

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Studijní program M2301 - Strojní inženýrství

Strojírenská technologie
zaměření tváření kovů a plastů

Katedra strojírenské technologie
Oddělení tváření kovů a plastů

**Tloušťka amorfnní vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce
vstřikovacího dílu vyrobeného s použitím semikrystalického polymeru**

**The thickness of the amorphous layer in dependence on the mould
temperature and on the thickness of the injected part made using a
semicrystallic polymer**

Jan Čížek

KSP - TP - 751

Vedoucí diplomové práce: doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld - TU v Liberci

Konzultant diplomové práce: Ing. Aleš Ausperger - TU v Liberci

Rozsah práce a příloh:

Počet stran 74
Počet tabulek 12
Počet příloh 0
Počet obrázků 77

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146080188

Datum: 27.5.2005



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení	Jan Č Í Ž E K
Studijní program	M2301 Strojní inženýrství
Obor	2303T002 Strojírenská technologie
Zaměření	Tváření kovů a plastů

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Tloušťka amorfní vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovacího dílu vyrobeného s použitím semikrystalického polymeru

Zásady pro vypracování:

(uved'te hlavní cíle diplomové práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznámení se s technologií vstřikování plastů
2. Rozbor problematiky krystalizace u vstřikovacích dílů
3. Výběr vhodného dílu a zvolení metodiky hodnocení
4. Provedení experimentálních měření
5. Vyhodnocení výsledků

Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva cca 50 stran

- grafické práce

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

- /1/ KREBS, J. : Teorie zpracování nekovových materiálů, Liberec, 1991
- 2/ MALOY, R. A. : Plastic part design for injection molding, Londýn, 1994
- /3/ HEMSLEY, D., A. : Applied polymer light microscopy, Elsevier, Londýn 1989, ISBN 1 85166 3355
- /4/ Odborné časopisy

Vedoucí diplomové práce: doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld

Konzultant diplomové práce: Ing. Aleš Ausperger

L.S.

doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld
vedoucí katedry

doc. Ing. Petr Louda, CSc
děkan

V Liberci dne 15. 2. 2005

Platnost zadání diplomové práce je 15 měsíců od výše uvedeného data. Termíny odevzdání diplomové práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

A N O T A C E

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra strojírenské technologie

Oddělení tváření kovů a plastů

Studijní program: M2301 – Strojní inženýrství
Diplomant: Jan Čížek
Téma práce: Tloušťka amorfnní vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovacího dílu vyrobeného s použitím semikrystalického polymeru

The thickness of the amorphous layer in dependence on the mould temperature and on the thickness of the injected part made using a semicrystalline polymer

Číslo DP: KSP - TP - 751
Vedoucí DP: doc. Dr. Ing. Petr Lenfeld - TU v Liberci
Konzultant: Ing. Aleš Ausperger - TU v Liberci

Stručný výtah:

Diplomová práce se zabývá tloušťkou amorfnní vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovacího dílu vyrobeného s použitím semikrystalického polymeru. K experimentálnímu měření této vrstvy je použita metoda pozorování mikrotomových řezů polymeru v polarizovaném světle. Dále jsou porovnány mechanické a fyzikální vlastnosti dle ISO 527-1, ISO 179 a ISO 1183 -1 na zkušebních tělesech vyrobených klasicky při různých teplotách temperace.

Abstract:

This diploma thesis deals with the thickness of the amorphous layer in dependence on the mould temperature and the thickness of the injected part made using a semi-crystalline polymer. For the experimental measurement, the method of the observing of the microtom polymer sections in the polarized light is used. Further, mechanical and physical characteristics are compared in compliance with ISO 527-1, ISO 179 and ISO 1183-1 examining samples made by classical methods under various annealing temperatures.

Místopřísežné prohlášení:

Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci, 27. května 2005

.....
Jan Čížek
U Veselky 271
538 07 Seč

Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce doc. Dr. Ing. Petru Lenfeldovi, konzultantovi Ing. Aleši Auspergerovi a ostatním zainteresovaným za cenné rady při vypracování diplomové práce.



OBSAH

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	7
1. ÚVOD.....	9
2. TEORETICKÁ ČÁST	10
2.1 Vstřikování.....	10
2.1.1 Princip vstřikování	10
2.1.2 Popis technologie vstřikování	12
2.2 Krystalizace	17
2.2.1 Teorie krystalizace	18
2.2.2 Struktura amorfnního polymeru	19
2.2.3 Struktura krystalického polymeru.....	20
2.2.4 Vliv podmínek na krystalizaci polymerů.....	23
2.2.4.1 Vliv teploty temperace	26
2.2.5 Orientovaný stav	29
2.3 Polarizační mikroskopie	30
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	33
3.1 Zaměření a cíl práce	33
3.2 Výběr vhodného dílu	33
3.2.1 Charakteristika měřeného materiálu.....	34
3.3 Velikost amorfnní vrstvy.....	36
3.4 Hodnocení mechanických a fyzikálních vlastností	50
3.4.1 Zkouška tahem	50
3.4.2 Zkouška vrubové houževnatosti metodou Charpy.....	57
3.4.3 Stanovení hustoty	64
4. VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A JEJICH DISKUZE	69
4.1 Vyhodnocení experimentálního měření tloušťky amorfnní vrstvy	69
4.2 Vyhodnocení mechanických a fyzikálních vlastností.....	70
4.2.1 Zkouška tahem	70
4.2.2 Zkouška vrubové houževnatosti metodou Charpy.....	70
4.2.3 Měření hustoty.....	71
5. ZÁVĚR.....	73
POUŽITÁ LITERATURA	74



SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

a_{cA}	vrubová houževnatost, vzorek opatřen vrubem typu A [kJ.m ⁻²]
a_{cN}	vrubová houževnatost [kJ.m ⁻²]
A_n	úhel kyvu kladiva [deg]
b_N	šířka zkušebního tělesa pod vrubem [mm]
F	síla [N]
h	tloušťka zkušebního tělesa [mm]
Δl	změna měřené délky tělesa [mm]
$m_{S,A}$	hmotnost zkoušeného vzorku na vzduchu [g]
$m_{S,K}$	hmotnost zkoušeného vzorku v imerzní kapalině [g]
p	tlak [Pa]
R	rychlost krystalizace
s	směrodatná odchylka
t	čas [s]
t_s	tloušťka stěny výstřiku [mm]
T	teplota [°C]
T_g	teplota zesklenní [°C]
T_m	teplota tání [°C]
T_{tm}	střední teplota temperačního média [°C]
u	posuv šneku [mm]
v	měrný objem [m ³ .kg ⁻¹]
v_0	rychlost rázu [m.s ⁻¹]
W	korigovaná energie potřebná k přeražení zkušebního tělesa [J]
x'	tloušťka amorfni vrstvy stěny výstřiku v procentech [%]
\bar{x}	aritmetický průměr
α	stupeň krystalinity [%]
ϵ_M	poměrné prodloužení na mezi pevnosti v tahu [%]
ϵ_t	jmenovité poměrné prodloužení [%]
ϵ_y	poměrné prodloužení na mezi kluzu [%]
ρ_a	hustota zcela amorfniho polymeru [g.cm ⁻³]
ρ_c	hustota zcela krystalického polymeru [g.cm ⁻³]
ρ_k	hustota imerzní kapaliny [g.cm ⁻³]



ρ_s	hustota vzorku materiálu, jehož krystalinita je zjišťována [g.cm ⁻³]
ρ_{SA}	zjišťovaná hustota vzorku [g.cm ⁻³]
σ_B	napětí v tahu při přetržení [MPa]
σ_M	mez pevnosti v tahu [MPa]
σ_y	napětí na mezi kluzu v tahu [MPa]
PE	polyetylén
PP	polypropylén
PC	osobní počítač



1. ÚVOD

Plastické hmoty nabyly v posledních desetiletích takového významu, že dnes patří k nejdůležitějším materiálům umožňujícím modernizaci téměř všech průmyslových odvětví. Zvláště důležité postavení zaujímají ve strojírenství, kde představují samostatnou skupinu konstrukčních materiálů. Historie plastů jako konstrukčních materiálů je poměrně krátká. Datuje se do druhé poloviny 20. století, i když příprava prvních druhů plastů, založená na chemické úpravě přírodních surovin, např. celulózy, spadá ještě do století 19. Rozhodující význam však nabyly až plasty vyrobené zcela syntetickou cestou. Plasty byly nejprve využívány pro méně důležité a méně náročné aplikace. S pokračujícím výzkumem vlastností se však začaly postupně prosazovat i do oborů jako je elektrotechnika, strojírenství, doprava atd. V dnešní době se plasty využívají téměř všude, kde je to možné, a to proto, že svými specifickými vlastnostmi často předčí i klasické materiály, ke kterým patří kovy, sklo, keramika apod.

Vlastnosti výrobků z plastů jsou závislé na mnoha technologických parametrech, jako jsou vstřikovací tlak, teplota taveniny, teplota formy, rychlost plnění dutiny formy a velikost a doba dotlaku. Všechny tyto vlastnosti se u semikrystalických polymerů podílejí na utváření struktury. Značný vliv na dosažení vysoké úrovně krystalinity má teplota formy. Z ekonomického hlediska by měla být co nejnižší, aby se zkrátil vstřikovací cyklus. Z hlediska technologického by měla být co nejvyšší, protože při vyšší teplotě formy chladne výstřik rovnoměrněji. To má vliv na zlepšující se tvarovou stabilitu, kvalitu povrchu a mechanické vlastnosti.

Hlavním cílem diplomové práce je zjistit tloušťku amorfni vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovaného dílu s použitím semikrystalického polymeru a získat tak představu o jeho struktuře. Z technologických parametrů bude měněna pouze teplota formy, ostatní parametry zůstanou konstantní.



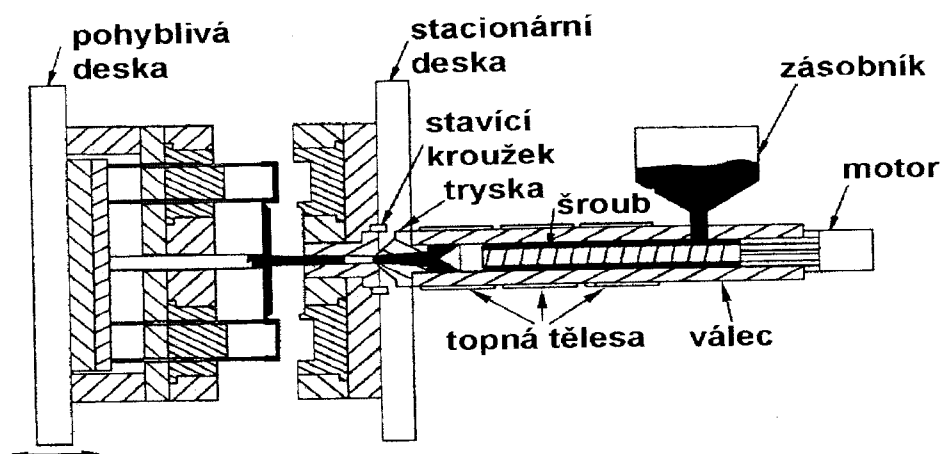
2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Vstřikování [1,2]

Vstřikování je způsob tváření, při kterém se termoplastický materiál, nejčastěji tvaru granulí, vstřikuje velkou rychlostí z tavicí (plastikační) komory do chlazené dutiny formy. Tato technologie je jednou z nejdůležitějších při zpracování termoplastů, hlavně polyetylenu, polypropylenu, polystyrénu, polyamidu, derivátů celulózy a dalších. Vstřikováním se často vyrábějí výrobky značně rozdílných tvarů, vyznačující se velkou rozměrovou přesností. Mají charakter samostatného dílce, nebo se po zkompletování stávají součástí většího celku. Vstřikování je velmi produktivní metoda, a proto vhodná pro velkosériovou a hromadnou výrobu.

2.1.1 Princip vstřikování [1,2,3]

Plast ve formě granulí je z násypky stroje odebírán otáčejícím se šnekem, který jej dopravuje do tavicí komory vyhřívané elektrickými odporovými pásky. Zde plast taje a jako tavenina je šnekem vstřiknut do dutiny formy, kterou zcela naplní a zaujme přesně její tvar. Forma je kovová, temperovaná protékající kapalinou. Hmota jí předává teplo a ochlazováním ztuhne. Potom se forma otevře a výrobek je pomocí vyhazovacího mechanismu vyhozen, nebo vyjmut manuálně. Následně se forma opět uzavře a celý cyklus se opakuje.

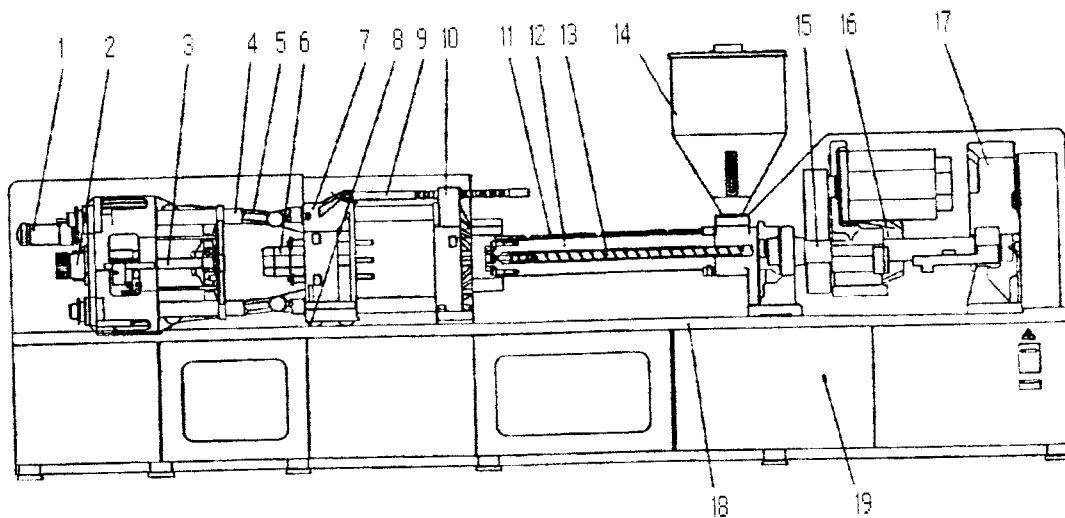


Obr.2.1: Princip vstřikování [4]



Zařízení na vstřikování termoplastů (obr.2.2) se skládá z vlastního vstřikovacího stroje a z regulační a řídicí jednotky. Moderní stroje jsou vybaveny mikropočítači, které zaručují konstantní vlastnosti výrobku. Vstřikovací stroj má dvě na sobě závislé jednotky - vstřikovací a uzavírací. Úkolem vstřikovací jednotky je zajistit dodávku granulátu, jeho plastikaci, vstříknutí roztavené hmoty do formy, provedení dotlaku a zajištění přisunutí a odsunutí tavicí komory k formě. Uzavírací jednotka pevně uzavírá formu během plnění a zajišťuje všechny ostatní pohyby nutné k vyhození hotového výrobku z dutiny formy.

Regulační a řídicí zařízení zabezpečuje poloautomatický nebo plně automatický provoz stroje a samočinné dodržování nastavených technologických parametrů, k nimž patří teplota vstřikované hmoty, vstřikovací tlak, rychlost vstřikování, teplota formy a časové rozčlenění vstřikovacího cyklu.

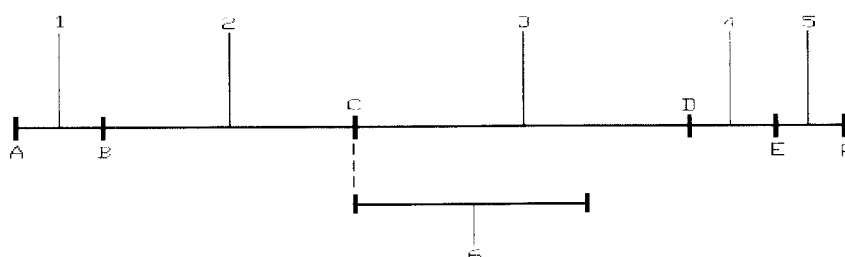


Obr.2.2: Schéma vstřikovacího stroje

- 1 – pohon pro nastavení vzdálenosti formy, 2 – servopohon pro uzavírací pohyb, 3 – kulové oběžné vřeteno, 4 – řídicí sloupky, 5 – dvoukloubová páka, 6 – motor vyhazovače, 7 – pohyblivá upínací deska formy, 8 – podpírající válečky, 9 – mechanická uzavírací jednotka, 10 – pevná upínací deska, 11 – topná tělíska, 12 – vstřikovací válec, 13 – šnek, 14 – násypka, 15 – řídicí deska vstřikovacího objemu, 16 – řízení otáček šneku, 17 – pracovní motor pro řízení vstřikování, 18 – rám stroje, 19 – převodová skříň



Pro zhotovení kvalitního výstřiku je nutno zajistit sled přesně za sebou jdoucích operací, které tvoří vstřikovací cyklus. Časový průběh vstřikovacího cyklu je schematicky znázorněn na obr.2.3. Vstřikovací čas A-B je velmi krátký, i když u velkých výstřiků může dosahovat i několika sekund. Čas dotlaku B-C se pohybuje mezi 10 až 20 s, a konečně čas chlazení C-D, který bývá nejdelší, může u velkých výstřiků být i několik minut. V bodě C v případě uzavíratelných trysek odjede plastikační jednotka a otáčením šneku je plastikována další dávka materiálu. V intervalu bodů D-E se forma otevře, výstřik je vyjmut a forma opět uzavřena. A v intervalu E-F plastikační jednotka znovu dosedá na formu a cyklus se opakuje.



Obr.2.3: Časový průběh vstřikovacího cyklu [3]

- 1 - vstřikování, 2 – dotlak, 3 - chlazení, 4 – vyjímání výstřiku,
5 – dosednutí trysky na formu, 6 – plastikace nové dávky

2.1.2 Popis technologie vstřikování [3]

Vstřikovací proces lze rozdělit na tyto fáze:

- plastikace materiálu v tavicí komoře
- vstříknutí taveniny do dutiny formy
- dotlačení taveniny a její chlazení ve formě
- vyjmutí výstřiku z formy

Plastikace

Účelem plastikace je připravit homogenní taveninu plastu a shromáždit ji v prostoru před čelem šneku. Během plastikace se šnek otáčí a současně posouvá zpět. Granulát, který je odebírán z násypky stroje, se v tavicí komoře taví, působením šneku hněte a homogenizuje. Ohřev polymeru se děje převodem tepla ze stěn tavného válce frikčním teplem, které vzniká



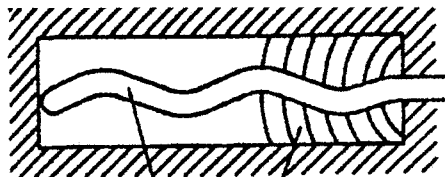
působením šneku na materiál. Homogenitu taveniny lze ovlivňovat konstrukcí šneku, jeho otáčkami, zpětným tlakem a vstřikovanou dávkou.

Vstřikování taveniny do dutiny formy

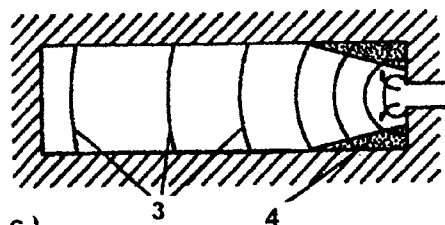
Vstřikování taveniny do dutiny formy lze rozdělit na dvě části - plnění formy a stlačení taveniny ve formě.

Plnění se provádí vstříknutím taveniny do uzavřené formy axiálním pohybem šneku. V zájmu získání výstřiků s dobrými fyzikálními vlastnostmi a kvalitním povrchem je nutné, aby tavenina vtékala do formy postupně, nikoliv volným paprskem. Postup je patrný z obr.2.4. Vstřikovací rychlost je pro většinu výstřiků konstantní a je dána konstantní rychlostí axiálního posunu šneku.

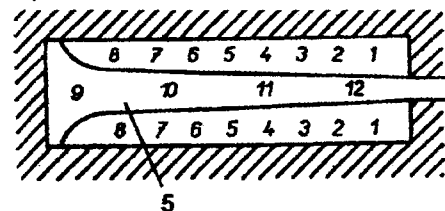
a.)



b.)



c.)



