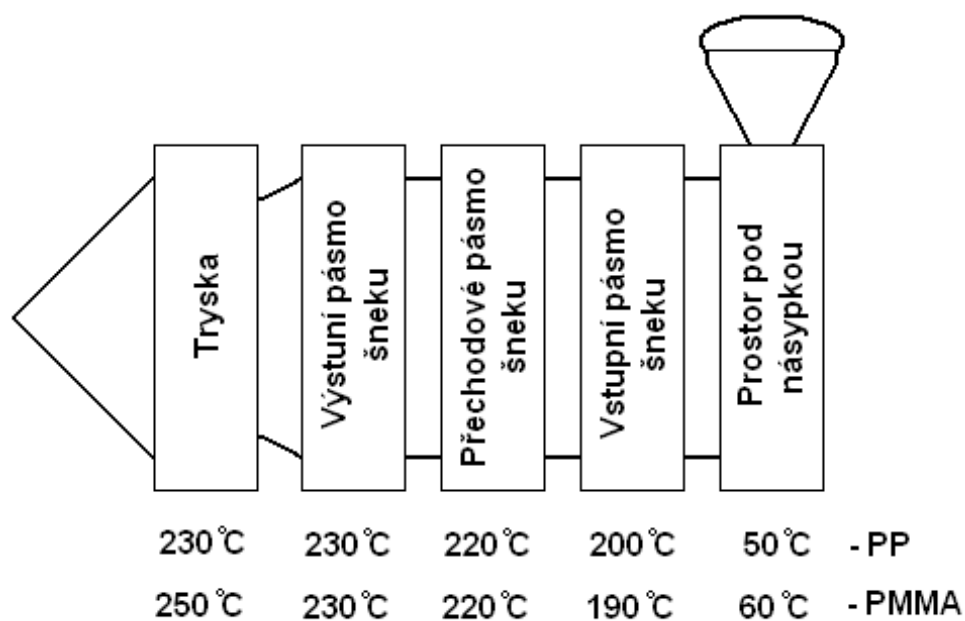
Pro vstřikování byla použita vstřikovací forma (Obr. 27), která se skládala ze dvou částí. Z výměnné části vstřikovací formy a z universálního rámu. Tato forma umožňuje nezávislou temperaci, která byla u druhé sady desek zvolena rozdílně v jednotlivých částech. Pravá strana (u vtokové soustavy) byla temperována olejem na teplotu 60°C. Levá strany formy měla teplotu 23°C.



Obr. 27. Výměnná část vstřikovací formy vložená do univerzálního rámu

Během temperování formy byly nastaveny předem zvolené podmínky na vstřikovacím stroji DEMAG ERGOtech. Veškeré nastavované hodnoty jsou uvedeny níže.

- Teplota Formy :
 - 1.sada desek - teplota obou stran 60°C
 - 2.sada desek - Levá strana 23°C
 - Pravá strana 60°C
- Nastavení stroje: Teplotní pásma ukazuje obrázek (Obr. 28).
Nastavené parametry cyklu ukazuje Tabulka V , VIII



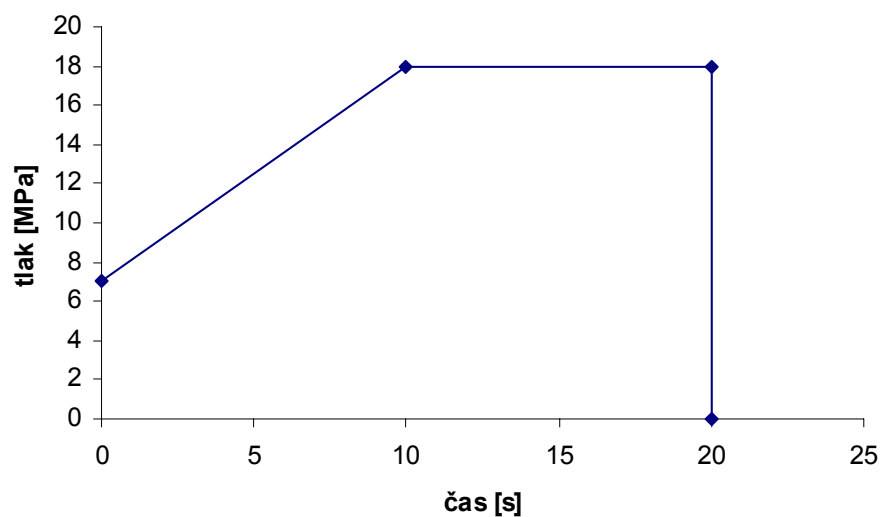
Obr. 28. Teplotní pásma

Tabulka V. Nastavené parametry vstřikovacího stroje pro 1.sadu zkušebních těles

Čas cyklu	80 s
Čas mezi cykly	Ruční spouštění
Čas vstřiku	0,58 s
Čas plastikace	7 s
Čas chlazení	30 s
Vstřikovací tlak	10 MPa
Vstřikovací rychlost	100 mm/s
Dotlak (byly zvoleny 2 dotlaky)	Viz. tlakový profil Tab.VI,VII
Doba dotlaku	20 s
Otáčky	150 N.min ⁻¹
Odpor šneku	1,5 MPa

Tabulka VI. Tlakový profil pro maximální dotlak.

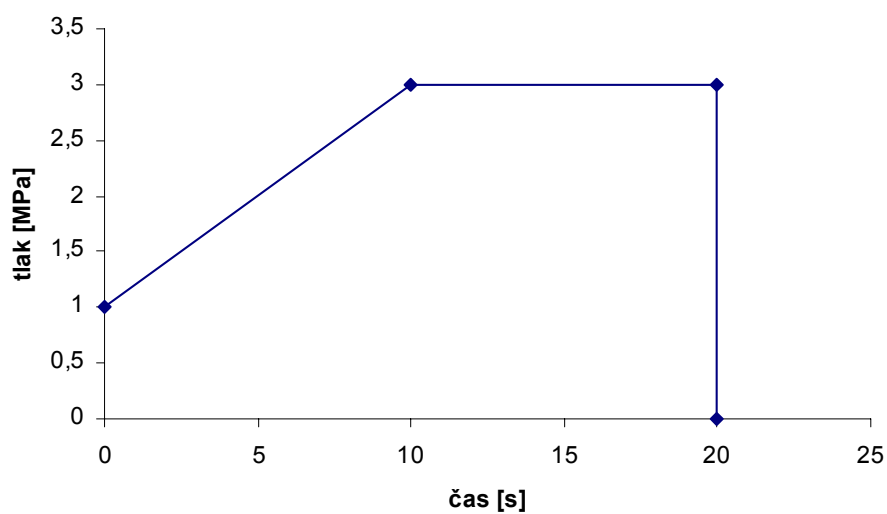
P [MPa]	7	18	18	0
t[s]	0	10	20	20



Obr. 29. Tlakový profil pro maximální dotlak

Tabulka VII. Tlakový profil pro minimální dotlak.

P [MPa]	1	3	3	0
t[s]	0	10	20	20



Obr. 30. Tlakový profil pro minimální dotlak.

Tabulka VIII. Nastavené parametry vstřikovacího stroje pro 2.sadu zkušebních těles

Čas cyklu		80 s
Čas mezi cykly		Ruční spouštění
Čas vstřiku		0,58 s
Čas plastikace		7 s
Čas chlazení		30 s
Vstřikovací tlak		18 MPa
Vstřikovací rychlost (byly zvoleny 3 rychlosti)	I.	140 mm/s
	II.	100 mm/s
	III.	60 mm/s
Bod přepnutí na dotlak		20 s
Dotlak		6 MPa
Doba dotlaku		20 s
Otáčky		150 N.min ⁻¹
Odpor šneku		1,5 MPa

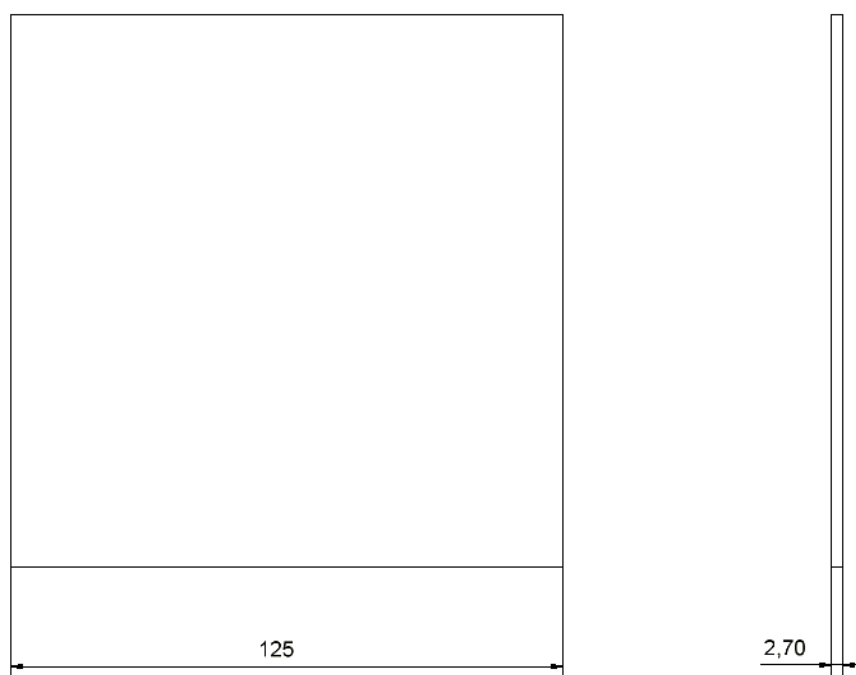
Pro porovnání vzorků vstřikovaných se zcela homogenní strukturou byly dále připraveny vzorky z polypropylenu lisováním na ručním temperovaném lisu (Obr. 32).

Lisování

Lisovací cyklus zahrnuje sled opakujících se operací. Tyto operace zajistí zhotovení výlisků dle druhu lisovaného materiálu. U termoplastů probíhá nejprve plnění formy, poté uzavření formy, prohřev materiálu a následné zalisování. Následuje chlazení, otevření formy, vyhození výlisku a dále se forma upravuje pro další lisování.

Zkušební lisovací tělesa mají rozměry:

- délka $l = (125 \pm 2) \text{ mm}$
- šířka $b = (125 \pm 2) \text{ mm}$
- tloušťka $h = (2,7 \pm 0,2) \text{ mm}$



Obr. 31. Zkušební lisované těleso

Pro zvolený tvar lisované destičky byly zvoleny lisovací podmínky uvedené v tabulce IX.

Lisování bylo prováděno na temperovaném ručním lisu který je vidět na obrázku (Obr. 32).



Obr. 32. Ruční lis

Chlazení probíhalo na hydraulickém lisu, který je vidět na obrázku (Obr. 33).



Obr. 33. Hydraulický lis

Výpočet navážky materiálu:

$$V = a.b.c = 125.125.2 = 42187,5mm^3$$

$$m = V.\rho = 42,187.0,907 = 38,264g$$
(7)

Tabulka IX. Podmínky lisování

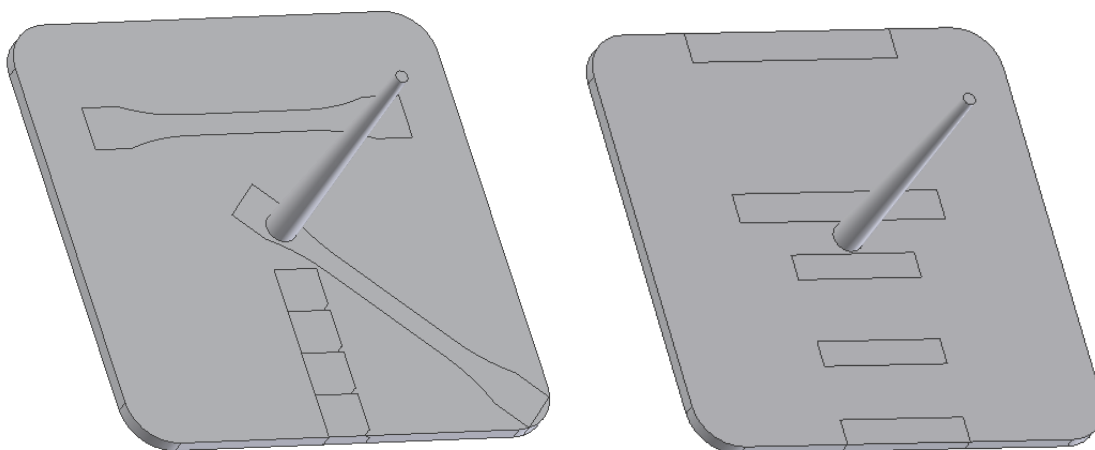
Teplota lisování	230°C
Doba předehřevu ve formě	1 min
Doba zalisování	4 min
Teplota chlazení	23°C
Doba chlazení	5 min

2.1.4 Příprava vzorků z desek pro jednotlivé zkoušky

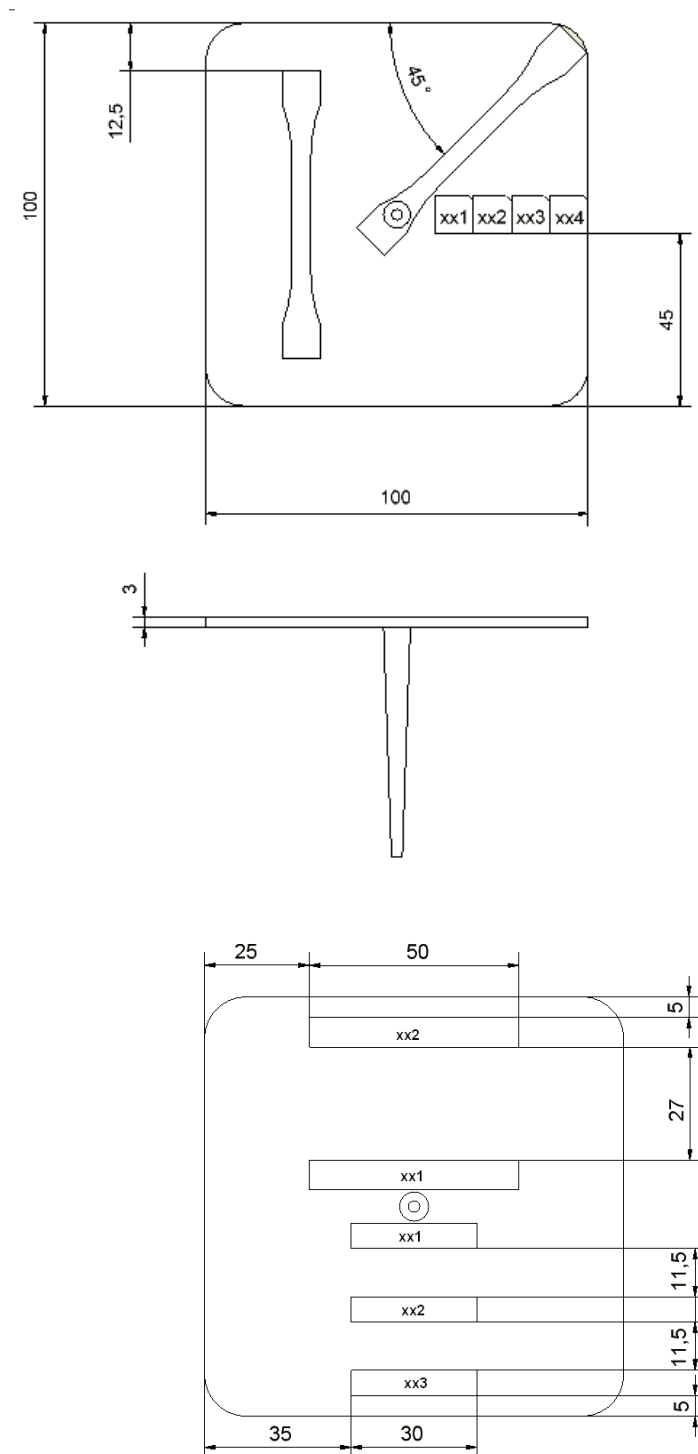
Pro každou zkoušku bylo nutné vyřezat z těles typu deska lupenkovou pilkou zkušební tělíska. Tvary tělísek pro stanovení tahových vlastností jsou dány normou ČSN EN ISO 527-2. Pro morfologii bylo třeba na přístroji microton nařezat z tělísek vrstvičky o tloušťce 0,05 mm a pro zkoušky nanoindentační byly požadovány tělíska s broušenými hranami. Pro měření na DMA a DSC byly vyřezány vzorečky ve tvaru kvádru, přičemž pro měření DSC byly tyto kvádry po vrstvách o tloušťce 0,2 mm nařezány na microtonu. Přesné rozměry a úpravy vzorečků jsou popsány níže.

Tělíska pro DMA, DSC, stanovení tahových vlastností morfologii a pro nanoindentační zkoušky.

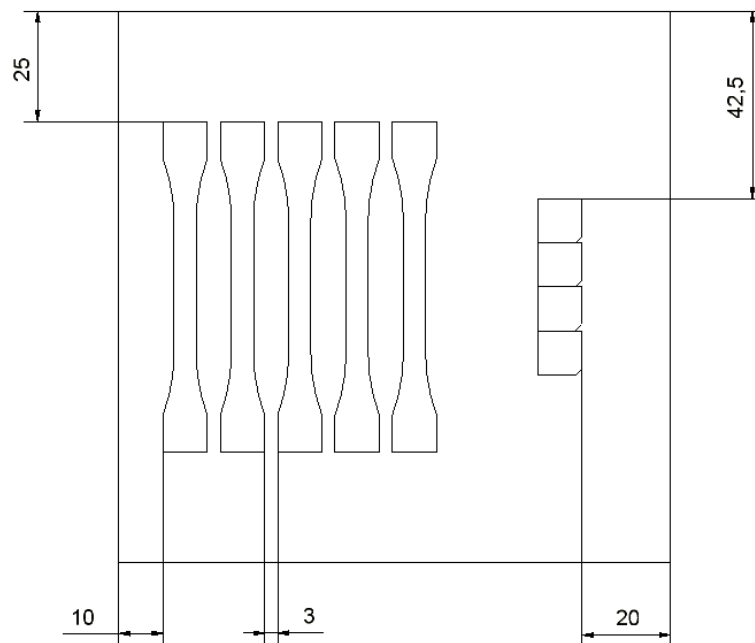
Příprava tělísek ze vstřikovaných a lisovaných desek je vidět na obrázcích (Obr. 34 až Obr. 38)



Obr. 34. Ukázka míst odběru tělísek



Obr. 35. Přesné umístění míst odběru tělísek u vstřikované desky

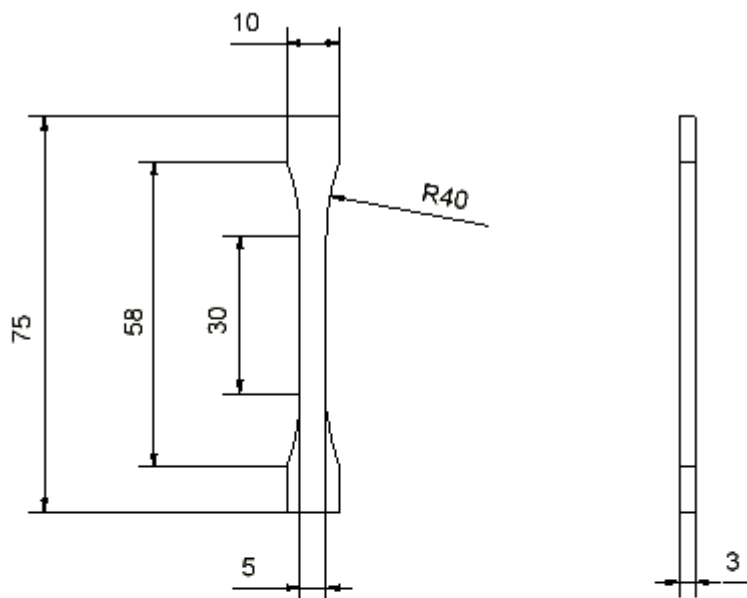


Obr. 36. Přesné umístění míst odběru tělísek u lisované desky

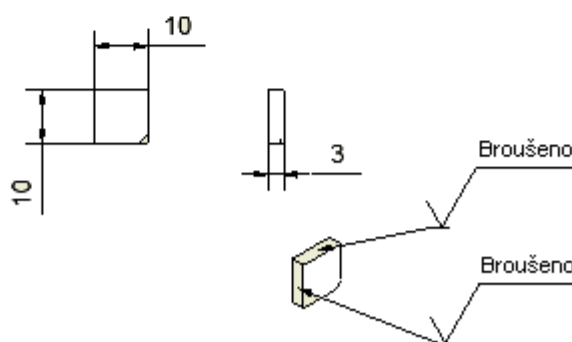


Obr. 37. Vyřezávání tělísek

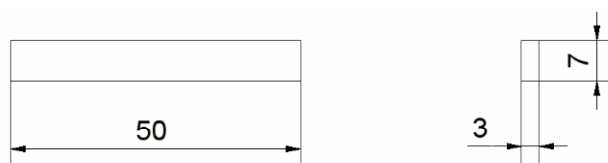
Rozměry které byly požadovány pro jednotlivé zkoušky jsou vidět na obrázku (Obr. 38).



Zkušební tělíska pro stanovení tahových vlastností



Zkušební tělíska pro Morfologii a Nanoindentaci



Zkušební tělíska pro DMA



Zkušební tělíska pro DCS

Obr. 38. Rozměry tělísek

2.2 Měření

2.2.1 Měřicí zařízení DUH 20

Zařízení pro nanoindentační měření bylo použito noindentor Shimadzu DUH 202 který je vidět na obrázku (Obr. 39).



Obr. 39. Nnoindentor Shimadzu DUH 202

DHU 202 je dynamický ultra-mikro tvrdoměr japonské výroby. Přístroj umožňuje provádět testy i s využitím velmi nízkých hodnot zatížení. Základní parametry zařízení jsou uvedeny v tab.X.

Nanoindentor je tvořen konzolou se zatěžovací jednotkou a jednotkou pro měření hloubky zatěžování. Dále jsou na konzole umístěny objektivy s deseti a padesátinásobným zvětšením a stolek s mikrometrickými posuvy, na který se upíná měřený vzorek. K indentoru je připojen A/D převodník a počítač.

Bod měření na vzorku se nastaví mikrometrickým posuvem stolku. Svislý posuv indentoru je svázán s pohybem objektivu a nastavení hrotu indentoru na plochu vzorku je pomocí zaostření obrazu objektivu. Po nastavení ohniskové vzdálenosti se na místo objektivu přesune indenter a přístroj je připraven k měření.

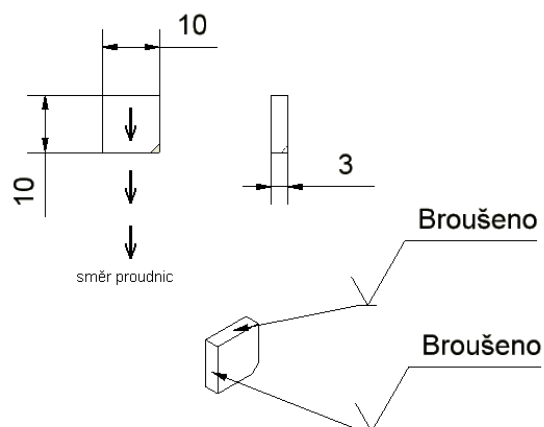
Zatěžování je pomocí elektromagnetické síly, rozsah měření je 0,1 mN až 1961 mN (200g). Přesnost zatěžování je $\pm 19,6 \mu\text{N}$ nebo $\pm 1\%$ zobrazovaného zatížení. Minimální jednotka zatížení je $0,196 \mu\text{N}$. Jednotka pro měření hloubky zatěžování je tvořena diferenciálním měničem s měřitelným rozsahem 0-10 μm . Minimální jednotka hloubky je 0,001 μm .

Tabulka X. Základní parametry DUH 202

Zatěžovací jednotka	
způsob zatěžování	elmag. síla
rozsah zatěžování	0,1 mN - 1961 mN (0,01 – 200g)
přesnost zatěžování	$\pm 1\%$ zatížení
minimální jednotka zatížení	0,196 μN
diamantový indentor	Vickers, Knoop, Berkovič
Jednotka pro měření hloubky zatěžování	
měřitelný rozsah	0 – 10 μm
minimální jednotka hloubky	0,001 μm
Optická jednotka	
celkové zvětšení	1000 x (100 x)
objektiv	100 x (10 x)
okulár	10 x
Jednotka měření úhlopříček	
rozsah	200 μm
rozlišení	0,1 μm

Pro nanoindentační měření bylo použito zkušební těleso z PMMA u kterého bylo nutno vybrousit hrany na metalografické brusce (Obr. 41) s jemným smirkovým plátnem o hrubosti 2500, které bylo chlazeno vodou. U vzorku byly broušeny dvě hrany a to hrana kolmá k toku taveniny a hrana s ní rovnoběžná (Obr. 40).

Měření bylo prováděno v Plzni na Západočeské Univerzitě, Fakultě strojní. Měřen byl vzorek z PMMA připravený s maximálním otlakem. Vzorek byl odebrán ze zkušebního tělesa v místě označeném na obrázku (Obr. 35) jako xx3.



Obr. 40. Vzorek pro nanoindentační měření.



Obr. 41. Metalografická bruska

2.2.2 Měřicí zařízení DMA DX04T

Pro Dynamickou termomechanickou analýzu byl použit měřicí přístroj DMA DX04T, který je vidět na obrázku (Obr. 42).



Obr. 42. DMA DX04T

Technické parametry DMA DX04T jsou v příloze 4.

Pro měření byly použity dva vzorky z PP a to vzorek odebraný blízko u vtoku a vzorek odebraný nejdál od vtoku. Tyto vzorky byly přebroušeny na metalografické brusce, která je vidět na obrázku (Obr. 41).

Připravený zkušební vzorek byl umístěn do pece a temperován na požadovanou teplotu. Dobrému přestupu tepla podstatně napomáhala tzv. dynamická atmosféra proudícího plynu, která byla vytvářena speciálním ventilátorem. Pomocí lineárního motoru byla na vzorek aplikována požadovaná síla. Skutečná velikost síly byla přesně měřena tenzometrem a deformace vzorku byla snímána pomocí HLDS, což byl pro tento účel vyvinutý speciální snímač s vysokou přesností a linearitou. Signály síly a deformace byly po digitalizaci zpracovány řídicí elektronickou jednotkou a spolu s dalšími daty byly odeslány do počítače typu PC, kde byly průběžně zpracovávány programem DMAGrapher. Jeho řídicí a komunikační modul dekoval data, ukládal je na disk a zobrazoval na monitoru.

Další dva moduly programu zajišťovaly vlastní matematické zpracování změřených průběhů napětí a deformace vzorku, přičemž první pracoval s přímým výpočtem a druhý používal algoritmus FFT. Tím byly získány závislosti modulu pružnosti a ztrátového

modulu pružnosti a ztrátového úhlu na teplotě, čase, frekvenci působící síly, velikost deformace aj. Z těchto závislostí bylo potom možné určit charakteristické vlastnosti testovaného vzorku materiálu.

Podmínky měření pro zkušební vzorky:

- | | |
|----------------------------|---|
| - deformační metoda | Tah |
| - teplotní interval měření | $T = 20$ až $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ |
| - síla působící na vzorek | $F = 0$ až 10 N |
| - frekvence zatížení | $f = 1\text{ Hz}$ |
| - rychlost ohřevu | $2\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ |

2.2.3 Měřicí zařízení DSC 4

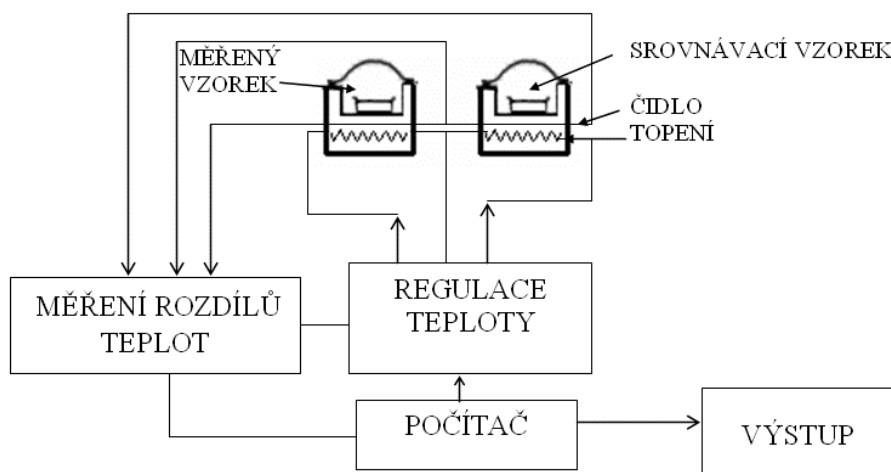
Diferenciální kalorimetrické měření bylo prováděno na DSC-4 od firmy Perkin-Elmer Pyris 1, viz. obrázek (Obr. 43).



