

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

MIKROCELULÁRNÍ VSTŘIKOVACÍ LISOVÁNÍ

MICROCELLULAR INJECTION MOLDING

AUTOR: Bc. Tomáš Havránek

STUDIJNÍ PROGRAM: Konstrukce a výroba součástí z plastů a kompozitů

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D.

PRAHA 2019

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	Havránek	Jméno: Tomáš	Osobní číslo: 424653
Fakulta/ústav:	Fakulta strojní		
Zadávací katedra/ústav:	Ústav materiálového inženýrství		
Studijní program:	Strojní inženýrství		
Studijní obor:	Konstrukce a výroba součástí z plastů a kompozitů		

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:
Mikrocelulární vstřikovací lisování

Název diplomové práce anglicky:
Microcellular injection molding

Pokyny pro vypracování:
Cíl: Vyrobit a otestovat připravená tělesa metodou mikrocelulárního vstřikování.
Zadání:
Popsat problematiku mikrocelulárních polymerních pěn a jejich vzniku při procesu vstřikovacího lisování.
Navrhnout a provést experiment určující ideální nastavení parametrů vstřikovacího lisování pro vznik mikrocelulární struktury s pomocí nadouvadla.
Vyhodnotit měrnou pevnost a charakter celulární struktury vyrobených vzorků.

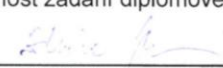


Seznam doporučené literatury:
[1] MEISSNER, Bohumil a Václav ZILVAR, 1987. Fyzika polymerů: struktura a vlastnosti polymerních materiálů. Praha: SNTL.
[2] ZEMAN, Lubomír. Vstřikování plastů: teorie a praxe. První vydání. Praha: Grada Publishing, 2018. ISBN 9788027106141.
[3] XU, Jingyi. Microcellular injection molding. Hoboken, N.J.: Wiley, 2010. ISBN 9780470466124.
[4] MILLS, N. Polymer foams handbook: engineering and biomechanics applications and design guide. 1st ed. Boston: Butterworth Heinemann, 2007. ISBN 978-0-7506-8069-1.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:
Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:


Datum zadání diplomové práce: **02.04.2019** Termín odevzdání diplomové práce: **26.07.2019**

Platnost zadání diplomové práce: _____

 Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D. podpis vedoucí(ho) práce	 prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	 prof. Ing. Michael Valášek, DrSc. podpis děkana(ky)
--	---	---

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací.
Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

<u>30.9.2019</u> Datum převzetí zadání	 Podpis studenta
---	---

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne:

.....

Podpis

Anotace

Tato diplomová práce je zaměřena na popis technologie vstřikovacího lisování mikrocelulárních pěn. V teoretické části jsou popsány polymerní pěny, proces vzniku celulární struktury a technologie vstřikovacího lisování se zaměřením na výrobu součástí s mikrocelulární strukturou. Experimentální část je zaměřena na navržení a provedení experimentu pro nalezení optimálního nastavení parametrů procesu mikrocelulárního vstřikování. Pomocí vstřikovacího lisování a chemického nadouvadla byly vyrobeny vzorky, u kterých byly vyhodnoceny jejich mechanické vlastnosti a následně pomocí Taguchiho analýzy vyhodnoceny vlivy parametrů procesu na výsledné vlastnosti materiálu.

Klíčová slova

Mikrocelulární pěny, mikrocelulární vstřikovací lisování, chemická nadouvadla, Taguchiho analýza

Annotation

This diploma thesis is focused on the characterization of microcellular injection molding technology. Its theoretical part is describing polymer foams, the formation of cellular structures and microcellular injection molding technology. The experimental part concentrates on designing an experiment for finding the optimal setting of the microcellular injection molding process. Samples were created with the help of injection molding technology and chemical blowing agent. The mechanical properties of created samples were measured and the processing parameters and their impact on mechanical properties were evaluated with a Taguchi analysis.

Keywords

Microcellular foams, microcellular injection molding, chemical blowing agents, Taguchi analysis

Poděkování

Rád bych poděkoval především vedoucí této práce Ing. Zdeňce Jeníkové, Ph.D. za všechnu projevenou péči spojenou nejen s touto prací, ale i s mým studijním životem. Dále bych chtěl také poděkovat firmě RENOpastic za spolupráci při výrobě vzorků a firmě Tramaco GmbH za poskytnutí vzorků chemických nadouvadel. Nakonec bych chtěl poděkovat mé rodině a všem blízkým za podporu a důvěru.