- a) plnění volným paprskem
- b) postupné plnění
- c) chladnutí taveniny v dutině formy probíhající podle čísel

- 1 – volný paprsek
- 2 – doplňující tavenina
- 3 – čelo toku taveniny
- 4 – počátek chladnutí
- 5 – plastické jádro

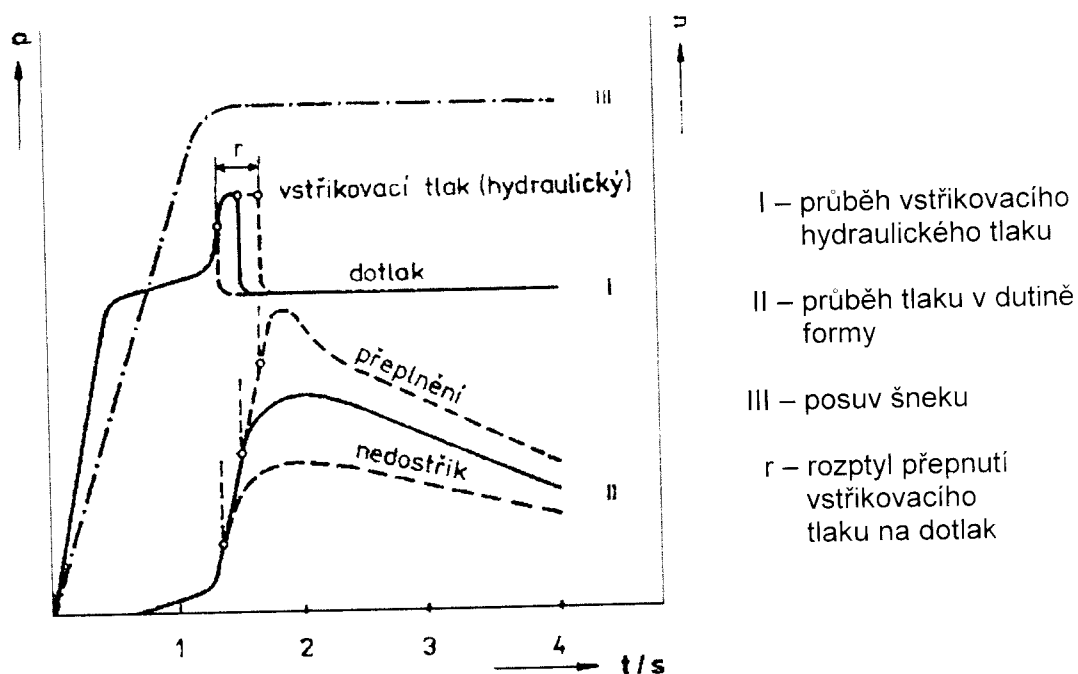
Obr.2.4: Průběh plnění tvarové dutiny formy [3]

Při tomto způsobu laminárního plnění vzniká plastické jádro, které umožňuje stlačení taveniny ve formě a dotlačení.

Jakmile je forma naplněna, nastává stlačení taveniny. Tlak ve formě i v hydraulice prudce stoupne a vstřikovací rychlost náhle poklesne (obr.2.5). Tlak dosahuje v tomto okamžiku maxima, vzniká tlaková špička, která převyšuje nastavenou hodnotu tlaku. Tuhnoucí hmota pak získá



v povrchových vrstvách větší hustotu, která vyvolá anizotropii vlastností výstřiku. Dnes je většina strojů vybavena řídicí či regulační technikou umožňující včasné snížení vstřikovacího tlaku před dosažením špičky na dotlačovací tlak, tzv. dotlak, na základě tlaku ve formě či v hydraulice. Tento okamžik přepnutí vstřikovacího tlaku na dotlak, a tedy výše tlakové špičky, musí být pečlivě kontrolován.



Obr. 2.5.: Časové závislosti tlaku p a posunu šneku u ojasňující vliv doby přepnutí vstřikovacího tlaku na dotlak [3]

Dotlačení taveniny

Dotlačení je nahrazován úbytek materiálu, vyvolaný smrštěním hmoty při chlazení ze zpracovatelské teploty na teplotu formy. Výši dotlaku, popřípadě jeho časovou závislost, je nutno určit pro každý výstřik samostatně.

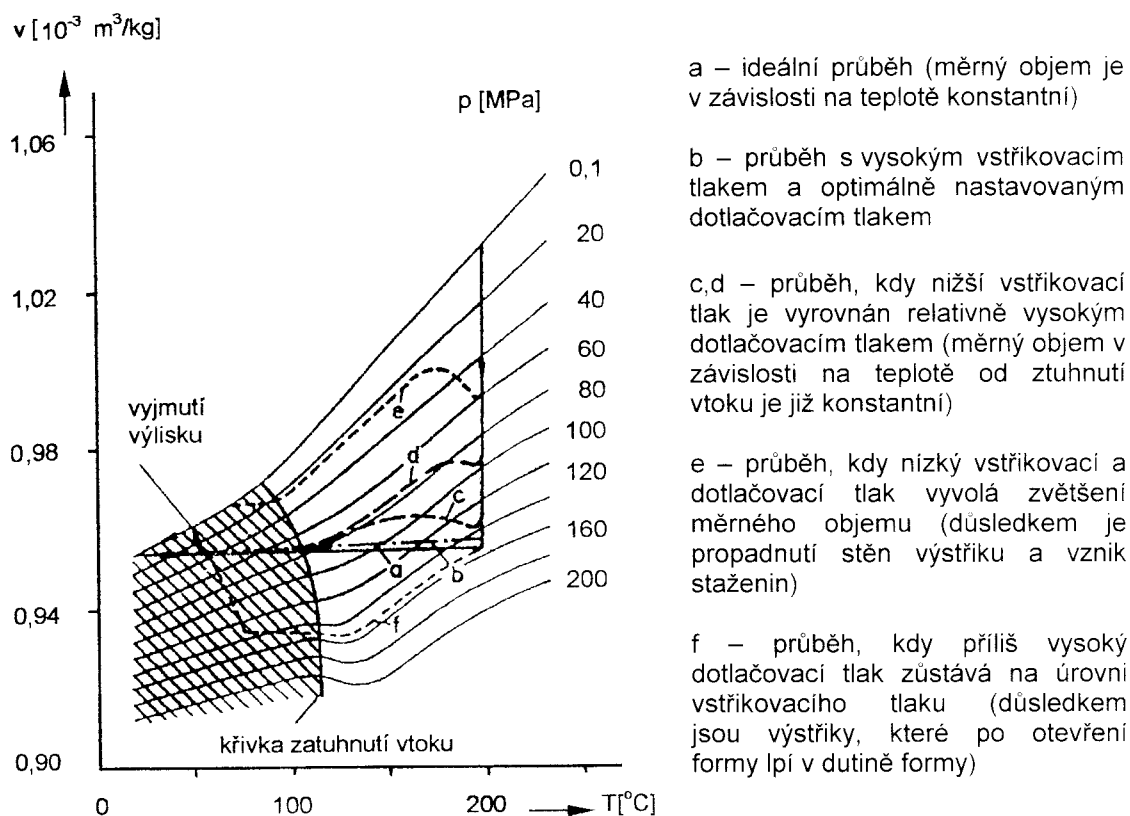
Příliš veliký dotlak omezuje pohyblivost makromolekul polymerů při chlazení, to vede k pnutí ve výstřicích, kroucení a podobně. Může také způsobit vysoký zbytkový tlak a s ním spojené potíže při vyjímání výstřiku. Naopak nízký dotlak může být příčinou povrchových propadlin, vnitřních staženin nebo mikropórovitosti. Funkce dotlaku je ukončena zatuhnutím vtoku, tím se přeruší vstup další taveniny do formy.



Chlazení taveniny ve formě

Chlazení je velmi složitý proces, probíhající již během vstřikování, ale zejména souběžně s dotlačováním. Doba chlazení výstřiku, která je dána především tvarem a tloušťkou stěn výstřiku, teplotou taveniny, vstřikovací rychlostí, průběhem dotlaku, teplotou formy a konstrukcí chlazení formy, určuje v podstatě délku vstřikovacího cyklu a tím i hospodárnost zpracování.

Proces dotlačování a chlazení, především u přesného vstřikování, je regulován podle diagramu $p-v-T$ (obr.2.6).



Obr.2.6: Diagram $p-v-T$ pro plnění formy a chlazení výstřiku u amorfního polymeru [3]

Vstřikovací stroj ovládaný mikroprocesorovým systémem nastavuje dotlačování a chlazení výstřiku tak, aby pokud možno probíhaly za konstantního objemu. Tím se zvýší kvalita výstřiku, ale především tak lze získat optimální smrštění. Současně je možné ovlivnit i orientaci, vnitřní pnutí výstřiku a další vlastnosti s tím spojené.

Přesná regulace tlakových a teplotních poměrů ve formě umožňuje i vstřikování do formy, která je uzavřena malou přidržovací silou. Působením



tlaku taveniny se vhodně konstruovaná forma nepatrně pootevře - „nadýchne“ - a v další fázi je výstřik dolisován přesně regulovanou zvýšenou přidržovací silou a ochlazen. Tato metoda je vhodná pro tenké velkoplošné výstřiky a umožňuje kompenzaci nejen smrštění výstřiků, ale i potlačení orientace taveniny.

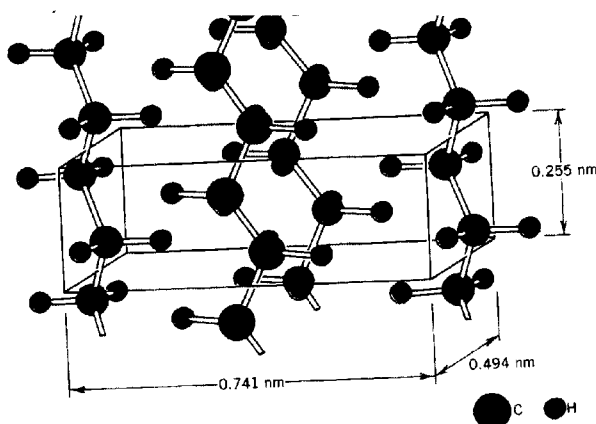
Vyjmutí výstřiku z formy

Ochlazený výstřik je během otvírání formy vyhozen mechanickým vyhazovacím systémem, nebo vyjmut manuálně. Vyhazovače musí být umístěny v těch tvarových částech formy, na kterých ulpí výstřik díky smrštění. U masivních výstřiků je vyhazování provedeno mechanicky pomocí vyhazovacích kolíků, u tenkostěnných výstřiků pomocí stírací desky, stíracího kroužku, nebo použitím trubkového vyhazovače. U hlubokých výstřiků se často pro vyhození užívá stlačeného vzduchu, přivedeného mezi dno tvárníku a výstřik. V dnešní době, se zvyšující se snahou automatizace vstřikování, vzrůstá počet manipulátorů, které jsou schopné vyjmout výstřik z formy, oddělit vtok a uložit výstřik na transportní pás atd.



2.2 Krystalizace [5,6]

Mluvíme-li o krystalizaci u kovů či keramiky, máme na mysli pravidelnost uspořádání atomů, resp. iontů. Pojem „krystalinita polymerů“ popisuje takové uspořádání makromolekulárních řetězců, při kterém jsou atomy pravidelně uspořádány. Krystalová stavba struktury polymerů je složitější než u kovů. Na obr.2.7 je znázorněno uspořádání řetězců PE do ortorombické mřížky ($a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$).



Obr.2.7: Krystalová struktura polyetylénu [5]

Při polymeraci, koagulaci, nebo chladnutí roztoku či taveniny vzniká zpravidla mikroheterogenní systém, tvořený mikrostrukturami s rozdílnými fyzikálními vlastnostmi. Charakteristické jednotky vytvářející daný systém se označují jako nadmolekulové struktury.

Některé polymery jsou zcela amorfni (charakterizované naprostou neuspořádaností makromolekul), jiné krystalické (vykazující určitý stupeň uspořádanosti). V důsledku tvaru a složité stavby nejsou polymerní makromolekuly v celém objemu krystalické, ale jen částečně krystalické (semikrystalické), neboť každá nepravidelnost či natočení molekulového řetězce brání přísné uspořádanosti segmentů a způsobuje tak amorfnotu materiálu.

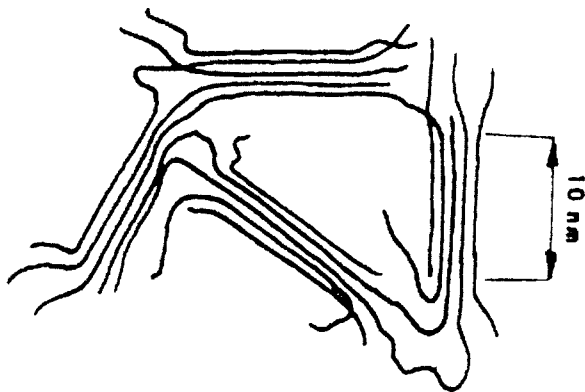
Podíl krystalické fáze je určen především pravidelností řetězce. Například polystyrén připravený atakticky, je zcela amorfni a nelze jej přivést do částečně krystalického stavu. Naproti tomu izotaktický polystyrén se získá zkrystalizovaný asi do 50%. Zavedení nepravidelností v polymerním řetězci



vyvolá značné snížení rovnovážného podílu krystalické fáze. Schopnost krystalizace klesá také s rostoucí objemností postranních skupin polymerních řetězců. Předpokladem pro správnou krystalizaci je ohebnost řetězců, mezimolekulové interakce a schopnost celkového využití prostoru.

2.2.1 Teorie krystalizace [3,4,6]

Donedávna byla k výkladu vlastností polymerů přijímána teorie tzv. úsekové krystalizace, vysvětlována modelem krystalicko-amorfni struktury (micelárním modelem). Tato teorie je založena na představě, že uspořádané úseky krystalů jsou obklopeny neuspořádaným amorfni polymerem. Předpokládalo se, že jedna lineární makromolekula může zasahovat i do několika amorfni a krystalických oblastí o velikosti 10 nm (obr.2.8). Tato teorie byla později nahrazena teorií jednofázové struktury. Podle této teorie je krystalický polymer tvořen krystalickými oblastmi, obsahujícími větší, nebo menší množství defektů, které podle starších představ představují amorfni fázi.



Obr.2.8: Znáornění představy o micelové struktuře krystalických polymerů [6]

Avšak teorie dvoufázové struktury dobře umožňovala pochopení některých jevů chování polymerů a jejich vlastností. Podle ní se předpokládá, že krystalické oblasti jsou nositeli pevnosti a tvrdosti hmoty, a tedy že se zvyšováním krystalického podílu stoupá hustota, pevnost, tuhost a tvrdost, ale i křehkost polymeru. Na druhou stranu amorfni podíl, je-li jeho teplota zeskelnění T_g , dodává polymeru houževnatost a odolnost proti nárazům.

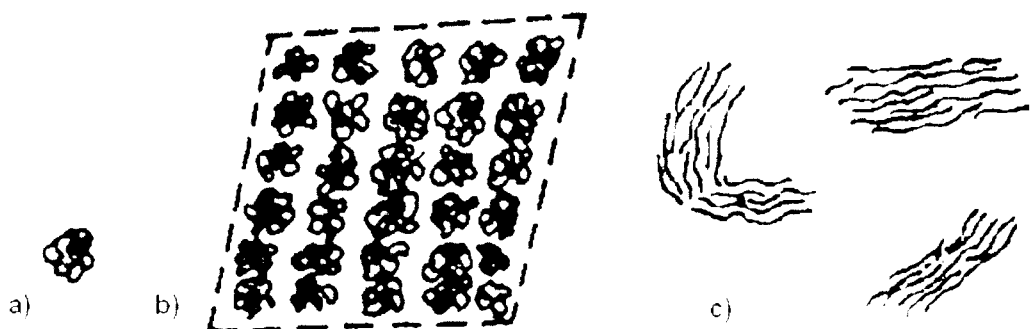
Uspořádané oblasti v polymerech připomínají krystalickou strukturu nízkomolekulárních sloučenin. Složitost vazebních sil a přítomnost vazeb



působících v určitém směru způsobují, že vzniká podstatně složitější struktura než u kovů. Převládají takové soustavy jako monoklinická, triklinická a hexagonální. U polymerů se útvary s uspořádanou strukturou na rozdíl od pravých krystalů anorganických látek nazývají krystality.

2.2.2 Struktura amorfního polymeru [3,4,6]

Nejnižším stupněm uspořádanosti amorfního polymeru jsou tzv. globule (klubíčka) jednotlivých molekul (obr.2.9a), dosahující velikosti 10 až 20 nm. Jednotlivé globule jsou tvořeny volně sbalenými makromolekulami. Globule se však mohou dále seskupovat do mikroskopických krystalických útvarů s dobře vyvinutými hranami, v nichž si však každá z nich zachovává svůj individuální charakter (obr.2.9b). Vyšší formou uspořádanosti jsou za určitých podmínek, vlivem působení vnějších sil, již poněkud rozvinuté paralelně sdužené řetězce - svazky (obr.2.9c), které jeví náznaky krystalizace. Jak je zřejmé z obr.2.9c, jsou tyto svazky mnohem delší než jednotlivé makromolekuly. Ve svazku mohou být molekuly uspořádány za sebou, nebo mohou mít konce v různých částech svazku, a tím se jejich individuální charakter již výrazně neprojevuje.



Obr.2.9: Základní útvary nadmolekulární struktury [3]

a) globule, b) seskupení globulí, c) svazky

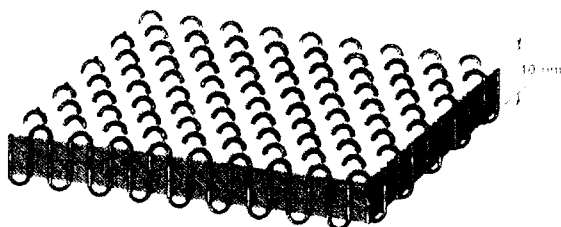
K rozvinování globulí dochází tehdy, působí-li na roztavený polymer síla v určitém směru, a v něm pak dochází k řazení rozvinutých makromolekul. „ Jestliže se tavenina dostatečně rychle ochladí, nestačí se molekuly vrátit do rovnovážného stavu, představovaného volně sbalenými



klubičky, a uspořádaná struktura zůstává zachována i v tuhém stavu. Teprve opětným zahřátím polymeru na dostatečně vysokou teplotu (T_g) nastává dezorientace makromolekul.“ [4] Tento stav se projeví deformací výrobku a jeho smrštěním ve směru orientace molekul.

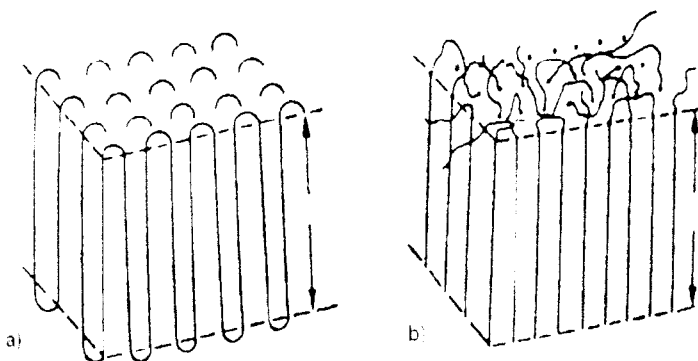
2.2.3 Struktura krystalického polymeru [1,2,3,5,6]

U krystalických polymerů je základní morfologickou formou lamela (obr.2.10). Teorie lamelární struktury byla podpořena objevem monokrystalů různých polymerů. Monokrystaly jsou deskovité útvary s konstantní tloušťkou od 7 do 15 nm. Tloušťka monokrystalu je ovlivněna teplotou a způsobem krystalizace, ale nezávisí na molekulové hmotnosti polymeru. Pomocí selekční elektronové difrakce bylo prokázáno, že osy molekulárních řetězců jsou orientovány kolmo na základní rovinu lamel.



Obr. 2.10: Lamela [5]

Poněvadž molekula patří jen jednomu monokrystalu (lamelle) a je dlouhá až několik set nm, musí být vždy po vzdálenosti odpovídající výšce lamely ohnuta o 180° tak, že se střídavě skládá a vytváří takzvaný proužek (obr.2.11a).



Obr.2.11 Schéma struktury monokrystalu [3]

a) s pravidelným skládáním proužků, b) s porušeným skládáním proužků



Skládání je samovolné, v místech, kde se molekula ohýbá, dojde k porušení prostorové mřížky a lze předpokládat, že se tak vytvoří amorfni část polymeru (obr.2.11b). Vzniklé proužky se pak důsledkem zmenšení povrchového napětí urovnávají v lamely (obr.2.10).

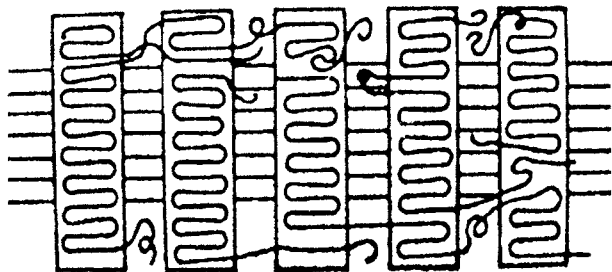
Obdobně se vytváří fibrilární morfologická struktura (obr.2.12). Ke vzniku takovéto struktury je ovšem třeba spolupůsobení napětí, např. následkem míchání při vytlačování atd.



Obr.2.12: Fibrila [1]

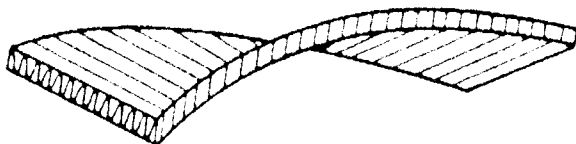
„V monokrystalu jsou lamely orientovány kolmo na osu protažených řetězců. Tyto lamely jsou vytvořeny ze skládaných řetězců poskládaných cik-cak a jsou důsledkem epitaxiální krystalizace na krystalických zárodcích vytvořených z protažených řetězců. Tato morfologická struktura se označuje

šiš kebab (obr.2.13).“ [3]



Obr.2.13: Morfologická struktura – tzv. šiš kebab [3]

Krystalizace může ovšem probíhat i tak, že se jednotlivé lamely deformují takovým způsobem, že vytvářejí spirálovou strukturu (obr.2.14).