Obr. 43. DSC firmy Perkin- Elmer Pyris

Hlavní částí zařízení je řídicí mikropočítač systém 4, který se používá k programování DSC-4, dále dva platinové kelímky, které slouží jako držáky vzorku v DSC-4. Tyto kelímky jsou upevněny v pevném hliníkovém bloku, který obsahuje topné těleso

a čidlo. Systém 4 programuje teplotu (stoupání nebo klesání) v teplotních přechodech, které mohou probíhat v materiálu, při exotermních nebo endotermních reakcích. Množství energie potřebné k udržování držáku vzorku na téže teplotě jako referenční držák během přeměny je zaznamenán jako pik (vrchol) na zapisovači nebo na stanici dat. Hodnota je odečítána přímo mW/s a tato energie je v každém momentě efektivní k množství energie absorbované nebo uvolněné vzorkem. K chlazení se používá kapalný dusík.



Obr. 44. Schéma měřicího zařízení DSC

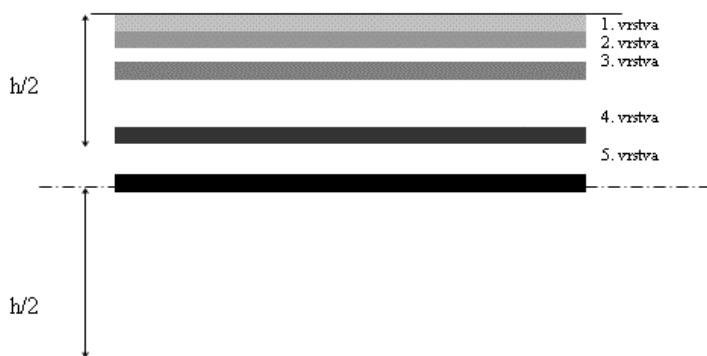
Parametry DSC:

Teplotní rozsah:	-175 až 600 °C
Rychlost ohřevu vzorku:	0,1 až 200 °C/ min
Rychlost chlazení vzorku:	0,1 až 200 °C/ min
Přesnost regulace teploty:	$\pm 0,3$ °C
Hmotnost vzorku:	2-15 mg

Pro experiment byly vybrány zkušební desky z PP. Odběr byl proveden ze zkušebních desek vstřikovaných s maximálním a minimálním dotlakem. Z každého tělesa typu deska byl odebrán vzorek a to z místa nejbližší vtoku v $\frac{1}{2}$ dráhy toku a nejdále od vtoku. Místa jsou označena jako xx1, xx2, xx3 na obrázku (Obr. 35).

Rozměry odebraných vzorků jsou uvedeny na obrázku (Obr. 38).

Dále bylo třeba nařezat vzorek typu vrstva na jednotlivé vrstvy $t_{VR} = 0,2$ mm. Bylo nařezáno celkem 8 vrstev z $\frac{1}{2}$ tloušťky vzorku. Pro měření však bylo použito pouze 5 vrstev které jsou vidět na obrázku (Obr. 45).



Obr. 45. Ukázka použitých odebíraných vrstev

Pro nařezání vrstev o příslušné tloušťce byl použit přístroj Microton, který je na obrázku (Obr. 51). Z důvodu nezkraslených výsledků byly odebrány vrstvy z prostoru o průměru max. 20 mm.

Pro měření na DSC-1 Pyris byly ze zkušebního tělesa odebrány řezem vzorky o hmotnosti ≈ 2 mg. Zkušební vzorky byly zváženy a vloženy do hliníkové pánvičky (Obr. 46), která byla uzavřena hliníkovým víčkem a zalisována v lisu. Tento lis je součástí vybavení. Takto připravený vzorek se vkládá do platinových kelímků DSC-1 Pyris



Obr. 46. Hliníková pánvička uzavřena hliníkovým víčkem

2.2.4 Zkušebním zařízením ZWICK 1456

Tahová zkouška byla prováděna na zkušebním zařízení ZWICK 1456, které splňuje podmínky dané normou ČSN EN ISO 527-1 a ISO 5893. Toto zařízení je ovládané přes počítač (Obr. 47) a jeho technická data jsou uvedena v Tabulce XI.

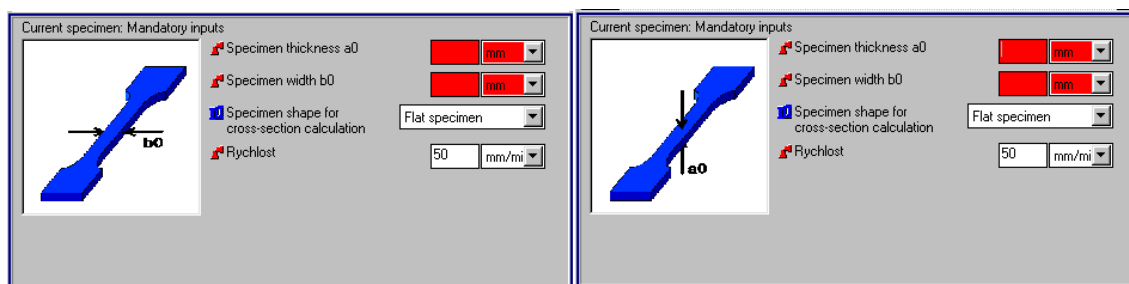


Obr. 47. Zkušební zařízení ZWICK 1456

Tabulka XI. Technická data Zkušebního zařízení ZWICK 1456

Rozsah měřené délky	0,02 N – 10 kN
Rychlost posuvu příčnicku s odchylkou	0,001 – 1500 mm/min 1% z 0,001 mm/min
Test. Prostor, výška x šířka	1160 mm x 420 mm
Elektrické zapojení	115/230 V, 50/60 Hz, 400 VA
Rozměry	1284 x 630 x 500 mm
Celková hmotnost	185 kg

Po spuštění stroje bylo nutno nejprve nastavit vzdálenost čelistí a rychlost zkoušení. Před každou zkouškou bylo třeba zadat do PC průměrnou hodnotu šířky a tloušťky zkoušeného tělesa (Obr. 48). popřípadě je možno připojit poznámky týkající se vzorku.



Obr. 48. Zadávání šířky a tloušťky zkušebního tělesa

Po upnutí zkušebního tělíska do čelistí se nainstaloval na těleso průtahoměr (extenzometr) a spustila se zkouška. Po naměření modulu pružnosti bylo nutno průtahoměr odejmout a zkouška pokračovala vyšší rychlostí až do přetržení vzorku.

Po přetržení zkušebního tělíska bylo možné získané hodnoty prohlédnout na obrazovce a uložit.

2.2.5 Norma ČSN EN ISO 527

Plasty - Stanovení tahových vlastností - Část 1: Základní principy

Předmět normy

V této části ISO 527 jsou specifikovány všeobecné zásady stanovení tahových vlastností plastů a plastových kompozitu za definovaných podmínek zkoušení.

Je definováno několik typů zkušebních těles vhodných pro různé typy materiálů. Jednotlivé typy zkušebních těles jsou popsány v příslušných částech ISO 527.

Uvedené metody se používají k vyhodnocování chování zkušebních těles při tahovém namáhání a pro stanovení meze pevnosti v tahu, modulu pružnosti při tahovém namáhání a dalších tahových charakteristik ze závislosti napětí/poměrné prodloužení za daných podmínek.

Pro metody se používají zkušební tělesa, která mohou být buď tvářena na zvolený rozměr nebo zhotovena mechanickým obráběním, řezáním nebo vysekáváním z hotových výrobků nebo polotovarů, jako jsou výlisky, lamináty, fólie a vytlačované nebo odlévané desky.(22)

Podstata zkoušky

Zkušební těleso je protahováno ve směru své hlavní podélné osy konstantní rychlostí zkoušení do jeho porušení nebo do okamžiku, kdy napětí v tahu (zatížení) nebo

protažení (poměrné prodloužení) dosáhnou předem zvolené hodnoty. Během zkoušky se měří zatížení působící na zkušební těleso a prodloužení. (22)

Definice

V této části normy jsou použity následující definice:

Počáteční měřená délka, L_0 : počáteční vzdálenost mezi značkami vyznačujícími pracovní část ve střední části zkušební tělesa; (Obr. 49) Vyjádřena v [mm].

Rychlost zkoušení, v : rychlost oddalování čelistí zkušební stroje během zkoušky. Vyjadřuje se [mm/min].

Napětí v tahu, σ (mechanické): tahová síla vztažená na jednotku plochy původního průřezu pracovní části zkušební tělesa, působící na zkušební těleso v průběhu zkoušky. Vyjadřuje se v [MPa].

Napětí v tahu při přetržení, σ_B : napětí v tahu, při kterém dochází k přetržení zkušební tělesa (viz příloha 5). Vyjadřuje se v [MPa].

Mez pevnosti v tahu, σ_M : maximální napětí v tahu, působící na zkušební těleso během zkoušky (viz příloha 5). Vyjadřuje se v [MPa].

Poměrné prodloužení, ε : zvětšení délky vztažené na počáteční měřenou délku. Vyjadřuje se jako bezrozměrný poměr, nebo v [%].

Používá se pro poměrné prodloužení do meze kluzu ; pro poměrné prodloužení za meze kluzu platí jmenovité poměrné prodloužení, ε_t .

Poměrné prodloužení při přetržení, ε_B : poměrné prodloužení při odpovídajícím napětí v tahu při přetržení , jestliže dojde k přetržení bez meze kluzu (viz příloha 5, křivky a a d). Vyjadřuje se jako bezrozměrný poměr nebo v [%].

Poměrné prodloužení na mezi pevnosti v tahu, ε_M : poměrné prodloužení odpovídající mezi pevnosti v tahu, v případech, je-li této meze pevnosti dosaženo bez meze kluzu (viz příloha 5, křivky a a d) nebo na mezi kluzu. Vyjadřuje se jako bezrozměrný poměr nebo v [%].

Jmenovité poměrné prodloužení, ε_t : zvětšení délky vztažené na jednotku původní vzdálenosti mezi čelistmi (velikost oddálení čelisti). Vyjadřuje se jako bezrozměrný poměr nebo v [%]. Používá se pro hodnoty poměrného prodloužení za meze kluzu. Pro poměrné prodloužení do meze kluzu platí poměrné prodloužení ε .

Modul pružnosti v tahu, E_t : poměr rozdílu napětí σ_1 minus σ_2 a odpovídajícího rozdílu poměrného prodloužení, $\varepsilon_1 = 0.0025$ minus $\varepsilon_2 = 0.0005$ (viz. příloha 4, křivka d).

Vyjadřuje se v MPa. (22)

Zkušební zařízení

Zkušební stroj musí odpovídat podmínkám ISO 5893 a požadavkům, uvedeným níže.

Rychlost zkoušení, Trhací stroj musí být schopen vyvinout rychlostí zkoušení specifikované v tabulce XII.

Tabulka XII. Doporučené rychlosti zkoušení

Rychlost mm/min	Tolerance %
1	$\pm 20^{1)}$
2	$\pm 20^{1)}$
5	± 20
10	± 20
20	± 10
50	± 10
100	± 10
200	± 10
500	± 10
¹⁾ Tylo tolerance jsou nižší než uvádí ISO 5893	

Čelisti pro upínání zkušebních těles musí být připojeny ke stroji tak, že hlavní osa zkušebních těles je shodná se směrem protahování zkušebních těles a prochází střední osou spojky čelistí. Upevnění zkušební tělesa v čelistech musí v maximální míře zabránit jeho vyklouzávání.

Siloměrný snímač, musí být součástí mechanismu umožňujícího udávat celkovou tahovou sílu působící na zkušební těleso upnuté v čelistech.

Průtahoměr, musí odpovídat ISO 5893. Musí umožňovat stanovení relativní změny počáteční měřené délky zkušebního tělesa v průběhu celé zkoušky. Připojený průtahoměr nesmí zkušební těleso deformovat nebo způsobit jeho zkroucení. Podmínkou je zamezení klouzáni průtahoměru po zkušebním tělese.

Zkušební tělesa mohou být také opatřena měřidly poměrného prodloužení, jejichž přesnost měření musí být 1 % měřené hodnoty nebo lepší. (22)

Počet zkušebních těles

V každém požadovaném směru zkoušení a pro každou hodnocenou vlastnost (modul pružnosti, mez pevnosti v tahu atd.) musí být zkoušeno minimálně pět zkušebních těles. Počet zkušebních těles může být vyšší, je-li požadována větší přesnost středních hodnot. (22)

Rychlost zkoušení

Rychlost zkoušení se nastaví podle příslušné normy týkající se zkoušeného materiálu. Není-li tento údaj k dispozici, rychlost zkoušení se dohodne mezi zainteresovanými stranami v souladu s tabulkou XII. (22)

Záznam hodnot

V průběhu zkoušky se zaznamenává síla a jí odpovídající hodnoty zvětšení počáteční měřené délky a vzdálenosti mezi čelistmi. Všechny potřebné hodnoty napětí a prodloužení, se odečtou z křivky napětí/poměrné prodloužení (viz. příloha 5), nebo se vyhodnotí jiným vhodným způsobem. (22)

Výpočet a vyjádření výsledků

Výpočty napětí, všechny hodnoty napětí jsou vztaženy k počáteční ploše příčného průřezu zkušebních těles:

$$\delta = \frac{F}{A} \quad (8)$$

kde

σ je vyhodnocovaná hodnota tahového napětí, vyjádřená v MPa;

F je příslušná naměřená hodnota síly, vyjádřená v N;

A je plocha počátečního příčného průřezu zkušební tělesa, vyjádřená v mm².

Výpočty poměrného prodloužení, všechny hodnoty poměrného se vypočítají na základě počáteční měřené délky:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L_0}{L_0} \quad (9)$$

$$\varepsilon \% = 100 \cdot \frac{\Delta L_0}{L_0} \quad (10)$$

kde

ε je vyhodnocovaná hodnota poměrného prodloužení, vyjádřená jako bezrozměrný poměr nebo v procentech;

L_0 počáteční měřená délka zkušební tělesa, vyjádřená v milimetrech;

ΔL_0 zvětšení délky zkušební tělesa mezi značkami vyznačujícími počáteční měřenou

délku, vyjádřené v milimetrech.

Výpočet modulu pružnosti, výpočet modulu pružnosti v tahu vychází ze dvou daných hodnot poměrného prodloužení:

$$E_t = \frac{\delta_2 - \delta_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (11)$$

kde

E_t je modul pružnosti v tahu, vyjádřený v megapascálech;

σ_1 napětí v MPa, naměřené při hodnotě poměrného prodloužení $\varepsilon_1 = 0,0005$

σ_2 napětí v MPa, naměřené při hodnotě poměrného prodloužení $\varepsilon_2 = 0,0025$. (22)

Plasty - Stanovení tahových vlastností - Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty

Předmět normy

Tato část ISO 527 specifikuje zkušební podmínky pro stanovení tahových vlastností plastových materiálů pro tváření a vychází ze všeobecných zásad uvedených v ISO 527-1.

Metody jsou podle výběru vhodné pro použití u následujících skupin materiálů:

- tuhé a polotuhé termoplastické tvářecí, vytlačovací a odlévací materiály včetně směsí plněných a vyztužených např. krátkými vlákny, tyčinkami, destičkami nebo granulemi, mimo vyztužení textilními vlákny.
- tuhé a polotuhé reaktoplastové lisovací a odlévací materiály včetně plněných a vyztužených, mimo vyztužení textilními vlákny.
- termotropní polymery na bázi tekutých krystalů.

Pro jednotlivé zkušební metody se používají zkušební tělesa připravená tvářením na potřebné rozměry nebo mechanickým opracováním, vyřezáním nebo vysekáním z vstřikovaných nebo lisovaných desek. (23)

Zkušební tělesa

Malá zkušební tělesa, jestliže není možné z nějakých důvodů použít standardní zkušební tělesa, mohou být použita zkušební tělesa typu 1BA, 1BB (viz Obr.49) s tím, že rychlost zkoušení odpovídá tabulce VII, která vymezuje jmenovitou rychlost zkoušení pro malá zkušební tělesa, odpovídající rychlosti použité u standardních zkušebních těles. Jmenovité rychlosti deformace jsou násobkem rychlosti zkoušení a počáteční vzdálenosti mezi čelistmi.

Je-li požadováno měření modulu pružnosti, rychlost zkoušení musí být 1 mm/min. Je technicky obtížné měřit modul pružnosti na malých zkušebních tělesech vzhledem k malé počáteční měřené délce a krátkým časům. Výsledky modulů pružnosti získané na malých zkušebních tělesech nejsou srovnatelné s výsledky získanými na zkušebních tělesech typu standardních. (23)

An izotropie

Některé materiály nevykazují v obou směrech stejné vlastnosti (anizotropie). V takových případech je nutno připravit dvě sady zkušebních těles, jejichž hlavní osy jsou rovnoběžné a kolmé k orientaci. (24)

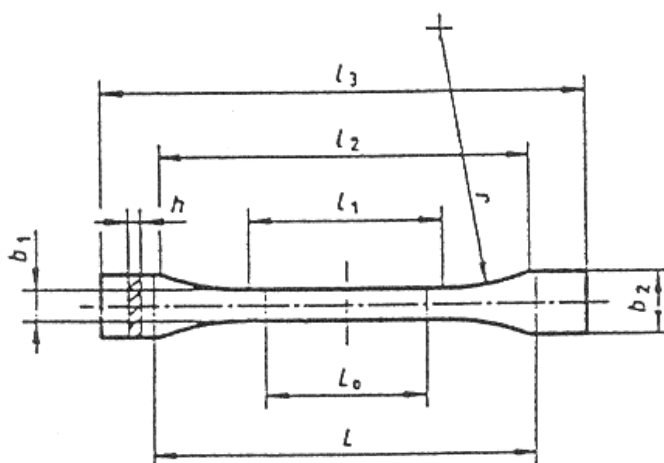
Příprava zkušebních těles, zkušební tělesa musí být vyrobena podle příslušné

materiálové specifikace. Pokud tato neexistuje nebo neobsahuje tyto údaje, zkušební tělesa musí být buď přímo tvářena nebo vstřikována z materiálu podle norem ISO 293, ISO 294 nebo ISO 295 nebo vyrobena mechanickým obráběním podle ISO 2818 z desek, které byly z materiálu vylisovány nebo vstřikovány.

Všechny povrchy zkušebních těles musí být prosty viditelných vad, vrypů nebo jiných nedostatků. U lisovaných zkušebních těles musí být odstraněny všechny přetoky pokud se vyskytují, a to tak, aby nedošlo k porušení lisovaných ploch.

Zkušební tělesa z hotových výrobků musí být vybrána z rovných ploch nebo zón majících minimální zakřivení. U vyztužených plastů, pokud to není absolutně nutné, nesmí být opracováním redukována jejich tloušťka. Zkušební tělesa se strojně opracovanými povrchy nedávají výsledky srovnatelné se zkušebními tělesy s neopracovanými povrchy.

(23)



Typ zkušebního tělesa	Rozměry v milimetrech	
	1BA	1BB
l_3 Celková délka	≥ 75	≥ 30
l_1 Délka zúžené rovnoběžné části	$30 \pm 0,5$	$12 \pm 0,5$
r Poloměr	≥ 30	≥ 12
l_2 Rozpětí mezi širokými rovnoběžnými částmi	58 ± 2	23 ± 2
b_2 Šířka konců	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,2$
b_1 Šířka zúžené části	$5 \pm 0,5$	$2 \pm 0,2$
h Tloušťka	≥ 2	≥ 2
L_0 Počáteční měřená délka	$25 \pm 0,5$	$10 \pm 0,2$
L Počáteční vzdálenost čelistí	$l_2^{+2}_0$	$l_2^{+1}_0$

Obr. 49. Zkušební tělesa typu 1BA a 1BB (23)

2.2.6 Polarizační mikroskopie

Mikroskopické metody hodnocení morfologie polymerů

Mikroskopické metody umožňují přímé zobrazení a analýzu morfologie polymerů. Těchto metod je možno úspěšně využít pro hodnocení krystalických útvarů u polymerů. Vyznačují se obecně vysokou rozlišovací schopností, která umožňuje rozlišit detaily určité velikosti. Rozlišovací schopnost lidského oka lze zvětšit pomocí optických nebo elektronových mikroskopů. V současné době jsou používány 2 typy:

světelný – k zobrazení zvětšovaného objektu se používá viditelná část spektra elektromagnetického vlnění nebo přilehlé oblasti.

elektronový – objekt je pozorován v elektronovém svazku, optická soustava mikroskopu je tvořena až čtyřmi skupinami elektromagnetických čoček.

Polarizační mikroskop

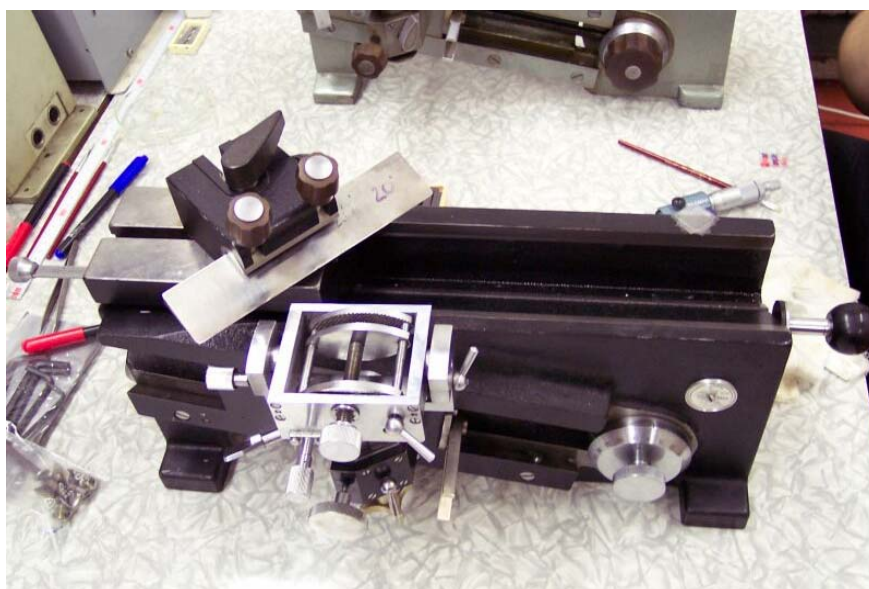
Poskytuje velice kontrastní obraz při pozorování anizotropního objektu mezi zkříženými polarizátory. Sfěrolity polymerů poskytují typický obraz podobný maltézskému kříži. Polarizační mikroskop poskytuje údaje o dvojlomu krystalických polymerů, indexu lomu, stupni orientace, sférolitické struktuře a způsobu uspořádání krystalů ve sférolitech.

Pro pozorování vzorků byl používán polarizační mikroskop který je vidět na obrázku (Obr. 50) s možností zvětšení vzorku 40x 160x a 320x.



Obr. 50. Polarizační mikroskop

Vzorky pro hodnocení morfologie polymerů polarizační mikroskopií v procházejícím světle byly připraveny řezáním ultratenkých řezů na mikrotomu (Obr. 51). Řez se fixoval mezi dvě mikroskopická sklíčka.



Obr. 51. Přístroj Microton

2.2.7 Simulace v programu MoldFlow Plastics Insight 5.1

Model zkušebního tělesa typu deska byl vytvořen v programu Autodesk Inventor 6 a v programu MoldFlow Plastics Insight 5.1 byla namodelována simulace vstřikovacího procesu.

Simulaci byla provedena pro materiál PP a to při různých vstřikovacích podmínkách. Veškeré vytvořené simulace jsou uloženy do přílohy v podobě CD-ROM.

Byly sledovány všechny vlastnosti taveniny od průchodu taveniny tryskou až po kompletní zatuhnutí výstřiku. Byl zde sledován čas zaplnění formy taveninou, tlakové a teplotní poměry, orientace čela a jádra taveniny.

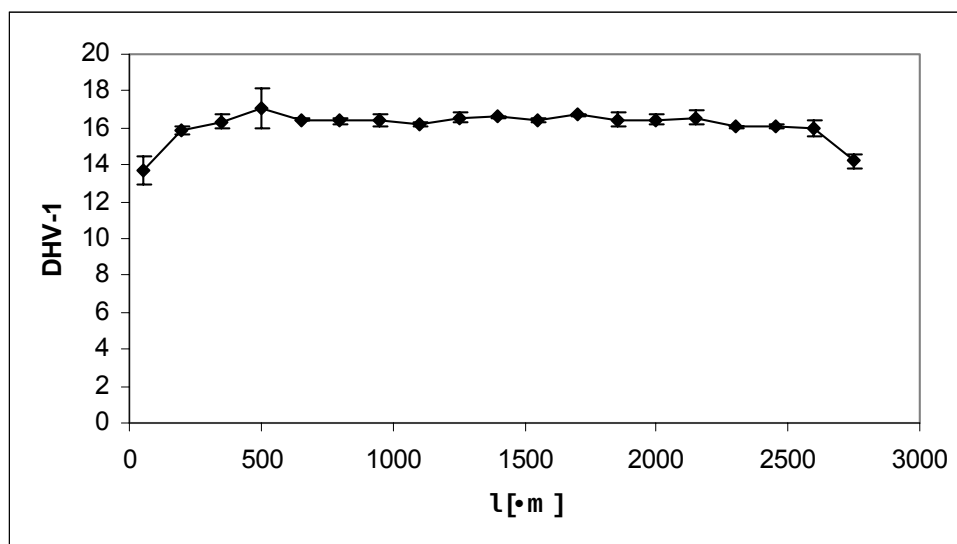
Pro experiment byly vybrány simulace, které usnadní diskusi k naměřeným výsledkům. Konkrétně se jedná o simulaci teplotního profilu výstřiku a smykové rychlosti. Vyhodnoceny jsou vždy místa patrná z pozadí v grafech, které odpovídají místům odběru vzorků.

2.3 Výsledky měření

2.3.1 Měření na DUH 202

Na zařízení DUH 202 bylo prováděno měření vzorku připraveného dle popisu v experimentální části. Měřen byl vzorek odebraný v místě xx3 z tělesa PMMA vstřikovaného při maximálním dotlaku.

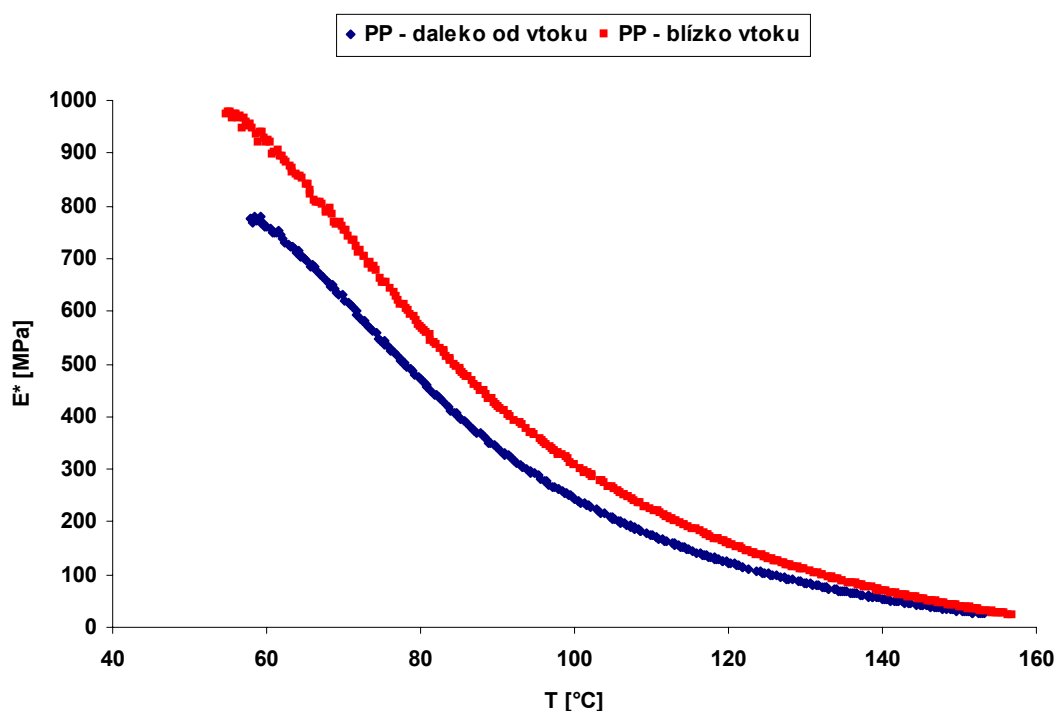
Byla provedena tři měření. Vzorek byl měřen po 150 μm po celém průřezu. Měřeny byly hodnoty pouze mikrotvrdosti protože přístroj DUH 202 není dostatečně softwarově vybaven k vyhodnocování jiných parametrů. Naměřené hodnoty na DUH jsou uvedeny v tabulkách v programu Microsoft Excel (příloha v elektronické podobě na CD) a jsou vyneseny do grafu (Obr. 52).