Obsah

I.	Úvod.....	6
II.	Teoretická část	7
1.	Mikrocelulární pěny	7
1.1.	Vznik mikrobuněčné struktury.....	7
1.1.1.	Rozpustnost	9
1.1.2.	Difuze.....	11
1.1.3.	Viskozita	12
1.1.4.	Nukleace pórů.....	13
2.	Vstřikovací lisování termoplastů.....	17
2.1.	Princip technologie.....	18
2.1.1.	Plastifikace	19
2.1.2.	Vstřikování taveniny	23
2.1.3.	Dotlak	25
2.1.4.	Chlazení	25
3.	Mikrocelulární vstřikovací lisování	27
3.1.	Chemická nadouvadla	28
3.2.	Fyzikální nadouvadla	30
3.2.1.	Dávkovací zařízení.....	31
3.2.2.	Uzavírací ventil.....	31
3.2.3.	Šnek pro mikrocelulární vstřikování s fyzikálním nadouvadlem	32
III.	Experimentální část.....	33
1.	Popis a cíl experimentální části.....	33
2.	Výroba zkušebních těles	34
2.1.	Základní materiál	34
2.2.	Nadouvadlo.....	34

2.3.	Návrh experimentu	37
2.4.	Výroba vzorků	38
3.	Testování vzorků	40
3.1.	Měření hustoty	40
3.1.1.	Průběh zkoušky	40
3.1.2.	Výsledek zkoušky	40
3.2.	Tahová zkouška	42
3.2.1.	Průběh zkoušky	42
3.2.2.	Výsledek zkoušky	42
3.3.	Měrná pevnost	44
3.4.	Hodnocení struktury	45
3.4.1.	Průběh měření	46
3.4.2.	Výsledky měření	47
4.	Vyhodnocení experimentu	49
4.1.	Vyhodnocení parametrů pro hustotu	49
4.2.	Vyhodnocení parametrů pro měrnou pevnost v tahu	51
4.3.	Vyhodnocení parametrů pro četnost pórů	52
4.4.	Vyhodnocení parametrů pro maximální rozměr pórů	54
4.5.	Korelace naměřených veličin	55
IV.	Závěr a diskuze	59
	Seznam použité literatury	61

I. Úvod

Plastové výrobky s pěnovou strukturou mají oproti ostatním plastům významné výhody, ať už jde o nižší hustotu, vyšší poměr tuhosti k hmotnosti, vyšší teplotní odolnost, snížení nákladů na materiál, a podobně. Vzhledem k těmto výhodám jsou pěnové produkty užívány v mnoha aplikacích. Plastové pěny mohou být vyrobeny různými technikami výroby plastů s použitím chemického nadouvadla (CBA) nebo fyzikálního nadouvadla (PBA). Tyto techniky zahrnují vytlačování, vstřikování, rotační tvarování a další. Kvalita pěnového produktu je zásadně závislá na jeho struktuře, tedy na četnosti pórů, jejich distribuci a rozměru. Pěnový výrobek s vysokou hustotou pórů a rovnoměrnou distribucí vykazuje výrazně nižší hustotu, dobrou kvalitu povrchu a lepší izolační vlastnosti. Během posledních dvou desetiletí byl proveden pokrok ve výzkumu, jehož cílem bylo charakterizovat a optimalizovat výrobu požadované struktury a vyvinout nové technologie zpracování pro pokročilé aplikace pěnových výrobků. Mezi různými technologiemi zpracování plastů je vstřikovací lisování stále rozšířenější a nejrychleji se rozvíjející technologií. Výroba pěn pomocí vstřikovacího lisování spojuje tedy výhody materiálu i technologie.