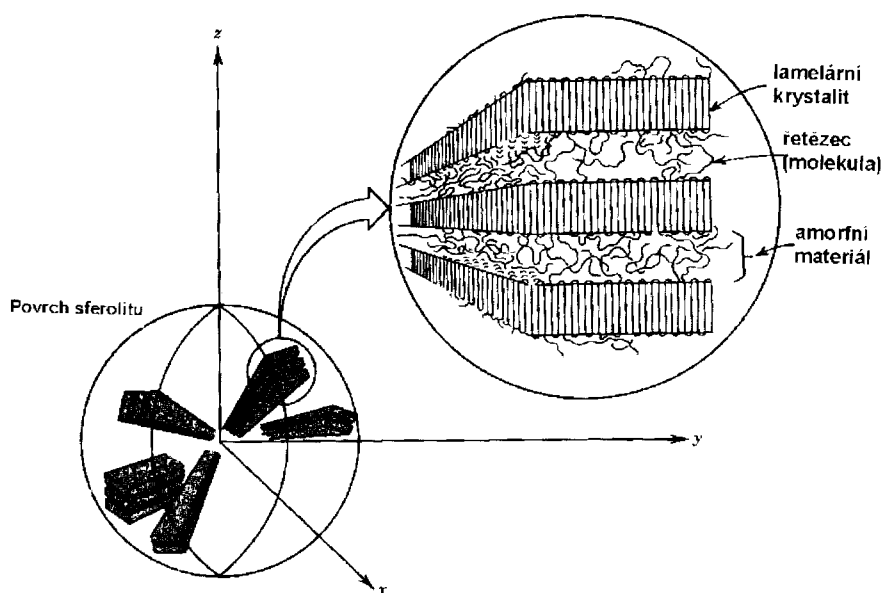


Obr.2.14: Spirálová struktura lamel [2]

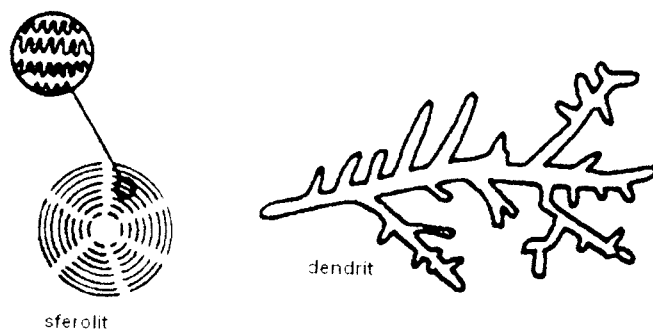
Radiálním skládáním lamel nebo fibril vznikají složité krystalické útvary zvané sférolity. Tyto útvary mohou mít až makroskopické rozměry. Lze je pozorovat u tenkých fólií v procházejícím polarizovaném světle. Jsou vytvářeny



soubory lamelárních krystalů rozbíhajících se paprskovitě ze zárodečného klubička (obr.2.15). Řetězce makromolekul jsou složeny v lamelách a jsou kolmé na poloměr sférolitu, v ideálním případě jsou kulového tvaru. Při pomalé krystalizaci jsou sférolity dokonale vyvinuté, naopak při rychlé krystalizaci vznikají dendritické sférolity (obr.2.16). „U sféroliticky zkrystalovaných polymerů existuje značný podíl amorfni, který může být víc než 50%. Tento amorfni podíl je z části reprezentován povrchy skladů a poruchami v krystalové mřížce lamel, ale hlavně mezi lamelami sférolitu. Předpokládá se, že krystalické lamely jsou vzájemně propojeny přes vrstvy amorfniho polymeru, a že tedy některé molekuly jsou svými konci zabudovány do různých lamel.“ [6]



Obr.2.15: Schéma sférolitu [5]

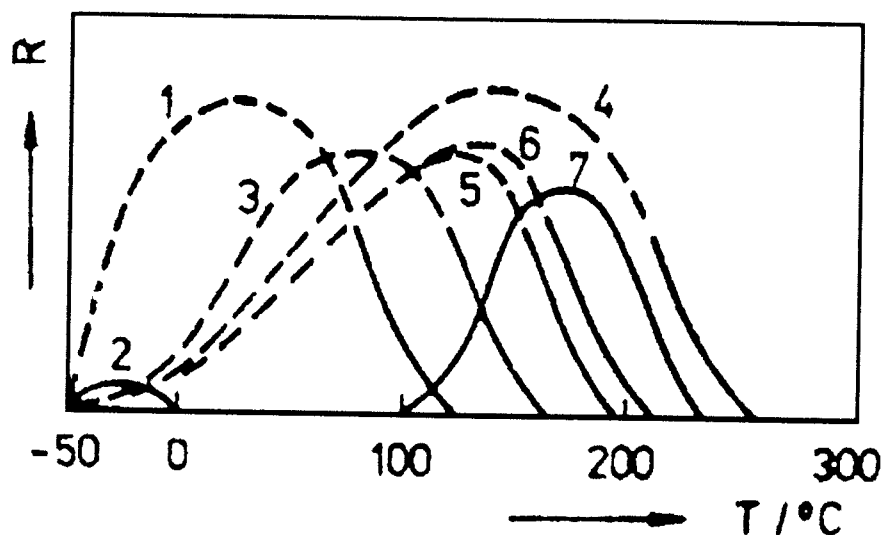


Obr.2.16: Schematické znázornění sférolitu a dendritu [6]



2.2.4 Vliv podmínek na krystalizaci polymerů [3,4]

Kromě strukturních předpokladů jsou pro krystalizaci nutné i vhodné kinetické podmínky. Ty závisí především na teplotě. S teplotou souvisejí dva základní faktory, které rozhodují o rychlosti tvorby krystalické fáze. Krystalizační rychlost je dána jednak rychlostí nukleace (rychlost vzniku krystalizačních zárodků), jednak rychlostí růstu těchto zárodků. Jestliže je polymer v roztaveném stavu, neobsahuje žádné krystaly. Teprve ochlazením pod teplotu T_m se začnou vytvářet krystalické zárodky a postupným ochlazováním se rychlost tvorby zárodků zvyšuje až do určitého maxima. Při dalším snižování teploty převládá vliv omezené pohyblivosti molekul a rychlost nukleace opět klesá až k teplotě T_g . Podobnou závislost má i rychlost růstu krystalů, má však plošší maximum. Závislost rychlosti krystalizace některých polymerů na teplotě je znázorněna na obr.2.17.

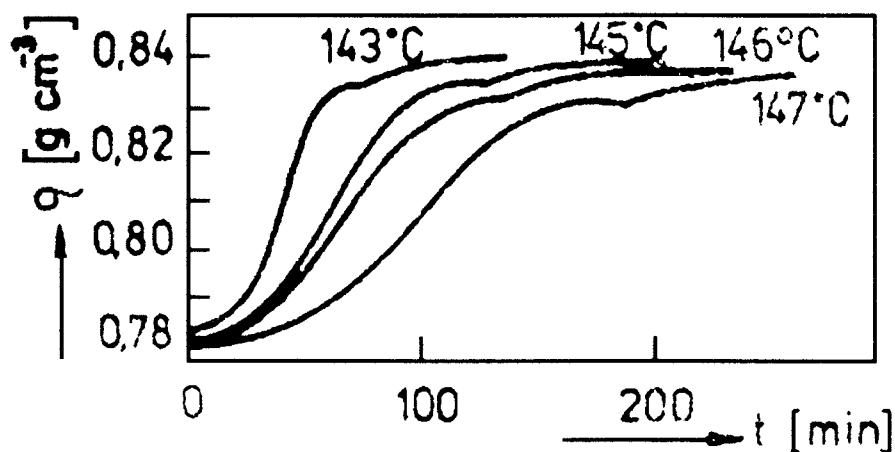


Obr.2.17: Závislost rychlosti krystalizace R některých polymerů na teplotě [3]

- 1 – polyethylén
- 2 – přírodní kaučuk
- 3 – polypropylén
- 4 – polyhexamethylénadipamid
- 5 – polychlorotrifluorethylén
- 6 – polykaprolaktum
- 7 – polyethylnglykoltereftalát



U polymerů, které jsou schopny krystalizace, je možný mnohonásobný vratný přechod z amorfního do krystalického stavu a naopak. Krystalizační izotermy, znázorněné na obr.2.18, mají charakteristický tvar. Hlavní krystalizační změny se odehrávají v useku, který je charakterizován první částí křivky, je to úsek tzv. primární krystalizace. Primární krystalizace se vyznačuje tvorbou zárodků krystalizace a růstem sférolitů. Celková rychlost primární krystalizace je často charakterizována poločasem krystalizace τ . Poločas krystalizace je nepřímo úměrný rychlosti krystalizace, představuje dobu, za niž proběhne polovina krystalizačních změn. Druhá část křivky je velmi důležitá pro praxi, neboť představuje sekundární krystalizaci. Ta ovlivňuje nežádoucí objemové i jiné fyzikální změny, které probíhají obvykle ve výrobku až po ukončení zpracovatelského procesu. Průběh a rozsah sekundární krystalizace je výrazně ovlivněn tepelnou historií.



Obr.2.18: Krystalizační izotermy polypropylénu [3]

d – hustota, t – čas

Krystalizace v polymerech není nikdy úplná, proto jsou polymery ve skutečnosti látky semikrystalické. Zastoupení krystalických oblastí v hmotě udává stupeň krystalinity α (krystalický podíl), ten se pohybuje od 0% do až 95% a je dán vztahem:



$$\alpha = \frac{\rho_c(\rho_s - \rho_a)}{\rho_s(\rho_c - \rho_a)} \cdot 100 \quad [\%] \quad [5] \quad (1)$$

ρ_s [g.cm⁻³] - hustota vzorku materiálu, jehož krystalinita je zjišťována

ρ_c [g.cm⁻³] - hustota zcela krystalického polymeru

ρ_a [g.cm⁻³] - hustota zcela amorfního polymeru

K určení stupně krystalinity existuje řada experimentálních metod, např. metoda založená na měření intenzity difuzního okruhu na rentgenogramu a stanovení hustoty daného polymeru. Méně často se už používá metoda založená na stanovení tepla tání a jiné.

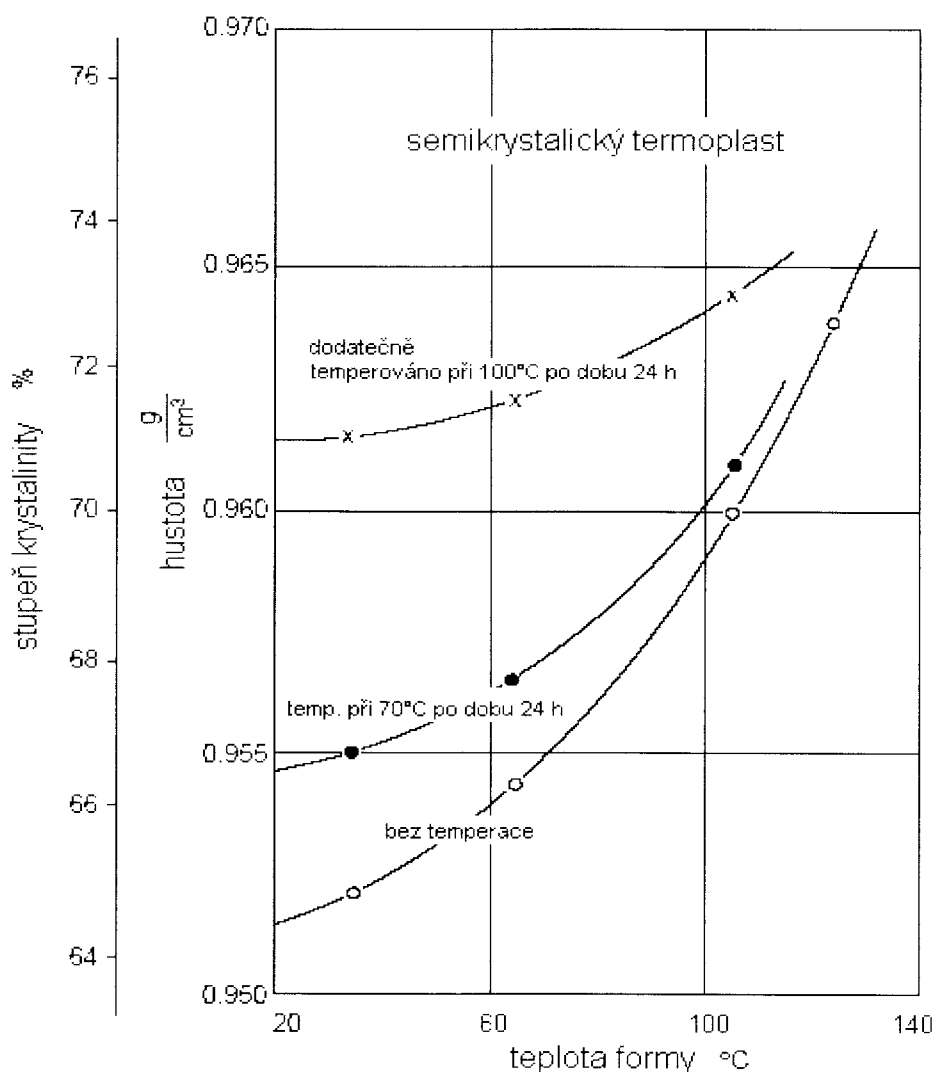
Tab.2.1: *Krystalinita některých polymerů* [6]

Polymer	Krystalinita
	%
polyethylen lineární	80 až 95
polyethylen rozvětvený	50 až 60
polyvinylidenchlorid	75
polyvinylchlorid	10
polyakrylonitril	40
polyethylentereftalát	55 až 75
polykaprolaktam	50 až 60
bavlněná celulóza	70
viskóзовé hedvábi	40
polystyren ataktický	0



2.2.4.1 Vliv teploty temperace [7,8]

Na průběh krystalizace má také ve značné míře vliv teplota temperace formy. Pro dosažení vysoké úrovně krystalinity, která se rozšíří až přímo do povrchové vrstvy výstřiku, v případě semikrystalického materiálu, je nezbytné pracovat s vysokými teplotami formy. Nadměrně rychlé ochlazování (vlivem nižší teploty formy) totiž brání tvorbě krystalů. Z obr.2.19 je vidět, že stupeň krystalinity α při nízké teplotě temperace prudce klesá. To má za následek dokrystalizaci a tím dodatečné smrštění.

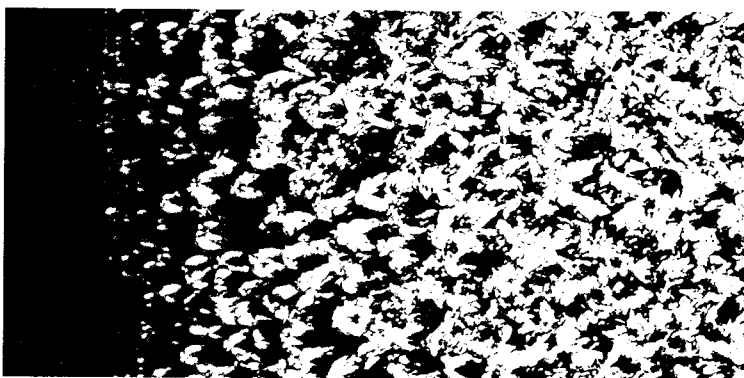


Obr.2.19: Vliv teploty formy a chlazení na hustotu a stupeň krystalinity vstřikovaných dílů [7]

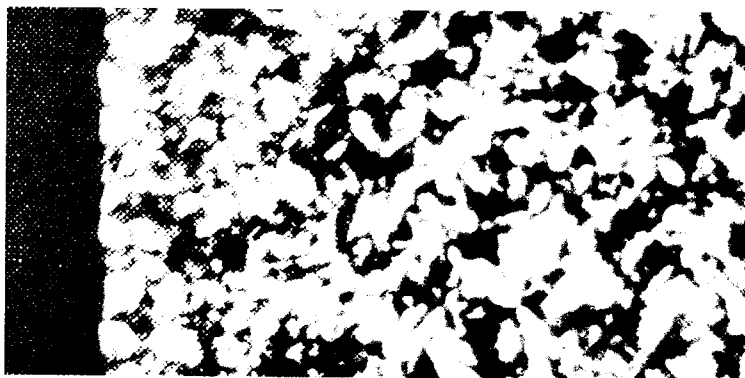


Vliv teploty na tvorbu sférolitů

Vzhledem k tomu, že jak nukleace (vznik zárodků), tak růst sférolitů jsou rychlým zchlazením ovlivněny stejným způsobem, není možné předpovědět účinek různých teplot chlazení na velikost sférolitů. Přesto se v praxi prokázalo, že rychlé chlazení má za následek vznik malých sférolitů a pomalým chlazením vznikají sférolity velké. Toto je snadno pozorovatelné na povrchu rychle chlazených výlisků (obr.2.20), kde se velikost sférolitů zmenšuje směrem k povrchové vrstvě. Oproti tomu u stejného výlisku, ale pomalu chlazeného (obr.2.21), se jejich velikost nemění.



Obr.2.20: Řez rychle zchlazeného polymeru [8]

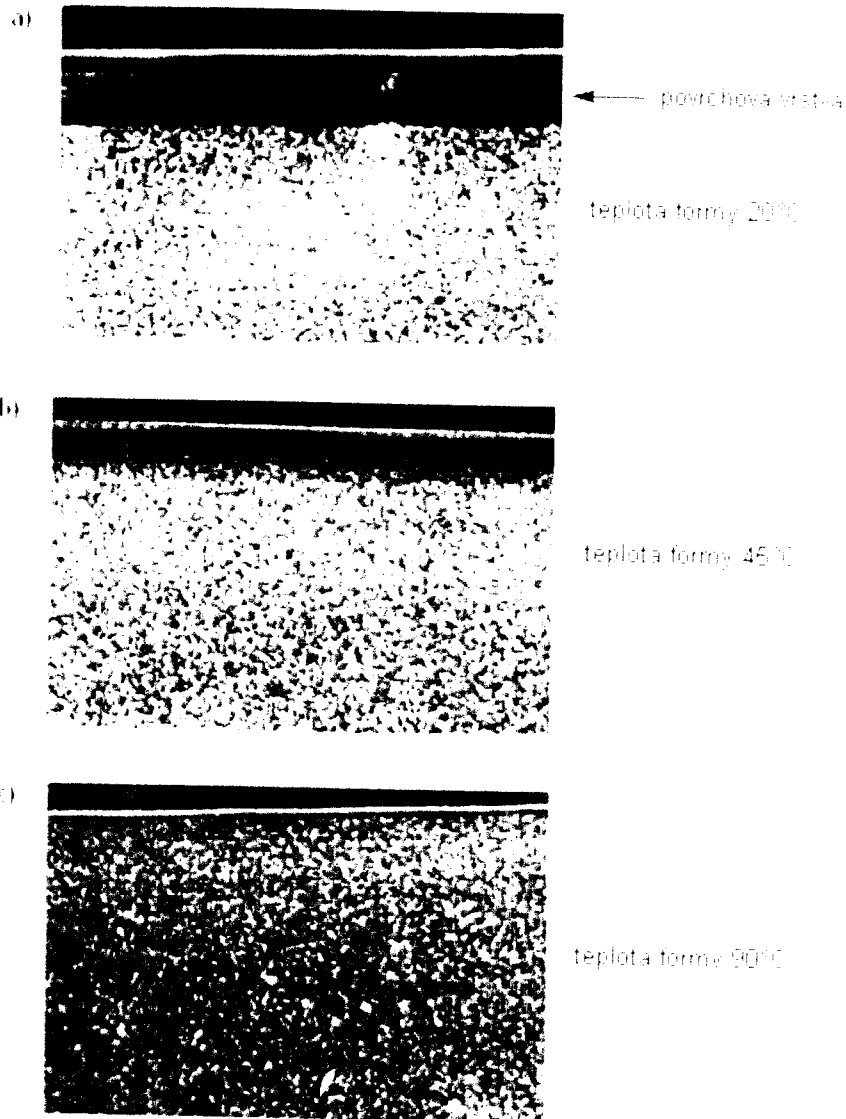


Obr.2.21: Řez pomalu chlazeného polymeru [8]

Polymery krystalizované s velkými sférolity mají vyšší krystaličnost (stupeň krystalinity), ale jsou křehčí. To je zřejmě díky větší koncentraci vad (defektů), včetně prázdných míst na okraji velkých sférolitů, které měly více času se seřadit. Proto je tedy obecně známo, že struktura s menšími sférolity je pro výrobu vhodnější.



Teplota formy má také pozitivní vliv na utváření struktury ve vrstvě těsně pod povrchem (povrchové vrstvy). S vysokou teplotou formy je téměř jednotná struktura vytvářející se přímo až k okraji vstřikovaného dílu (obr.2.22c). Naopak malá teplota formy (obr.2.22a) způsobuje, vlivem vysoké rychlosti ochlazování výstřiku, značné potlačení tvorby krystalů (krystalizace) a to především v povrchové vrstvě, kterou tak můžeme nazvat „amorfni vrstvou“.