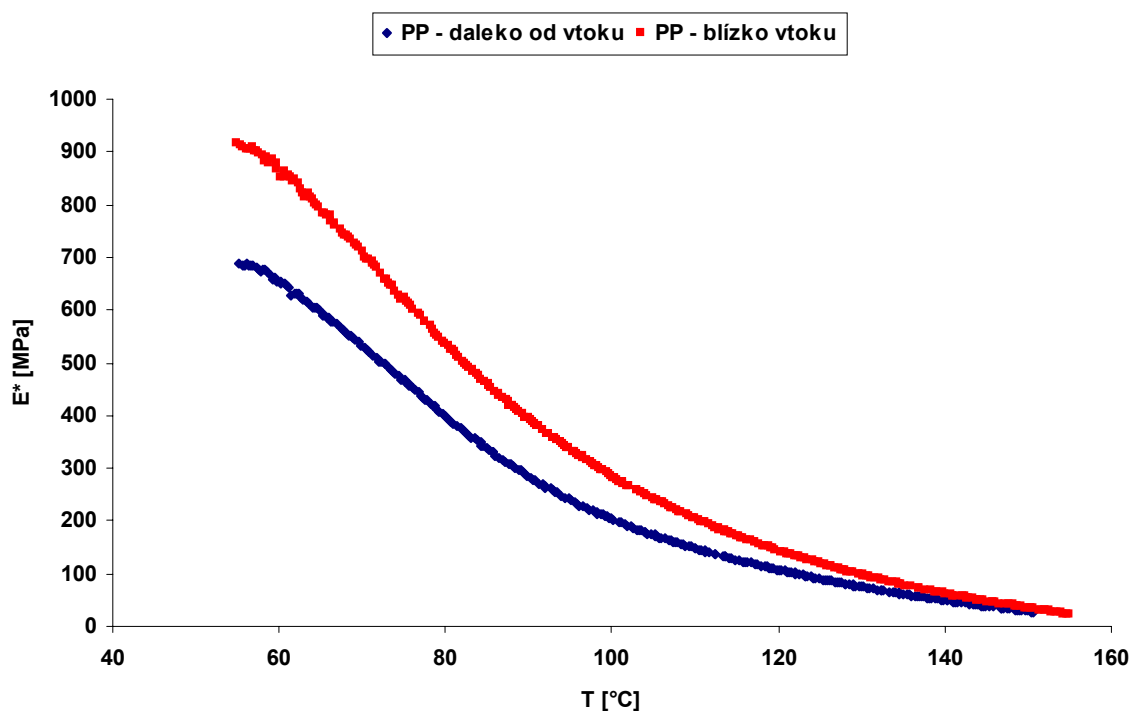
Obr. 52. Průběh mikrotvrdosti po průřezu na vzorku xx3

2.3.2 Měření na DMA

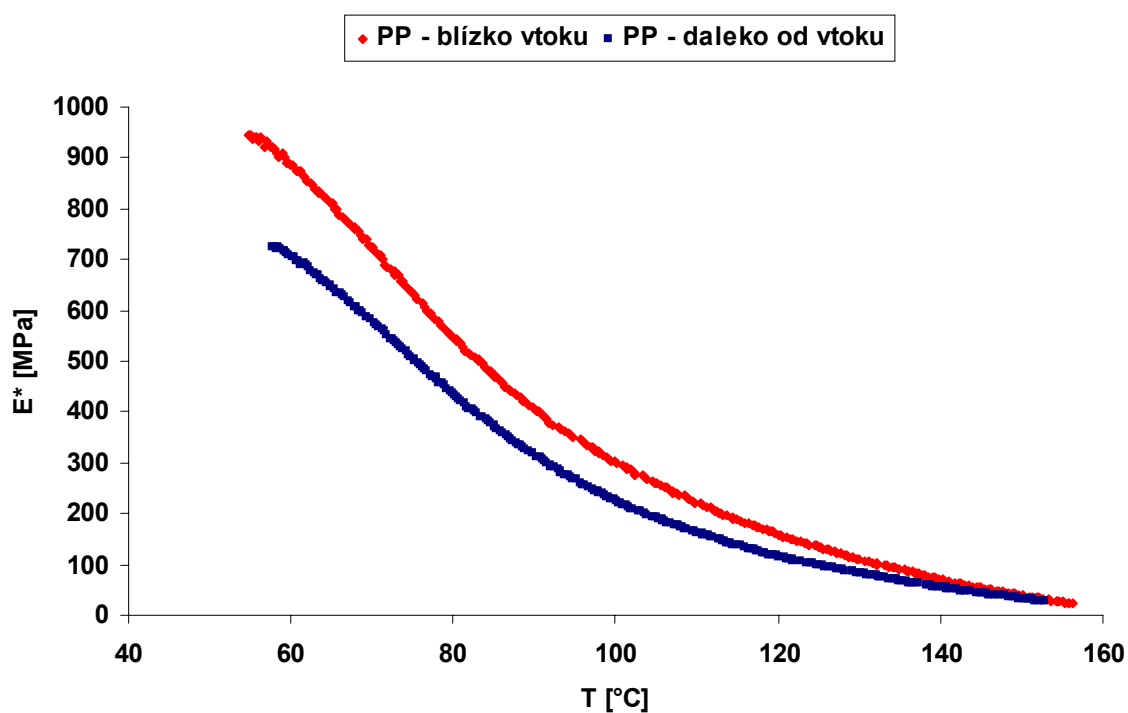
Pro měření na DMA byly použity zkušební vzorky, které byly připraveny postupem popsaným v experimentální části. Z časové náročnosti a z důvodu velkého vytížení měřicího přístroje bylo prováděno měření pouze na vzorcích z PP vstříkovaných při maximálním a minimálním dotlaku v temperované formě na 60 °C. V experimentální části je také popsán postup měření. Naměřené hodnoty na DMA jsou uvedeny v tabulkách v programu Microsoft Excel (příloha v elektronické podobě na CD) a jsou vyneseny do grafů. (Obr. 53 až Obr. 58). Porovnány byly zkušební vzorky co nejblíže vtoku a zkušební vzorky co nejdále od vtoku.



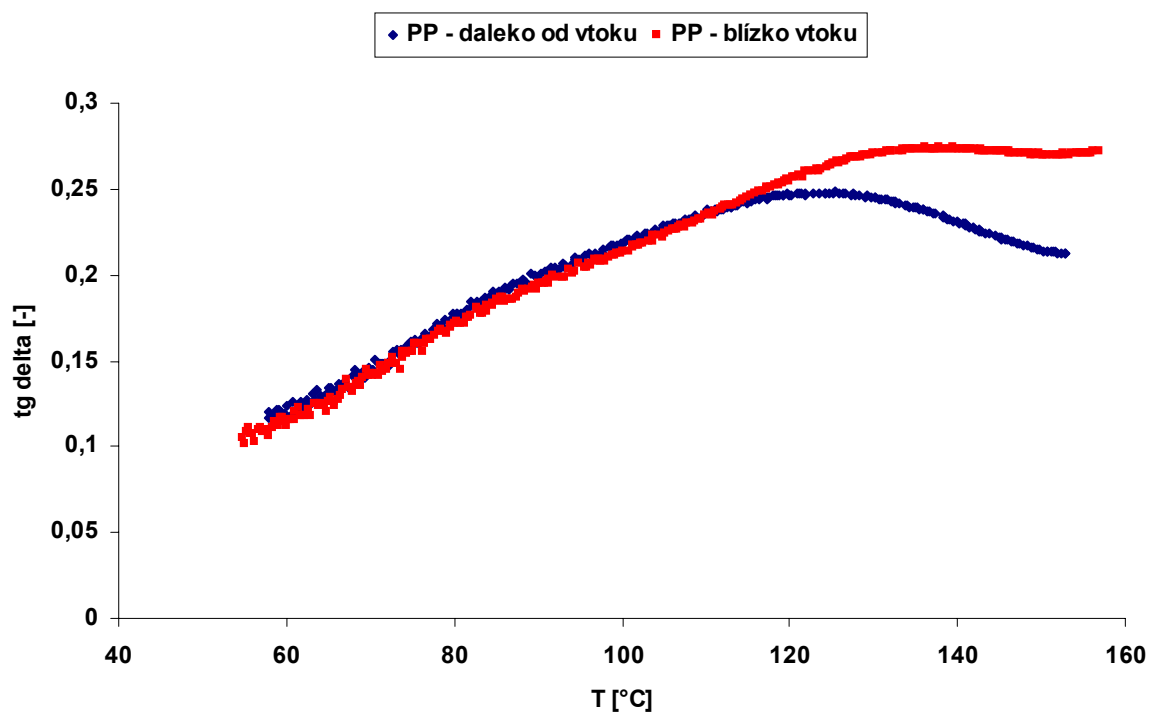
Obr. 53. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 1



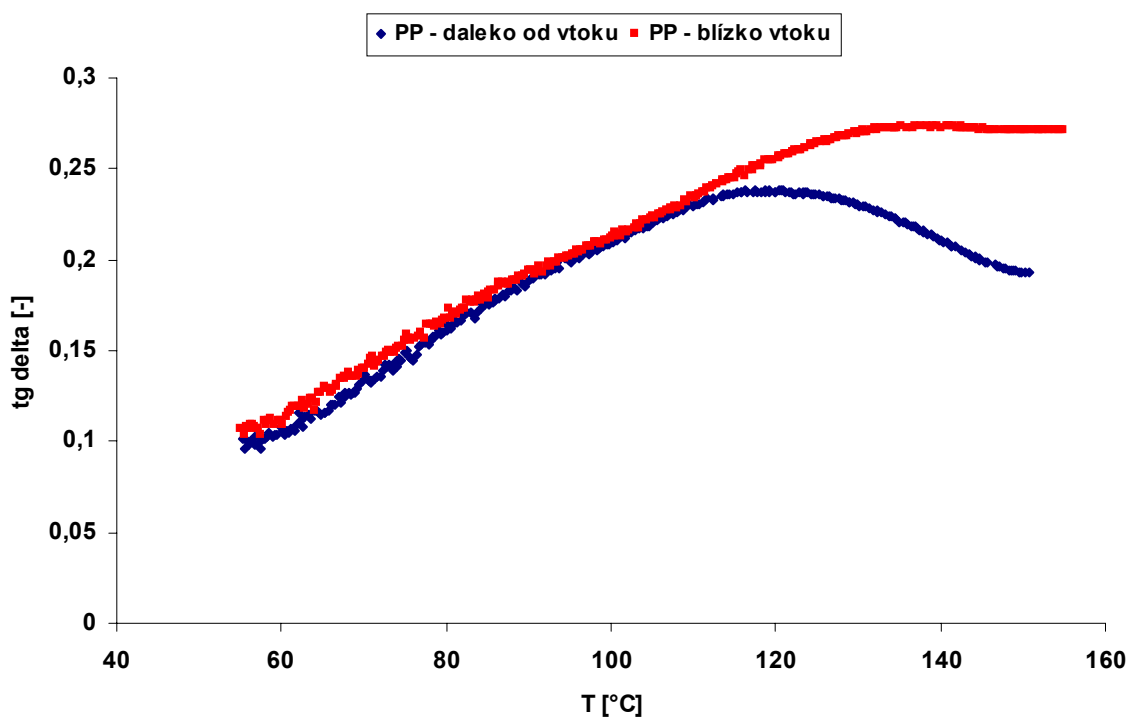
Obr. 54. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 2



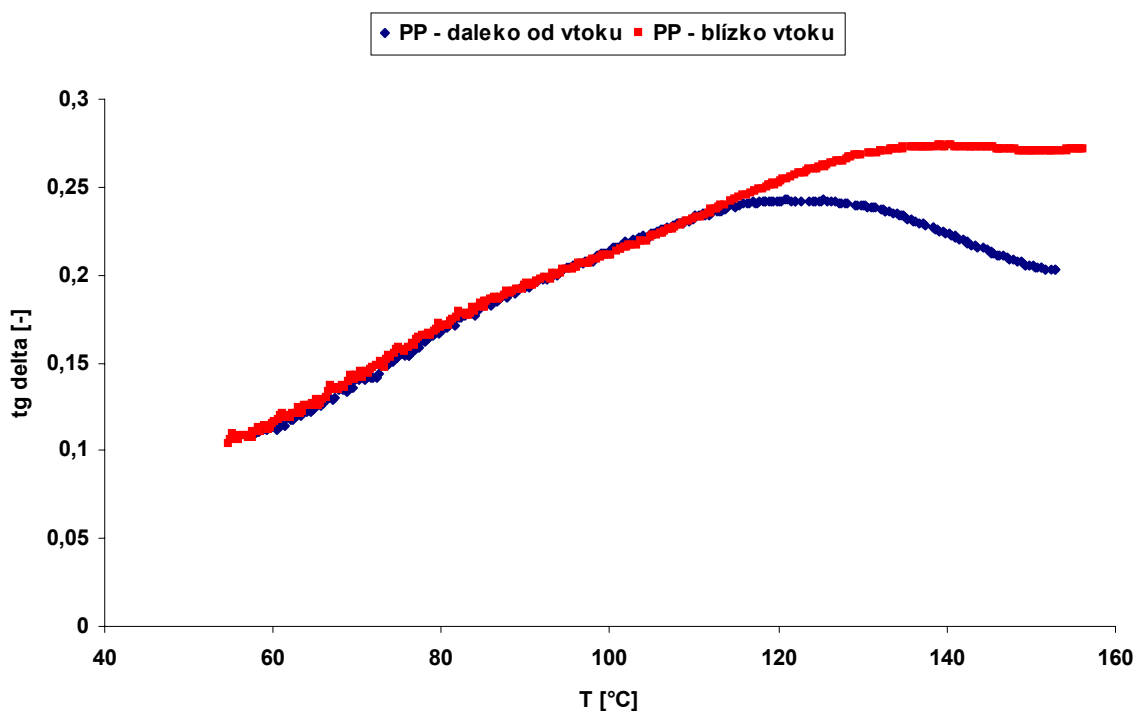
Obr. 55. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 3



Obr. 56. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 1



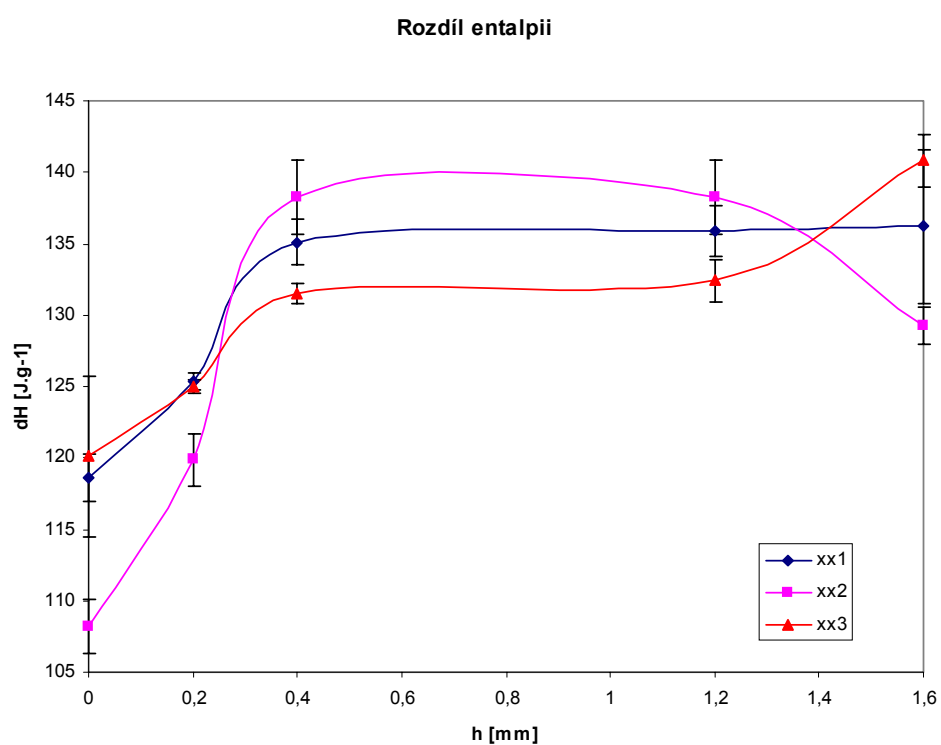
Obr. 57. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 2



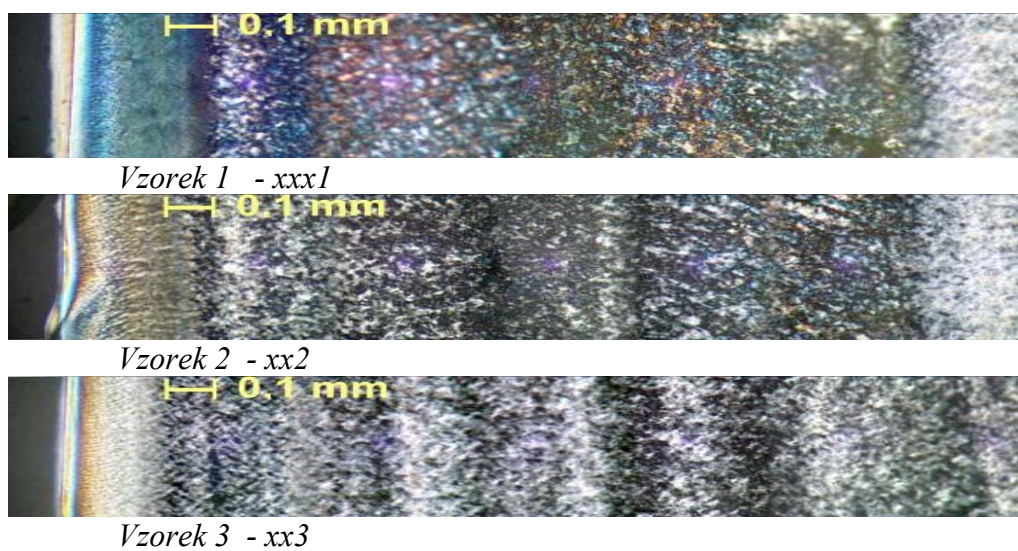
Obr. 58. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 3

2.3.3 Měření na DSC

Pro experiment bylo použito zkušebního tělesa typu deska pouze z materiálu PP vstřikovaném při maximálním dotlaku a to z důvodu nemožné přípravy vrstev z materiálu PMMA. Měření bylo prováděno na místech popsanych v experimentální části. Na každém zkušebním tělese typu vrstva bylo provedeno šest měření, z nichž byl vypočten aritmetický průměr a provedena statistika. Naměřené hodnoty na DSC jsou uvedeny v tabulkách v programu Microsoft Excel (příloha v elektronické podobě na CD) a jsou vyneseny do grafů. (Obr. 59). U každého měření byly vyhodnoceny parametry energie absorbované vzorkem v J.g^{-1} jako entalpie tání. Entalpie tání, vychází z hodnoty plochy píku a je závislá na konkrétním vyhodnocení.



Obr. 59. Závislost změny entalpie v jednotlivých vrstvách pro místa odběru xx1,xx2,xx3 při maximálním dotlaku 18 MPa

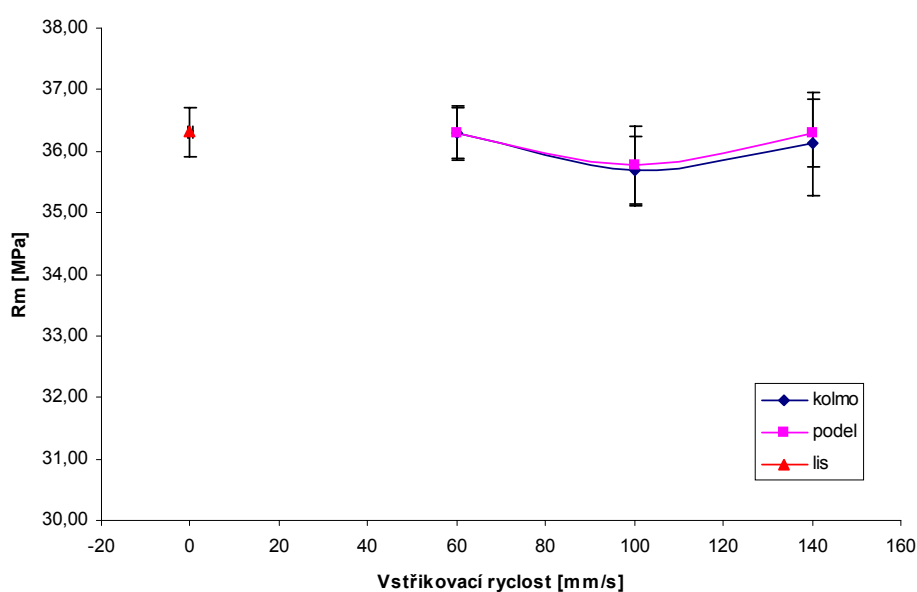


Obr. 60. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstříkovaných

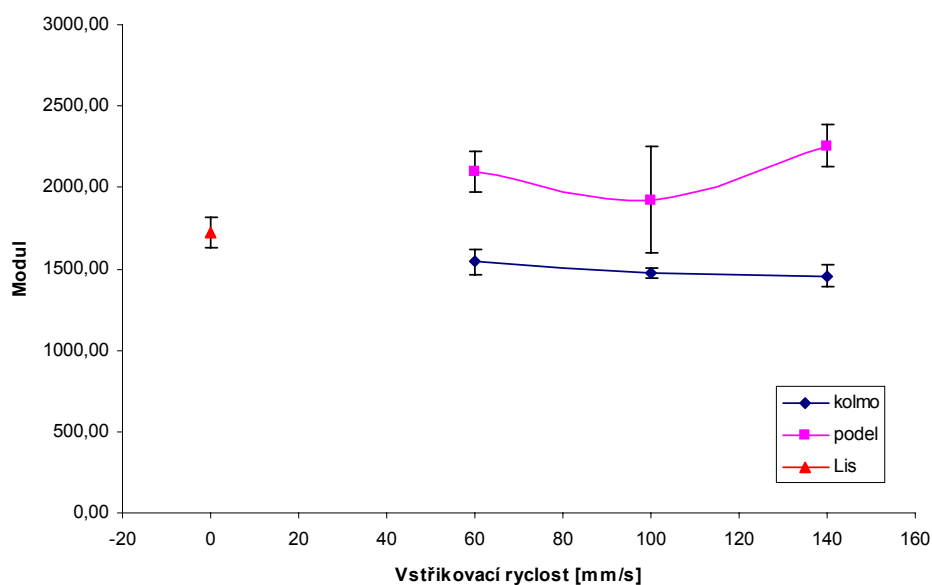
2.3.4 Tahová zkouška

Z těles typu deska připravených při různých vstřikovacích rychlostech byly připraveny zkušební tělíska na tahové zkoušky které splňovaly příslušné normy. Připravená a přeměřená zkušební tělíska popsaná v experimentální části byla natrhána na zkušebním zřízení ZWICK 1456. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulkách v programu Microsoft Excel (příloha v elektronické podobě na CD) a jsou vyneseny do grafů. (

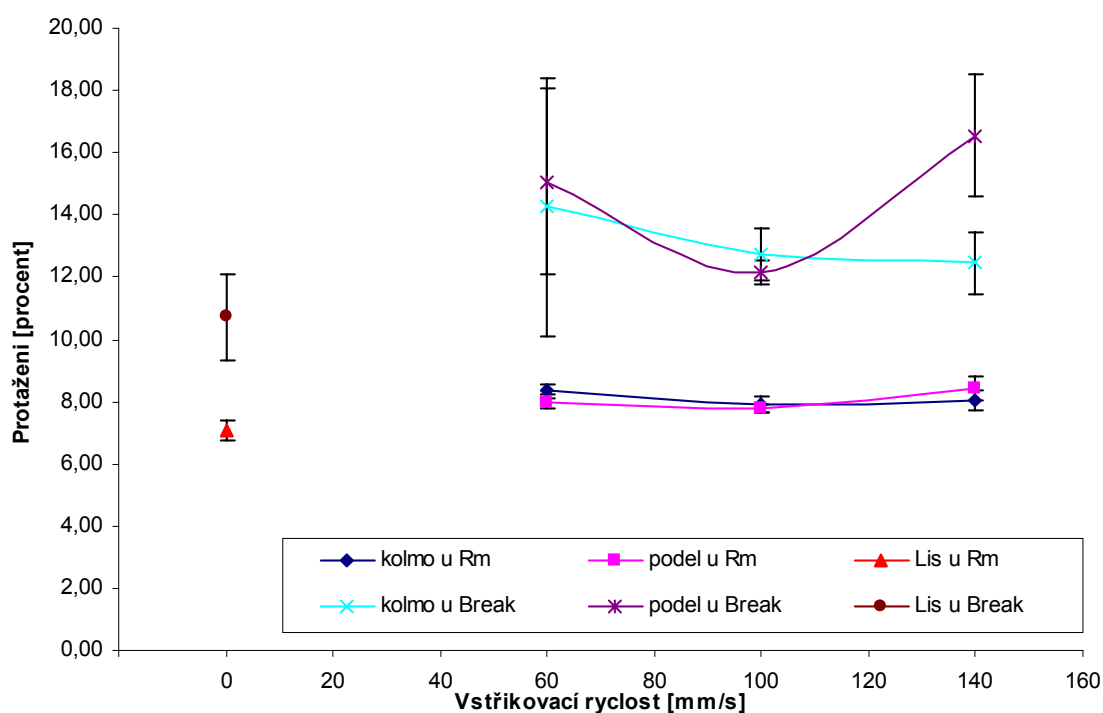
Obr. 61 až Obr. 63).