Cílem této práce je popsat problematiku výroby plastových pěn s tzv. mikrocelulární strukturou. Plastové pěny s póry o rozměrech v řádu desítek mikrometrů mohou vykazovat snížení hustoty materiálu bez negativního vlivu na jeho mechanické vlastnosti. Výroba těchto materiálů však vyžaduje přesné nastavení výrobního procesu. Cílem práce bylo tedy také navrhnout vhodnou metodu pro vytvoření vzorků s pěnovou strukturou pomocí vstřikovacího lisování, její provedení a vyhodnocení vyrobených vzorků s ohledem na optimalizaci výrobního procesu. [1]

II. Teoretická část

1. Mikrocelulární pěny

Výzkum mikrocelulárních polymerních pěn probíhal již v 80. letech minulého století na základě výzkumů na Massachusettském technologickém institutu [2]. Mikrocelulární polymerní pěna je na základě těchto prací zpravidla definována jako struktura s uzavřenými póry (buňkami, bublinami) o maximálním rozměru 50 mikronů a četnosti pórů nejméně 10^6 pórů na cm^3 . Rozložení a četnost těchto pórů závisí na způsobu a podmínkách zpracování a může v extrémních případech dosahovat až 10^{15} pórů na cm^3 při rozměru pórů do 0,1 mikronu. Tím se mikrocelulární pěny liší od klasických polymerních pěn, které mají četnost pórů z pravidla v rozmezí 10^2 až 10^6 pórů na cm^3 . Hlavní výhodou mikrocelulárních pěn je oproti klasickým pěnám vyšší měrná pevnost, tedy pevnost v závislosti na hustotě materiálu, a lepší zabíhavost při výrobním procesu. Ta je definována poměrem maximální délky toku a šířce kavity formy. Tento poměr leží u strukturálních pěn mezi 50-100 : 1 a u mikrocelulárních nad 350 : 1.

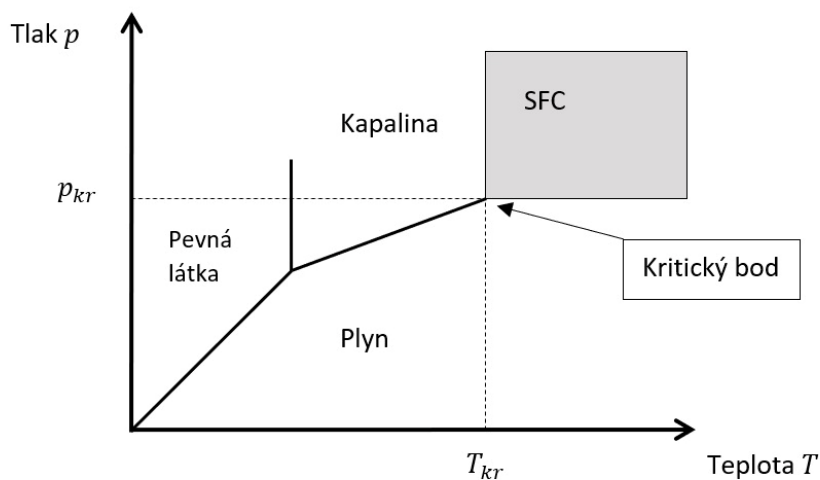
První komerční aplikace mikrocelulárních polymerních pěn přinesla firma Axiomatic Corp. (nyní Trexel Inc.) v roce 1995, nejprve zavedením technologie extruze pěn z polypropylenu a později, ve spolupráci s firmou Engel Canada, vyvinutím nové vstřikovací jednotky pro proces vstřikovacího lisování. [3]

1.1. Vznik mikrobuněčné struktury

Pro vznik buněčné struktury v polymerní matrici je klíčové vytvoření jednofázového roztoku polymeru a plynu. Následná difuze plynu v nukleačních zdrojích polymeru způsobena vlivem poklesu tlaku umožňuje jeho precipitaci a růst plynových bublin až do jejich stabilizace (tzv. nadouvání).

Vznik mikrobuněčné struktury je podmíněn ideálním obsahem rozpuštěného plynu v polymeru. Ten je dán maximální rozpustností plynu při daných podmínkách. Plyn se v těchto podmínkách zpravidla nachází v superkritické oblasti a je popisován jako

superkritická tekutina (angl. *supercritical fluid* – SCF). Tyto podmínky jsou dány kritickým tlakem p_{kr} a kritickou teplotou plynu T_{kr} (diagram na obrázku 1).