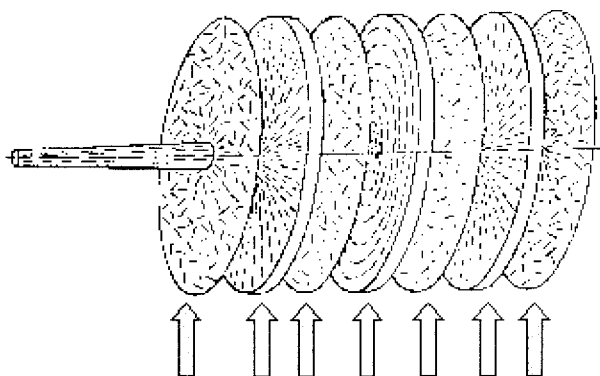


Obr.2.22: Struktura povrchu semikrystalického materiálu vstřikovaného při různých teplotách formy [7]



2.2.5 Orientovaný stav [9]

Orientace makromolekul závisí na mechanismu plnění dutiny formy taveninou. Nejpřirozenějším tvarem makromolekul v tavenině je náhodně sbalené klubko. Působením velkých smykových sil, kterým jsou klubka vystavena při tečení viskózní taveniny dutinou chladné formy, dochází k rozbalování a narovnávání řetězových molekul ve směru toku taveniny (orientaci makromolekul). Tavenina chladne a makromolekuly v této nerovnovážné pozici ztuhnou. Orientace makromolekul může dosáhnout různého stupně. Čím více jsou makromolekuly srovnány, tím je stupeň orientace vyšší. Směr orientace je dán převládajícím směrem makromolekul. Některé mechanické a fyzikální vlastnosti hmoty jsou ve směru orientace jiné než ve směru kolmém, což vede k anizotropii (směrové závislosti vlastností). Výsledný stupeň orientace ale také závisí na ději opačném (dezorientaci), kdy se makromolekuly snaží vrátit zpět do zkrouceného tvaru, který je pro ně příznivější. K tomu ale musí být dost pohyblivé, což předpokládá dostatečně vysokou teplotu, a musí mít k dispozici určitý čas. Podmínky pro vznik orientace i dezorientace závisí na místě v dutině formy a na čase. Výstřik pak obsahuje oblasti s různým stupněm a směrem orientace (obr. 2.23).



Obr. 2.23: Orientace molekul v sedmi vrstvách výstřiku tvaru disku [10]

Model tvaru disku je rozdělen na sedm vrstev. Vnější tenké vrstvy mají náhodnou biaxiální orientaci v rovině disku. Dvě tlusté vrstvy, vedle vnější, jsou orientovány ve směru toku. Dvě tenké přechodové vrstvy mají náhodnou orientaci a tlustá střední vrstva orientaci ve směru obvodu.



V povrchové vrstvě nemají makromolekuly žádný přednostní směr orientace. Tato vrstva vzhledem ke špatné tepelné vodivosti polymerů působí jako tepelný izolant. Proto se vrstvy nacházející pod ní ochlazují pomaleji a zůstávají delší dobu ve viskózně-tekutém stavu. Tokem další taveniny dochází ke vzniku velkého smykového napětí mezi nepohyblivou povrchovou vrstvou a pohybující se taveninou. Orientace tak dosahuje vysokého stupně. Směrem k ose se teplota taveniny zvyšuje, její viskozita klesá a stupeň orientace se snižuje. Maximum orientace se nachází vždy v podpovrchové vrstvě výstřiku. Makromolekuly se mohou orientovat jen po dobu toku taveniny, kdy jsou přítomna smyková napětí. Když ustane tok taveniny, vymizí smyková napětí a začne dezorientace makromolekul. Je zřejmé, že výsledný stupeň orientace se mění napříč stěnou výstřiku, tedy od povrchu směrem k ose, a se vzdáleností od ústí vtoku. V tomto směru klesá tlak v tavenině.

Orientace makromolekul tedy způsobuje anizotropii vlastností. Čím vyšší je stupeň orientace, tím vyšší je v tomto směru pevnost v tahu i modul pružnosti, naopak tažnost a rázová či vrubová houževnatost se snižují. Anizotropii vykazují i jiné vlastnosti, např. smrštění.

2.3 Polarizační mikroskopie [10]

Využití polarizovaného světla při studiu struktury je dáno typem zkoumaného polymeru, například zda je semikrystalický nebo amorfni. Semikrystalické polymery krystalizují bez přítomnosti velkého smykového napětí a jsou charakteristické svou strukturou sférolitů. Velikost, tvar a typ sférolitů, které jsou určeny teplotními podmínkami a podmínkami toku taveniny při krystalizaci, jsou silným indikátorem změn ve faktorech při výrobě výstřiku. Studie sférolitické struktury těchto materiálů odhalí strukturální změny způsobené měnícími se podmínkami při výrobě. Ve skutečnosti studie semikrystalických polymerů metodou polarizovaného světla představují velkou část všech studií polymerů pomocí světelného mikroskopu. Tato metoda je snadno aplikovatelná a jde o nedestruktivní test kvality.



Při práci s polymery je z hlediska dobrých výsledků nejlepší a nejspolehlivější způsob přípravy vzorků pomocí mikrotomu. Vzorky jsou jím řezány na tloušťku od 0,5 μm podle druhu materiálu a jeho struktury. Na našem trhu je nejrozšířenější sáňkový mikrotom. Posun hlavy s nožem se uskutečňuje velmi jemně na kuličkových ložiscích a nevyžaduje skoro žádnou údržbu. Mikrotom pracuje s mikrotomovými noži i žiletkami.

Polarizace světla

Normální světlo kmitá ve všech směrech kolmo na směr svého šíření. Polarizované světlo má kmity světelných vln uspořádané. Kmitá například jen v jednom směru kolmo ke směru šíření paprsku. Polarizaci světla lze provést např. odrazem, kdy při částečném odrazu dochází k částečné polarizaci lomeného a odraženého paprsku dvojlomem. Dříve se používal Nikolův hranol - drahý a náročný na výrobu, dnes se používají polarizační fólie. Při průchodu paprsku fólií dojde k dvojlomu a jeden ze vzniklých paprsků je fólií ihned absorbován.

Polarizační mikroskop

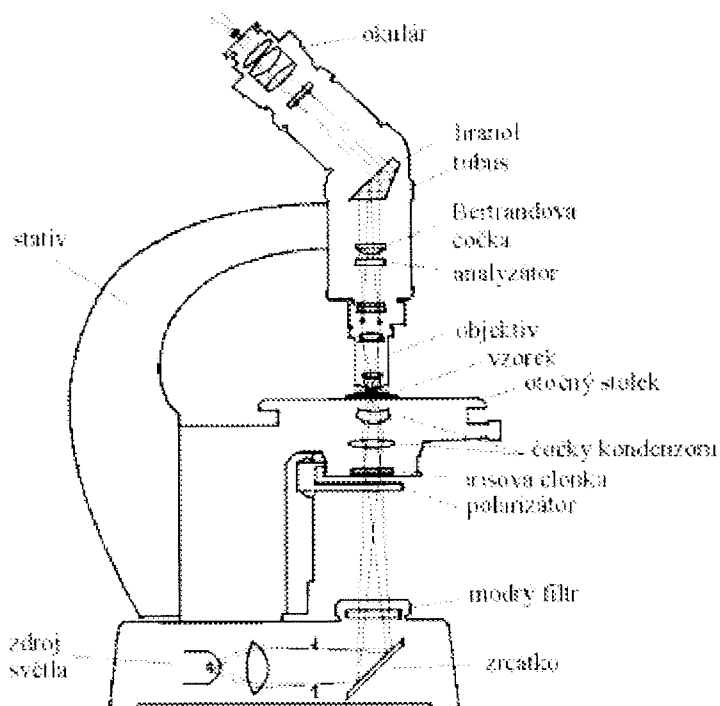
Polarizační mikroskop je vybaven polarizačním zařízením, které umožňuje studovat jevy, které nejsou v normálním nepolarizovaném světle pozorovatelné. Obecně se dá studium rozdělit na pozorování v procházejícím a odraženém světle. Při studiu v procházejícím světle se studují tenké průhledné vzorky, nejčastěji vytvořené pomocí mikrotomu. Preparáty se vkládají mezi podložní a krycí sklíčko. Při pozorování v odraženém světle se studují výbrusy. Toto se provádí zejména u materiálů, u kterých není možné pořídit průhledný vzorek.

Polarizační zařízení

Jedná se o nejdůležitější součást mikroskopu. Jsou to dva nikoly. První z nich, polarizátor, je zabudován v dolní části mikroskopu. Druhý, analyzátor, je umístěn v tubu a je možné ho vysunout a tím odstranit z optické soustavy mikroskopu. Pozorování lze provádět jen s polarizátorem - pozorování s jedním nikolem, nebo s oběma nikoly - pozorování se



zkříženými nikoly. Zde je výsledkem zhasnutí světlo, neboť polarizátor polarizuje světlo předozadním směrem a analyzátor pravolevým směrem (světlo polarizované polarizátorem je zastaveno analyzátozem).



Obr.2.24: Schéma jednoduchého typu polarizačního mikroskopu [10]



3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

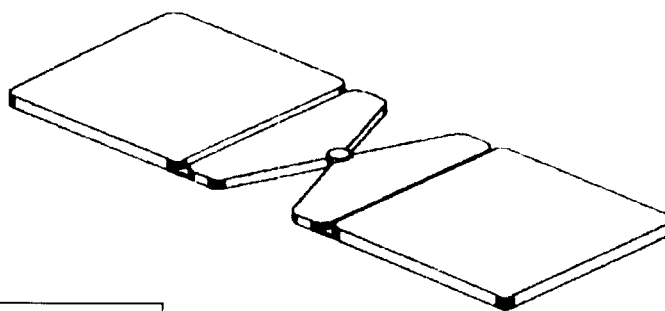
3.1 Zaměření a cíl práce

Experimentální část diplomové práce se zabývá tloušťkou amorfni vrstvy semikrystalického polymeru. Velikost této vrstvy je zjišťována v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovaného dílu. Pro určení velikosti této vrstvy byla použita metoda pozorování mikrotomových řezů polymeru v polarizovaném světle pomocí světelného mikroskopu.

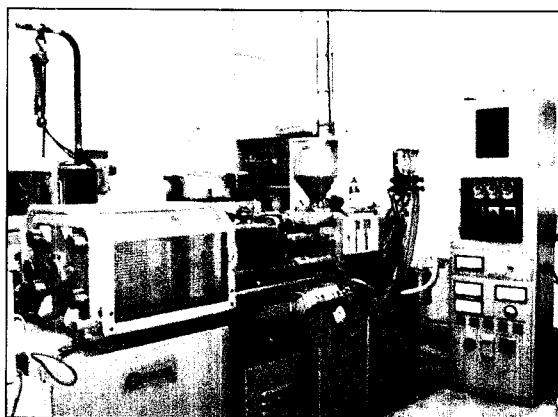
Dále jsou zjištěny a porovnány hodnoty získané ze zkoušky tahem dle ISO527-1, ze zkoušky rázem dle ISO 179 a hustoty dle ISO 1183 -1 a to na zkušebních tělesech vyrobených vstřikováním při různých teplotách temperace formy.

3.2 Výběr vhodného dílu

Pro určení tloušťky amorfni vrstvy semikrystalických materiálů byly vybrány vstřikované díly tvaru destičky o rozměrech 50 x 50 mm a tloušťce 1, 2, 3 a 4 mm (obr.3.1). Tyto destičky byly vstřikovány do dvojnásobné formy na vstřikovacím lisu ENGEL ES 25/50 (obr.3.2).



Obr.3.1: Výstřik tvaru destičky



Obr.3.2: Vstřikovací lis ENGEL ES 25/50



Tab.3.1: Technologické parametry vstřikování pro PP-Mosten MA230 a PE-Liten MB 77

Parametr	Jedn.	díl tvaru desky				zkušební tělesa	
		1 mm	2 mm	3 mm	4 mm	TAH	RÁZ
1. pásmo	°C	160					
2. pásmo (střed)	°C	140					
3. pásmo (násypka)	°C	120					
teplota taveniny	°C	240					
teplota temperace	°C	20, 40, 60, 80					
průměr trysky	mm	3					
vstřík + dotlak	s	10	10	10	10	15	15
chlazení	s	50	50	50	50	45	45
šnekování	s	5	5	5	5	5	5
celkový cyklus	s	70	70	70	70	70	70
vstřikovací tlak	MPa	5					
uzavírací tlak	MPa	14					
Dotlak	MPa	3,5					

3.2.1 Charakteristika měřeného materiálu

Polypropylén Mosten MA 230

Jedná se o homopolymer s úzkou distribucí molekulových hmotností, vysokou tekutostí taveniny, antistatickou aditivací, který je určen pro vstřikování. Vyznačuje se dobrou zpracovatelností a vysokým leskem. Je vhodný zejména pro vstřikování do násobných forem a pro výrobu tenkostěnných výrobků. Mezi typické aplikace patří výroba obalů pro potravinářský průmysl, obaly VHS kazet, DVD disků apod.

Tab.3.2: Vybrané fyzikální vlastnosti pro PP-Mosten MA 230

Vlastnost	Jednotka	Hodnota	Metoda
Index toku taveniny (230/2,16)	g/10min	30	ISO 1133
Hustota	kg/m ³	908	ISO 1183
Napětí na mezi kluzu	MPa	33	ISO 527
Celková tažnost	%	-200	ISO 527
Ohybový modul	MPa	1400	ISO 178
Vrubová houževnatost Charpy 23°C	kJ/m ²	2	ISO 179
Vrubová houževnatost Charpy 20°C	kJ/m ²	-	ISO 179
Teplota měknutí dle Vicata	°C	155	ISO 306
Tvrdoost Shore D	-	65	ISO 868



Polyetylén Liten MB 77

Je to lineární polyetylén, kopolymer s úzkou distribucí molekulových hmotností a vysokou tekutostí taveniny, určený pro zpracování vstřikováním. Typ spojuje tuhost a rázovou houževnatost se snadnou zpracovatelností a výbornou zatékavostí taveniny. Je vhodný pro výrobu různých věder, kelímků, předmětů pro domácnost apod.

Tab.3.3: Vybrané fyzikální vlastnosti pro PE-Liten MB 77

Vlastnost	Jednotka	Hodnota	Metoda
Index toku taveniny (190/2,16)	g/10min	16	ISO 1133
Hustota	kg/m ³	960	ISO 1183
Napětí na mezi kluzu	MPa	24	ISO 527
Tažnost na mezi kluzu	%	9	ISO 527
Ohybový modul	MPa	1000	ISO 178
Vrubová houževnatost Charpy 23°C	kJ/m ²	3,5	ISO 179
Vrubová houževnatost Charpy 50°C	kJ/m ²	-	ISO 179
Teplota měknutí dle Vicata	°C	125	ISO 306
Tvrдость Shore D	-	57	ISO 868

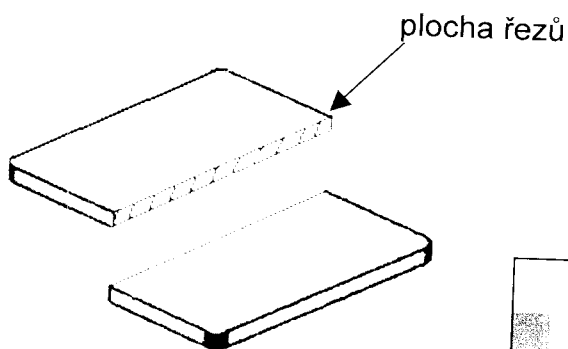


3.3 Velikost amorfni vrstvy

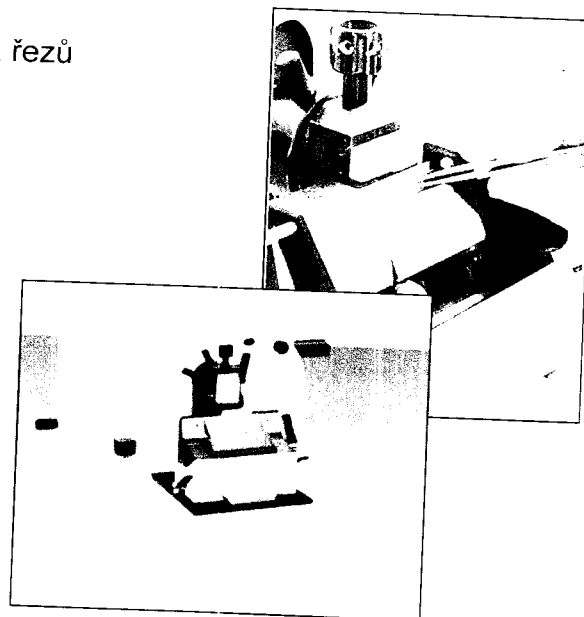
Experimentální měření bylo provedeno na světelném mikroskopu (obr.3.5) metodou pozorování mikrotomových řezů v polarizovaném světle. Ty byly dále zpracovávány v software LUCIA management, kde byla měřena tloušťka amorfni vrstvy jednotlivých materiálů v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovaného dílu. Pro tento experiment byly voleny díly tloušťky 1, 2, 3 a 4 mm vstřikované do formy temperované na teplotu 20, 40, 60 a 80°C. Jedná se o dvounásobnou, třideskovou formu s plným kuželovým vtokem a symetricky uspořádanou vtokovou soustavou. Vtok je kolmý na dělicí rovinu. Chlazení tvárniku je řešeno trubkovým temperačním systémem a chlazení tvárnice kruhovým chladicím systémem obdélníkového průřezu.

Příprava vzorků

Vzorky pro pozorování struktury v polarizovaném světle byly odebrány ze středu vstřikovaných destiček daných materiálů (obr.3.3). Destičky o rozměrech 50 x 50 mm a tloušťce 1, 2, 3 a 4 mm byly vstřikovány do formy temperované na teplotu 20, 40, 60 a 80°C. Vzorky (řezy) o tloušťce 30 μm byly oddělovány pomocí mikrotomu (obr.3.4). Ze středů těchto řezů byl odebrán vzorek o délce cca. 5 mm a vložen mezi podložní a krycí sklíčko mikroskopu.



Obr.3.3: Místo odběru vzorků

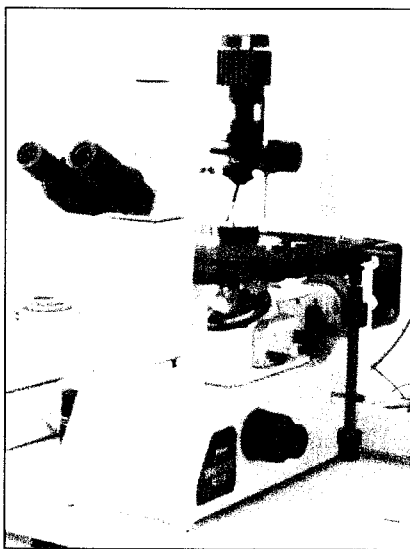


Obr.3.4: Mikrotom



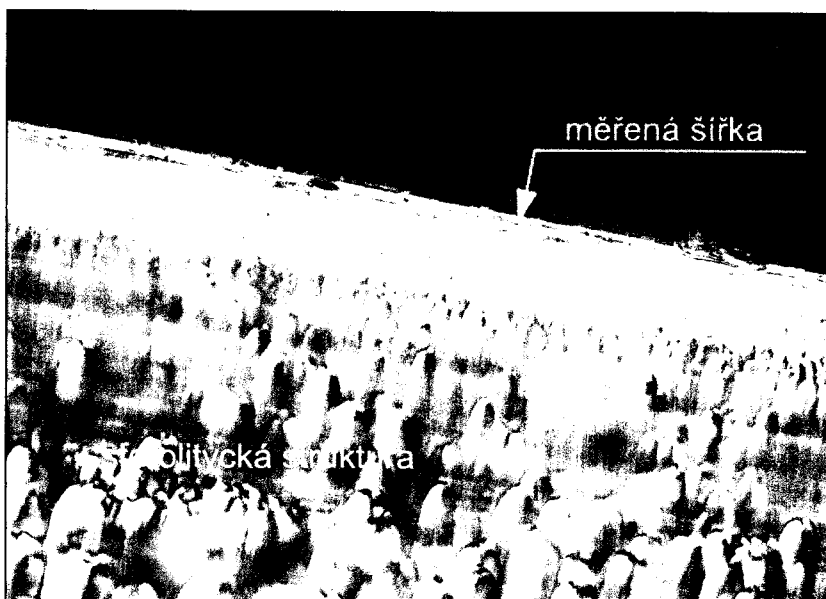
Postup měření

Před samotným měřením vzorků byl mikroskop (obr.3.5) seřízen. Pro pozorování předem připravených vzorků byl použit objektiv se zvětšením 50x a 100x. Postupně byly vkládány a zaostřeny jednotlivé vzorky a jejich obrazy byly pomocí software LUCIA managemet ukládány do paměti PC. Po získání a uložení obrazů všech měřených vzorků byly tyto obrazy znovu editovány a pomocí již zmíněného software byla měřena tloušťka amorfni vrstvy jednotlivých vzorků. Pro větší přesnost bylo měření provedeno na pěti místech pozorovaného řezu. Výsledná tloušťka amorfni vrstvy je průměrnou



Obr.3.5: Světelný mikroskop

hodnotou těchto měření. Příklad měření tloušťky amorfni vrstvy na řezu PE-Liten MB 77 odebraného ze vstřikované destičky o tloušťce 3 mm při teplotě temperace formy 60°C je znázorněn na obr.3.6. Naměřené hodnoty a výsledky jsou uvedeny v tab.3.4 a v tab.3.5.

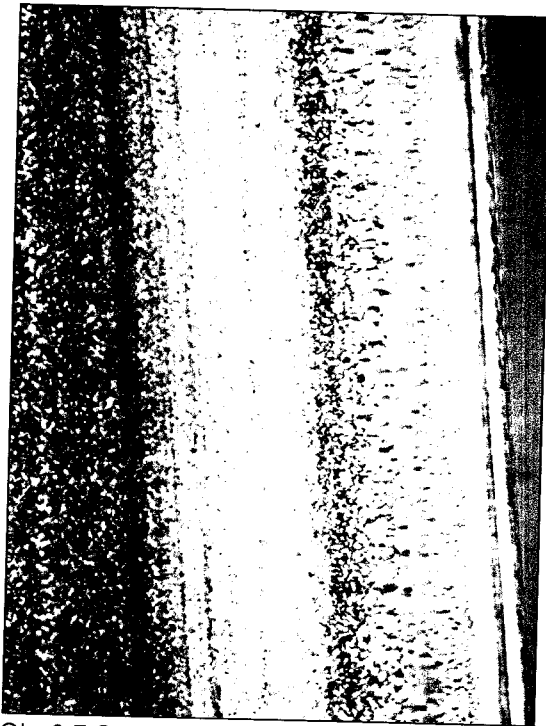


Obr.3.6: Struktura řezu PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{ mm}$



V následující části práce je uveden přehled pozorovaných struktur řezů daných materiálů vstřikovaných při různých teplotách formy, které jsou znázorněny na obr.3.7 až obr.3.38.