Obr. 61. Závislost meze pevnost na rychlosti vstřikování



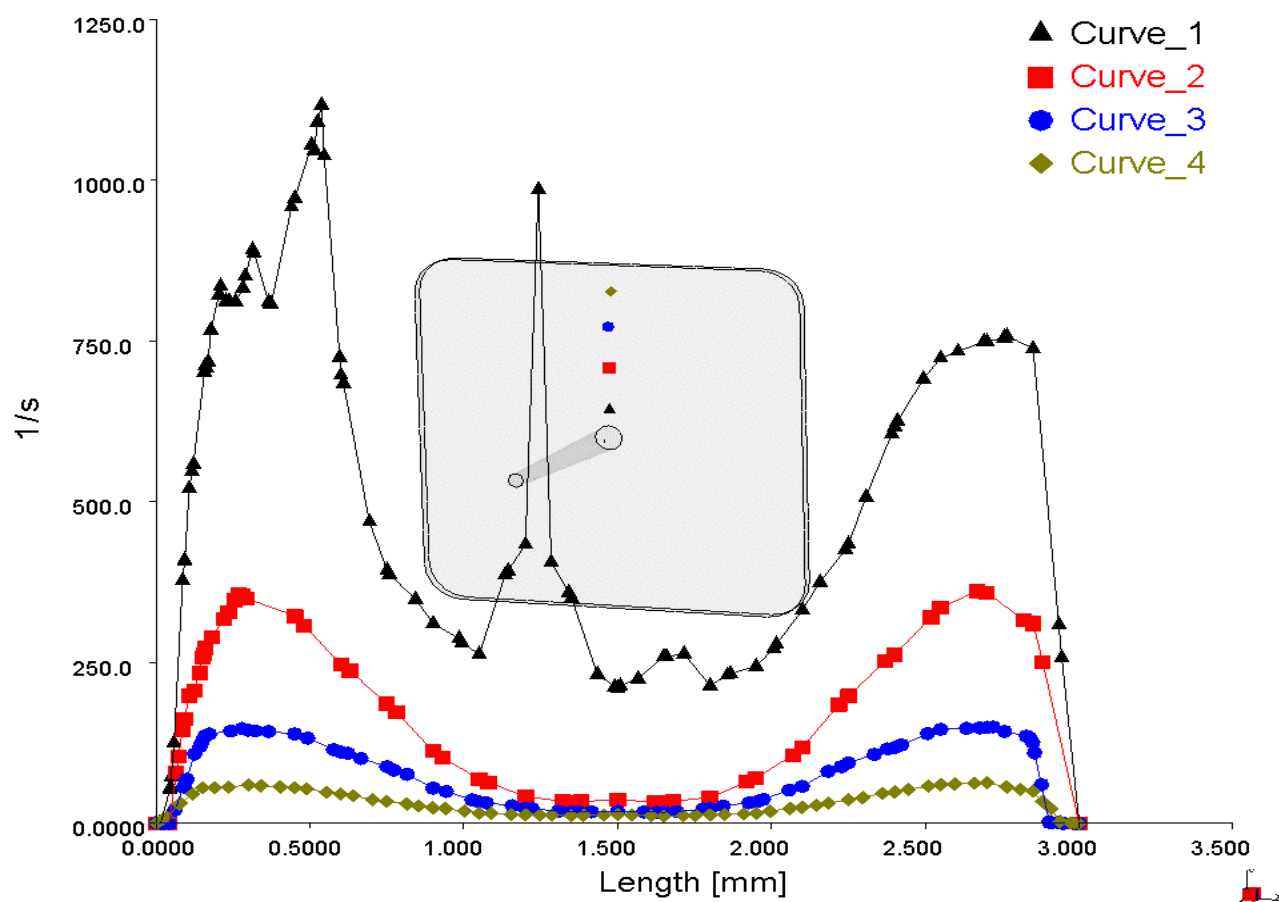
Obr. 62. Závislost modulu pružnosti v tahu na rychlosti vstřikování



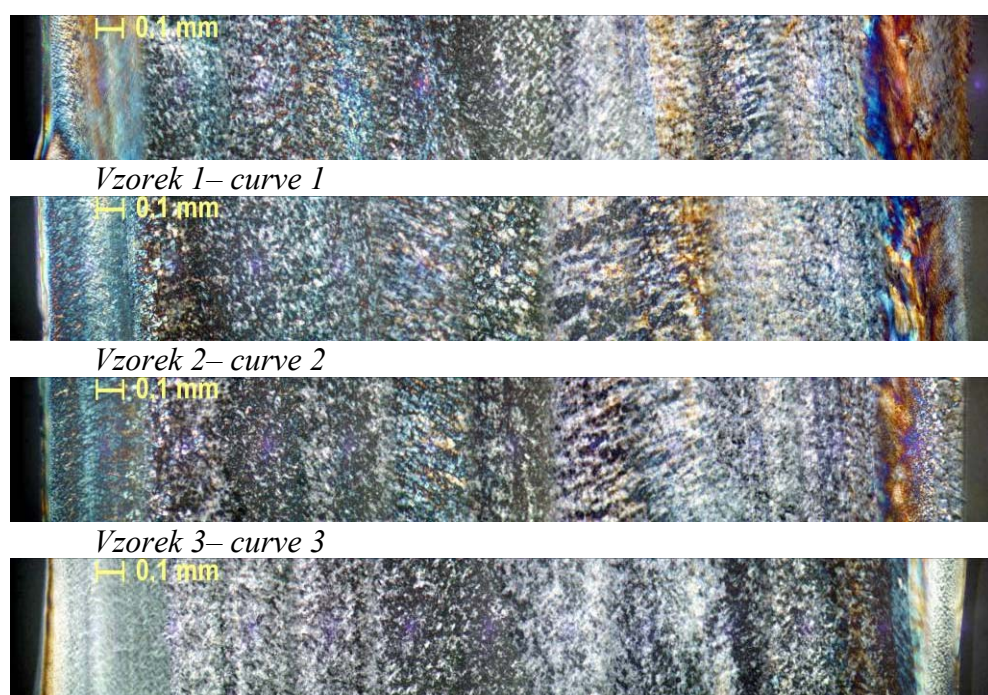
Obr. 63. Závislost poměrného prodloužení u meze pevnosti a poměrného prodloužení při přetržení na rychlosti vstřikování.

2.3.5 Mikroskopie

Řezy z těles vstřikovaných do rozdílně temperované formy byly pozorovány a foceny na polarizačním mikroskopu. Pořízené snímky byly porovnány s analýzami, které byly zpracovány v programu MoldFlow Plastics Insight 5.1. Toto grafické porovnání je na obrázcích (Obr. 64 až Obr. 108).



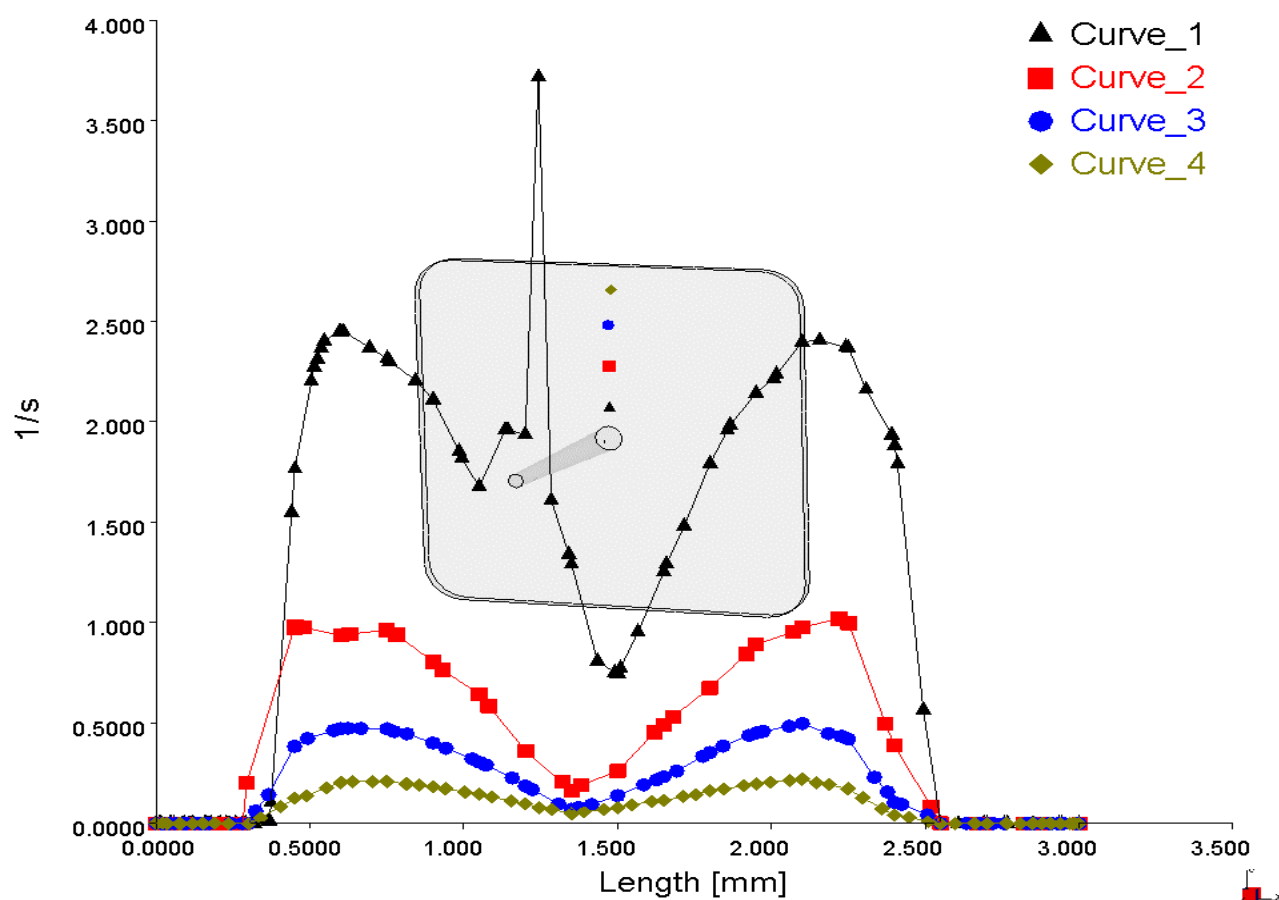
Obr. 64. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 0,531 s



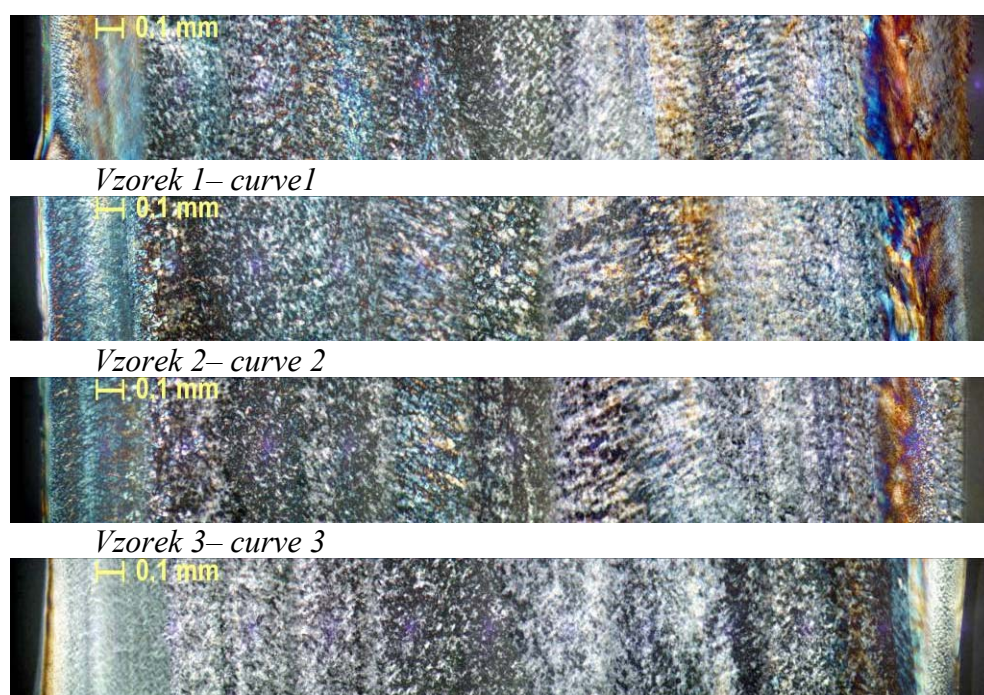
Vzorek 4– curve 4

zvětšeno 320x

Obr. 65. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.



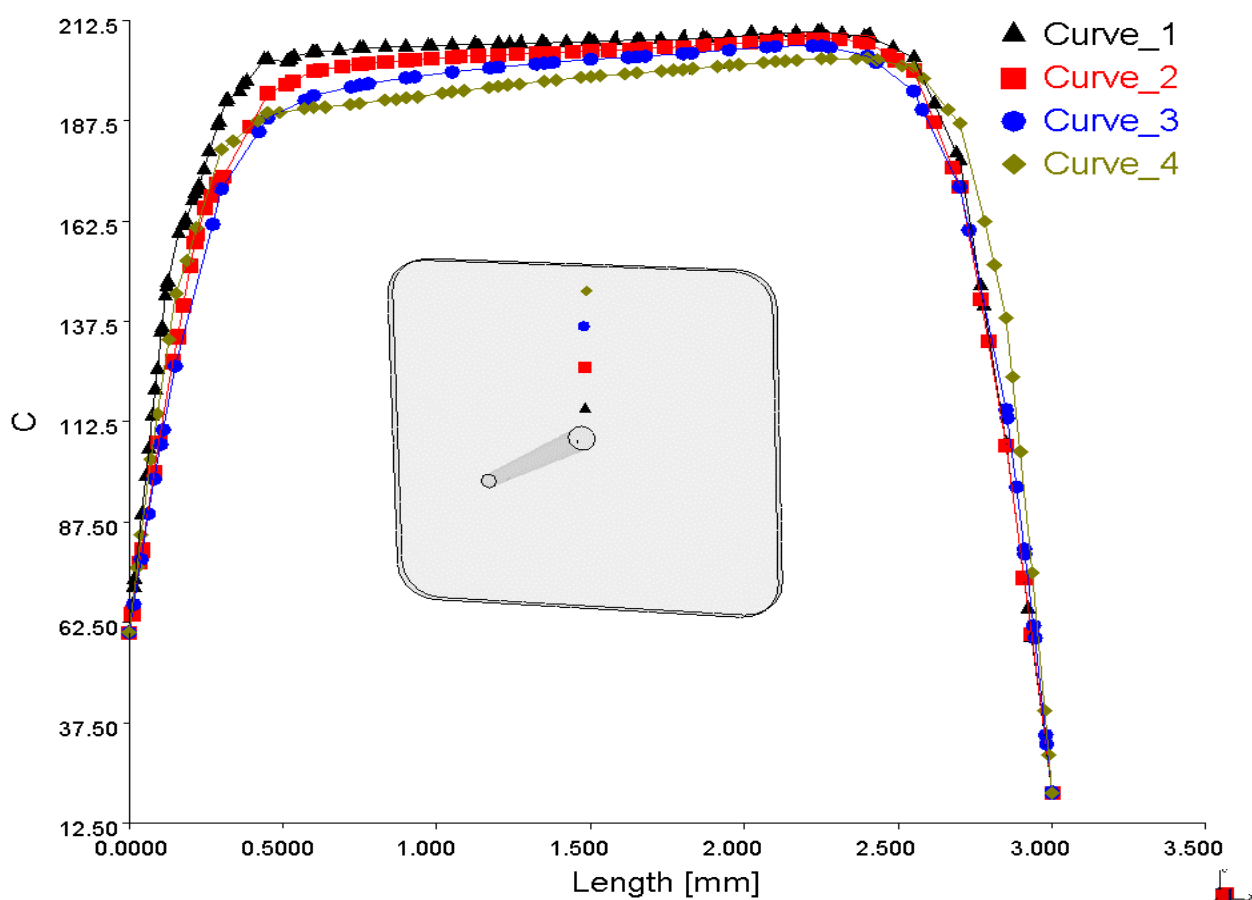
Obr. 66. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 6,556 s



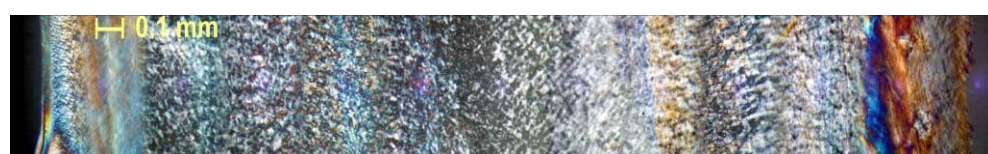
Vzorek 4 – curve4

zvětšeno 320x

Obr. 67. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.



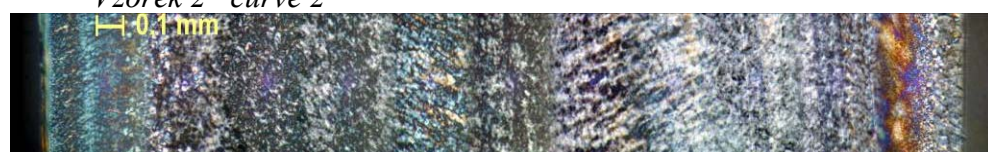
Obr. 68. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 0,531 s



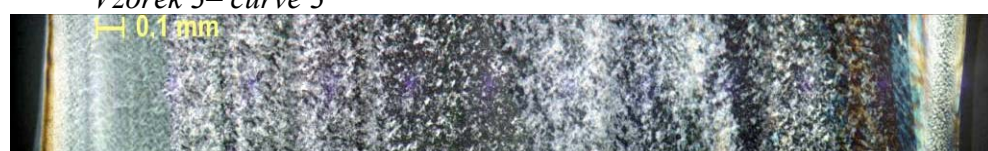
Vzorek 1 – curve 1



Vzorek 2 – curve 2



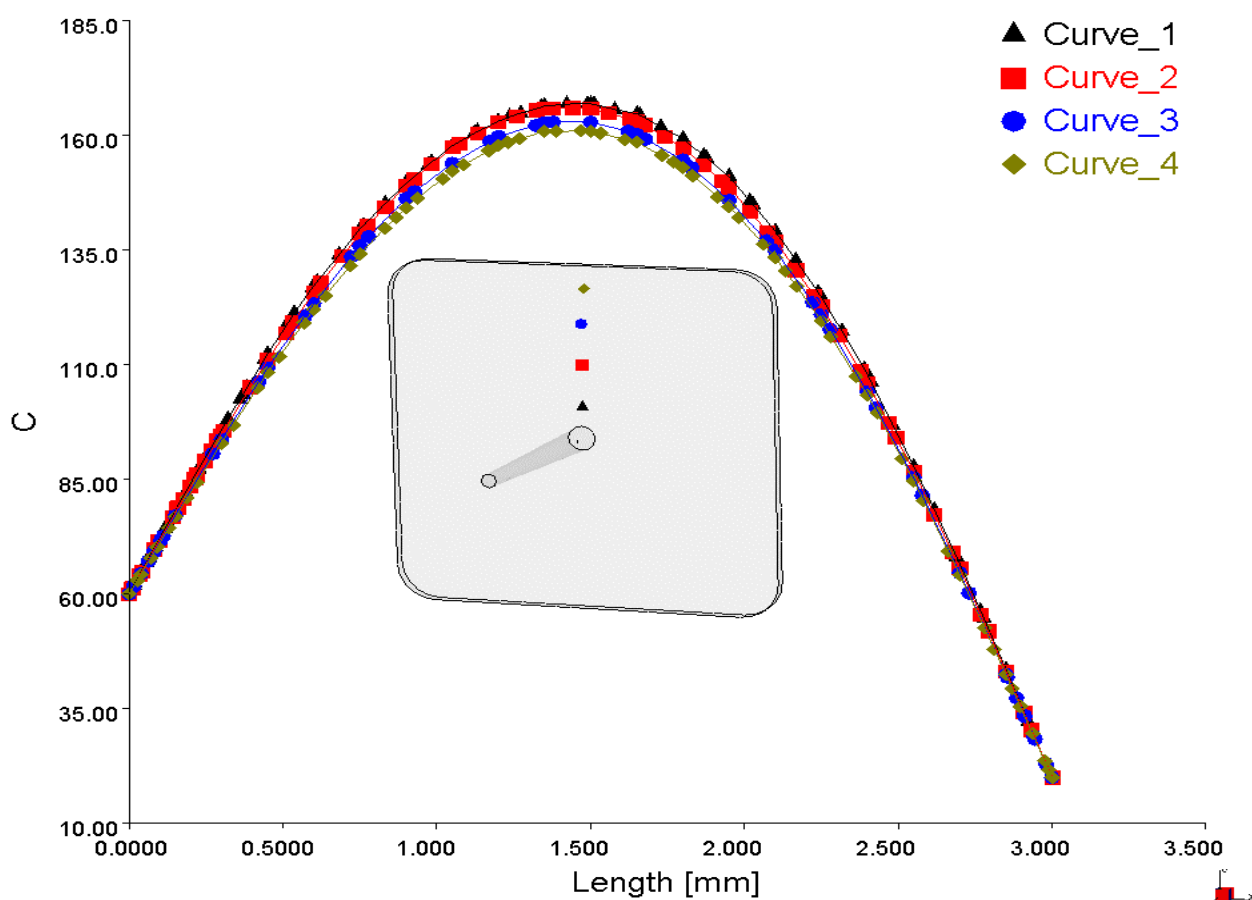
Vzorek 3 – curve 3



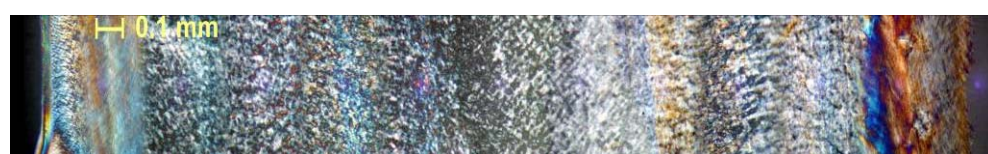
Vzorek 4– curve 4

zvětšeno 320x

Obr. 69. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.



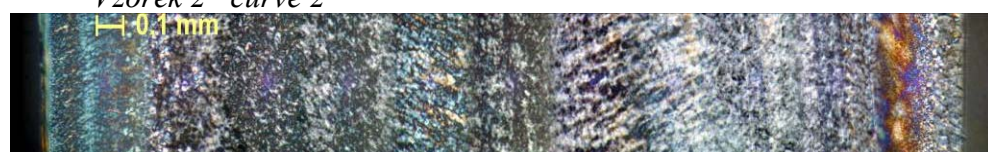
Obr. 70. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 6,556 s



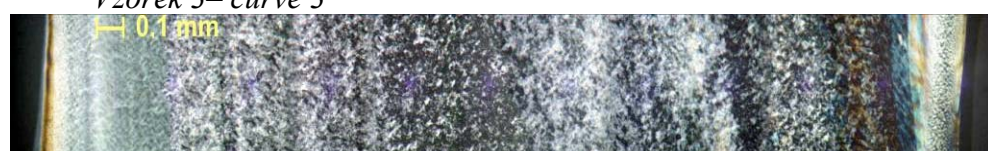
Vzorek 1– curve 1



Vzorek 2– curve 2



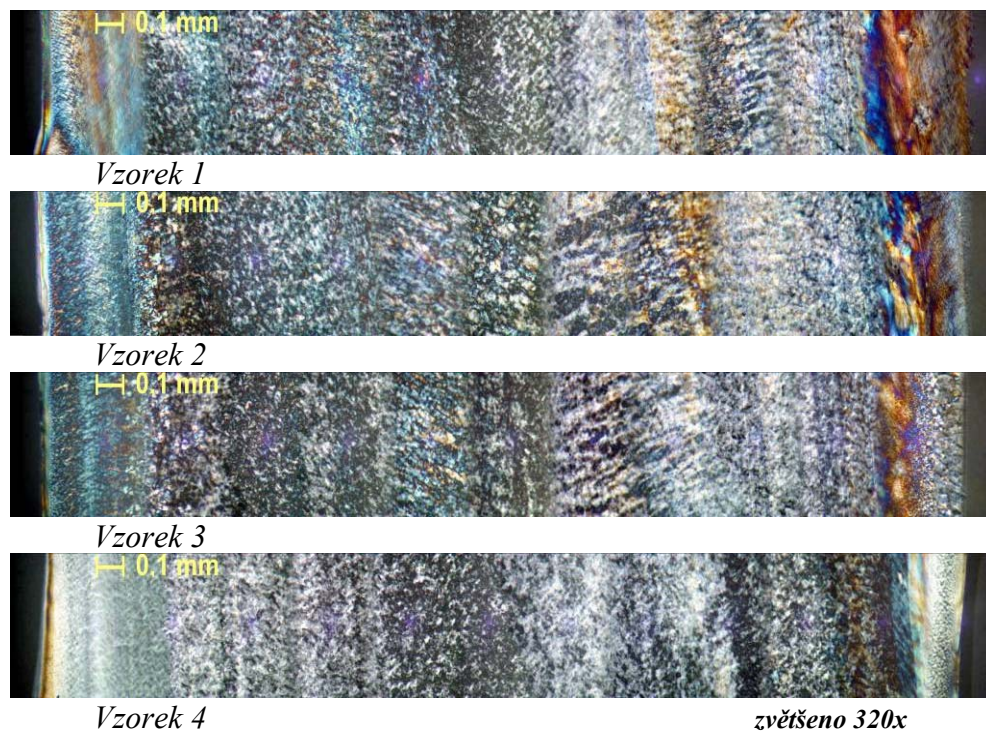
Vzorek 3– curve 3



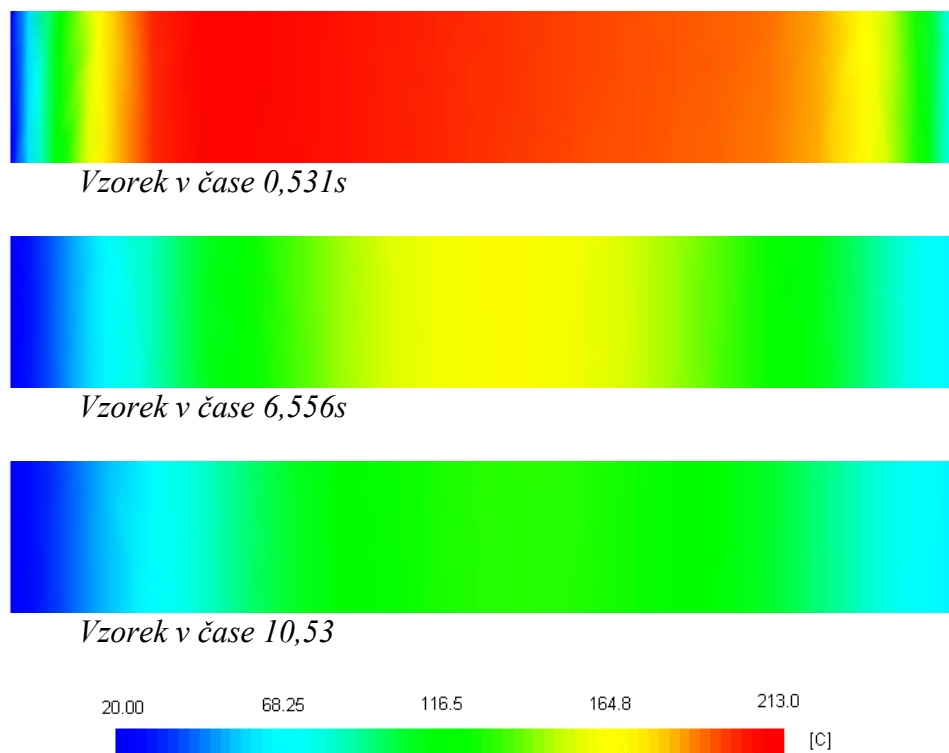
Vzorek 4 – curve 4

zvětšeno 320x

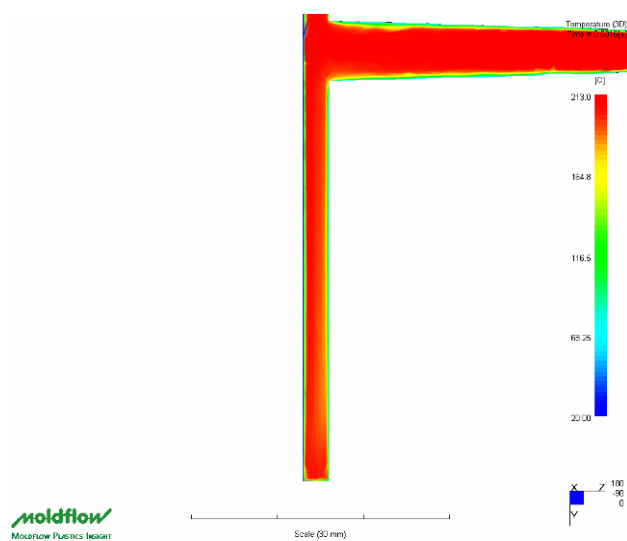
Obr. 71. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.



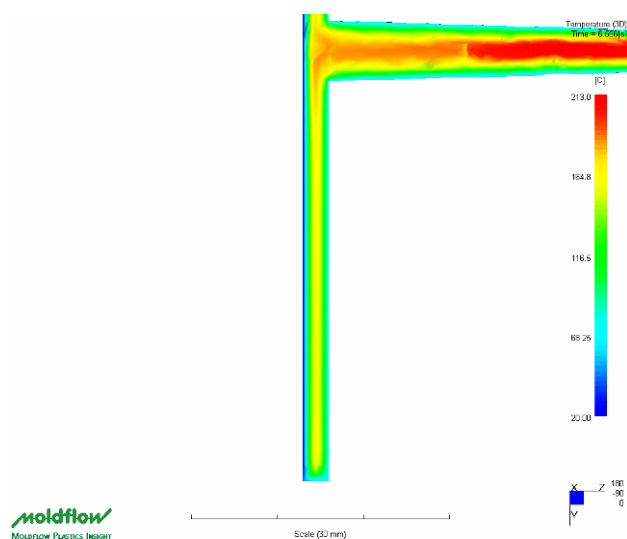
Obr. 72. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.