Obrázek 1: Diagram teploty a tlaku plynu se superkritickou oblastí SCF [3]

Superkritická tekutina má vlastnosti plynu i kapaliny. Nad kritickým bodem dochází ke snížení tekutosti v porovnání s plynnou fází, ale tato tekutost zůstává výrazně vyšší než v kapalně fázi. Zároveň dochází ke zvýšení hustoty směrem k hustotě blízké kapalně fázi. Například oxid uhličitý (CO_2) s hustotou v plynné fázi $0,001 \text{ g/cm}^3$ dosahuje nad kritickým bodem hustoty až $0,7 \text{ g/cm}^3$, která téměř dosahuje hustoty jeho kapalně fáze $0,8 \text{ g/cm}^3$. Tabulka 1 udává kritické hodnoty pro většinu plynů používaných pro nadouvání polymerů. Nejčastěji používanými plyny (a v komerční sféře jedinými) pro nadouvání v mikrocelulárních pěnách jsou plyny dusíku a oxid uhličitý. Voda, argon nebo helium jsou využívány jen zřídka a zpravidla jen v laboratorních podmínkách. Voda vede ke korozi polymeru a argon a helium nejsou používány pro svoji cenu a relativně nízkou rozpustnost v polymerech. [3]

Tabulka 1: Kritické hodnoty plynů využívaných pro mikrocelulární polymerní pěny [3]

Látka	Kritická teplota [°C]	Kritický tlak [MPa]
Argon	-122,4	4,83
Dusík	-147,0	3,4
Helium	268,0	0,23
Oxid uhličitý	31,1	7,22
Voda	374,2	21,76

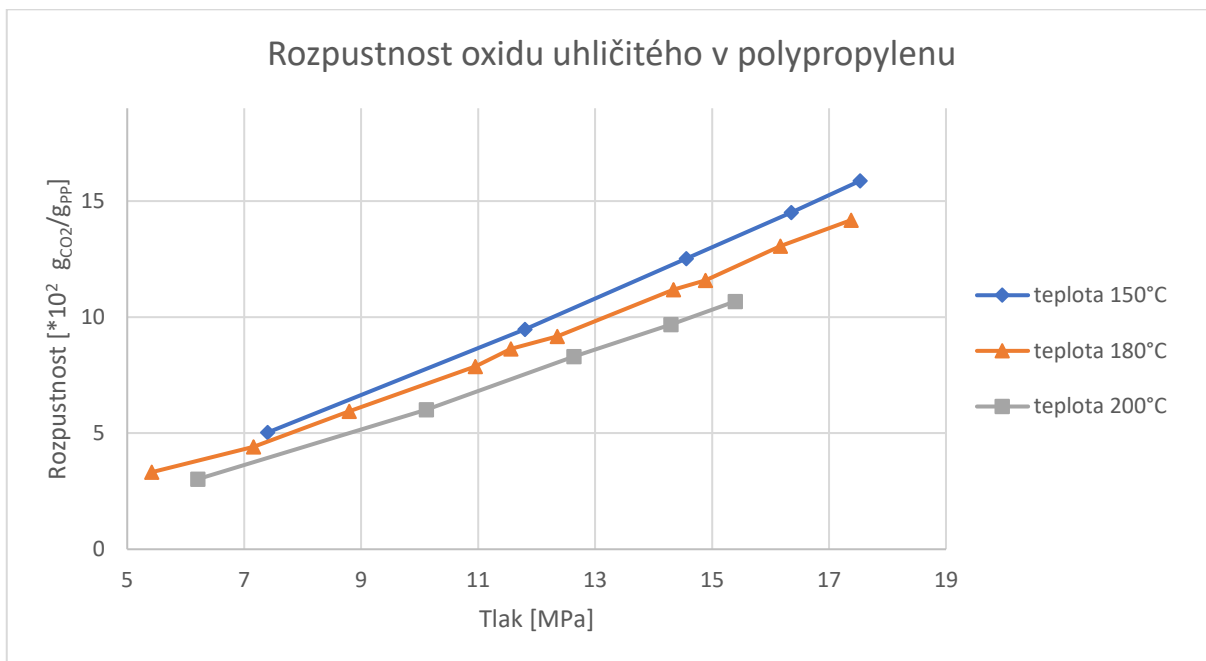
1.1.1. Rozpustnost

Rozpustnost plynu v polymeru je dána maximálním množstvím plynu schopného se rozpustit v určitém množství polymeru. Je tedy definována hmotnostním poměrem rozpuštěného plynu (hmotnost za standardní teploty a tlaku) a polymeru.