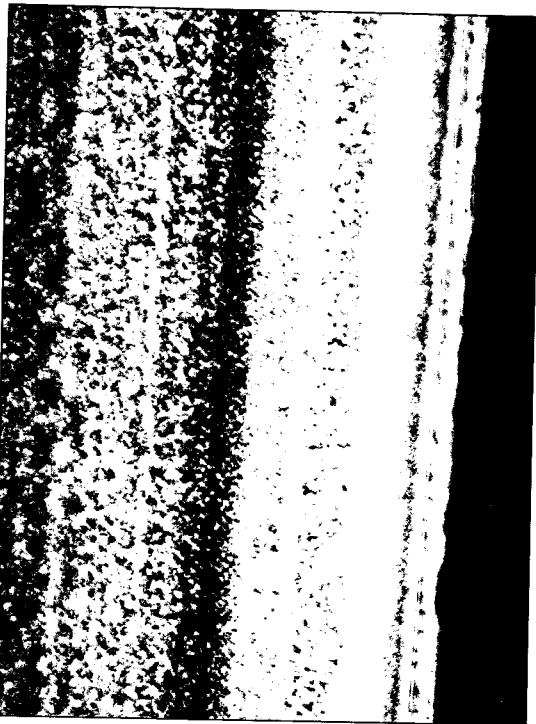
- Obr.3.7: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.8: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.9: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.10: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.11: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.12: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.13: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.14: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.15: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.16: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.17: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.18: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.19: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.20: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.21: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.22: Struktura PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.23: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.24: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.25: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.26: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.27: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.28: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.29: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.30: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.31: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.32: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.33: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.34: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.35: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.36: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.37: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)
- Obr.3.38: Struktura PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4 \text{ mm}$, zvětšení (50x)



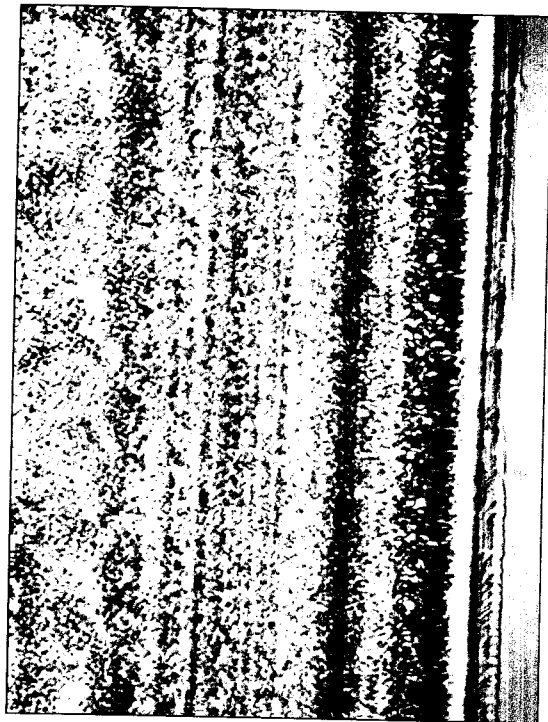
Obr.3.7: Struktura PE, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.8: Struktura PE, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



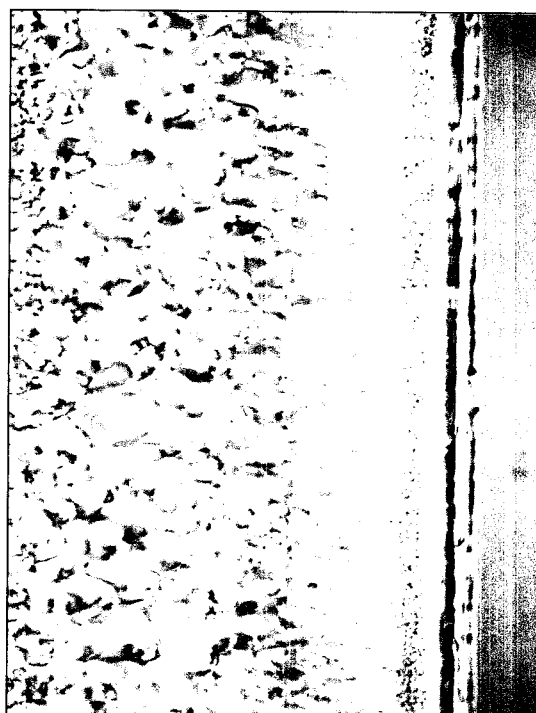
Obr.3.9: Struktura PE, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



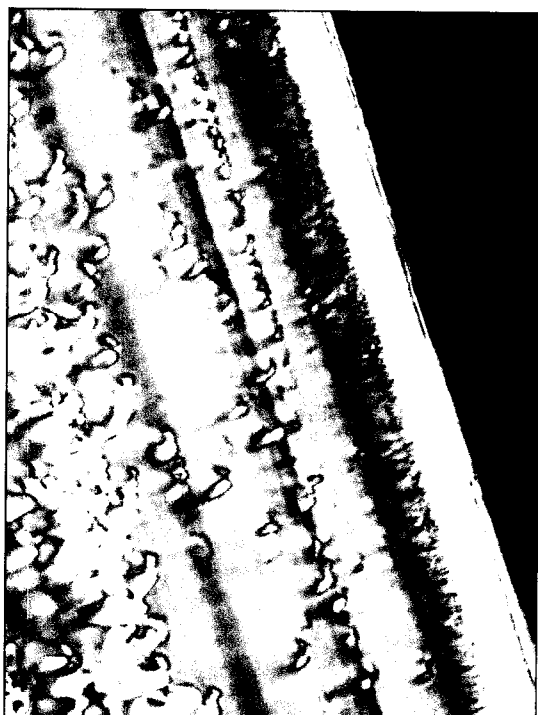
Obr.3.10: Struktura PE, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.11:Struktura PE, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



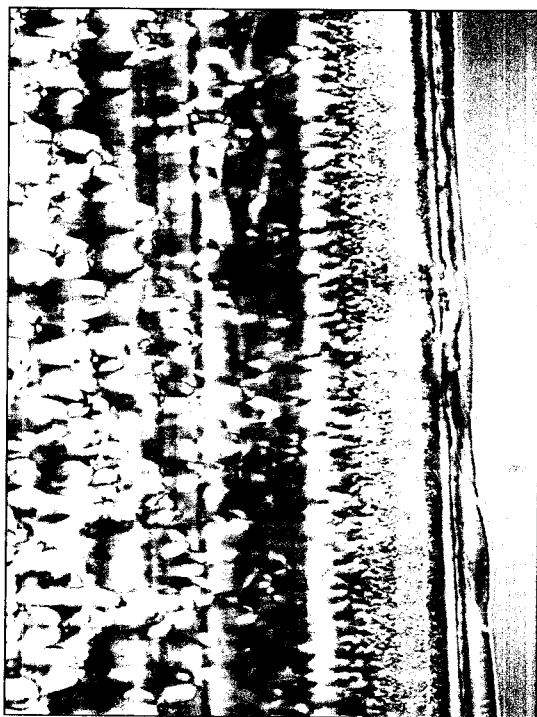
Obr.3.12:Struktura PE, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



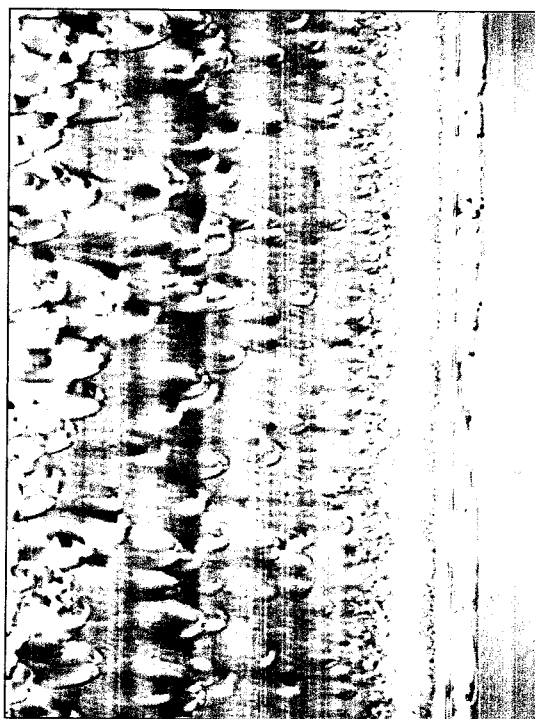
Obr.3.13:Struktura PE, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.14:Struktura PE, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.15:Struktura PE, $T_{fm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$
zvětšení (50x)



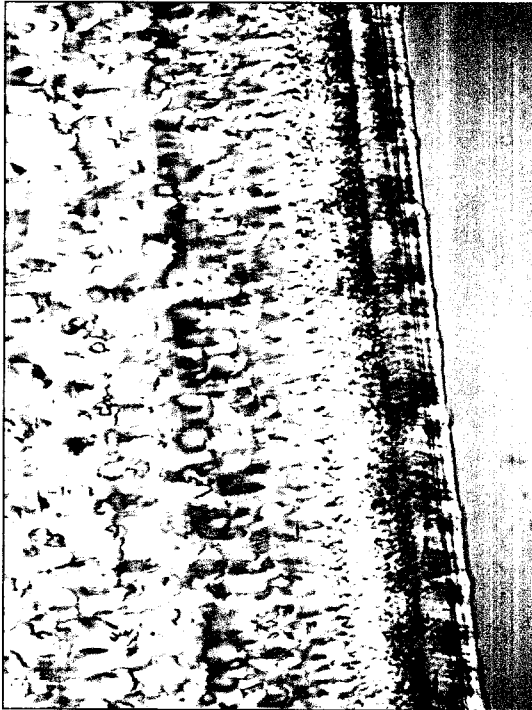
Obr.3.16:Struktura PE, $T_{fm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$
zvětšení (50x)



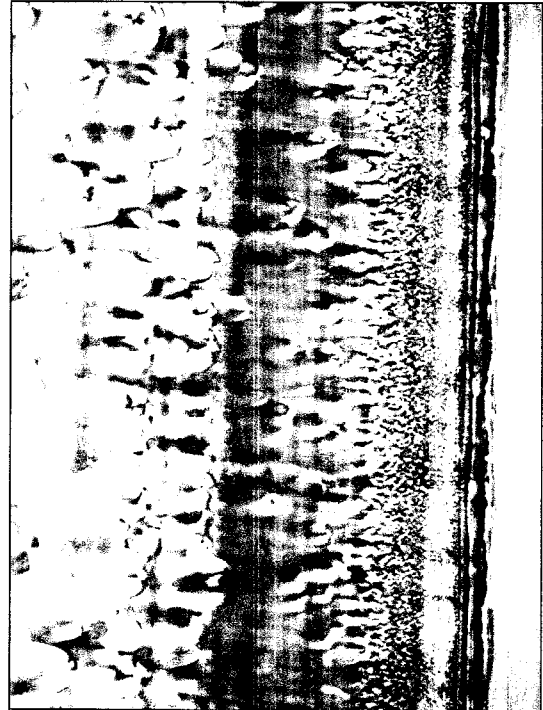
Obr.3.17:Struktura PE, $T_{fm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$
zvětšení (50x)



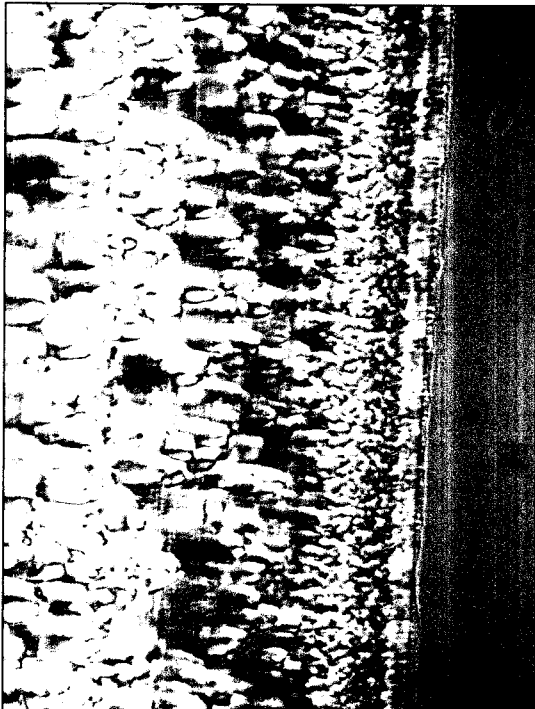
Obr.3.18:Struktura PE, $T_{fm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$
zvětšení (50x)



Obr.3.19: Struktura PE, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$
zvětšení (50x)



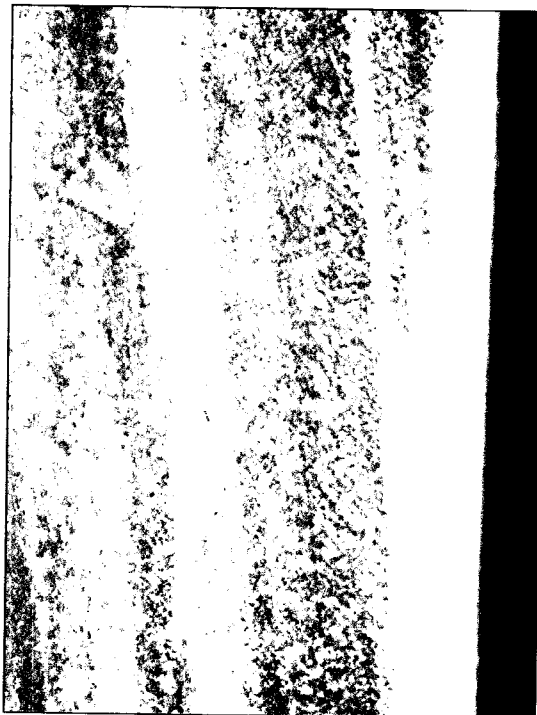
Obr.3.20: Struktura PE, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$
zvětšení (50x)



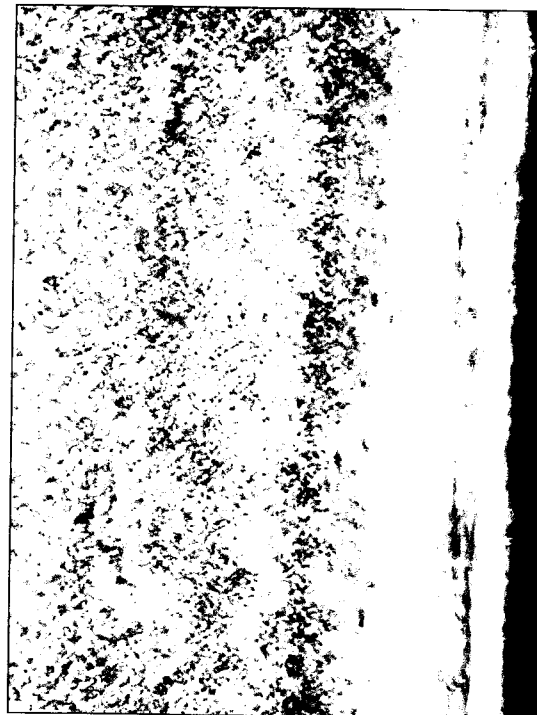
Obr.3.21: Struktura PE, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$
zvětšení (50x)



Obr.3.22: Struktura PE, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$
zvětšení (50x)



Obr.3.23: Struktura PP, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.24: Struktura PP, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.25: Struktura PP, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.26: Struktura PP, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 1\text{mm}$ zvětšení (50x)



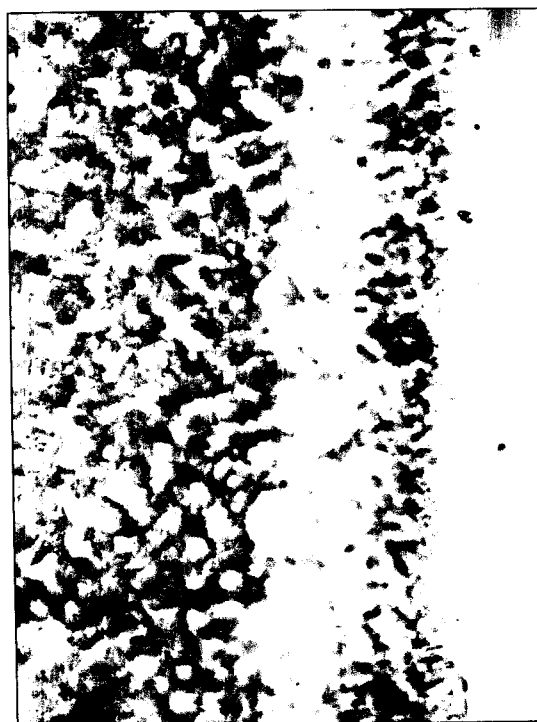
Obr.3.27: Struktura PP, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



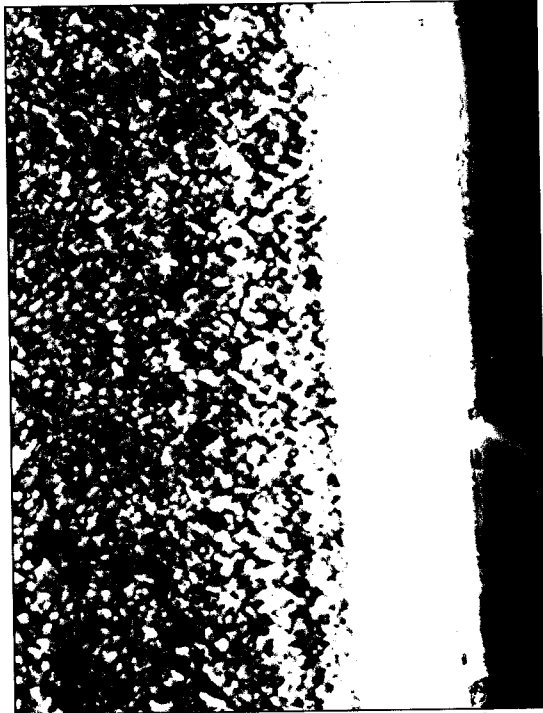
Obr.3.28: Struktura PP, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.29: Struktura PP, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr.3.30: Struktura PP, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 2\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.31: Struktura PP, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.32: Struktura PP, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$ zvětšení (50x)



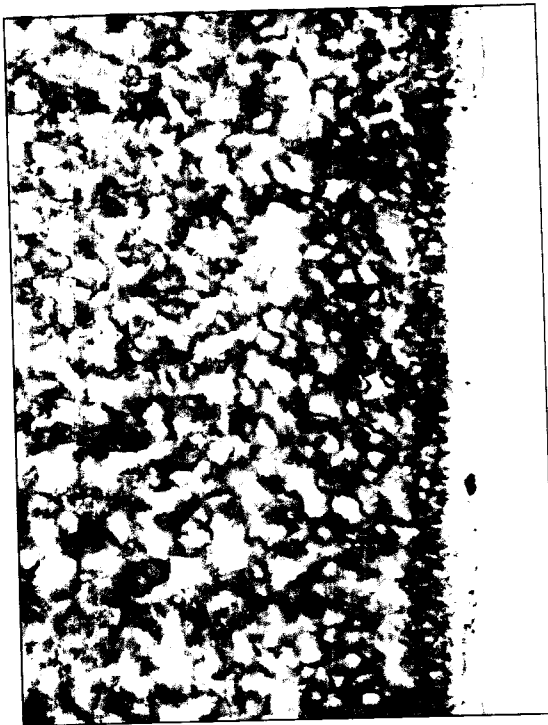
Obr. 3.33: Struktura PP, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.34: Struktura PP, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 3\text{mm}$ zvětšení (50x)



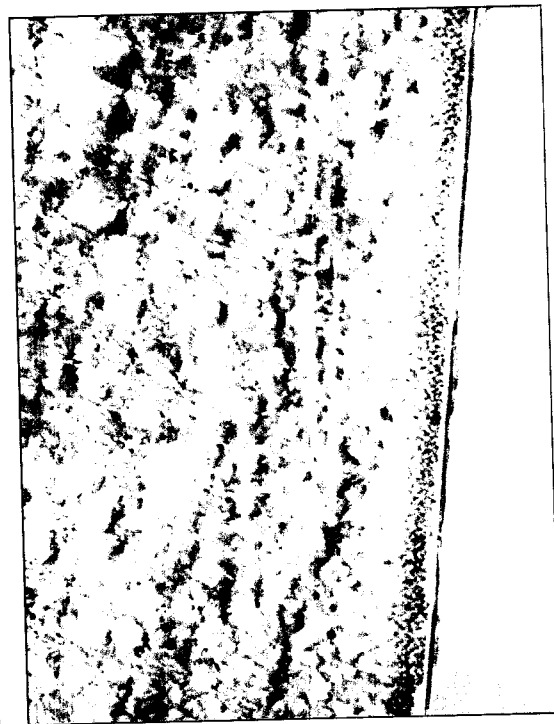
Obr. 3.35: Struktura PP, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.36: Struktura PP, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.37: Struktura PP, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$ zvětšení (50x)