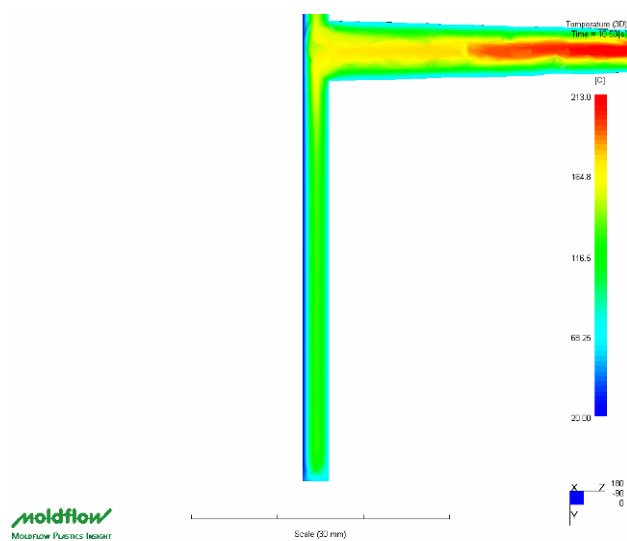
Obr. 73. Teplotní profil průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s



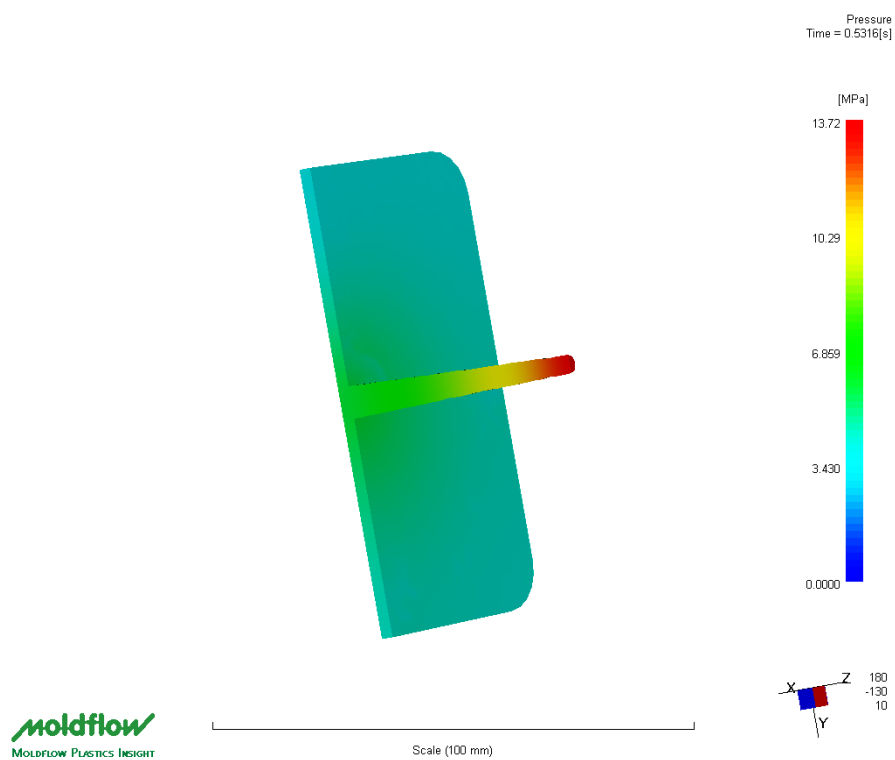
Obr. 74. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 0,531s



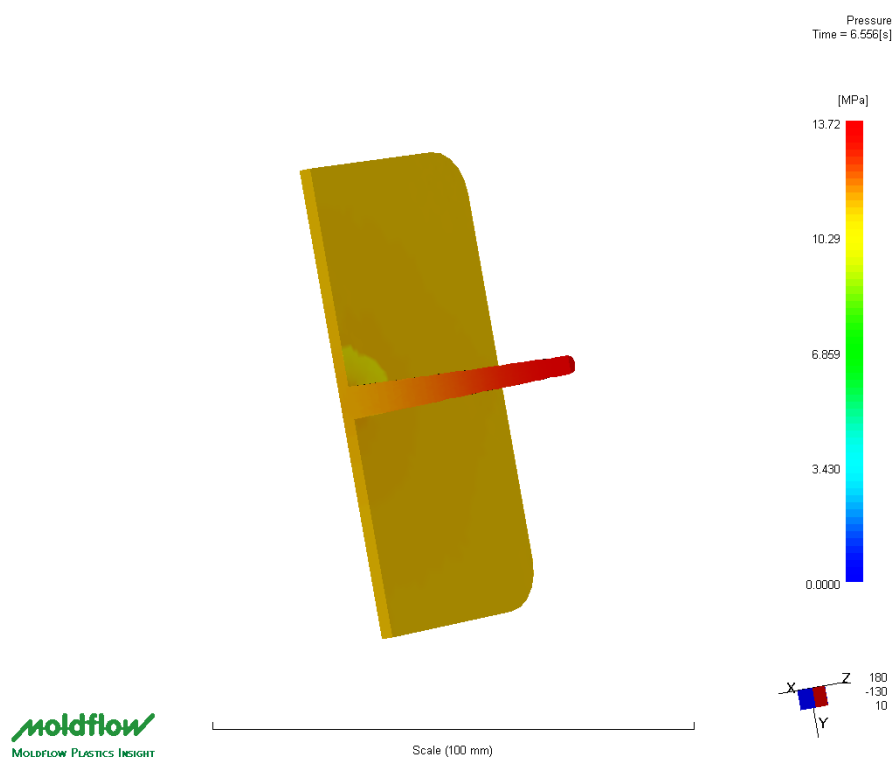
Obr. 75. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 6,556s



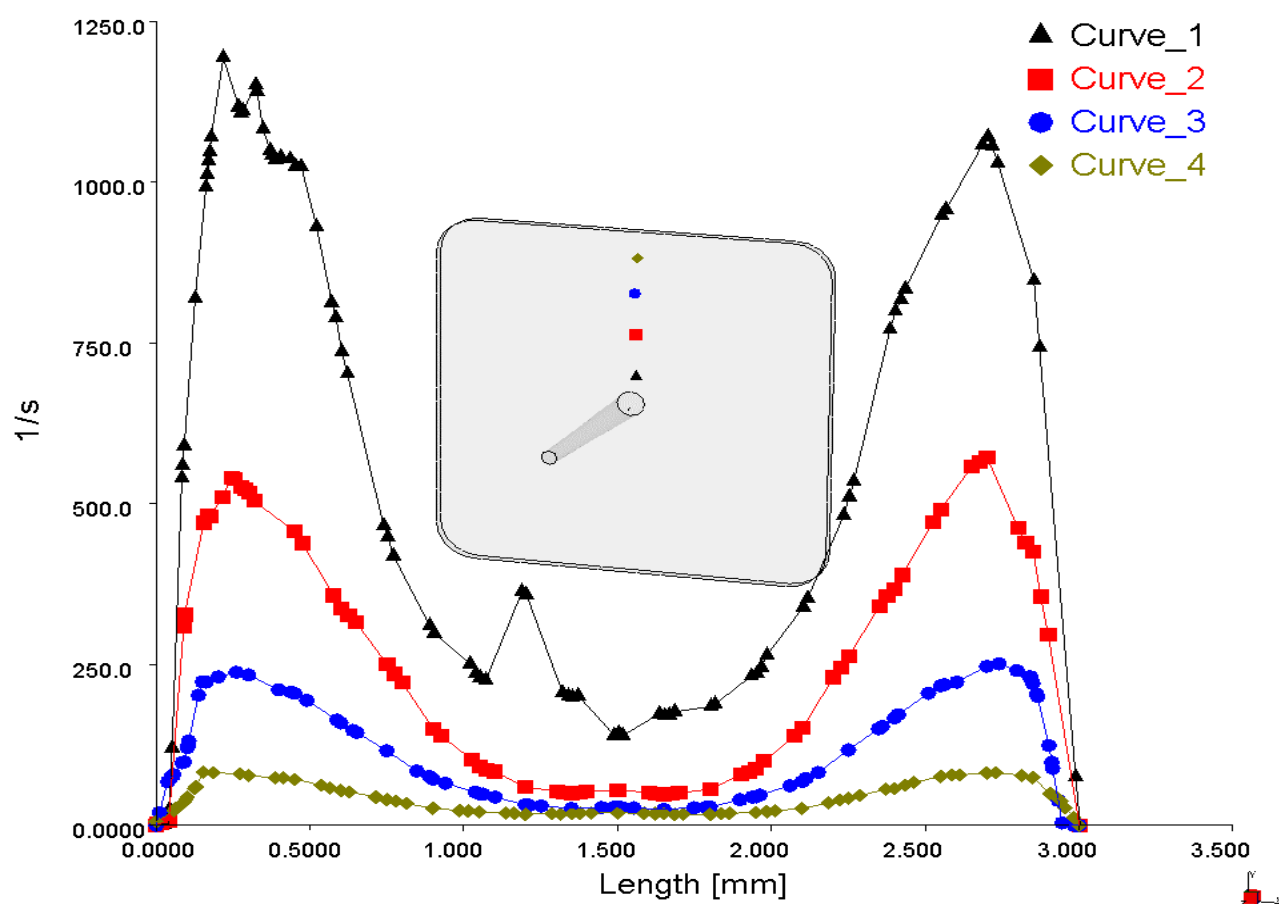
Obr. 76. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 10,53s



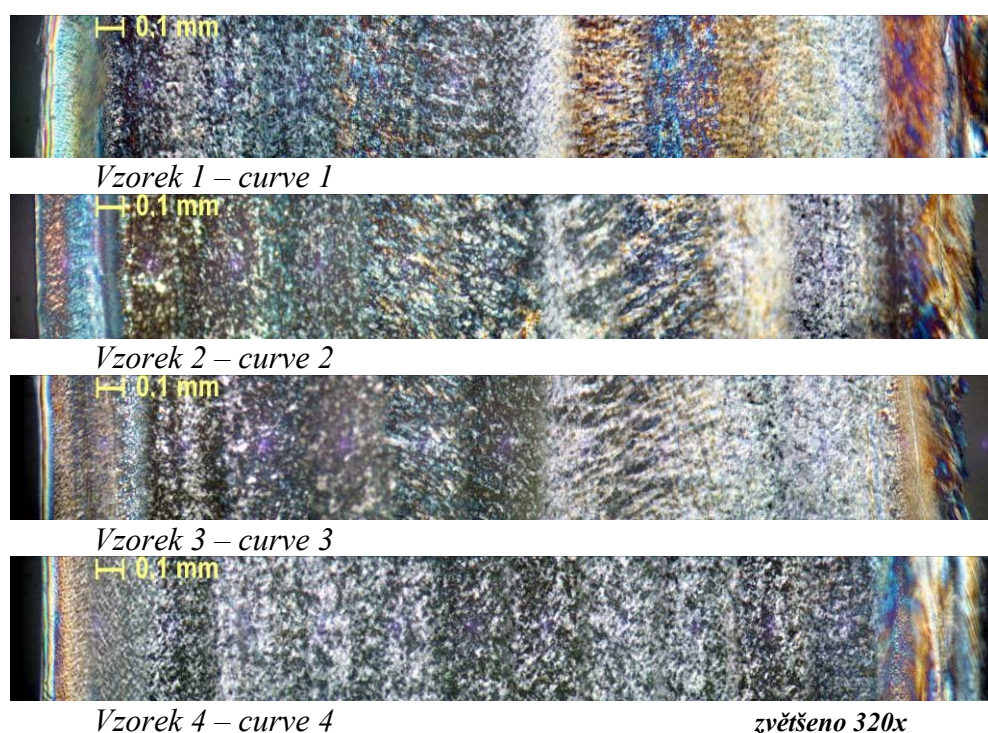
Obr. 77. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 60 mm/s v čase 0,531s



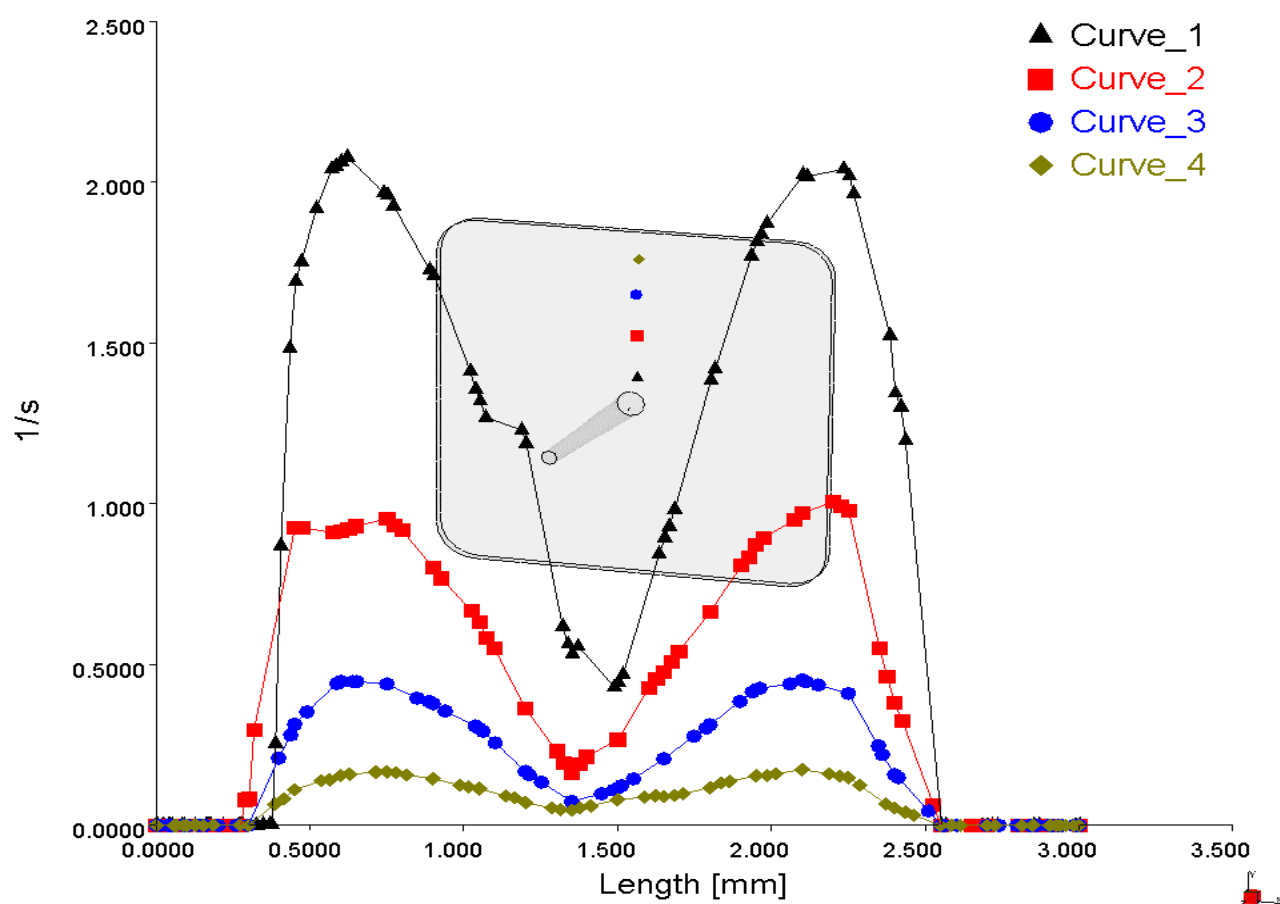
Obr. 78. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 60 mm/s v čase 6,556s



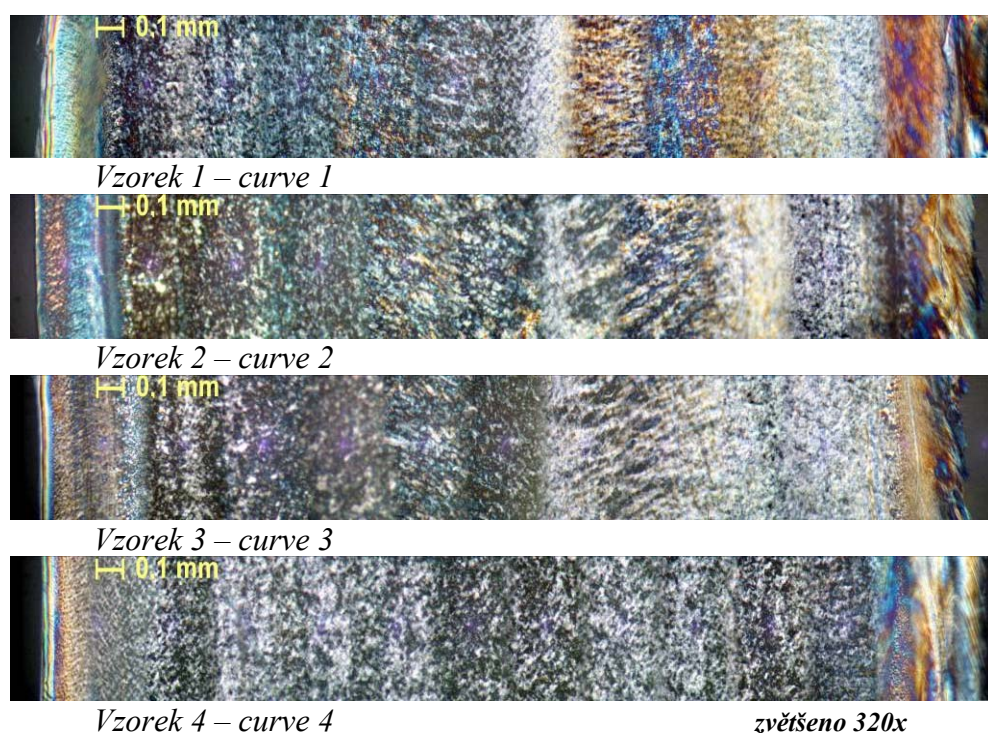
Obr. 79. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 0,317 s



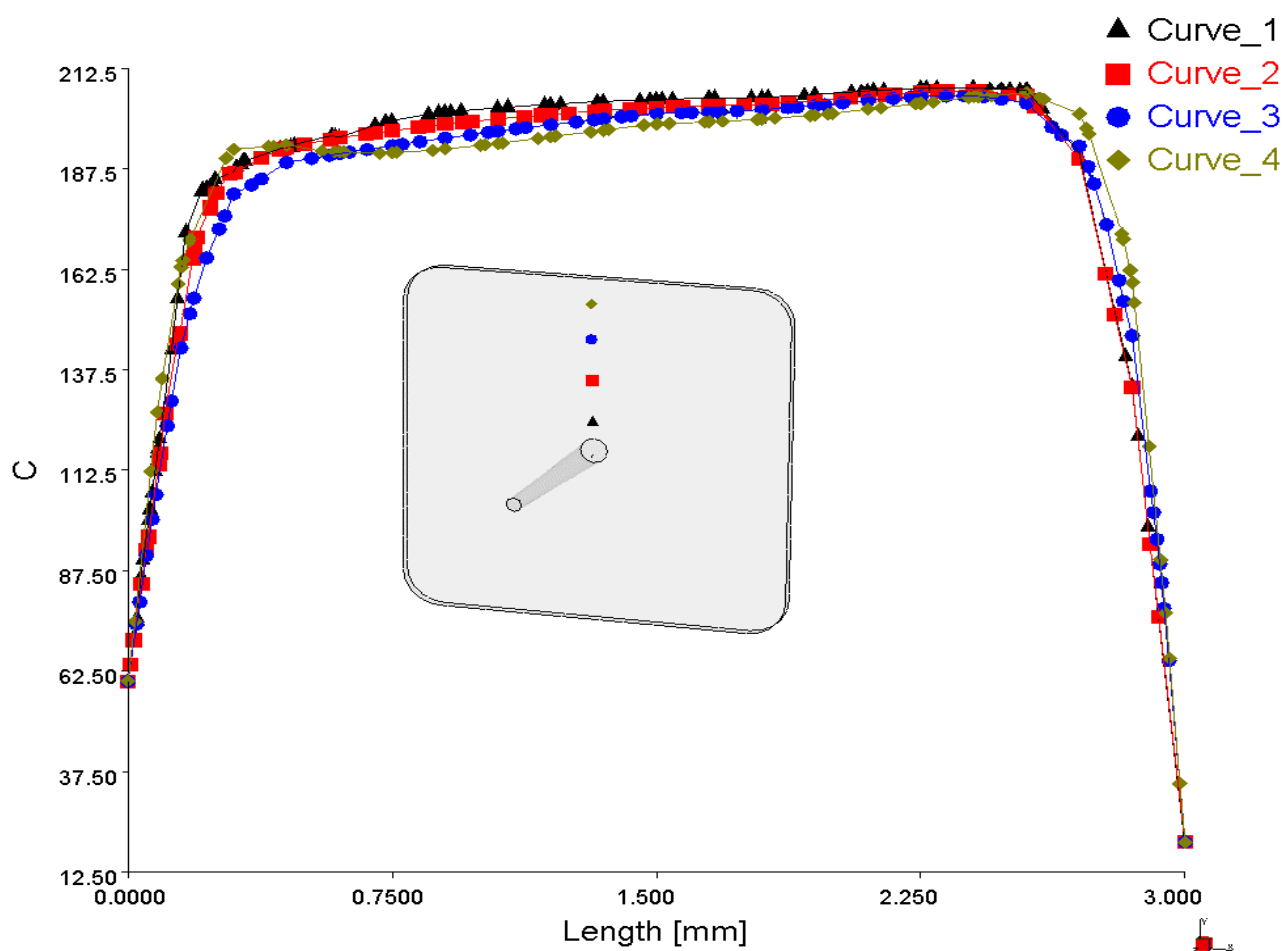
Obr. 80. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.



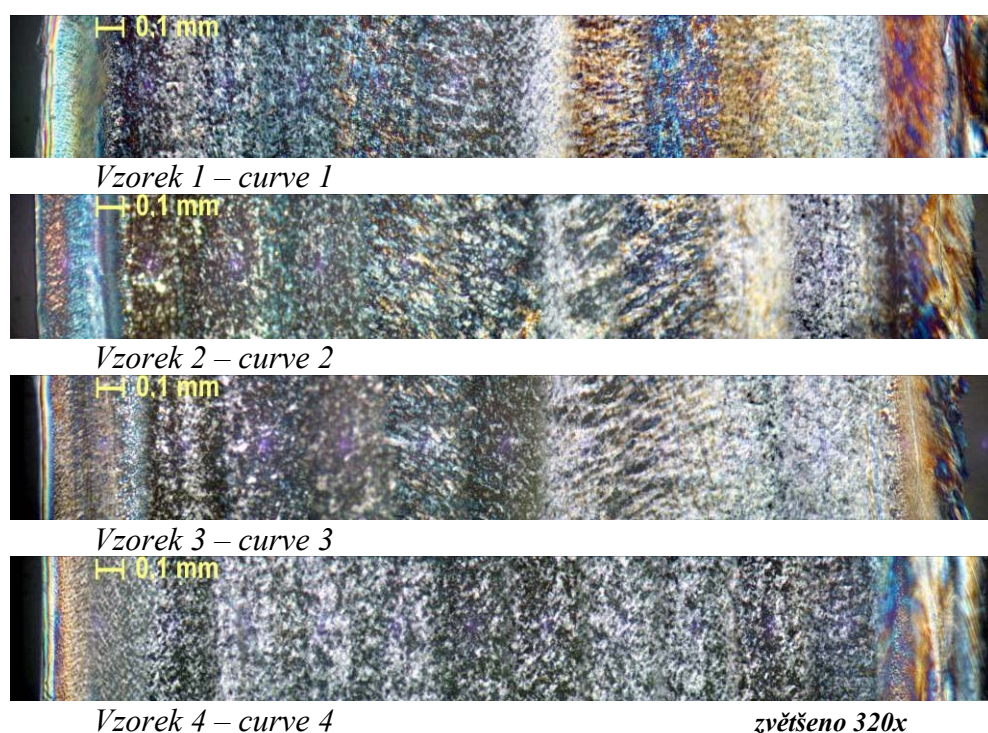
Obr. 81. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 6,348 s



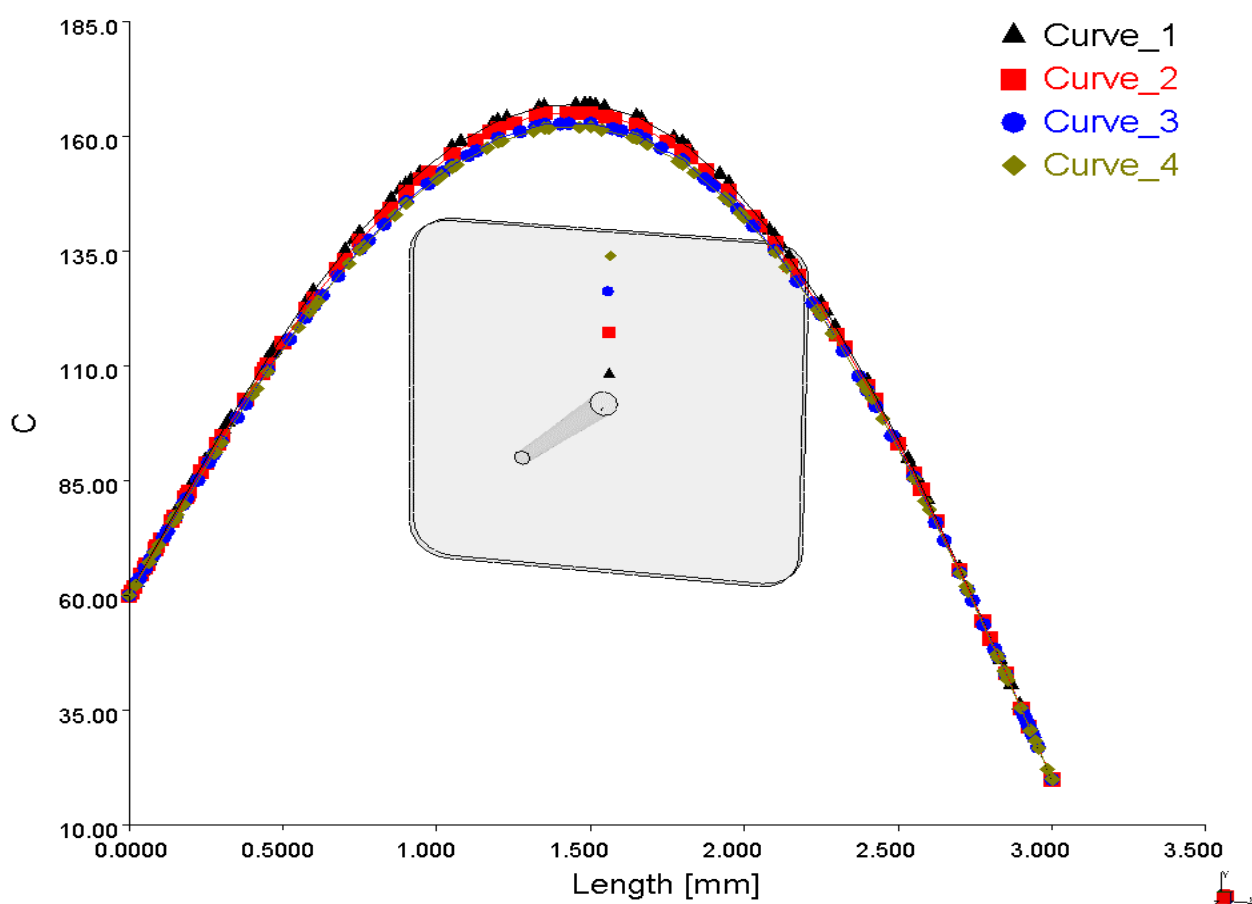
Obr. 82. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.