Obr. 3.38: Struktura PP, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$, $t_s = 4\text{mm}$ zvětšení (50x)



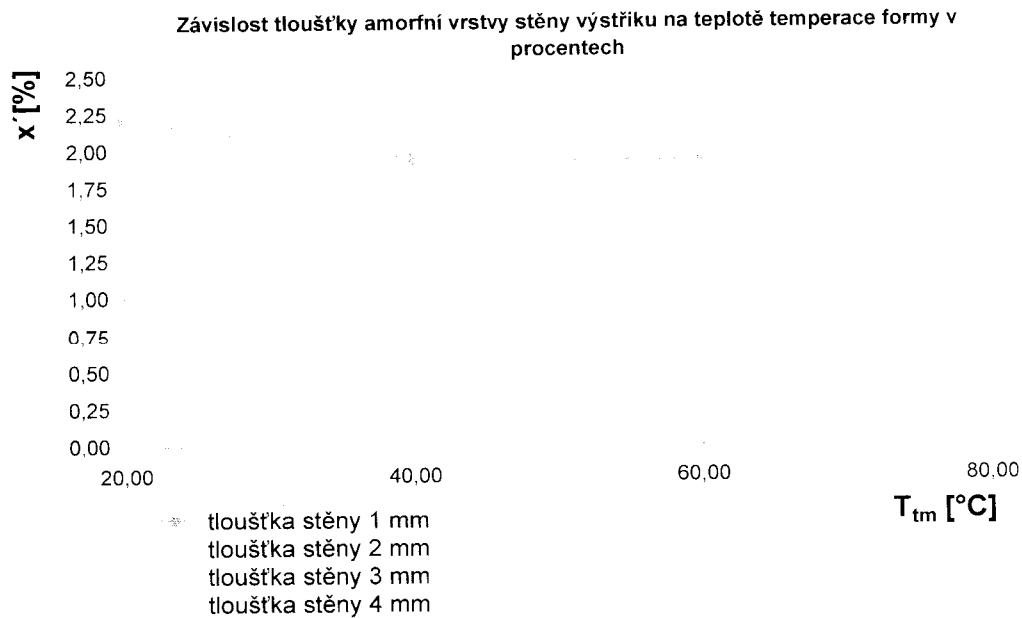
Tab.3.4: Výsledky měření tloušťky amorfni vrstvy u vzorků vyrobených vstřikováním z PE-Liten MB 77 při různých T_{tm}

a) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. v.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	22,52	24,18	31,25	38,68
2	21,19	25,26	32,21	36,69
3	21,96	27,53	33,44	37,45
4	22,09	27,34	33,80	36,34
5	22,94	26,93	33,77	37,35
\bar{x}	22,14	26,25	32,89	37,30
s	$\pm 0,66$	$\pm 1,46$	$\pm 1,12$	$\pm 0,90$
x' [%]	2,21	1,31	1,10	0,93
b) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. v.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	18,65	22,54	30,49	30,35
2	19,22	22,34	30,62	29,84
3	20,11	22,24	29,33	31,43
4	19,87	21,40	31,04	31,87
5	19,30	21,63	31,34	31,58
\bar{x}	19,43	22,03	30,56	31,01
s	$\pm 0,58$	$\pm 0,49$	$\pm 0,77$	$\pm 0,87$
x' [%]	1,94	1,10	1,02	0,78
c) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. v.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	18,42	17,29	26,20	21,78
2	18,60	17,44	25,82	20,30
3	19,10	17,03	26,29	21,17
4	20,73	16,79	27,45	20,92
5	20,53	18,45	28,51	20,77
\bar{x}	19,48	17,40	26,85	20,99
s	$\pm 1,08$	$\pm 0,64$	$\pm 1,11$	$\pm 0,54$
x' [%]	1,95	0,87	0,90	0,52
d) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. v.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	15,90	16,45	17,83	25,97
2	16,59	17,58	18,50	25,74
3	15,77	18,17	17,31	27,33
4	14,69	17,73	18,22	26,05
5	15,58	17,48	17,49	28,14
\bar{x}	15,71	17,48	17,87	26,65
s	$\pm 0,68$	$\pm 0,63$	$\pm 0,49$	$\pm 1,04$
x' [%]	1,57	0,87	0,60	0,67



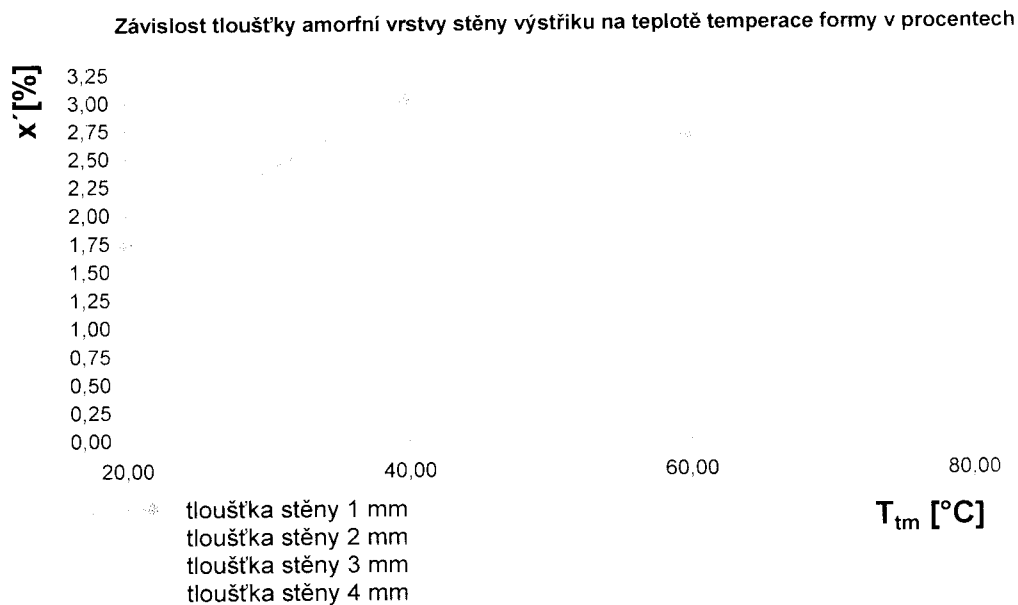
Tab.3.5: Výsledky měření tloušťky amorfni vrstvy u vzorků vyrobených vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

a) PP- Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. m.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	24,45	29,34	36,99	27,54
2	15,56	28,90	37,17	27,71
3	17,12	28,07	36,79	26,75
4	14,04	28,80	37,10	26,62
5	15,27	29,10	37,55	27,41
\bar{x}	17,29	28,84	37,12	27,21
s	$\pm 4,15$	$\pm 0,48$	$\pm 0,28$	$\pm 0,49$
$x' [\%]$	1,73	1,44	1,24	0,68
b) PP- Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. m.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	29,50	25,64	38,34	19,78
2	30,06	27,63	29,60	20,13
3	30,74	26,70	29,05	19,07
4	30,51	27,50	27,62	20,62
5	30,97	27,95	28,77	20,02
\bar{x}	30,36	27,08	30,68	19,92
s	$\pm 0,58$	$\pm 0,93$	$\pm 4,34$	$\pm 0,57$
$x' [\%]$	3,04	1,35	1,02	0,50
c) PP- Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. m.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	26,65	17,49	13,46	20,27
2	27,36	16,42	11,79	21,59
3	27,43	17,80	12,88	24,41
4	26,90	17,10	11,80	20,63
5	25,95	16,25	12,30	20,77
\bar{x}	26,86	17,01	12,45	21,76
s	$\pm 0,60$	$\pm 0,67$	$\pm 0,72$	$\pm 1,85$
$x' [\%]$	2,69	0,85	0,41	0,54
d) PP- Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$				
tl. stěny	1 mm	2 mm	3 mm	4 mm
č. m.	tloušťka amorfni vrstvy [μm]			
1	24,21	14,96	11,31	8,50
2	22,93	14,97	10,91	8,81
3	24,80	15,96	10,22	8,44
4	24,59	14,20	10,86	7,89
5	24,21	15,10	11,82	9,22
\bar{x}	24,15	15,04	11,02	8,57
S	$\pm 0,73$	$\pm 0,63$	$\pm 0,59$	$\pm 0,49$
$x' [\%]$	2,41	0,75	0,37	0,21



Obr.3.39: Grafické vyjádření závislosti tloušťky amorfni vrstvy stěny výstřiku na teplotě temperace formy v procentech pro PE-Liten MB 77

Z tohoto grafu je zřejmé, že tloušťka amorfni vrstvy stěny v procentech roste nejen se snižující se tloušťkou stěny výstřiku, ale také s klesající teplotou temperace.



Obr.3.40: Grafické vyjádření závislosti tloušťky amorfni vrstvy stěny výstřiku na teplotě temperace formy v procentech pro PP- Mosten MA 230

U tohoto materiálu je podobná tendence růstu tloušťky amorfni vrstvy stěny výstřiku v procentech se snižující se teplotou temperace a tloušťkou stěny výstřiku jako u předchozího materiálu. Pokles křivky na teplotě temperace 20°C, vyjadřující tloušťku amorfni vrstvy stěny v procentech u výstřiku o tloušťce stěny 1 mm, je pravděpodobně způsoben špatným vzorkem. Pro toto měření byl totiž z důvodu vysokých nákladů a časové náročnosti použit jen jeden vzorek pro každou teplotou temperace a tloušťku stěny.



3.4 Hodnocení mechanických a fyzikálních vlastností

3.4.1 Zkouška tahem [14]

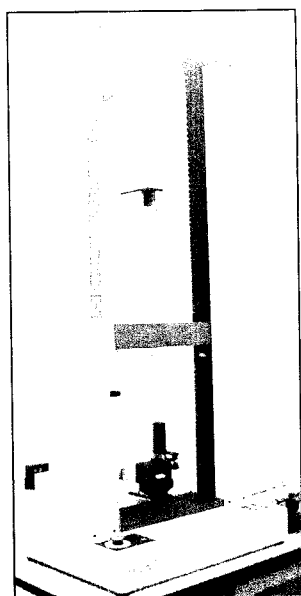
Tahová zkouška je metoda ke zjištění nejdůležitějších mechanických vlastností plastů. Zpravidla se jedná o zkoušku krátkodobou, která podle normy ČSN EN ISO 527-1/2 hodnotí chování plastů při jednoosém tahovém zatěžování konstantní rychlostí. Zkouška se provádí při stanovených podmínkách na tělesech, která jsou definována normou. Výsledky zkoušky závisí nejen na podmínkách výroby zkušebních tělísek, ale i na podmínkách v průběhu samotné zkoušky. Zkouška podle této normy slouží v první řadě ke stanovení kvality plastu.

Příprava vzorků

Zkušební vzorky byly vstřikovány na vstřikovacím lisu ENGEL ES 25/50 (obr.3.2) do dvojnásobné formy temperované na teplotu 20, 40, 60 a 80°C. Rozměry vzorků odpovídají normě ČSN EN ISO 527-2 (obr.3.42).

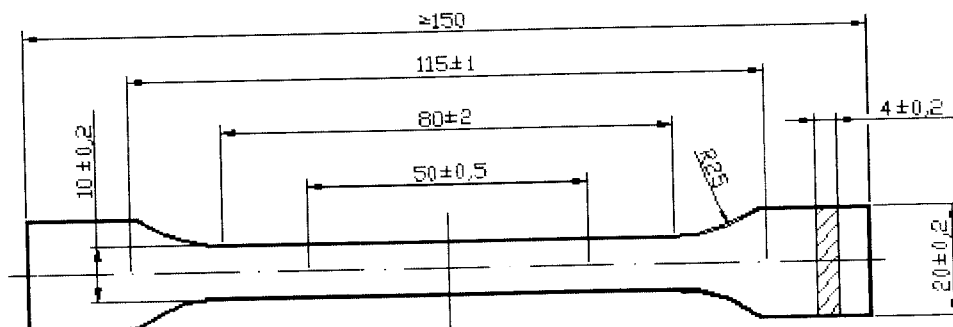
Průběh zkoušky

Zkušební tělíčko (obr.3.42) je upnuto v čelistech trhacího stroje (obr.3.41) tak, aby bylo protahováno ve směru své hlavní osy a byla dodržena předepsaná počáteční vzdálenost čelistí 115 ± 1 mm. K zamezení



prokluzu tělesa musí být čelisti rovnoměrně a pevně dovrány. Zkušební těleso je podle ČSN EN ISO 527-2 namáháno ve směru své hlavní osy konstantní rychlostí. V průběhu zkoušky je pomocí software QMAT odečítána mez kluzu, síla kluzu, prodloužení v mezi kluzu, tahová pevnost, maximální síla, prodloužení v maximu, napětí ve zlomu, síla ve zlomu a změna měřené délky. Podle potřeby je zaznamenávána i křivka $F-\Delta l$, která je nutná ke stanovení smluvní meze kluzu. Tu lze určit jen pokud zaškrcení začíná v oblasti měřené délky.

Obr.3.41: Trhací stroj Hounsfield H 10 KT



Obr.3.42: Tvar a rozměry zkušebních těles pro zkoušku tahem [10]

Protokol o zkoušce:

- a) označení zkoušky: ISO527-2/1A/50
- b) materiál: PP-Mosten MA 230
PE-Liten MB 77
- c) povaha materiálu: semikrystalický
- d) forma materiálu: zkušební tělísko
datum výroby PP - 29.3.2005
PE - 5.4.2005
tvar a rozměry odpovídají obr.3.42
- e) typ zkoušeného tělesa: 1A
šířka pracovní části $b = 10 \pm 0.2$ mm
tloušťka pracovní části $h = 4 \pm 0.2$ mm
- f) metoda přípravy zkušebních těles: vstřikování
- g) počet zkoušených těles: 10 ks pro každou skupinu
- h) podmínky kondicionace: 24hodin
teplota 23°C
relativní vlhkost 50%
- i) indikátor prodloužení: 100 RS
- j) použitý stroj: HOUNSFIELD H 10 KT (obr.3.41)
software QMAT
- k) rychlost zkoušení: 50 mm/min
- l) jednotlivé výsledky zkoušek: naměřené hodnoty a výsledky jednotlivých zkoušek včetně aritmetických průměrů a standardních



odchylek jsou uvedeny v tab.3.6 a v tab.3.7

m) vyřazená zkušební tělesa:

zkušební tělesa č.10 z tab.3.6a, č.3 a č.5 z tab.3.6b, č.6 a č.10 z tab.3.6c, č.4 z tab.3.6d, č.4 a č.7 z tab.3.7a, č.2 z tab.3.7b, č.8 a č.9 z tab.3.7c, č.2 a č.3 z tab.3.7d zvýrazněná šedě, podmínkám zkoušky nevyhověla, protože po zahájení zkoušky došlo k vytvoření krčku mimo měřenou oblast, tyto vzorky nejsou do statistického vyhodnocení výsledků zahrnuty

n) data zkoušky:

PP - 30.3.2005

PE - 6.4.2005

Tab.3.6: Výsledky tahové zkoušky dle ISO 527-2/1A/50 pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

a) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	31,58	8,20	31,58	8,20	11,93	336,00
2.	30,81	9,20	30,81	9,20	15,19	179,20
3.	31,19	9,20	31,19	9,20	12,91	352,00
4.	30,50	9,30	30,50	9,30	11,22	219,50
5.	30,28	9,00	30,28	9,00	17,75	418,00
6.	30,30	9,10	30,30	9,10	17,81	428,00
7.	31,13	8,80	31,13	8,80	13,84	553,60
8.	31,19	8,20	31,19	8,20	12,28	252,00
9.	30,72	8,80	30,72	8,80	11,59	508,00
10.	31,15	9,10	31,15	9,10	12,90	354,50
\bar{x}	30,86	8,87	30,86	8,87	13,84	360,70
s	$\pm 0,45$	$\pm 0,42$	$\pm 0,45$	$\pm 0,42$	$\pm 2,54$	$\pm 128,50$



Tab.3.6: Výsledky tahové zkoušky dle ISO 527-2/1A/50 pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

b) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	31,46	8,80	31,46	8,80	18,90	769,60
2.	30,81	16,80	30,81	16,80	18,66	516,00
3.	31,35	8,40	31,35	8,40	29,14	14,60
4.	31,91	9,00	31,91	9,00	18,59	230,00
5.	31,31	8,00	31,31	8,00	13,73	518,40
6.	31,19	10,40	31,19	10,40	19,00	593,60
7.	31,54	8,80	31,54	8,80	18,45	604,00
8.	31,65	7,20	31,65	7,20	15,49	340,00
9.	31,50	8,00	31,50	8,00	16,73	300,00
10.	31,61	8,75	31,61	8,75	15,23	222,00
\bar{x}	31,46	9,72	31,46	9,72	17,63	446,90
S	$\pm 0,33$	$\pm 3,00$	$\pm 0,33$	$\pm 3,00$	$\pm 1,57$	$\pm 202,04$
c) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	32,74	8,80	32,74	8,80	14,66	342,00
2.	32,85	8,80	32,85	8,80	15,79	500,00
3.	32,55	8,00	32,55	8,00	12,60	352,00
4.	32,59	8,25	32,59	8,25	12,30	210,30
5.	32,81	8,72	32,81	8,72	19,46	23,20
6.	32,96	8,25	32,96	8,25	27,97	20,80
7.	31,91	8,00	31,91	8,00	13,20	217,30
8.	33,15	8,00	33,15	8,00	13,31	426,00
9.	32,74	7,68	32,74	7,68	12,50	150,40
10.	33,00	8,10	33,00	8,10	17,93	282,00
\bar{x}	32,67	8,28	32,67	8,28	14,23	277,65
S	$\pm 0,36$	$\pm 0,44$	$\pm 0,36$	$\pm 0,44$	$\pm 2,43$	$\pm 155,94$
d) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	35,10	7,38	35,10	7,38	31,05	18,90
2.	35,21	7,15	35,21	7,15	29,59	19,10
3.	35,21	7,10	35,21	7,10	30,75	14,60
4.	35,10	7,20	35,10	7,20	12,60	718,40
5.	34,91	6,87	34,91	6,87	29,93	22,40
6.	34,91	7,49	34,91	7,49	30,75	15,20
7.	34,65	7,04	34,65	7,04	32,14	12,20
8.	34,69	6,64	34,69	6,64	28,73	24,80
9.	34,99	7,14	34,99	7,14	31,09	15,00
10.	34,95	7,28	34,95	7,28	31,88	16,70
\bar{x}	34,96	7,12	34,96	7,12	30,66	17,66
s	$\pm 0,20$	$\pm 0,26$	$\pm 0,20$	$\pm 0,26$	$\pm 1,09$	$\pm 4,04$



Tab.3.7: Výsledky tahové zkoušky dle ISO 527-2/1A/50 pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PE-Liten MB 77 při různých T_{tm}

a) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	23,90	3,50	23,90	3,50	12,33	434,00
2.	23,63	12,00	23,63	12,00	12,38	702,00
3.	23,53	9,60	23,53	9,60	12,35	676,00
4.	23,65	16,00	23,65	16,00	12,50	434,00
5.	23,73	13,60	23,73	13,60	12,73	718,00
6.	23,58	9,00	23,58	9,00	10,68	1104,00
7.	23,78	16,20	23,78	16,20	12,35	264,00
8.	23,53	12,00	23,53	12,00	12,15	558,00
9.	23,43	9,00	23,43	9,00	12,35	1002,00
10.	21,80	10,50	21,80	10,50	10,25	478,00
\bar{x}	23,39	9,90	23,39	9,90	11,90	709,00
S	$\pm 0,66$	$\pm 3,06$	$\pm 0,66$	$\pm 3,06$	$\pm 0,91$	$\pm 237,51$
b) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [Mpa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	23,98	8,80	23,98	8,80	9,00	548,00
2.	23,68	9,50	23,68	9,50	12,33	494,00
3.	23,80	8,80	23,80	8,80	9,68	556,00
4.	23,78	8,00	23,78	8,00	12,43	888,00
5.	23,55	9,00	23,55	9,00	9,58	1112,00
6.	24,03	9,00	24,03	9,00	10,95	1032,00
7.	23,68	9,60	23,68	9,60	9,33	522,00
8.	24,15	9,00	24,15	9,00	12,73	1092,00
9.	23,45	8,80	23,45	8,80	5,28	636,00
10.	23,53	9,00	23,53	9,00	12,90	832,00
\bar{x}	23,77	8,89	23,77	8,89	10,21	802,00
S	$\pm 0,24$	$\pm 0,41$	$\pm 0,24$	$\pm 0,41$	$\pm 2,41$	$\pm 243,00$
c) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	23,95	9,00	23,95	9,00	12,05	1211,00
2.	23,75	9,60	27,25	9,60	9,68	574,00
3.	23,85	10,50	23,85	10,50	11,90	454,00
4.	24,08	9,00	24,08	9,00	12,18	1184,00
5.	23,90	9,60	23,90	9,60	11,83	526,00
6.	23,90	12,00	23,90	12,00	11,85	1037,00
7.	22,95	10,00	22,95	10,00	11,60	392,00
8.	24,05	3,00	24,05	3,00	11,38	454,00
9.	22,70	9,78	22,70	9,78	19,18	26,00
10.	23,98	9,00	23,98	9,00	12,73	1250,00
\bar{x}	23,80	9,84	23,80	9,84	11,73	828,50
s	$\pm 0,35$	$\pm 1,03$	$\pm 0,35$	$\pm 1,03$	$\pm 0,89$	$\pm 374,33$