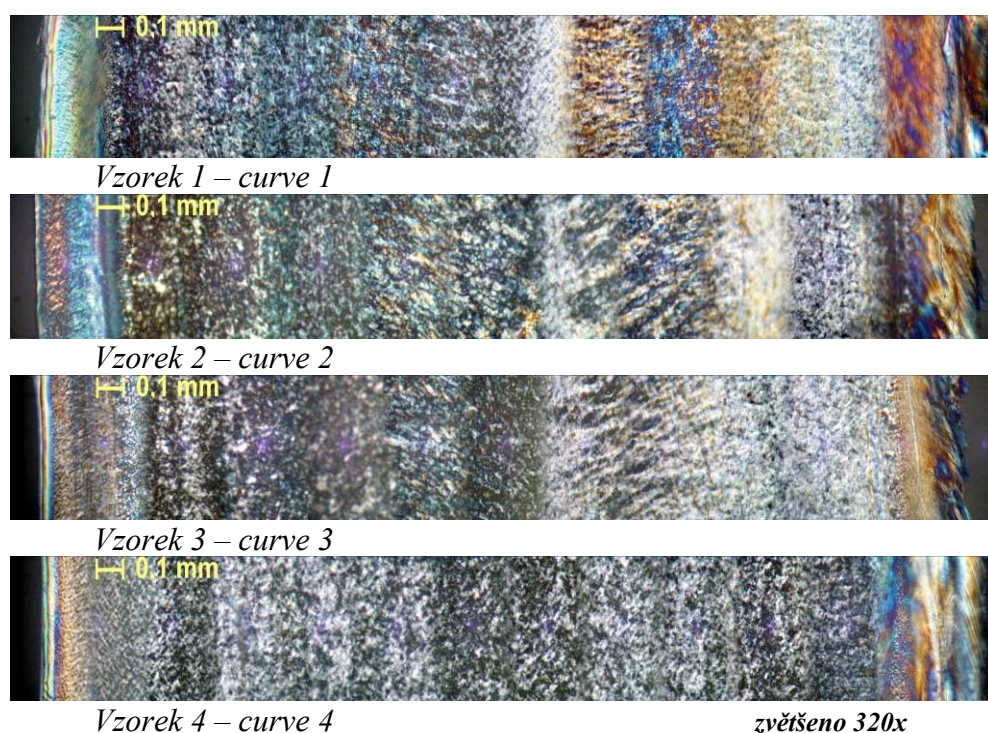
Obr. 83. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 0,317 s



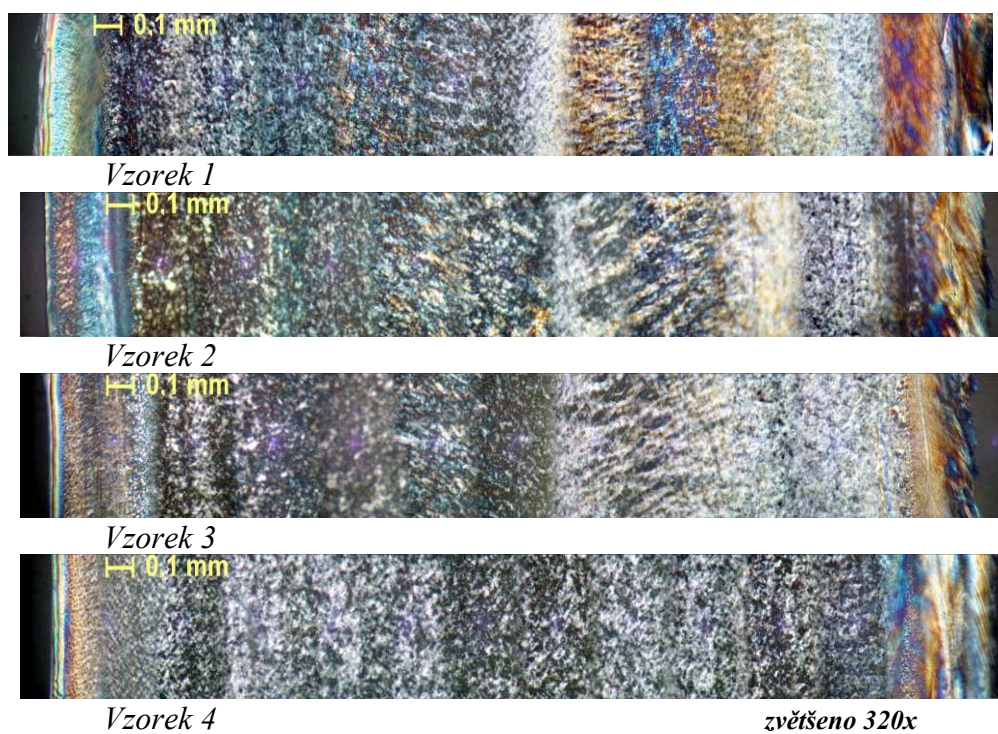
Obr. 84. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.



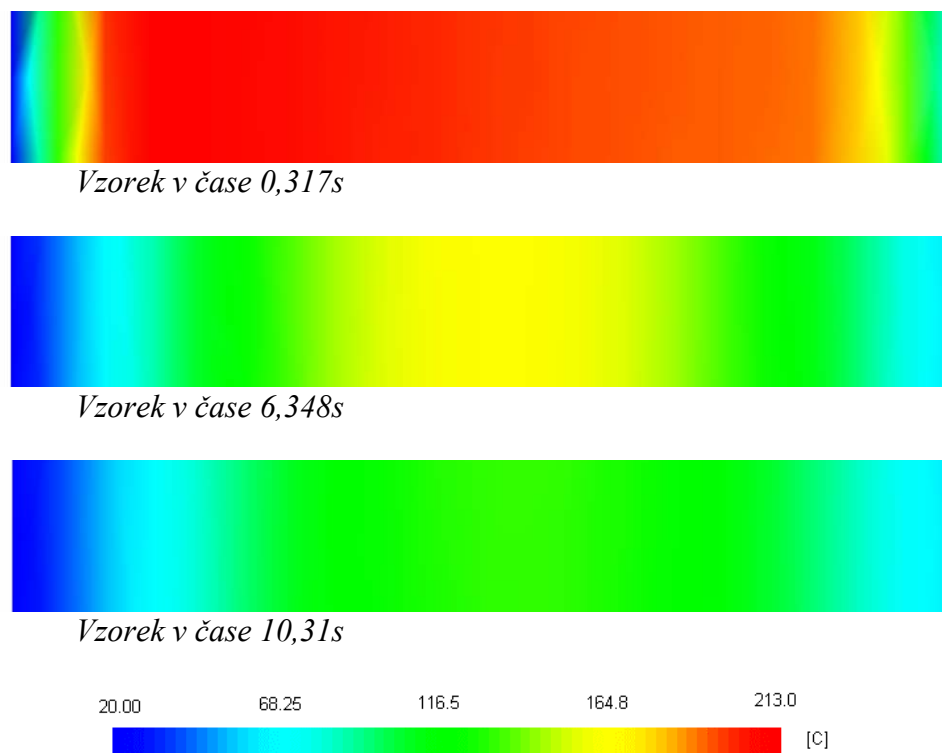
Obr. 85. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 6,348 s



Obr. 86. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.



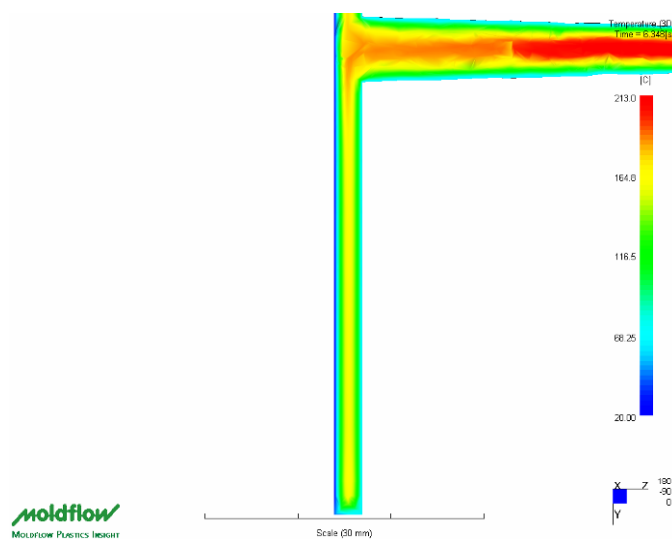
Obr. 87. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100 mm/s.



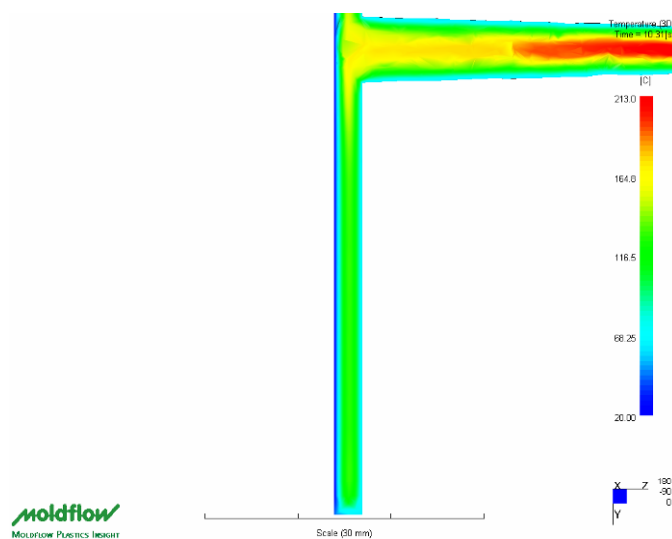
Obr. 88. Teplotní profil průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s



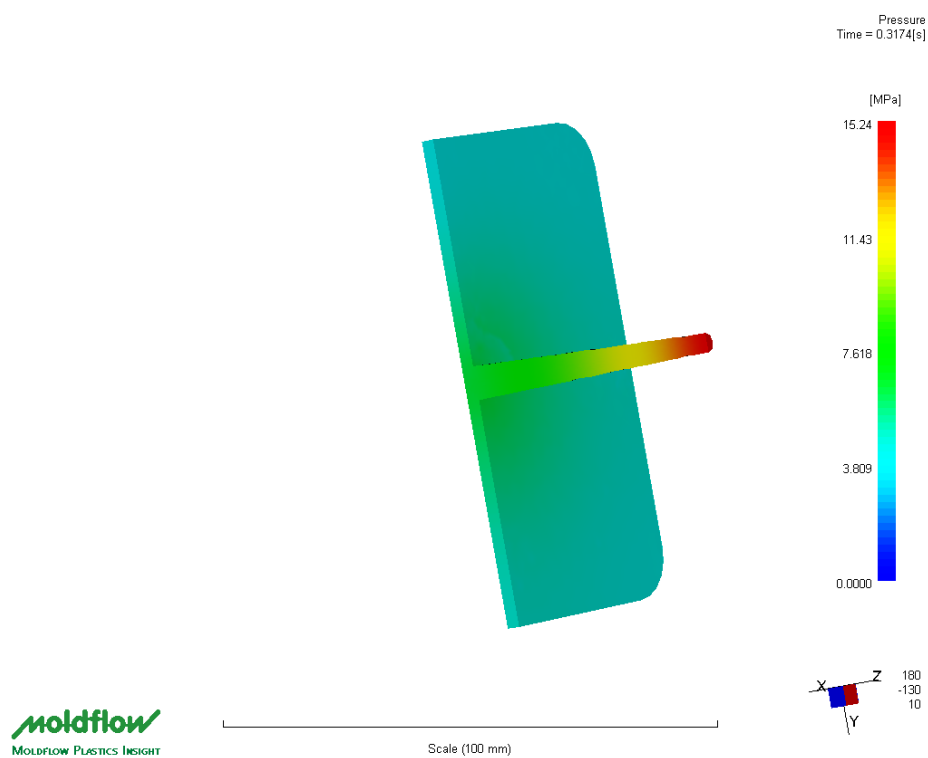
Obr. 89. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 0,317s



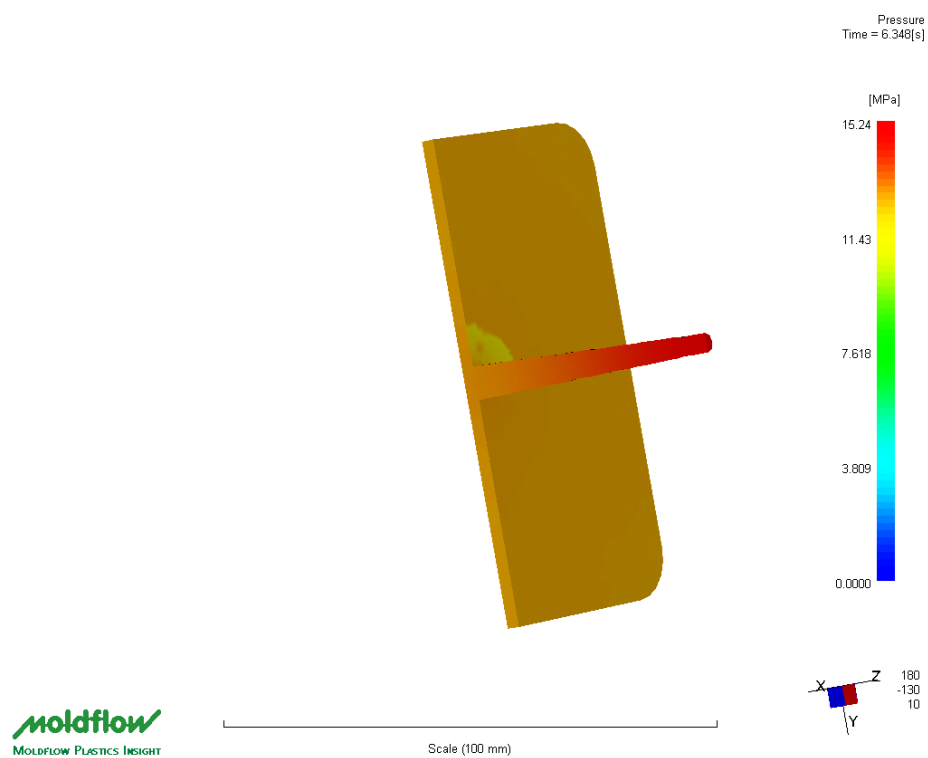
Obr. 90. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 6,348s



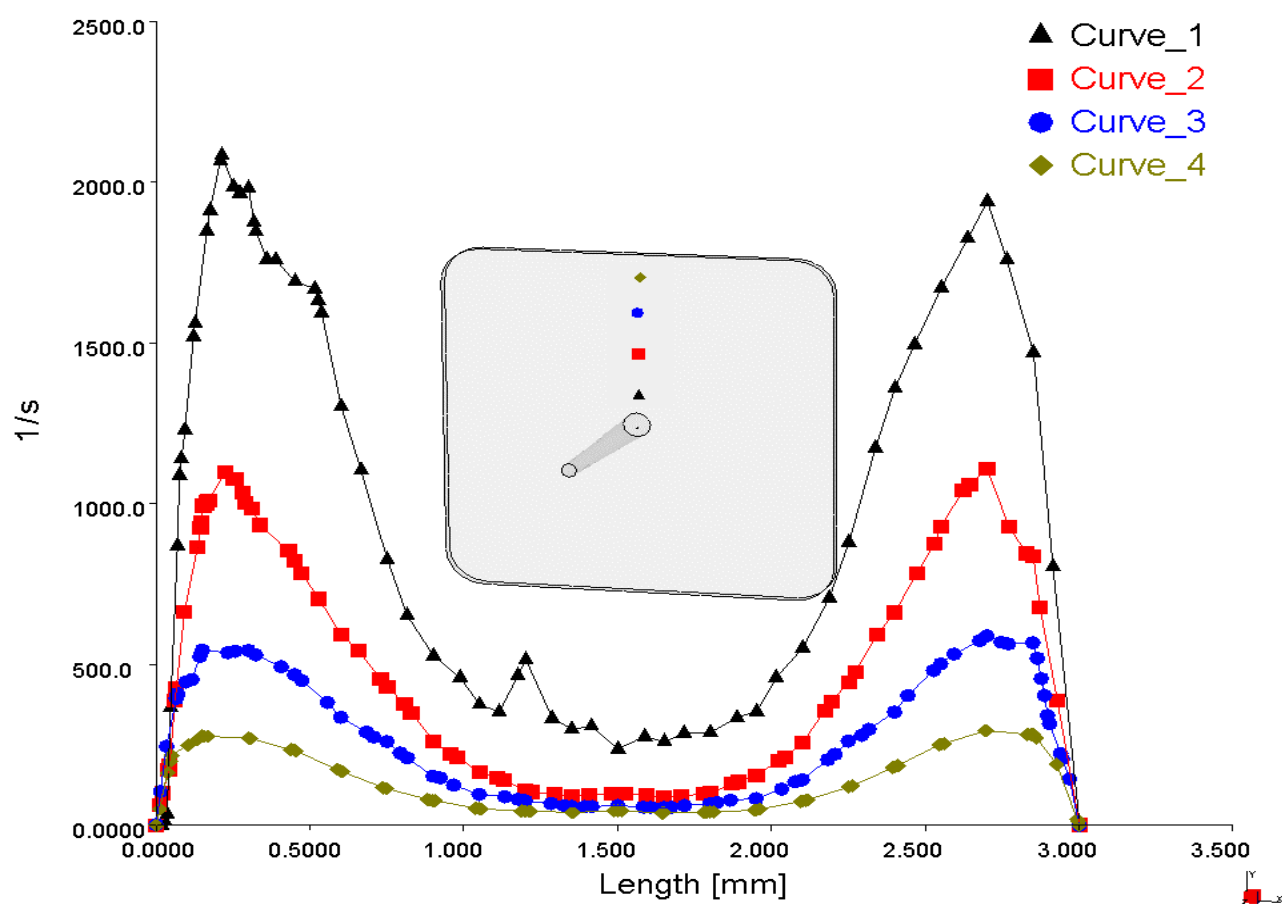
Obr. 91. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 10,31s



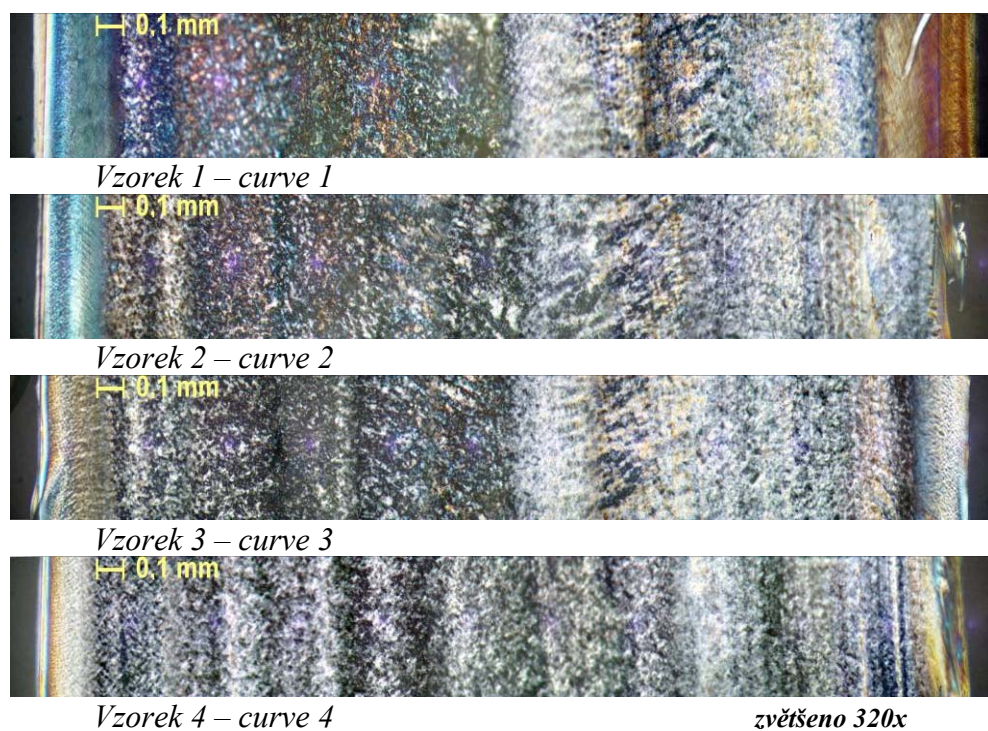
Obr. 92. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 100 mm/s v čase 0,317s



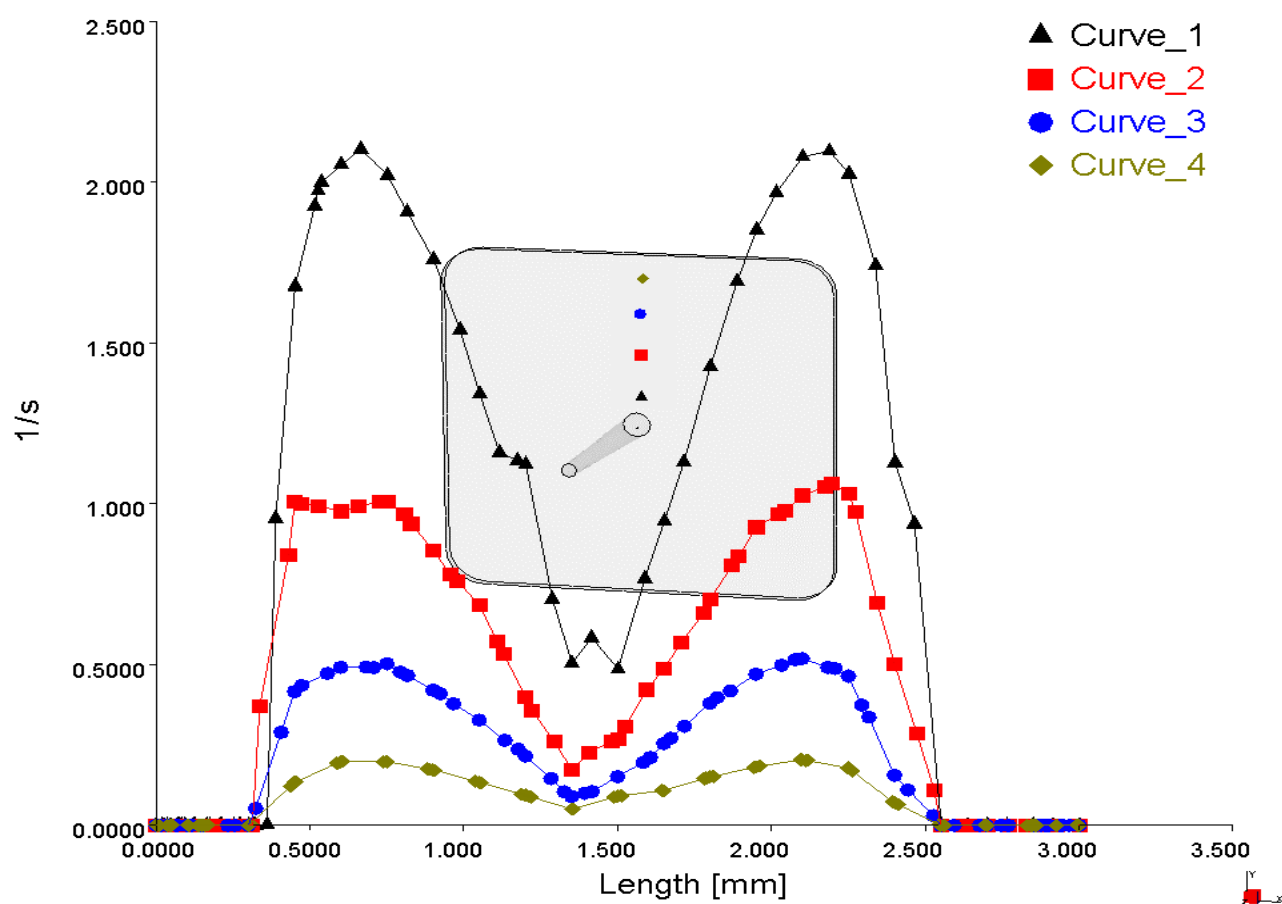
Obr. 93. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 100 mm/s v čase 6,348s



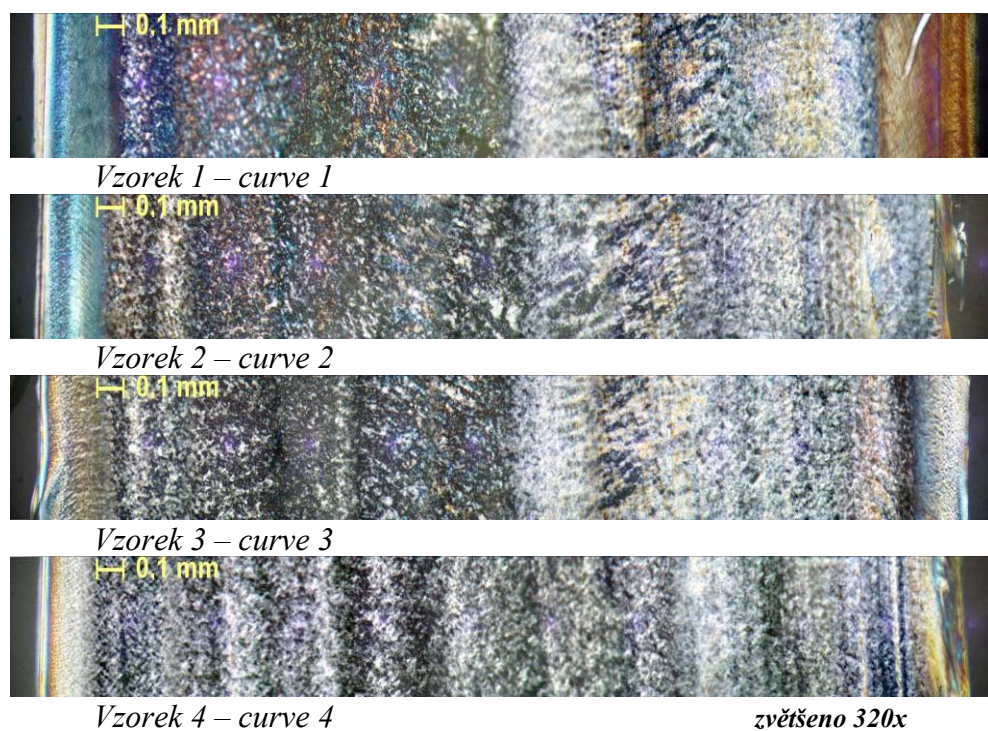
Obr. 94. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase ,0226 s



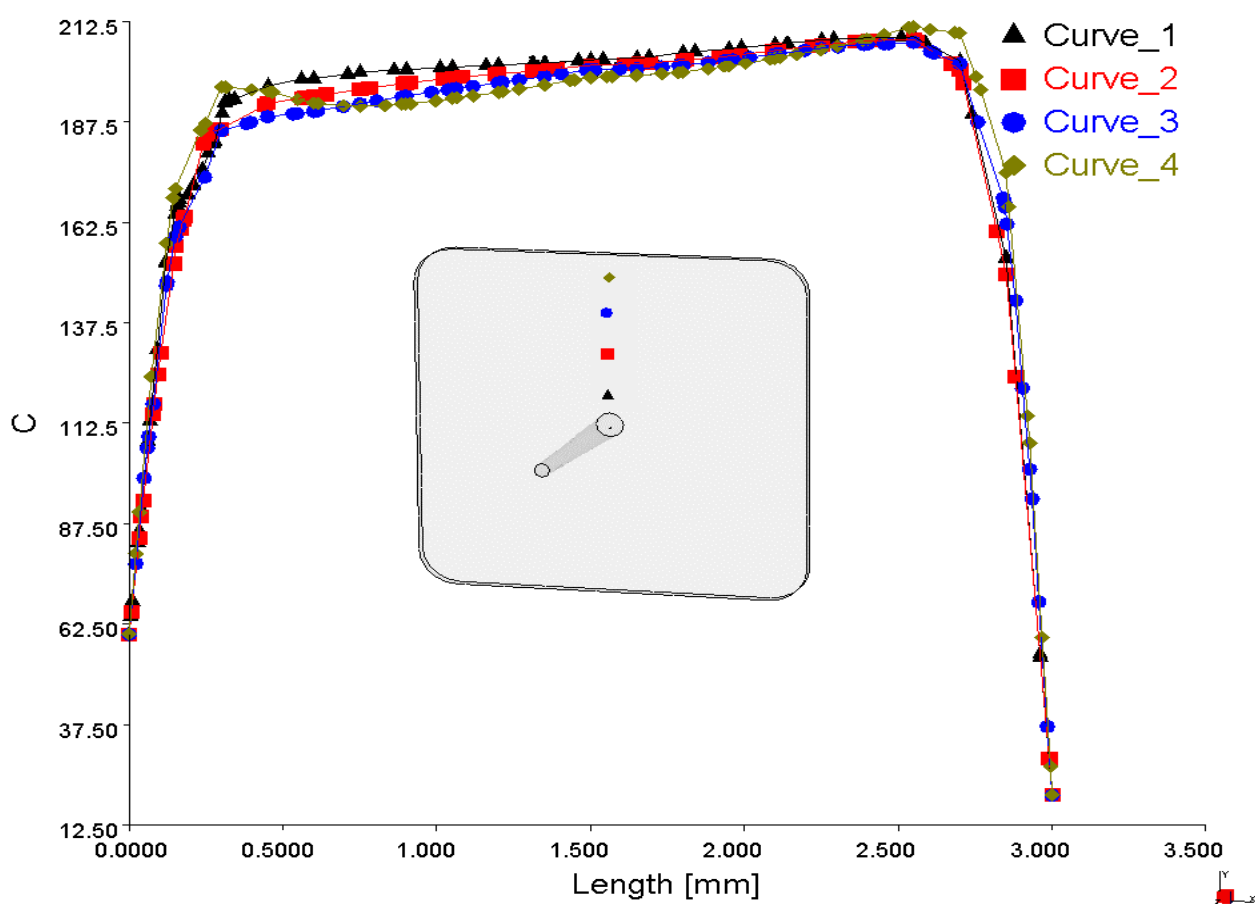
Obr. 95. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140mm/s.



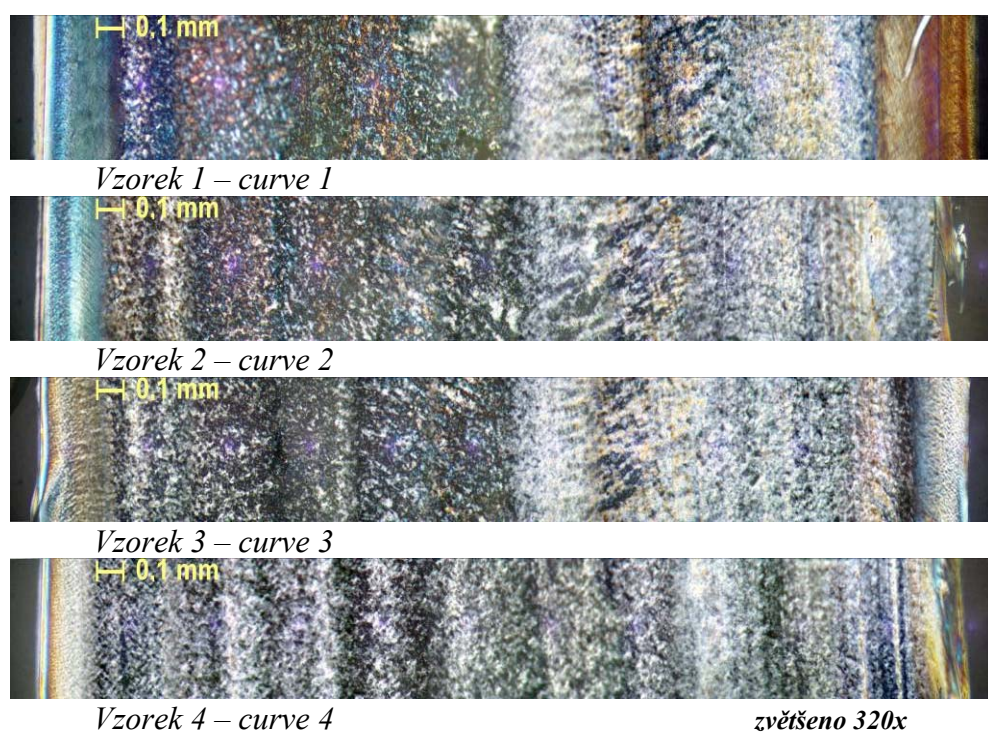
Obr. 96. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 6,246 s



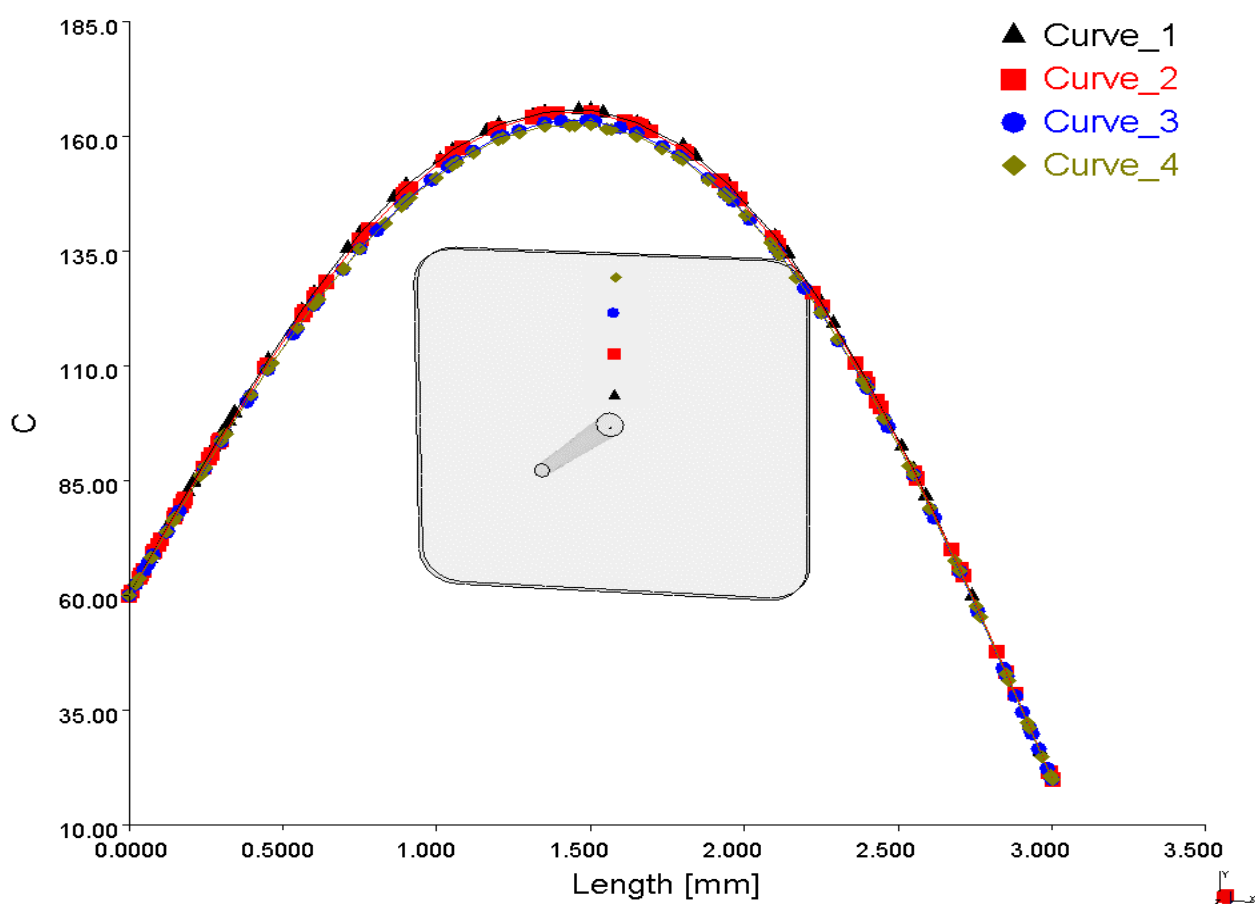
Obr. 97. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140 mm/s.



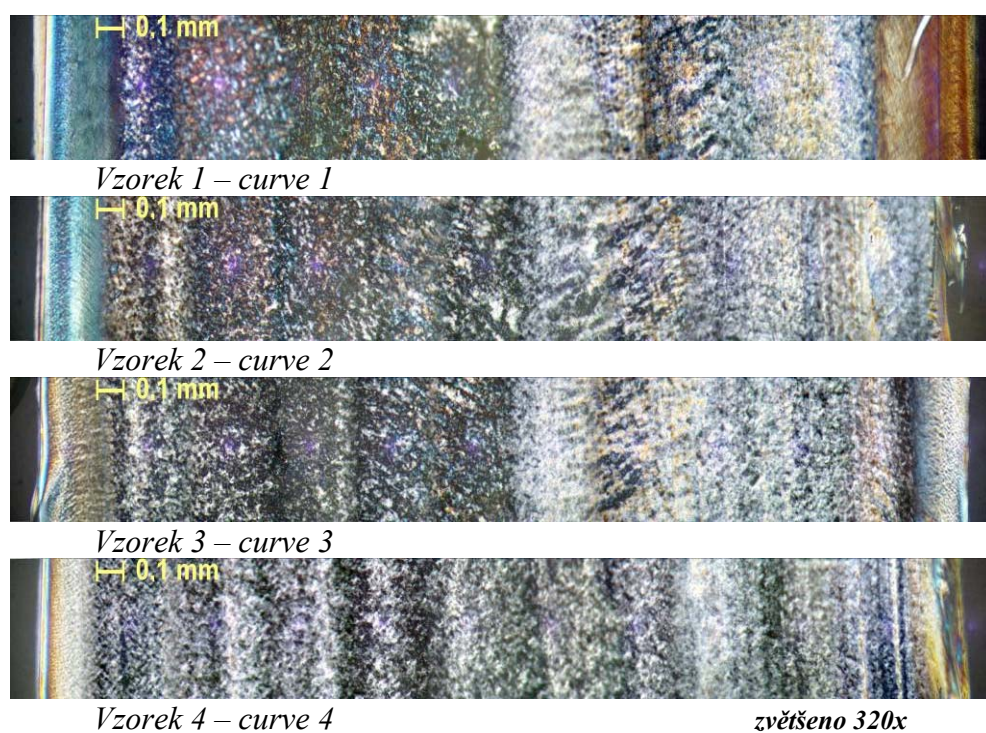
Obr. 98. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 0,226 s



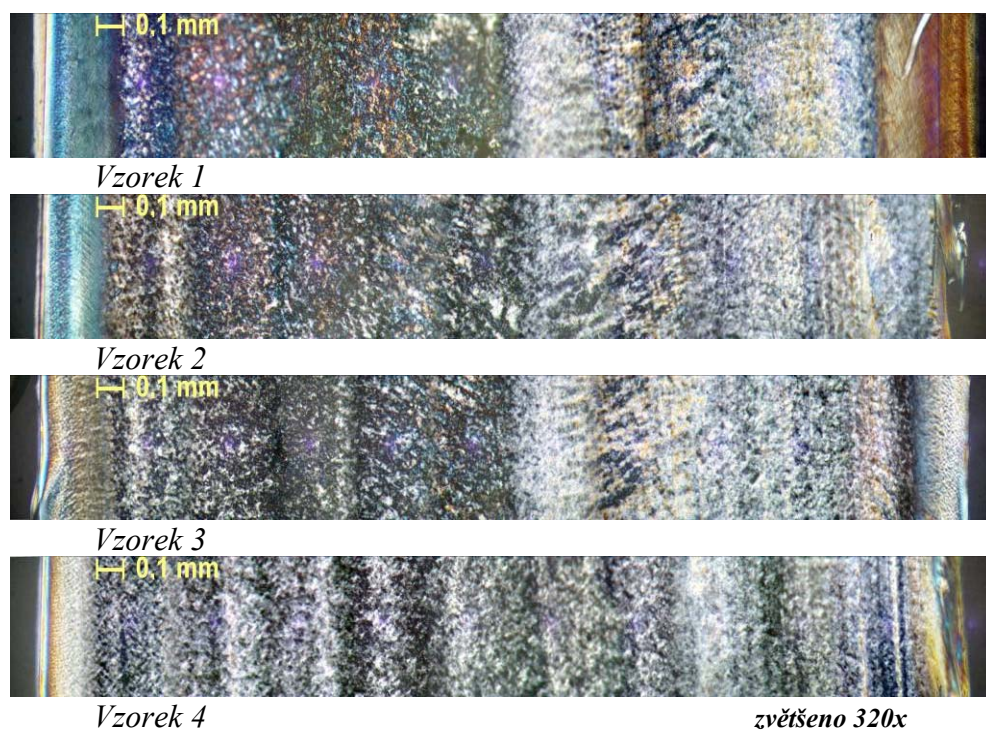
Obr. 99. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140 mm/s.



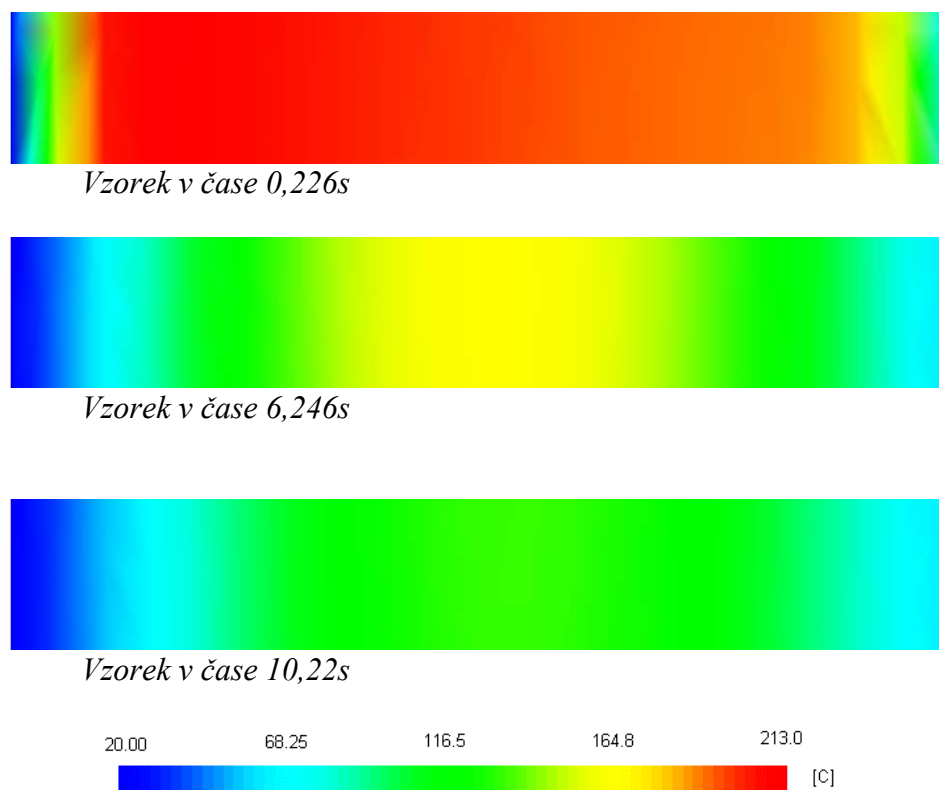
Obr. 100. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstříkovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 6,246 s



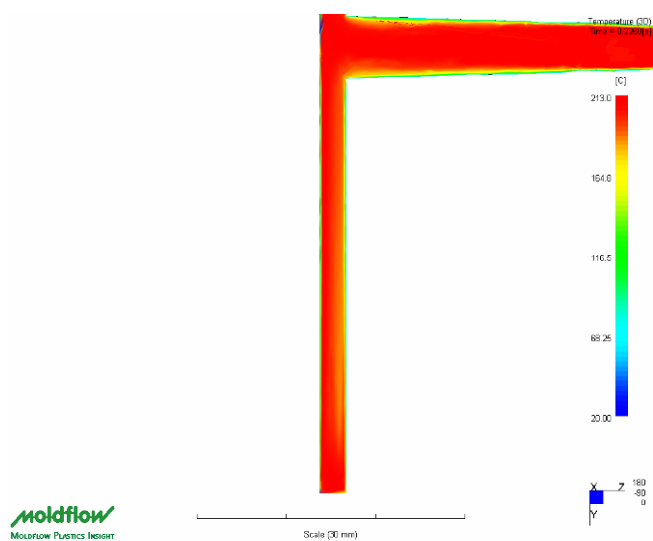
Obr. 101. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstříkovaných při rychlosti 60 mm/s.



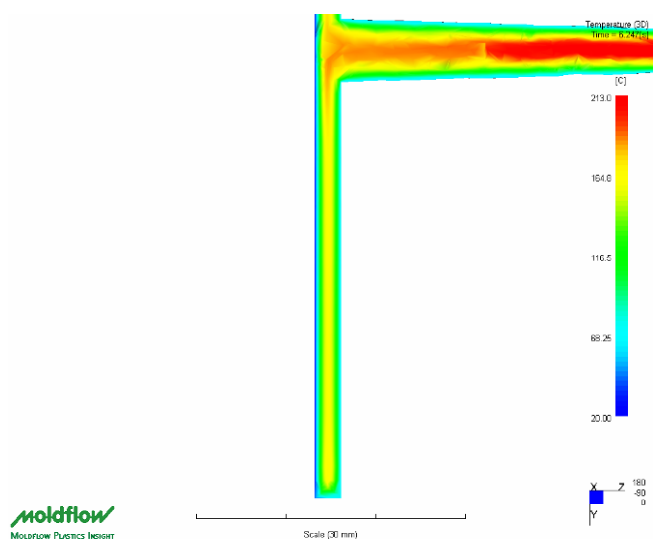
Obr. 102. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstříkovaných při rychlosti 140 mm/s.



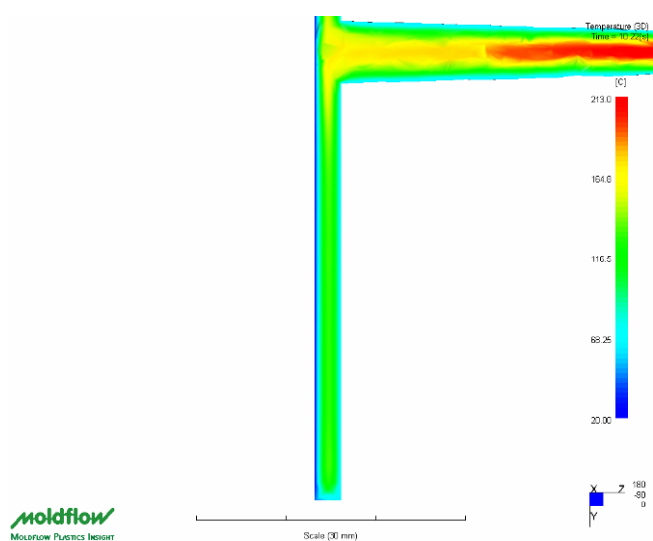
Obr. 103. Teplotní profil průřezu u vzorku vstříkovaného rychlostí 140 mm/s



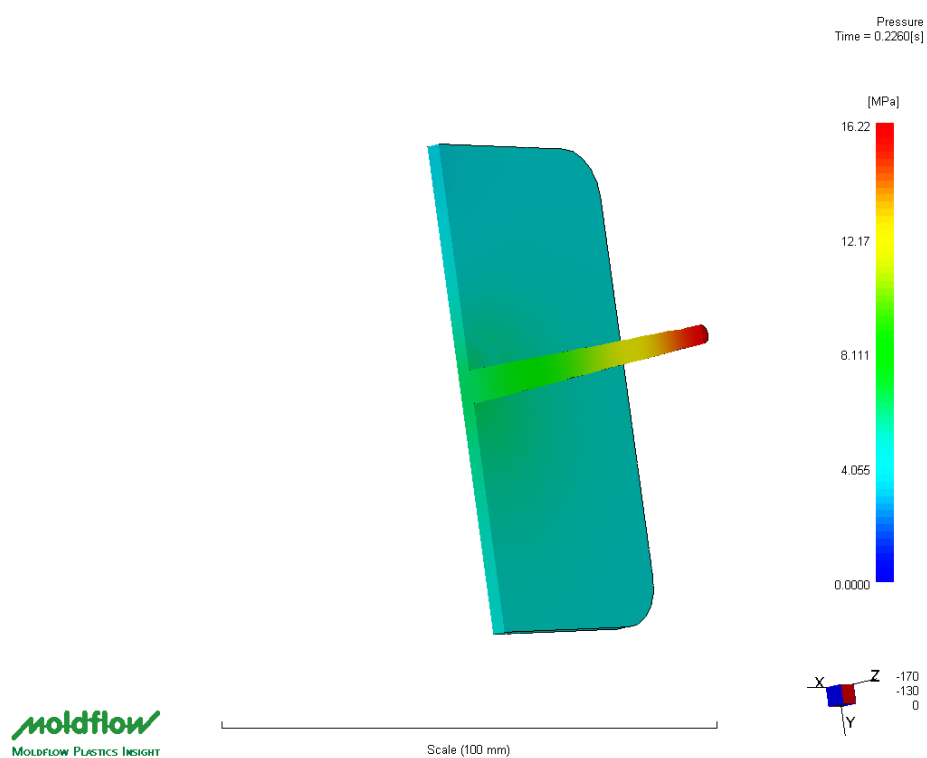
Obr. 104. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s v čase 0,225s



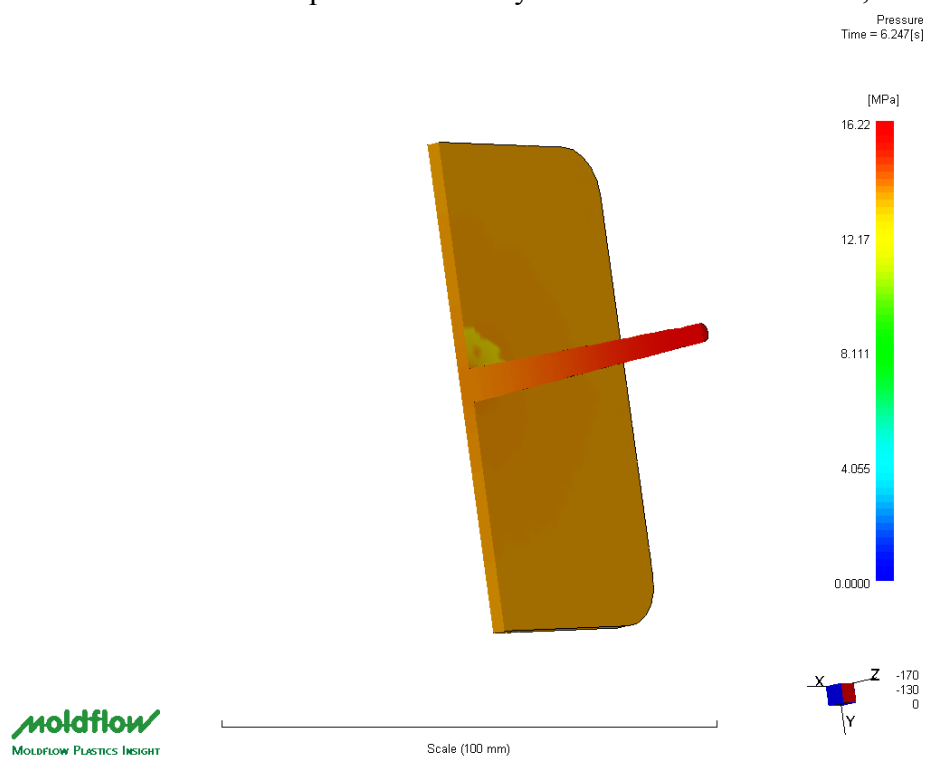
Obr. 105. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s v čase 6,247s



Obr. 106. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s v čase 10,22s



Obr. 107. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 140 mm/s v čase 0,226s



Obr. 108. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 140 mm/s v čase 6,247s

2.4 Diskuse výsledků

2.4.1 Nanoindentační měření (mikrotvrdost)

Při nanoindentační měření byl měřen amorfní polymer PMMA. Z hodnot vynesných do grafu je vidět, že tvrdost materiálu v blízkosti stěny formy je menší, než tvrdost materiálu uprostřed. Toto měření dokazuje přítomnost nehomogenit i v amorfních polymerech. Tyto výsledky se dají vysvětlit na základě rozplétání řetězců vlivem rychlosti chlazení. Při rychlém ochlazování taveniny u stěny formy není dostatek času pro vyrovnání řetězců a proto výsledná struktura vykazuje nižší mechanické vlastnosti (tvrdost). Naproti tomu struktura, která chladla pomaleji vlivem špatné tepelné vodivosti polymeru, měla dostatek času pro vyrovnání (částečnou orientaci) řetězců a dosahuje tak vyšších mechanických vlastností (tvrdosti). V průběhu grafu je vidět, že struktura s menší tvrdostí je vzhledem k tloušťce vzorku malá a to 50 μm , dále směrem ke středu již struktura vykazuje konstantní hodnoty tvrdosti po celém zbytku tloušťky.

2.4.2 Měření DMA

Při dynamické termomechanické analýze byl měřen semikrystalický polymer PP. Měřeny byly vzorky odebrané v různé vzdálenosti od vtoku. Vzorky byly vystaveny cyklickému namáhání a zvyšující se teplotě. Z vynesných hodnot do grafu je na první pohled patrný rozdíl mezi vzorky odebranými blízko vtoku a vzorky odebranými nejdále od vtoku. Rozdíly jsou pozorovány u měřených veličin komplexně dynamického modulu pružnosti v tahu E^* a závislost úhlu fázového posunutí $\text{tg}\delta$ na vzrůstající teplotě. U vzorku odebraných nejbližší vtoku jsou hodnoty dynamického modulu pružnosti v tahu větší, než u vzorku nejvíce vzdáleného od vtoku. Tyto rozdíly lze vysvětlit různým podílem krystalické fáze, která má lepší mechanické vlastnosti, než fáze s větším podílem amorfní fáze. Z grafu je dále patrné, že se zvyšující se teplotou experimentu se hodnoty dynamického modulu pružnosti v tahu snižovaly a byl patrný menší rozdíl hodnot mezi vzorky. Pokles hodnot dynamického modulu pružnosti v tahu byl z důvodu počátku tání krystalu (zvětšujícím se podílem amorfní fáze). Hodnoty obou vzorků jsou při dosažení teploty tání krystalu T_m již stejné. Výsledky potvrzují, že polymer neměl zcela krystalickou strukturu, jinak by ke změně dynamického modulu pružnosti v tahu docházelo téměř skokově při dosažení T_m .

Polymer blíže vtoku měl možnost lépe krystalizovat z důvodu pomalejšího ochlazování. Rozdíl hodnot naměřených vzorků je možné vysvětlit příznivějšími podmínkami pro krystalizaci z hlediska menší rychlosti chlazení vzorku blíže vtoku.

Při porovnání hodnot úhlu fázového posunutí $\tan \delta$ je rozdíl v nižších teplotách zanedbatelný. Se vzrůstající teplotou se úhel fázového posunutí zvětšuje a to až do hodnot blízkých se teplotě T_m , která nastává u vzorku více vzdáleného od vtoku při nižších teplotách, a to z důvodu menšího podílu krystalické fáze. Po dosažení teploty T_m se hodnoty úhlu fázového posunutí začínají zmenšovat.

2.4.3 Měření DSC

Diferenciální snímací kalorimetrii byly měřeny vzorky odebrané v různých vzdálenostech od vtoku a v různých vzdálenostech od povrchu formy. Při měření byl zjišťován rozdíl entalpii který po vynesení do grafu ukazuje že v okrajových oblastech blízko stěny formy došlo k prudšímu ochlazení a tudíž zde nebyl dostatek času ke tvorbě větší krystalické struktury. Se zvětšující se vzdáleností od stěny formy hodnota rozdílu entalpii vzrůstala, což naznačuje že v místech blíže ke středu vzorku je již podíl krystalické fáze větší. Uprostřed vzorku je na grafu vidět rozdíl entalpií, který může být způsoben otáčením části taveniny při plnění formy o 360° a tudíž tavenina ochlazená od stěny mohla být unesena ke středu kde následně zatuhla.

2.4.4 Mikroskopie (mikrostruktura)

Vzorky připravené z PP vstřikováním při třech rychlostech vstřikování, byly pozorovány a fotografovány na polarizačním mikroskopu. Na vzorcích je vidět rozdíl struktury v závislosti na vzdálenosti od vtoku a rychlosti vstřikování. U vzorku odebraného v blízkosti vtoku je vidět u stěny formy oblast s velkým podílem amorfni fáze. Za amorfni oblastí následuje oblast, kde docházelo k velké rychlosti smýkání. Tato oblast se jeví, jako barevné změny v polarizovaném světle protože jsou zde velká smyková napětí, která zůstala ve vzorku zamrazena jako reziduální napětí. Za touto oblastí směrem ke středu vzorku je již oblast s většími sférolity, ale s nepravidelně se střídající velikostí krystalů způsobené ne zcela ideálním fontánovým tokem. Lze předpokládat, že při proudění taveniny docházelo k otáčením části proudu taveniny o 360° a tavenina, která byla více, či méně ochlazená od taveniny ulpělé na stěně se dostávala do středu vzorku, kde následně zatuhla. Při porovnání vzorků, různě vzdálených od vtoku je vidět, že vzdálenosti oblasti

se zamraženým reziduálním pnutím se zvětšuje. Na vzorku nejvíce vzdáleném od vtoku již tato oblast není vůbec patrná a to z důvodů malých smykových rychlostí při vstřikování.

Lze předpokládat, že při vstřikování docházelo v blízkosti vtoku k ulpívání taveniny na stěně formy a následně prudkému ochlazení, což je důsledkem velkého amorfního podílu v oblasti blízké stěně formy. Při větší vzdálenosti od vtoku již tavenina neulpívala na stěně, ale byla smýkána a pozvolna ochlazována, což dalo podmínky dostatečnému růstu krystalů a vzniku více homogenní struktury po celém průřezu vzorku.

Při porovnání struktury s modely vytvořenými v programu Moldflow Plastics Insight 5.1 Je částečně podpořen vznik oblasti s amorfní strukturou u stěny formy a následná oblast s velkou smykovou rychlostí. Lze ovšem konstatovat, že ve skutečném procesu se oblast s amorfním podílem zvětšuje a oblast s velkou smykovou rychlostí se posouvá více ke středu vzorku. Porovnáním vzorků vstřikovaných při různých rychlostech bylo pozorováno rozdílné ulpívání na stěně, a to tak, že se zvyšující se rychlostí vstřikování byla tloušťka ulpělé vrstvy menší.

2.4.5 Tahové zkoušky

Vzorky připravené z PP a vstřikované při různých rychlostech vstřikování, byly podrobeny tahovým zkouškám. Z grafů do kterých byly vyneseny hodnoty meze pevnosti v tahu R_m , modulu pružnosti v tahu E , poměrného prodloužení u meze pevnosti ε_{Rm} a poměrného prodloužení při přetržení ε_{Break} je patrné, že vzorky odebrané ve směru proudění taveniny vykazují lepší mechanické vlastnosti, než vzorky odebrané ve směru blízkého 90° od toku taveniny. Tyto rozdíly lze vysvětlit přítomností reziduálních napětí, které jsou orientovány ve směru tahových napětí vznikajících při tahové zkoušce. Z grafu nelze ovšem s přesností říci, při které rychlosti bylo toto napětí menší, či větší a to z důvodu malého počtu prováděných zkoušek a velkého rozptylu hodnot. Pro srovnání byly podrobeny tahovým zkouškám i vzorky připravené lisováním. Tyto vzorky vykazovali hodnoty, mezi hodnotami vzorků orientovanými kolmo a podél toku taveniny. Toto srovnání zcela potvrzuje přítomnost reziduálního pnutí ve směru blízkém 90° ke směru toku taveniny.