Tab.3.7: Výsledky tahové zkoušky dle ISO 527-2/1A/50 pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PE-Liten MB 77 při různých T_{tm}

d) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$						
č. v.	σ_y [MPa]	ϵ_y [%]	σ_M [MPa]	ϵ_M [%]	σ_B [MPa]	ϵ_t [%]
1.	24,90	8,50	24,90	8,50	8,13	476,00
2.	24,93	9,00	24,93	9,00	11,80	936,00
3.	25,28	9,00	25,28	9,00	9,50	874,00
4.	25,03	8,00	25,03	8,00	2,63	622,00
5.	25,41	8,00	25,41	8,00	9,19	782,00
6.	25,50	7,50	25,50	7,50	10,94	1259,00
7.	25,38	8,80	25,38	8,80	9,41	644,00
8.	24,73	9,00	24,73	9,00	12,38	294,00
9.	25,25	8,80	25,25	8,80	9,44	682,00
10.	25,38	8,50	25,38	8,50	10,94	372,00
\bar{x}	25,20	8,39	25,20	8,39	9,13	641,38
s	$\pm 0,28$	$\pm 0,51$	$\pm 0,28$	$\pm 0,51$	$\pm 2,94$	$\pm 298,53$

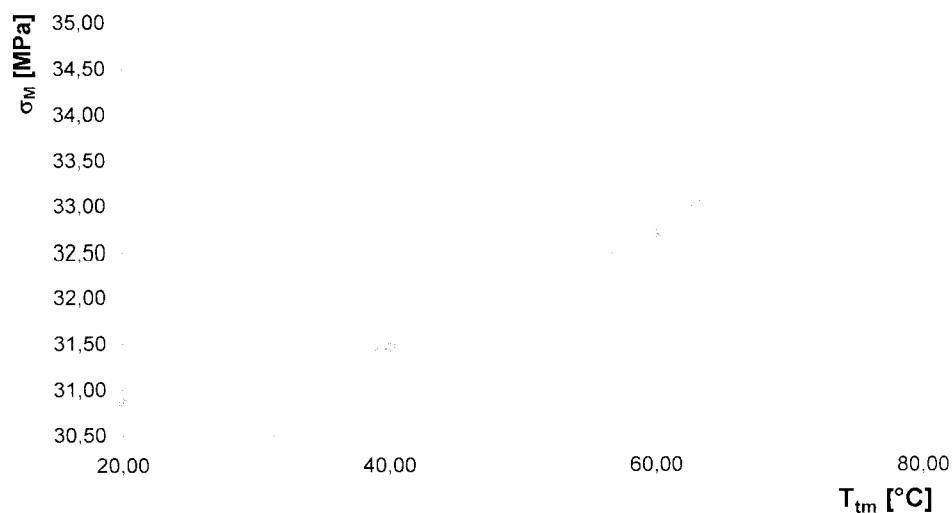
Statistické vyhodnocení:

aritmetický průměr:
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i, \quad n - \text{počet zk. těles} \quad (3.1)$$

směrodatná odchylka:
$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3.2)$$



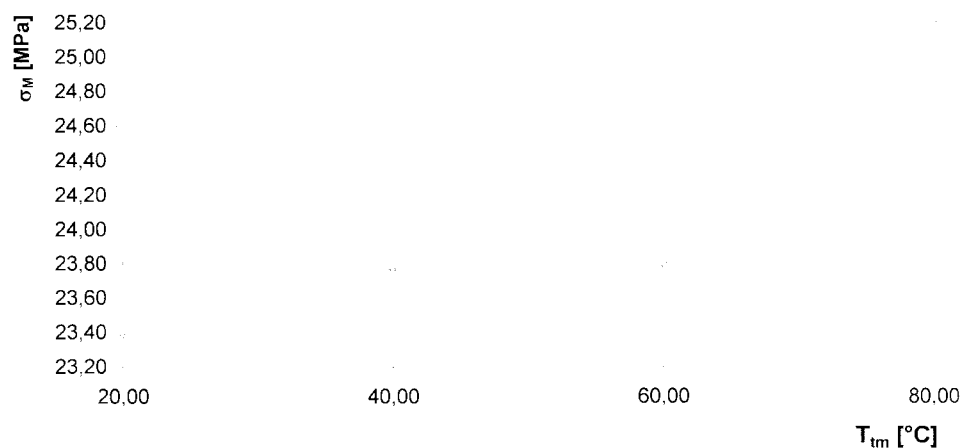
Závislost meze pevnosti v tahu na teplotě temperace



Obr.3.43: Grafické vyjádření závislosti meze pevnosti v tahu σ_M na teplotě temperace formy pro PP-Mosten MA 230

Z tohoto grafu je zřejmé, že mez pevnosti roste úměrně s rostoucí teplotou temperace, to značí zvyšující se podíl krystalické fáze. Mez pevnosti při teplotě temperace 80°C je až o 13 % větší než při 20°C.

Závislost meze pevnosti v tahu na teplotě temperace



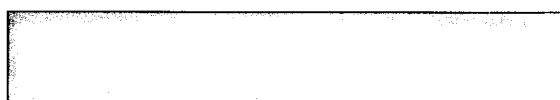
Obr.3.44: Grafické vyjádření závislosti meze pevnosti v tahu σ_M na teplotě temperace formy pro PE-Liten MB 77

U tohoto materiálu je vidět, že se zvyšující se teplotou temperace roste i mez pevnosti v tahu. Mezi teplotami 20 až 60°C je nárůst minimální. Při teplotě temperace 80°C se však mez pevnosti zvýší skoro až o 8 %.



3.4.2 Zkouška vrubové houževnatosti metodou Charpy [15]

Rázová houževnatost se často používá ke zkoumání chování plastů za daných podmínek rázu a pro posouzení křehkosti či houževnatosti zkušebních těles v mezích daných podmínkami normy. Zkušební tělesa ze zkoušených materiálů se však při této zkoušce nelámala (obr.3.45), proto musela být opatřena vrubem dle normy ISO 179/1eA (obr.3.46). Zjišťovaným parametrem byla vrubová houževnatost Charpy a_{cN} dle ISO 179 definovaná jako rázová energie spotřebovaná k přeražení zkoušeného tělesa opatřeného vrubem, vztahená na původní průřez zkoušeného tělesa pod vrubem.



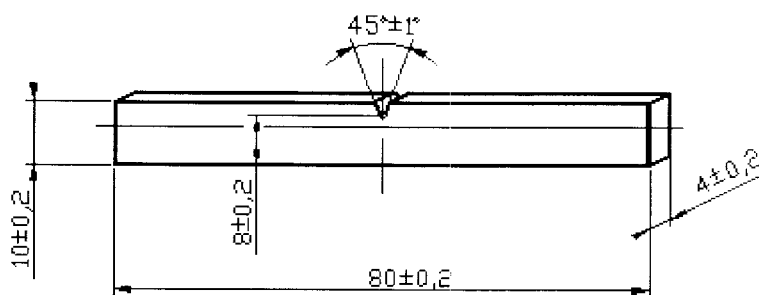
Obr.3.45: Nepřeražené zkušební těleso

$$a_{cN} = \frac{W}{h \cdot b_N} \cdot 10^3 \quad [\text{kJ} \cdot \text{m}^{-2}] \quad (3.3)$$

W [$\text{kJ} \cdot \text{m}^{-2}$] ... korigovaná energie spotřebovaná k přeražení zkušebního tělesa

h [mm]tloušťka zkušebního tělesa

b_N [mm] šířka zkušebního tělesa pod vrubem

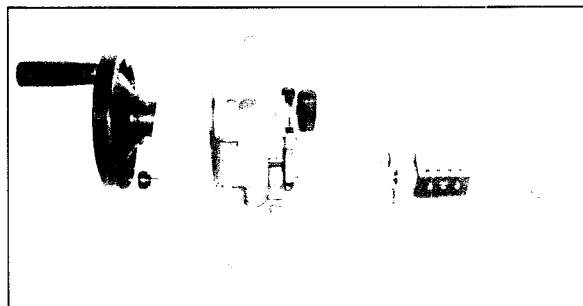


Obr.3.46: Tvar a rozměry zkušebního tělesa pro zkoušku vrubové houževnatosti [11]



Příprava vzorků

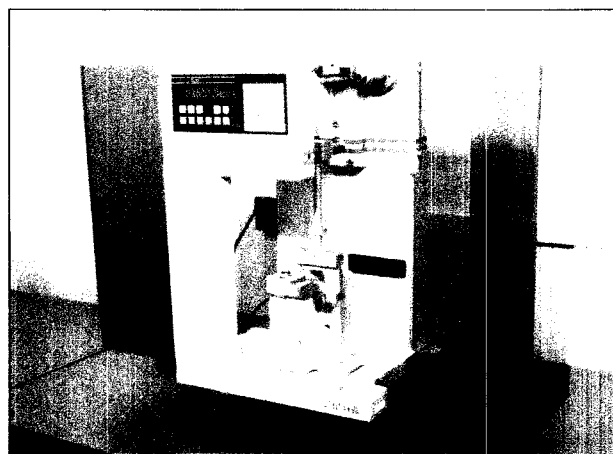
Zkušební vzorky byly vstříkovány na lisu ENGEL ES 25/50 (obr.3.2) do formy temperované na teplotu 20, 40, 60 a 80°C. Dále byly pomocí vrubovačky CEAST s mikrometrem (obr.3.47) opatřeny vrubem typu A dle normy ISO 179 (obr.3.46).



Obr.3.47: Vrubačka CEAST s mikrometrem

Průběh zkoušky

Před začátkem zkoušky je přístroj (obr.3.48) vyvážen a zkalibrován pro danou energetickou hodnotu kladiva. Rázové kladivo je zajištěno ve výchozí pracovní poloze. Zkušební těleso se umístí na podpěry stroje tak, aby břit kladiva narazil z opačné strany přesně proti vrubu, a kladivo se uvolní. Po provedení kyvu se kladivo manuálně zastaví. Zjištěné hodnoty měření jsou uloženy v paměti stroje a ty můžeme podle potřeby editovat.



Obr.3.48: Rázové kladivo CEAST Resil 5.5



Protokol o zkoušce:

- a) použitá norma: ČSN EN ISO 179 (ČSN 0612)
- b) označení metody: ISO 179/1eA
- c) materiál: PP-Mosten MA 230
PE-Liten MB 77
- d) povaha materiálu: semikrystalický
- e) forma materiálu: zkušební těleso
datum výroby PP - 29.3.2005
PE - 5.4.2005
tvar a rozměry odpovídají obr.3.46
- f) rychlost rázu: 2,9 m.s⁻¹ (±10%)
- g) nominální energie kyvadla: 0,5 J
- h) způsob přípravy zkušebních těles: vstřikování
- i) počet zkušebních těles: 10 ks pro každou skupinu
- j) podmínky kondicionace: 24hodin
teplota 23°C
relativní vlhkost 50%
- k) typy zaznamenaných přeražení: C
- l) jednotlivé výsledky zkoušek: naměřené hodnoty a výsledky jednotlivých zkoušek včetně aritmetických průměrů a standardních odchylek jsou uvedeny v tab.3.8 a v tab.3.9
- m) data zkoušky: PP - 30.3.2005
PE - 6.4.2005



Tab.3.8: Výsledky zkoušky vrubové houževnatosti dle ISO 179/1eA pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

a) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	a_{cA} [$\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$]	typ přeražení
1.	0,061	2,880	128,3	1,906	C
2.	0,062	2,880	128,2	1,938	C
3.	0,060	2,880	128,7	1,875	C
4.	0,066	2,875	126,9	2,063	C
5.	0,060	2,880	128,5	1,875	C
6.	0,058	2,875	129,3	1,813	C
7.	0,063	2,880	127,7	1,969	C
8.	0,060	2,880	128,7	1,875	C
9.	0,059	2,875	128,9	1,844	C
10.	0,062	2,880	128,2	1,938	C
\bar{x}				1,91	
s				$\pm 0,07$	
b) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	a_{cA} [$\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$]	typ přeražení
1.	0,061	2,885	128,6	1,906	C
2.	0,066	2,875	129,0	2,090	C
3.	0,059	2,875	129,0	1,844	C
4.	0,065	2,875	127,5	2,031	C
5.	0,060	2,875	128,7	1,875	C
6.	0,061	2,875	128,5	1,906	C
7.	0,061	2,875	126,6	1,906	C
8.	0,059	2,880	129,1	1,844	C
9.	0,058	2,880	129,3	1,813	C
10.	0,060	2,875	128,6	1,875	C
\bar{x}				1,91	
s				$\pm 0,09$	
c) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	a_{cA} [$\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$]	typ přeražení
1.	0,060	2,880	128,9	1,875	C
2.	0,069	8,875	126,3	2,156	C
3.	0,063	2,880	127,9	1,969	C
4.	0,064	2,880	127,5	2,000	C
5.	0,066	2,875	127,1	2,063	C
6.	0,069	2,885	126,5	2,156	C
7.	0,069	2,875	126,3	2,156	C
8.	0,063	2,880	127,6	2,156	C
9.	0,060	2,880	128,8	1,870	C
10.	0,069	2,875	126,5	2,156	C
\bar{x}				2,06	
s				$\pm 0,12$	



Tab.3.8: Výsledky zkoušky vrubové houževnatosti dle ISO 179/1eA pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

d) PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	$a_{cA}[\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}]$	typ přeražení
1.	0,083	2,880	122,7	2,594	C
2.	0,083	2,880	123,0	2,596	C
3.	0,080	2,875	123,5	2,500	C
4.	0,091	2,875	120,7	2,844	C
5.	0,073	2,875	125,7	2,281	C
6.	0,088	2,875	125,4	2,750	C
7.	0,092	2,875	121,4	2,875	C
8.	0,081	2,875	120,4	2,531	C
9.	0,081	2,875	123,2	2,531	C
10.	0,074	2,875	123,2	2,282	C
\bar{x}				2,58	
s				$\pm 0,20$	

Tab.3.9: Výsledky zkoušky vrubové houževnatosti dle ISO 179/1eA pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PE-Liten MB 77 při různých T_{tm}

a) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	$a_{cA}[\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}]$	typ přeražení
1	0,112	2,880	115,9	3,500	C
2	0,112	2,880	116,0	3,500	C
3	0,111	2,875	116,3	3,469	C
4	0,119	2,885	114,2	3,719	C
5	0,112	2,875	116,0	3,500	C
6	0,109	2,870	116,7	3,406	C
7	0,111	2,875	116,3	3,469	C
8	0,112	2,875	116,0	3,500	C
9	0,108	2,885	116,9	3,375	C
10	0,113	2,880	115,7	3,531	C
\bar{x}				3,50	
s				$\pm 0,09$	

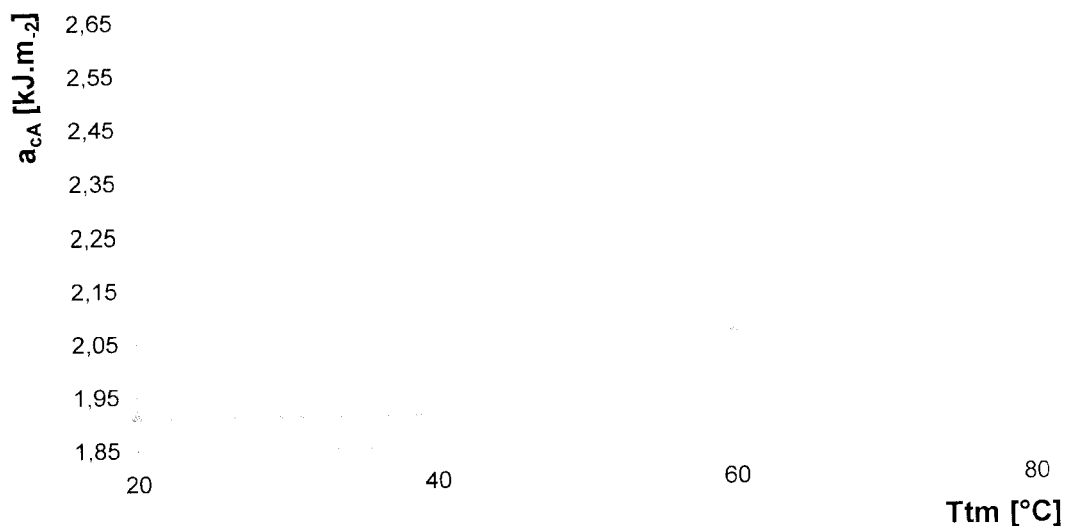


Tab.3.9: Výsledky zkoušky vrubové houževnatosti dle ISO 179/1eA pro zkušební tělesa vyrobená vstřikováním z PE-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

b) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	$a_{cA} [\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}]$	typ přeražení
1	0,115	2,880	115,0	3,594	C
2	0,118	2,880	114,4	3,588	C
3	0,112	2,885	115,9	3,500	C
4	0,109	2,905	116,5	3,409	C
5	0,111	2,880	116,1	3,469	C
6	0,116	2,875	114,1	3,625	C
7	0,114	2,875	115,3	3,563	C
8	0,113	2,880	115,7	3,531	C
9	0,110	2,880	116,3	3,471	C
10	0,111	2,880	116,1	3,469	C
\bar{x}				3,52	
s				$\pm 0,07$	
c) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	$a_{cA} [\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}]$	typ přeražení
1	0,115	2,875	115,2	3,594	C
2	0,112	2,880	116,0	3,500	C
3	0,113	2,885	115,6	3,531	C
4	0,114	2,880	115,3	3,563	C
5	0,115	2,875	115,2	3,594	C
6	0,112	2,885	115,9	3,500	C
7	0,114	2,880	115,3	3,563	C
8	0,109	2,880	116,5	3,406	C
9	0,110	2,875	116,1	3,469	C
10	0,116	2,880	115,0	3,625	C
\bar{x}				3,53	
s				$\pm 0,07$	
d) PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$					
č. v.	W [J]	$v_0[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$	A_n [deg]	$a_{cA} [\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}]$	typ přeražení
1	0,136	2,875	110,2	4,250	C
2	0,131	2,875	110,9	4,094	C
3	0,134	2,875	110,8	4,188	C
4	0,128	2,880	112,1	4,000	C
5	0,131	2,880	111,4	4,094	C
6	0,130	2,875	111,3	4,125	C
7	0,145	2,880	108,3	4,531	C
8	0,134	2,870	110,8	4,188	C
9	0,136	2,865	110,4	4,250	C
10	0,132	2,880	111,3	4,125	C
\bar{x}				4,18	
s				$\pm 0,14$	



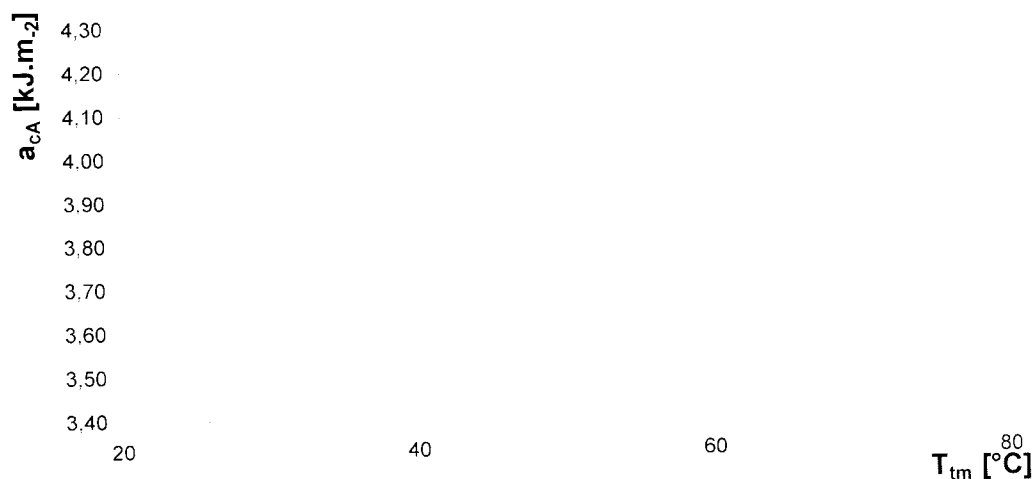
Závislost vrubové houževnatosti na teplotě temperace



Obr.3.49: Grafické vyjádření závislosti vrubové houževnatosti a_{cA} na teplotě temperace formy prp PP-Mosten MA 230

U tohoto grafu je vidět , že s rostoucí teplotou roste úměrně i vrubová houževnatost a_{cA} . Nárůst vrubové houževnatosti a_{cA} mezi teplotami 20 až 80°C je až 35 %.

Závislost vrubové houževnatosti na teplotě temperace



Obr.3.50: Grafické vyjádření závislosti vrubové houževnatosti a_{cA} na teplotě temperace formy prp PE-Liten MB 77

Z tohoto grafu je zřejmé, že s rostoucí teplotou temperace formy roste vrubová houževnatost a_{cA} , i když mezi teplotami 20 až 60°C je nárůst zanedbatelný. Naproti tomu při teplotě temperace 80°C vzroste vrubová houževnatosti a_{cA} až o 20 %.



3.4.3 Stanovení hustoty [16]

Hustota je veličina, která je často používána pro sledování změn ve fyzikální struktuře zkoumaných vzorků. Je důležitou vlastností, která se vztahuje k dalším významným veličinám jako jsou hmotnost, případně objem zkoušeného materiálu, často však závisí na metodách použitých k přípravě zkušebních vzorků.

Ke stanovení hustoty daných vzorků byla použita metoda hydrostatická (imerzní) dle ČSN EN ISO 1183 -1. Hustota je definována jako poměr hmotnosti vzorku k objemu při stanovené teplotě.

$$\rho_{S,t} = \frac{m_{S,A} \cdot \rho_{IL}}{m_{S,A} - m_{S,IL}} \quad [\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}] \quad (3.4)$$

$\rho_{S,t}$ [$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$] zjišťovaná hustota vzorku

ρ_{IL} [$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$] hustota imerzní kapaliny

$m_{S,A}$ [g] hmotnost zkoušeného vzorku na vzduchu

$m_{S,IL}$ [g] hmotnost zkoušeného vzorku stanovená vážením v imerzní kapalině

Příprava vzorků

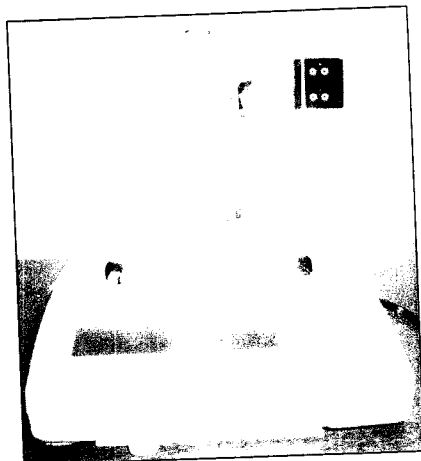
Vzorky byly odděleny skalpelem ze středu vstřikovaných zkušebních těles daných materiálů, které se používají pro zkoušku rázové houževnatosti metodou Charpy.

Průběh zkoušky

Před samotným měřením hmotností, byly váhy (obr.3.51) ustaveny do stabilní polohy. Kádinka naplněna imerzní kapalinou, v našem případě metylalkoholem tak, aby spodní miska vahadla byla ponořena. Pomocí teploměru byla určena teplota této kapaliny ($T_{\text{metyl}}=22^{\circ}\text{C}$). Hustota metylalkoholu při 22°C je $0,792 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$. Potom byla postupně měřena



hmotnost vzorků daných materiálů na vzduchu a ponořených v imerzní kapalině. Naměřené hodnoty byly zaznamenány a zpracovány v tab.3.7 a tab.3.8 a to včetně průměrných hodnot a směrodatných odchylek.



Obr.3.51: Váhy pro stanovení hustoty AND typ GF300

Protokol o zkoušce:

- | | |
|---|---|
| a) <u>použitá norma:</u> | ČSN EN ISO 1183 -1 |
| b) <u>materiál:</u> | PP-Mosten MA 230
PE-Liten MB 77 |
| c) <u>povaha materiálu:</u> | semikrystalický |
| d) <u>způsob přípravy zkušebních těles:</u> | vstřikování
datum výroby PP - 29.3.2005
PE - 5.4.2005 |
| e) <u>použitá metoda:</u> | A |
| f) <u>jednotlivé výsledky zkoušek:</u> | naměřené hodnoty a výsledky jednotlivých měření včetně aritmetických průměrů a standardních odchylek jsou uvedeny v tab.3.10 v tab.3.11 |
| g) <u>data zkoušky:</u> | PP - 30.3.2005
PE - 6.4.2005 |



Tab.3.10: Výsledky měření hustoty dle ČSN EN ISO 1183-1 pro zkoušené vzorky vyrobené vstřikováním z PP-Mosten MA 230 při různých T_{tm}

PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$				PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$		
č. v.	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
1.	0,346	0,044	0,907	0,305	0,038	0,905
2.	0,309	0,038	0,903	0,280	0,036	0,909
3.	0,338	0,041	0,901	0,304	0,039	0,909
4.	0,369	0,045	0,902	0,343	0,043	0,906
5.	0,380	0,047	0,904	0,261	0,033	0,907
6.	0,293	0,036	0,903	0,344	0,044	0,908
7.	0,330	0,041	0,904	0,282	0,036	0,908
8.	0,342	0,042	0,903	0,298	0,038	0,908
9.	0,298	0,036	0,901	0,295	0,038	0,909
10.	0,315	0,041	0,911	0,279	0,035	0,906
\bar{x}			0,904			0,907
S			$\pm 0,003$			$\pm 0,002$
PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$				PP-Mosten MA 230, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$		
č. v.	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
1.	0,269	0,035	0,910	0,212	0,031	0,928
2.	0,278	0,030	0,888	0,272	0,035	0,909
3.	0,316	0,042	0,913	0,284	0,036	0,907
4.	0,289	0,037	0,908	0,278	0,036	0,910
5.	0,291	0,037	0,907	0,307	0,040	0,911
6.	0,304	0,038	0,905	0,336	0,043	0,908
7.	0,249	0,032	0,909	0,300	0,038	0,907
8.	0,265	0,035	0,913	0,274	0,036	0,912
9.	0,289	0,037	0,908	0,275	0,036	0,911
10.	0,310	0,040	0,909	0,266	0,034	0,908
\bar{x}			0,907			0,911
s			$\pm 0,007$			$\pm 0,006$

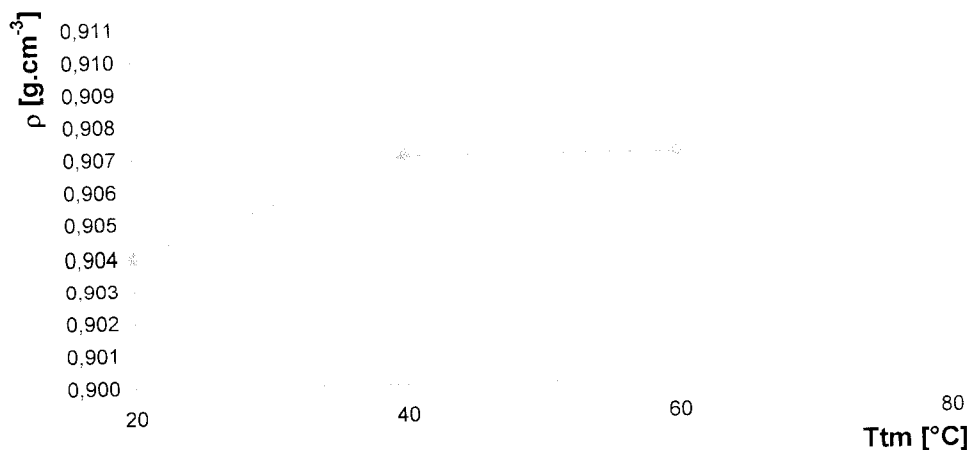


Tab.3.11: Výsledky měření hustoty dle ČSN EN ISO 1183-1 pro zkoušené vzorky vyrobené vstřikováním z PE-Liten MB 77 při různých T_{tm}

PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 20^{\circ}\text{C}$				PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 40^{\circ}\text{C}$		
č. v.	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
1.	0,282	0,047	0,950	0,280	0,047	0,952
2.	0,265	0,046	0,958	0,265	0,048	0,967
3.	0,262	0,045	0,956	0,261	0,044	0,953
4.	0,261	0,045	0,957	0,248	0,041	0,949
5.	0,259	0,044	0,954	0,260	0,043	0,949
6.	0,293	0,051	0,959	0,314	0,052	0,949
7.	0,281	0,048	0,955	0,261	0,044	0,953
8.	0,292	0,050	0,956	0,242	0,041	0,954
9.	0,286	0,048	0,952	0,258	0,044	0,955
10.	0,279	0,040	0,925	0,276	0,046	0,950
\bar{x}			0,952			0,953
S			$\pm 0,010$			$\pm 0,005$
PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 60^{\circ}\text{C}$				PE-Liten MB 77, $T_{tm} = 80^{\circ}\text{C}$		
č. v.	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]	$m_{s,A}$ [g]	$m_{s,IL}$ [g]	ρ [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
1.	0,316	0,054	0,955	0,256	0,044	0,956
2.	0,291	0,049	0,952	0,271	0,047	0,958
3.	0,298	0,05	0,952	0,256	0,044	0,956
4.	0,285	0,050	0,961	0,268	0,046	0,956
5.	0,307	0,052	0,954	0,264	0,046	0,959
6.	0,293	0,049	0,951	0,315	0,053	0,952
7.	0,283	0,049	0,958	0,263	0,046	0,960
8.	0,291	0,050	0,956	0,244	0,042	0,957
9.	0,259	0,044	0,954	0,258	0,046	0,964
10.	0,307	0,052	0,954	0,248	0,044	0,963
\bar{x}			0,955			0,958
S			$\pm 0,003$			$\pm 0,003$

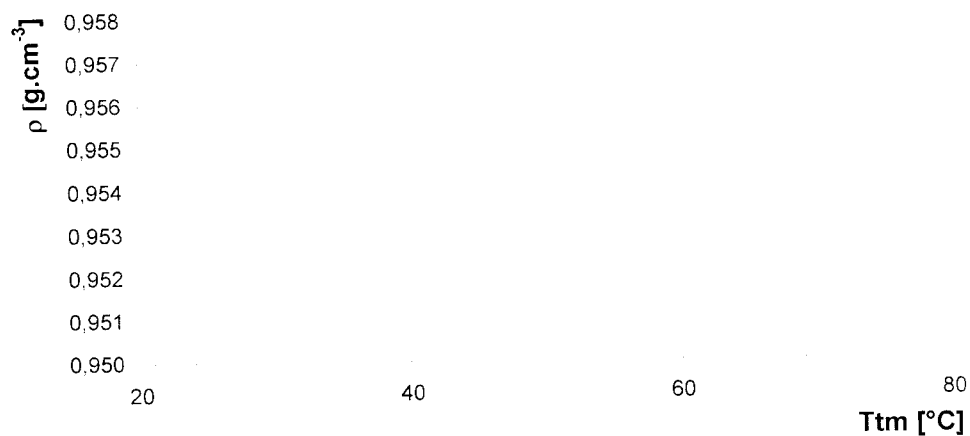


Závislost hustoty na teplotě temperace



Obr.3.52: Grafické vyjádření závislosti hustoty ρ na teplotě temperace formy pro PP-Mosten MA 230

Závislost hustoty na teplotě temperace



Obr.3.53: Grafické vyjádření závislosti hustoty ρ na teplotě temperace formy pro PE-Liten MB 77

U těchto materiálů je vidět, že jak u PP-Mosten MA 230 (obr.3.52) tak u PE-Liten MB 77 (obr.3.53) se zvyšující se teplotou temperace roste hustota těchto materiálů. S rostoucí hustotou materiálu se zvyšuje i stupeň krystalinity, protože krystalická fáze má vyšší hustotu než fáze amorfni. Velikost (tloušťka) amorfni vrstvy se snižuje.



4. VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A JEJICH DISKUZE

4.1 Vyhodnocení experimentálního měření tloušťky amorfnní vrstvy

K experimentálnímu měření tloušťky amorfnní vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovaného dílu s použitím semikrystalického polymeru byla použita metoda pozorování mikrotomových řezů v polarizovaném světle. Vzorky byly odebrány ze středu zvoleného dílu tvaru desky o rozměrech 50 x 50 mm a tloušťky 1, 2, 3 a 4 mm. Tyto desky byly vstřikovány z PP-Mosten MA 230 a z PE-Liten MB 77 při teplotách temperace 20, 40, 60 a 80°C. Vzniklo tak 16 kombinací teploty a tloušťky pro každý materiál. Celkově tedy 32 vzorků. Z hlediska vysokých nákladů a časové náročnosti byl zkoumán jen jeden vzorek pro každou teplotu a tloušťku stěny.

Výsledky měření pro jednotlivé skupiny vzorků daných materiálů jsou včetně aritmetických průměrů a směrodatných odchylek uvedeny v tab.3.4 a tab.3.5. Na obr.3.39 a obr.3.40 jsou znázorněny grafické závislosti tloušťky amorfnní vrstvy stěny výstřiku na teplotě temperace formy v procentech pro PE-Liten MB 77 (obr.3.39) a PP-Mosten MA 230 (obr.3.40).

Z těchto závislostí je zřejmé, že u obou materiálů tloušťka amorfnní vrstvy stěny vyjádřená v procentech klesá nejen s rostoucí teplotou formy, ale hlavně se zvyšující se tloušťkou stěny. Největší tloušťka amorfnní vrstvy vyjádřená v procentech je u výstřiků o tloušťce stěny 1 mm vstřikovaných do formy o teplotě 20°C. A to proto, že nadměrně rychlé ochlazování (vlivem nižší teploty formy) způsobuje značné potlačení tvorby krystalů (krystalizace), a to především v povrchové vrstvě.



4.2 Vyhodnocení mechanických a fyzikálních vlastností

4.2.1 Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena dle normy ČSN EN ISO 527-1/2 na trhacím stroji Hounsfield H 10 KT pro 10 vzorků z každé skupiny měřených těles. Výsledky zkoušky pro jednotlivé skupiny těles daných materiálů vyrobených vstřikováním při různých teplotách temperace formy jsou včetně aritmetických průměrů a směrodatných odchylek uvedeny v tab.3.6 a tab.3.7.

U všech zkoušených těles obou materiálů je mez kluzu σ_y totožná s mezí pevnosti σ_M (po dosažení meze kluzu již nedošlo k nárůstu působící síly). Na obr.3.43 a obr.3.44 jsou znázorněny grafické závislosti meze pevnosti v tahu σ_M na teplotě temperace formy pro PP-Mosten MA 230 (obr.3.43) a PE-Liten MB 77 (obr.3.44). U PE-Liten MB 77 (obr.3.44) je mezi teplotami 20 až 60°C nárůst meze pevnosti v tahu minimální. Při teplotě temperace 80°C se však mez pevnosti zkoušených vzorků zvýšila o téměř 8%. U PP-Mosten MA 230 (obr.3.43) rostla mez pevnosti v tahu úměrně s teplotou. Mezi teplotami temperace 20 až 80°C byl nárůst meze pevnosti až 13 %.

U obou materiálů je zřejmé, že s rostoucí teplotou formy roste i mez pevnosti v tahu, to značí zvyšující se podíl krystalické fáze a s tím spojené zlepšující se mechanické vlastnosti. S rostoucí krystalickou fází tedy podíl amorfni fáze klesá, to naznačuje, že s rostoucí teplotou formy se tloušťka amorfni vrstvy snižuje.

4.2.2 Zkouška vrubové houževnatosti metodou Charpy

Zkouška rázové houževnatosti byla provedena na rázovém kladivu CEAST Resil 5.5. Zkušební tělesa obou materiálů neopatřená vrubem se však při standardních podmínkách rázové zkoušky nelámala, a proto musela být opatřena vrubem dle normy ISO 179/1eA.



Zkouška vrubové houževnatosti byla provedena vždy pro 10 vzorků z každé skupiny vstřikovaných těles daných materiálů při různých teplotách temperace. Energetická hodnota kladiva byla volena tak, aby výsledné hodnoty rázové energie ležely v rozmezí 10 až 80% energetické hodnoty kladiva. U všech zkušebních těles došlo k tzv. úplnému přeražení (typ přeražení C), kdy je zkušební těleso rozděleno na dva nebo více kusů.

Výsledky zkoušky pro jednotlivé skupiny těles daných materiálů vyrobených vstřikováním při různých teplotách temperace formy jsou včetně aritmetických průměrů a směrodatných odchylek uvedeny v tab.3.8 a tab.3.9. Na obr.3.49 a obr.3.50 jsou vyjádřeny grafické závislosti vrubové houževnatosti a_{cA} na teplotě temperace formy pro PP-Mosten MA 230 (obr.3.49) a PE-Liten MB 77 (obr.3.50). U PP-Mosten MA 230 (obr.3.49) rostla vrubová houževnatost úměrně s teplotou temperace. Nárůst vrubové houževnatosti mezi teplotami temperace 20 až 80°C byl 35 %. U PE-Liten MB 77 (obr.3.50) byla podobná tendence růstu, i když mezi teplotami temperace 20 až 60°C byl rozdíl vrubové houževnatosti zanedbatelný. Naproti tomu při teplotě 80°C vzrostla vrubová houževnatost až o 20 %.

U obou materiálů je zřejmé, že s rostoucí teplotou formy roste i vrubová houževnatost. Na vrubovou houževnatost má v tomto případě rozhodující vliv převládající krystalická fáze a její utváření během chlazení. Amorfni vrstva, v našem případě ještě narušená vrubem, nemá na vrubovou houževnatost žádný vliv, neboť její tloušťka, jak bylo zjištěno v kapitole 3.3 (tab.3.4 a tab.3.5), pro vzorek odebraný z destičky o tloušťce stěny 4 mm, což odpovídá tloušťce zkušebního tělesa pro vrubovou houževnatost, je nižší jak 1% tloušťky stěny a to je zanedbatelné.

4.2.3 Měření hustoty

Měření hustoty bylo provedeno dle normy ČSN EN ISO 1183-1 vždy pro 10 vzorků z každé skupiny vstřikovaných těles daných materiálů při různých teplotách temperace.

V tab.3.10 a tab.3.11 jsou uvedeny výsledné hodnoty jednotlivých měření včetně aritmetických průměrů a směrodatných odchylek. Grafické



závislosti hustoty na teplotě temperace formy jsou znázorněny na obr.3.52 pro PP-Mosten MA 230 a na obr.3.53 pro PE-Liten MB 77. Na těchto grafických závislostech je zřetelně vidět, že jak u PP-Mosten MA 230 (obr.3.52), tak u PE-Liten MB 77 (obr.3.53) se zvyšující se teplotou temperace formy roste i hustota. S rostoucí hustotou se zvyšuje i stupeň krystalinity, protože krystalická fáze má vyšší hustotu než fáze amorfni. Měření prokázalo, že s rostoucí teplotou formy klesá tloušťka amorfni vrstvy.



5. ZÁVĚR

Dnes, kdy jsou kladeny stále větší nároky na kvalitu vstřikovaných dílů, představuje temperování vstřikovacích forem nedílnou součástí procesu vstřikování termoplastů. Temperování forem se svými důsledky promítá nejen na kvalitě výrobků, ale i na hospodárnosti výroby, což je v současné době velmi důležité.

Cílem mé diplomové práce bylo zjištění tloušťky amorfni vrstvy v závislosti na teplotě formy a tloušťce vstřikovaného dílu s použitím semikrystalického polymeru a získat při takto stanovených podmínkách výroby představu o struktuře daného polymeru.

V teoretické části byla popsána technologie vstřikování, struktura amorfniho a krystalického polymeru, proces krystalizace, vliv teploty formy na utváření struktury a základy polarizační mikroskopie.

V experimentální části byla zjišťována tloušťka amorfni vrstvy stěny zvoleného dílu tvaru desky o rozměrech 50 x 50 mm a tloušťky 1, 2, 3 a 4 mm. Tyto desky byly vstřikovány z PP-Mosten MA 230 a z PE-Liten MB 77 při teplotách temperace 20, 40, 60 a 80°C. Teplota taveniny a doba cyklu byly konstantní. Měření bylo provedeno na tenkých řezech (vzorcích) odebraných ze středu těchto desek. K samotnému měření tloušťky amorfni vrstvy byla použita metoda pozorování mikrotomových řezů v polarizovaném světle pomocí polarizačního mikroskopu. Pomocí software LUCIA byla z obrazů těchto vzorků měřena již zmiňovaná tloušťka amorfni vrstvy. Dále byly zjištěny a porovnány hodnoty získané ze zkoušky tahem, zkoušky rázem a z měření hustoty u zkušebních těles vyrobených klasicky vstřikováním při teplotách temperace 20, 40, 60 a 80°C. U všech měření se prokázalo, že s rostoucí teplotou formy se zlepšují mechanické vlastnosti.

V závěrečné části této diplomové práce bylo provedeno porovnání a zhodnocení získaných výsledků z experimentálního měření.



POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Krebs, J.: Teorie zpracování nekovových materiálů, část1. Zpracování plastů, [skriptum], VŠST Liberec, 1991
- [2] Štěpek, J.: Zpracování plastických hmot, SNTL Praha, 1966
- [3] Štěpek, J. - Zelinger, J. - Kuta, A.: Technologie zpracování a vlastností plastů, SNTL Praha, 1989
- [4] Krebs, J.: Organické polymery, [skriptum], VŠST Liberec, 1978
- [5] Mollíková, J.: přednáška Polymery, Fakulta strojního inženýrství, VUT Brno, 2003
- [6] Mleziva, J. - Kálal, J.: Základy makromolekulární chemie, SNTL Praha, 1986
- [7] Zollner, O.: Optimised Mould Temperature Control, Plastics Business Group, 1997
- [8] Hemsley, D. A.: Applied polymer light microscopy, Elsevier science publishers LTD, 1989
- [9] Kolouch, J.: Strojírenské výrobky z plastů vyráběné vstřikováním, SNTL Praha, 1986
- [10] Stevenson, J. F.: Innovation in Polymer Processing, Hanser New York 1996
- [11] Neuhäusel, E.: Vstřikování plastických hmot, SNTL Praha, 1973
- [12] www.dictor.net
- [13] www.chemopetrol.cz
- [14] ČSN EN ISO 527-1/2
- [15] ČSN EN ISO 179
- [16] ČSN EN ISO 1183 -1

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121 / 2000 Sb. o právu autorském, zejména §60 - školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, 27. května 2005

Podpis

Declaration

I have been notified of the fact that Copyright Act No. 121 /2000 Coll. applies to my thesis in full, in particular Section 60, School Work.

I am fully aware that the Technical University of Liberec is not interfering in my copyright by using my thesis for the internal purposes of TUL.

If I use my thesis or grant a licence for its use, I am aware of the fact that I must inform TUL of this fact; in this case TUL has the right to seek that I pay the expensis invested in the creation of my thesis to the full amount.

I compiled the thesis on my own with the use of the acknowledged sources and on the basis of consultation with the head of the thesis and a consultant.

In Liberec, 27. may 2005

Signature