ZÁVĚR

Tato diplomová práce se zabývá měřením a prokázáním vlivu nehomogenit u vstřikovaných dílů. Zkušební vzorky byly připraveny na vstřikovacím stroji *DEMAG ERGOtech* 50-200 z materiálu amorfního PMMA a materiálu semikrystalického PP. Výroba vzorku proběhla při různých technologických podmínkách a to při různé rychlosti vstřikování, různé velikosti dotlaků a různých temperací formy. Ze vstřikovaných vzorků byly dále připraveny zkušební tělíska pro jednotlivé zkoušky a měření.

Při nanoindentačním měření na přístroji DUH 202 byla prokázána nehomogenita i u amorfního materiálu PMMA, která se projevovala různou tvrdostí v závislosti na vzdálenosti od stěny formy.

Při pozorování semikrystalického materiálu PP na zkušebním zařízení DMA DX04T bylo na odebraných vzorcích vidět rozdílný komplexně dynamický modulu pružnosti v tahu E^* a závislost úhlu fázového posunutí $\tan \delta$ v závislosti na vzdálenosti od vtoku.

Diferenciální kalorimetrické měření prováděné na zařízení DSC-4 prokázalo různou nehomogennost projevující se rozdílnou entalpií ve vrstvách postupně vzdálených od stěny formy.

Na mikroskopických snímcích byly pozorovány rozdílné podíly krystalické fáze v závislosti na vzdálenosti vzorku od vtoku i rozdílná struktura na průřezu vzorku.

Tahové zkoušky na zkušebním zařízení ZWICK 1456 prokázaly rozdíl mezi vzorky odebranými ve směru proudění taveniny a ve směru blízkému 90° od toku taveniny.

Tvorba struktury a naměřená data byla porovnána s modely vytvořenými v programu MoldFlow Plastics Insight 5.1, který umožňuje namodelování zkušebních těles a simulaci vstřikovacího procesu až po dobu ochlazení vzorku na teplotu okolí.

Veškeré výsledky měření jsou podrobně popsány a diskutovány v diskusi výsledků. Závěrem lze říci, že zkoušky s velkými tělesy nejsou schopny popsat nehomogenity které při vstřikování vznikají. K podrobnějšímu popisu je nejvhodnější použít nanoindentačních měření, která jsou schopna popsat vlastnosti v mikro až nanostrukturách.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- 1) BOBČÍK L. a kolektiv: Formy pro zpracování plastů I.díl – vstřikování termoplastů UNIPLAST, Brno, 1998
- 2) TOMIS F.: Gumárenská a plastikářská technologie – zpracovatelské procesy, Vysoké učení technické v Brně, 1987
- 3) NEUHÄUSEL E.: Vstřikování plastických hmot, SNTL, Praha 1973
- 4) VLADYKA D.: Vliv a umístění vtokového systému na vlastnosti vstřikovaných výrobků. Zlín, 2003. Diplomová práce na Univerzitě Tomáše Bati na Ústavu výrobního inženýrství. Vedoucí diplomové práce Ing. Robert Botlík.
- 5) CRAWFORD, R. J.: *Plastics Engineering (3 rd Edition)*, Oxford: Butterworth – Heinemann, 1998
- 6) SOVA, M. – KREBS, J. a kolektiv: *Termoplasty v praxi: aktuální stav červenec 2003*, Verlag Dashöfer, 2003, CD ROM
- 7) Intelligent Systems Laboratory [online]. [cit. 2004-01-25]. Dostupný z URL: <<http://islnotes.cps.msu.edu/trp/inj/index.html>>
- 8) MAŇAS, M. – VLČEK, J.: *Aplikovaná reologie*, Zlín: Univerzita Tomáše Bati, 2001, skripta
- 9) M. Tutorial on polymer composite moulding, [online]. Intelligent systems laboratory, Michigan state university, 1999, [cit. 30.10.2002]. Dostupný z: <islnotes.cps.msu.edu>.
- 10) ŠUBA, Oldřich. Dimenzování a navrhování výrobků z plastů. 1. Vydání. Zlín :UTB Academia centrum, 2001. 97 s. ISBN 80-7318-002-2.
- 11) TABORD, D. The Hardness of Metals, Oxford, London, 1951
- 12) SURESH, S., GIANNAKOPOULOS, A.E. Acta Mater. 46 (1998)
- 13) VONDRÁČEK P.: Metody studia a charakterizace struktury polymerů, Praha 1988
- 14) MALZBENDER, J., de With, G. Journal of Non-Crystalline Solids. 265,
- 15) MEISNER, B ZILVAR, V, Fyzika polymerů, SNTL Praha 1987
- 16) HATAKEYAMA T., QUNTIN F.X., Thermal Analysis, JOHN WITLEY & SONS 1995. ISBN 0 471 95103
- 17) ŠVEJKA, R.: Manuál pro dynamický termomechanický analyzátor. R.M.I. 1991-1997
- 18) KOTEK, J. - RAAB, M. - SOVA, M.: Plasty a kaučuk, 35, 1998
- 19) MLEZIVA, J.: Polymery, struktura, vlastnosti, použití. CENTA. Brno 1993.

- 20) ZÁMORŠKÝ, Z.: Nauka o polymerech II. [skripta]. Brno 1980 - Vysoké učení technické v Brně. Fakulta technologická Zlín
- 21) MIKULCOVÁ A.: Rázová houževnatost upravených polypropylénů Zlín, 1999. Diplomová práce na Vysokém učení technickém v Brně Fakulta technologická ve Zlíně. Katedra gumárenské a plastikářské technologie. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Karel Stoklasa, CSc.
- 22) ČSN EN ISO 527-1: Plasty - Stanovení tahových vlastností, Část 1: Základní principy, Český normalizační institut, 1997
- 23) ČSN EN ISO 527-2: Plasty - Stanovení tahových vlastností, Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty, Český normalizační institut, 1997
- 24) ČSN EN ISO 527-3: Plasty - Stanovení tahových vlastností, Část 3: Zkušební podmínky pro fólie a desky, Český normalizační institut, 1997
- 25) POTSCH, G., MICHAELI, W. Injection Molding. Hanser Verlag, Mnichov, 1995. ISBN 3-446-17196-7.
- 26) MALLOY, R. A. Plastic Part Design for Injection Molding. Hanser Verlag, Mnichov, 1994. ISBN 3-446-15956-8

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

Symbol	Jednotka	Význam
ρ	g/cm^3	hustota materiálu
$\varepsilon_{\text{Break}}$	%	poměrné prodloužení při přetržení $\varepsilon_{\text{Break}}$
ε_{Rm}	%	poměrné prodloužení u meze pevnosti ε_{Rm}
dH	J.g-1	Měrná entalpie
DHV	-	mikrotvrdost
E	MPa	modul pružnosti v tahu
E*	MPa	komplexně dynamický modulu pružnosti v tahu
f_o	-	stupeň orientace
f	Hz	frekvence
h	μm	hloubka vtisku
m	g	hmotnost
P	MPa	tlak
P(h)	g	zatížení
Rm	MPa	mez pevnosti v tahu
T	°C	teplota
T_{deg}	°C	teplota degradace polymeru
T_g	°C	teplota skelného přechodu polymeru
$\text{tg } \delta$	°	úhlu fázového posunutí
T_m	°C	teplota tání semikrystalických polymerů
t_{VR}	mm	tloušťka vrstvy
V	cm^3	objem
θ	°	orientační úhel

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Vstřikovací cyklus (5)	8
Obr. 2. Schéma struktury monokrystalů polyethylenu (15)	14
Obr. 3. Schéma struktury sférolitu polypropylenu (15).....	15
Obr. 4. Schéma nadmolekulové struktury polypropylenu (15)	15
Obr. 5. Struktura sféroliticky zkrystalovaného polymeru v polarizačním mikroskopu (15).....	16
Obr. 6. Znázornění změny objemu při primární a sekundární krystalizaci	18
Obr. 7. Charakteristické pracovní diagramy namáhání v tahu (15).....	21
Obr. 8. Vztahy mezi napětím a poměrným prodloužením v log. souřadnicích	22
Obr. 9. Poloha anizotropní strukturní jednotky vzhledem ke zvolenému směru (15).....	23
Obr. 10. Přeměny sférolitické struktury na fibrilární.(15).....	25
Obr. 11. Schéma řádkového zárodku s přirostlými lamelami, šiš-kebab (15).....	26
Obr. 12. Stavová změna systému PVT (9).....	27
Obr. 13 Závislost měrného objemu na teplotě a tlaku pro amorfní a semikrystalické	27
Obr. 14. Průběh tlaku v procesu vstřikování (9).....	29
Obr. 15. Závislost měrného objemu a teploty na tlakové historii (9)	29
Obr. 16. Vtokové ústí a jeho zatuhnutí(9)	32
Obr. 17. Stereoizomery polypropylenu: a-izotaktický, b-syndiotaktický, c-ataktický (18)	34
Obr. 18. Polypropylénové řetězce se strukturou izotaktickou (19)	35
Obr. 19. Indentační křivka elasticko-plastického materiálu (12)	37
Obr. 20. Tvar vtisku při a) vzniku valu b) vtažení okraje okolo vtisku (12).....	38
Obr. 21 Schéma DMA DX04T (20)	39
Obr. 22. Modelová DSC křivka polymeru (13).....	42
Obr. 23. PP Mosten GB 003 -granulát.....	44
Obr. 24. Případy umístění kuželového vtoku	45
Obr. 25. Zkušební těleso typu deska.....	46
Obr. 26. Vstřikovací stroj ERGOTECH	47
Obr. 27. Výměnná část vstřikovací formy vložená do univerzálního rámu	48
Obr. 28. Teplotní pásma	49
Obr. 29. Tlakový profil pro maximální dotlak.....	50
Obr. 30. Tlakový profil pro minimální dotlak.	50
Obr. 31. Zkušební lisované těleso.....	52
Obr. 32. Ruční lis.....	52
Obr. 33. Hydraulický lis	53
Obr. 34. Ukázka míst odběru tělísek.....	54
Obr. 35. Přesné umístění míst odběru tělísek u vstřikované desky	55
Obr. 36. Přesné umístění míst odběru tělísek u lisované desky.....	56
Obr. 37. Vyřezávání tělísek	56
Obr. 38. Rozměry tělísek	57
Obr. 39. Nnoindentor Shimadzu DUH 202	58
Obr. 40. Vzorek pro nanoindentační měření.....	60
Obr. 41. Metalografická bruska	60
Obr. 42. DMA DX04T.....	61
Obr. 43. DSC firmy Perkin- Elmer Pyris.....	62
Obr. 44. Schéma měřícího zařízení DSC	63
Obr. 45. Ukázka použitých odebíraných vrstev.....	64
Obr. 46. Hliníková pánvička uzavřena hliníkovým víčkem	64
Obr. 47. Zkušební zařízení ZWICK 1456.....	65

Obr. 48. Zadávaní šířky a tloušťky zkušební tělesa.....	66
Obr. 49. Zkušební tělesa typu 1BA a 1BB (23).....	72
Obr. 50. Polarizační mikroskop	74
Obr. 51. Přístroj Microton	74
Obr. 52. Průběh mikrotvrdosti po průřezu na vzorku xx3	75
Obr. 53. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 1	76
Obr. 54. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 2	77
Obr. 55. Závislosti dynamického modulu pružnosti v tahu na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 3	77
Obr. 56. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 1	78
Obr. 57. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 2	78
Obr. 58. Závislosti úhlu fázového posunutí na teplotě u zkušebních vzorků vyříznutých blízko vtoku a daleko od vtoku z materiálu PP, měření č. 3	79
Obr. 59. Závislost změny entalpie v jednotlivých vrstvách pro místa odběru xx1,xx2,xx3 při maximálním dotlaku 18 MPa	80
Obr. 60. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných.....	80
Obr. 61. Závislost meze pevnost na rychlosti vstřikování.....	81
Obr. 62. Závislost modulu na rychlosti vstřikování	82
Obr. 63. Závislost poměrného prodloužení u meze pevnosti a poměrného prodloužení při přetržení na rychlosti vstřikování.	82
Obr. 64. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 0,531 s	83
Obr. 65. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s. .	84
Obr. 66. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 6,556 s	84
Obr. 67. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s. .	85
Obr. 68. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 0,531 s	85
Obr. 69. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s. .	86
Obr. 70. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s při zaplnění formy v čase 6,556 s	86
Obr. 71. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s.....	87
Obr. 72. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s. .	87
Obr. 73. Teplotní profil průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s.....	87
Obr. 74. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 0,531s ..	88
Obr. 75. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 6,556s ..	88
Obr. 76. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 60 mm/s v čase 10,53s ..	88
Obr. 77. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 60 mm/s v čase 0,531s	89
Obr. 78. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 60 mm/s v čase 6,556s	89
Obr. 79. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 0,317 s	90
Obr. 80. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.	90
Obr. 81. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 6,348 s	91
Obr. 82. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.	91

Obr. 83. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 0,317 s.....	92
Obr. 84. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.	92
Obr. 85. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s při zaplnění formy v čase 6,348 s.....	93
Obr. 86. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.	93
Obr. 87. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 100mm/s.	94
Obr. 88. Teplotní profil průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s.....	94
Obr. 89. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 0,317s	95
Obr. 90. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 6,348s	95
Obr. 91. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 100 mm/s v čase 10,31s	95
Obr. 92. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 100 mm/s v čase 0,317s	96
Obr. 93. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 100 mm/s v čase 6,348s	96
Obr. 94. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase ,0226 s	97
Obr. 95. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140mm/s.	97
Obr. 96. Průběh smykové rychlosti po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 6,246 s	98
Obr. 97. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140mm/s.	98
Obr. 98. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 0,226 s.....	99
Obr. 99. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140mm/s	99
Obr. 100. Průběh teploty po průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s při zaplnění formy v čase 6,246 s.....	100
Obr. 101. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 60mm/s	100
Obr. 102. Morfologické snímky ze zkušebních těles vstřikovaných při rychlosti 140mm/s	101
Obr. 103. Teplotní profil průřezu u vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s.....	101
Obr. 104. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140mm/s v čase 0,225s	102
Obr. 105. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140 mm/s v čase 6,247s	102
Obr. 106. Teplotní profil celého vzorku vstřikovaného rychlostí 140mm/s v čase 10,22s	102
Obr. 107. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 140 mm/s v čase 0,226s	103
Obr. 108. Průběh tlaku při vstřikovací rychlosti 140 mm/s v čase 6,247s	103

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Rychlost krystalizace izotaktického polypropylenu (taveného při 180°C 15 min) ..	17
Tab. 2 Typické vlastnosti polypropylénu Mosten GB 003	45
Tab. 3 Typické vlastnosti Polymethylmethakrylátu Plexiglass N8	45
Tab. 4 Parametry Vstřikovacího stroje ERGOTECH 50-200	47
Tab. 5 Nastavené parametry vstřikovacího stroje pro 1.sadu zkušebních těles	49
Tab. 6 Tlakový profil pro maximální dotlak	50
Tab. 7 Tlakový profil pro minimální dotlak.	50
Tab. 8 Nastavené parametry vstřikovacího stroje pro 2.sadu zkušebních těles	51
Tab. 9 Podmínky lisování	53
Tab. 10 Základní parametry DUH 202	59
Tab. 11 Technická data Zkušebního zařízení ZWICK 1456	65
Tab. 12 Doporučené rychlosti zkoušení	68

SEZNAM PŘÍLOH

P1 : Charakteristiky stanovené tahovou zkouškou v tahu pro polymerní materiály

P2 : Typické vlastnosti polypropylénu Mosten GB 003 udávané výrobcem

P3 : Parametry Vstřikovacího stroje ERGOTECH 50-200

P4 : Technické parametry DMA DX04T

P5 : Typické křivky napětí/poměrné prodloužení

P1 : Charakteristiky stanovené tahovou zkouškou v tahu pro polymerní materiály

Materiál	$\frac{E}{MPa}$	$\frac{\delta_{Kt}}{MPa}$	$\frac{\varepsilon_{Kt}}{\%}$	$\frac{\delta_u(\delta_b)}{MPa}$	$\frac{\varepsilon_u(\varepsilon_b)}{\%}$
<u>vlákna</u>				σ_u	ε_u
1. PPPTA	120000			2000	2,2
ocelový kord	210000			2 500	2
skleněný kord	70 000			3 000	3,5
2. PETP	12000			900	8
PA6	6000			800	15
PVAL				950	15
PP				550	18
<u>křehké plasty</u>				σ_u	ε_u
3. PF	7 000			55	
MF	9000			55	1
UP	3000			45	3
PS	3400			55	1,9
PMMA	4000			70	3
<u>várně plasty</u>				σ_u	ε_u
4. PETP	3 000	70	6	55	270
PA6.6	1 500	57	24	db	170
PC	2 350	65	6	60	100
PVC	2 500	50	3	50	100
5. PP	1 250	32	12	33	650
HDPE	1200	30	9	27	450
LDPE	200	8,5	20	3	600
PCTFE	1570	37	7	37	140
CA	2100	28	2,2	33	28
<u>elastomery</u>				σ_u	ε_u
6. AU termoplastický	100			2	400
Hytrel	350	20	50	2	550
EU termoplastický	300			8	310
EU termoplastický	70				450
PA elastomer	160	12	22	7	400
<u>pryže</u>				σ_u	ε_u
7. SBR/saze, 50 dsk	4,6			26	520
80 dsk	15			23	265
15 dsk	2			14	700
neplněný	1,4			2	300
8. NR neplněná, 2, 4, S	1,72			20	700
<u>triblokové kopolymery</u>				σ_u	ε_u
9. SIS, 14 % styrenu	1,2			21,5	1 300
SBS, 28 % styrenu	4			32	880

σ_{Kt} - horní mez kluzu, ε_{Kt} - poměrné prodloužení na mezi kluzu, σ_u – napětí při přetržení, σ_u - pevnost v tahu při kvazikřehkém lomu ($\sigma_u = \sigma_b$), ε_u - mezní poměrné prodloužení (tažnost), ε_b - tažnost při křehkého porušení. U plastů s tvárným lomem a velkou tažností pevnost charakterizuje σ_{Kz} nebo smluvní mez kluzu.

P2 : Typické vlastnostipolypropylénu **Mosten GB 003** udávané výrobcem

Informační list

Mosten GB 003**Charakteristika**

Polypropylén Mosten GB 003 je homopolymer se střední distribucí molekulových hmotností pro víceúčelové použití. Je vhodný pro vstřikování, pro výrobu tkacích pásek, provazů, motouzů, pro výrobu folií pro následné tvarování. Je vhodný též pro vstřikování technických dílů, hraček a sortimentu domácích potřeb.

Typické vlastnosti a použití

VLASTNOST	JEDNOTKA	TYPICKÁ HODNOT	ZKUŠEBNÍ
INDEX TOKU TAVENINY (230/2,16)	g/10 min	3,2	ISO 1133
HUSTOTA	kg/m ³	907	ISO 1183
NAPĚTÍ NA MEZI KLUZU	MPa	35	ISO 527
CELKOVÁ TAŽNOST	%	-100	ISO 527
OHYBOVÝ MODUL	MPa	1650	ISO 178
VRUBOVÁ HOUŽEVNATOST CHARPY	kJ/m ²	5	ISO 179
VRUBOVÁ HOUŽEVNATOST CHARPY	kJ/m ²	-	ISO 179
TEPLOTA MĚKNUTÍ DLE VICATA	°C	158	ISO 306
TVRDOST SHORE D	-	66	ISO 868

Poznámka:

Data obsažená v tabulce představují typické hodnoty jednotlivých vlastností. Jedná se o údaje informativního charakteru, tj. netvoří meze specifikací daného typu.

Mosten GB 003 odpovídá českým hygienickým předpisům pro styk s potravinami a splňuje rovněž obdobné předpisy Evropské unie (Směrnice Rady), SRN (BfR) a USA (FDA). Uvedený výrobek není ve smyslu zákona č. 356/2003 Sb. klasifikován jako nebezpečná látka.

Obchodní kontakty

Ing. Tomáš Francírek,
vedoucí odboru prodeje
PP tel. 476 163 230, fax:
476 162 697

plasty@chemopetrol.cz

P3 : Parametry Vstřikovacího stroje ERGOTECH 50-200

Parametry uzavírací jednotky

	Jednotky	Hodnoty
Uzavírací síla	[kN]	500
Max. otevření	[mm]	400
Min. výška formy	[mm]	210
Max. vzdálenost upínacích desek	[mm]	610
Rozměry upínacích desek	[mm]	520 x 520
Rozměry mezi vod. sloupy	[mm]	355 x 355
Hmotnost formy	[kg]	400
Z toho váha upínacích desek	[kg]	270

Parametry vstřikovací jednotky

	Jednotky	Hodnoty
Průměr šneku	[mm]	30
L/D poměr	[-]	20
Vstřikovací tlak	[MPa]	189
Zdvihový objem	[cm ³]	106
Max. dráha šneku	[mm]	150
Max. dráha trysky	[mm]	200
Zasunutí trysky	[mm]	40
Přítlačná síla trysky	[kN]	60
Instalované vytápění válce	[kN]	8,3
Objem násypky	[dm ³]	35

Parametry vstřikovacího stroje

	Jednotky	Hodnoty
Olejová náplň	[dm ³]	200
Čerpací zařízení	[kW]	15,0 / 18,5
Celkový výkon	[kW]	23,3 / 26,8
Celkový výkon s el. pohonem šneku	[kW]	33,3 / 36,8
Čistá váha	[kg]	2900
Rozměry L x B x H	[m]	3,6 x 1,4 x 1,8
Hladina zvuku	[dB]	62,0
Hladina zvuku při vstřik.	[dB]	67,0

P4 : Technické parametry DMA DX04T

Měřicí mody

Předběžná zkouška (jedna frekvence, jedna amplituda síly, bez teplotního programu)

Teplotní scan (jedna frekvence, jedna amplituda síly; teplotní program)

Frekvenční scan (více frekvencí, jedna amplituda síly; teplotní program)

Deformační scan (jedna frekvence, více amplitud síly; teplotní program)

Deformační mody

Tah, tlak, tříbodový ohyb, jednoduše vetknutý nosník, dvojité vetknutý nosník a smyk

Způsoby vkládání síly na vzorek:

Měření s konstantní silou a nastavitelným limitem pro deformaci

Měření s konstantní deformací a nastavitelným limitem pro sílu

Měření síly

Skutečné měření síly s použitím speciálního velmi citlivého tenzometru

Celkový rozsah od - 10 N do + 10 N

Rozlišení 0,0004 N (samostatný rychlý vzorkovací obvod)

Nepřesnost měření síly < 0.25 %

Časové rozlišení volitelné od 1024 do 8192 bodů pro jednu periodu síly

Měření deformace

Senzor HLDS s vynikající přesností, linearitou a stabilitou

Celkový rozsah deformace od - 2 do + 2 mm

Rozlišení 0,00007 mm (samostatný rychlý vzorkovací obvod)

Nepřesnost měření deformace < 0.1 %

Časové rozlišení volitelné od 1024 do 8192 bodů pro jednu periodu deformace

Modul pružnosti a ztrátový úhel

Digitalizace celé hysterezní křivky s následným výpočtem:

- ztrátového úhlu δ a činitele ztrát $\tan \delta$ z průběhu síly a deformace
- modulu pružnosti (E nebo G) z amplitudy síly a deformace
- reálné složky modulu pružnosti (E' nebo G') z amplitudy síly a deformace
- imaginární složky modulu pružnosti (E'' nebo G'') z amplitudy síly a deformace
- FFT spektrální analýzy pro 25 harmonických
- ztrátového úhlu δ a činitele ztrát $\tan \delta$ pomocí FFT pro 25 harmonických
- modulu pružnosti (E nebo G) pomocí FFT pro 25 harmonických
- reálné složky modulu pružnosti (E' nebo G') pomocí FFT pro 25 harmonických
- imaginární složky modulu pružnosti (E'' nebo G'') pomocí FFT pro 25 harmonických

Řízení teploty

Teplotní rozsah od - 120 °C do + 500 °C

Rychlost ohřevu od 0,1 do 25 °C/min (překmit maximálně 2,5 °C pro 25 °C/min)

Rychlost chlazení od 0,1 až do 10 °C /min

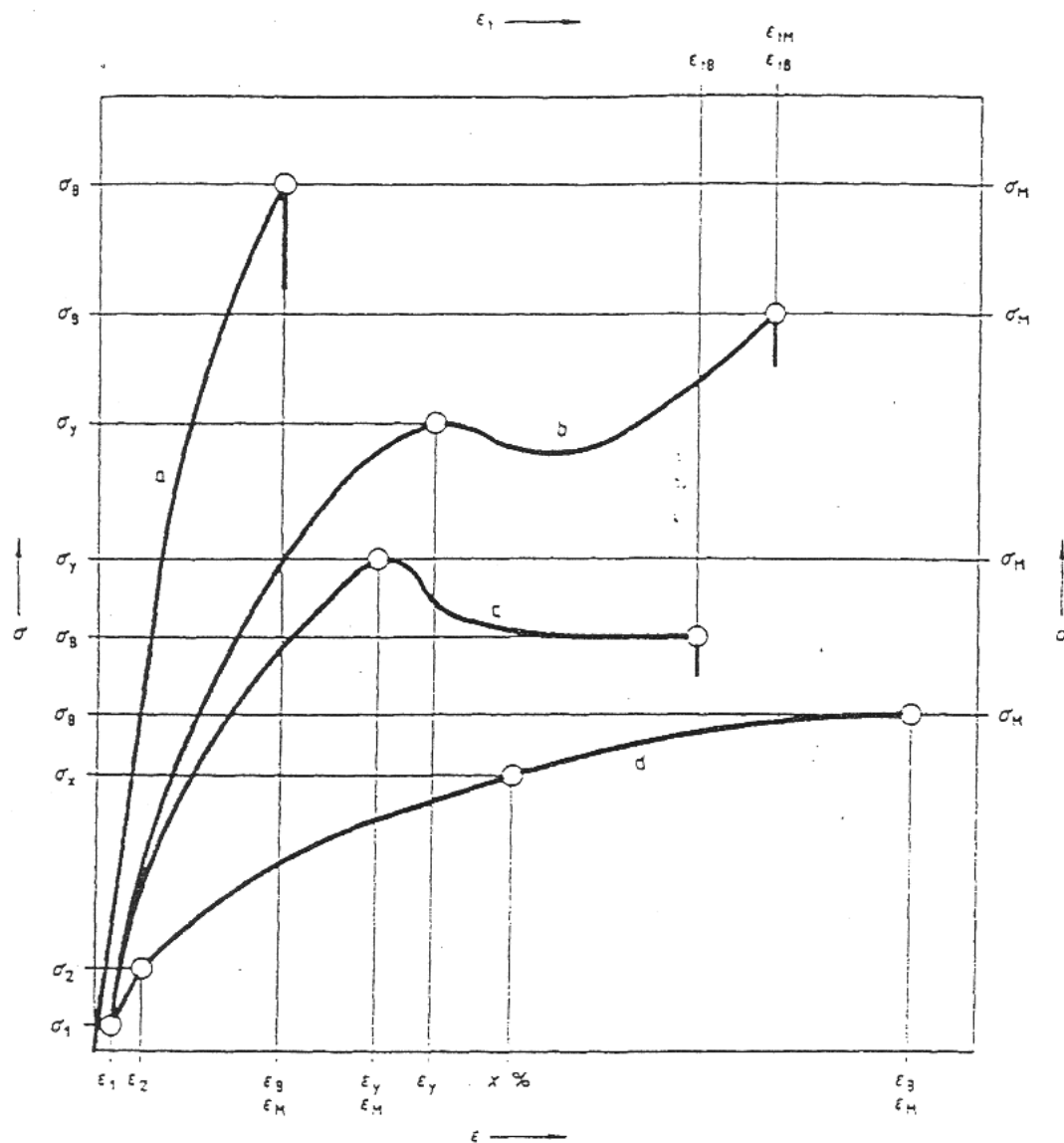
Nepřesnost měření teploty < 0.5 °C

Nepřesnost regulace teploty < 0.2 °C

Stabilita regulace teploty < 0,2 °C

Neomezený počet programových segmentů

P5 : Typické křivky napětí/poměrné prodloužení



Křivka a

Křehké materiály

Křivka b a c

Houževnaté materiály s mezí kluzu

Křivka d

Houževnaté materiály bez meze kluzu