Rozpustnost je závislá především na teplotě a tlaku. S klesajícím tlakem rozpustnost plynu v polymeru klesá, plyn je precipitován a vytváří bubliny. Tato závislost je zpravidla téměř lineární. S klesající teplotou naopak rozpustnost stoupá. Tuto závislost ovlivňují především dva termodynamické procesy:

- Spotřeba energie při vytvoření nové fáze
- Uvolnění energie při narušení mezimolekulárních vazeb plynu a polymeru při precipitaci

Graf na obrázku 2 ukazuje závislost rozpustnosti oxidu uhličitého v polypropylenu na teplotě a tlaku sytých par. Experiment pro zjištění těchto závislostí probíhal pomocí tzv. *batch* procesu, při kterém je deska polymeru s definovanou tloušťkou vložena do přetlakové komory s plynem. Příbytek hmotnosti polymeru vlivem saturace plynem je měřen až do jejího ustálení. [4]



Obrázek 2: Rozpustnost oxidu uhličitého v polypropylenu v závislosti na tlaku sytých par a teplotě [4]

Koncentrace plynu v tavenině polymeru je v praxi také často odhadována pomocí Henryho zákona:

$$C = H(P_t, T_t) P_t \quad (1)$$

kde C je koncentrace plynu v polymeru daná $\left[\frac{\text{cm}^3(\text{stand})}{\text{g}_{\text{polymer}}} \right]$,

H je Henryho konstanta daná $\left[\frac{\text{cm}^3(\text{stand})}{\text{g}_{\text{atm}}} \right]$,

P_t je tlak taveniny polymeru (rovný tlaku plynu) a

T_t je teplota taveniny.

Henryho konstanta je pro nižší tlaky taveniny a nižší koncentrace plynu konstantní a je tabelována pro různé kombinace plynů a polymerů. Pro vyšší tlaky a koncentrace (časté při zpracování plastů) je pro odhad konstanty využívána empirická rovnice:

$$\ln H = -2,338 + 2,706 \left(\frac{T_{kr}}{T_t} \right)^2 \quad (2)$$

kde T_{kr} je kritická teplota plynu.

Pro semikrystalické polymery je výsledná rozpustnost zpravidla nižší než u amorfních polymerů. Rozpustnost plynu v semikrystalických polymerech je funkcí stupně krystalinity a rozpustnosti v amorfní složce polymeru:

$$C = (1 - X_c)X_a \quad (3)$$

kde X_c [–] je podíl krystalické fáze v roztoku a

$$X_a \left[\frac{g_{\text{plyn}}}{g_{\text{polymer}}} \right] \text{ rozpustnost plynu v amorfní složce polymeru. [3]}$$

1.1.2. Difuze

Difuze je druhým klíčovým faktorem pro nastavení procesu výroby polymerních pěn. Difuzí se nazývá proces rozptylování molekul látky v prostoru. Zatímco rozpustnost je statická míra maximálního množství plynu použitelného pro danou dávku polymeru, difuze popisuje časovou závislost prostupu plynu do polymeru.

Difuze je definována jako tok molekul J z místa s vyšší koncentrací do místa s nižší koncentrací C v závislosti na difuzním faktoru D :

$$J = -D\nabla C \quad (4)$$

Difuzní faktor je závislý především na tlaku a teplotě soustavy. Zatím co při pokojových teplotách dosahuje difuzní faktor pro plyn a polymer jen velmi malých hodnot, pro teploty nad bodem tání polymeru a tlaků při zpracování polymerů může být faktor až 10 000x vyšší.

Difuzní faktory pro dusík a oxid uhličitý a základní polymery jsou pro různé teploty uvedené v tabulce 2. [5]

Tabulka 2: Difuze faktory pro oxid uhličitý a dusík v běžných polymerech [3]

Polymer	$D_{CO_2} [cm^2/s]$		$D_{N_2} [cm^2/s]$	
	při $T = 188^\circ C$	při $T = 200^\circ C$	při $T = 188^\circ C$	při $T = 200^\circ C$
PS	-	$1,3 \times 10^{-5}$	-	$1,5 \times 10^{-5}$
PP	$4,2 \times 10^{-5}$	-	$3,51 \times 10^{-5}$	-
PET	-	$2,6 \times 10^{-5}$	-	$8,8 \times 10^{-5}$
HDPE	$5,69 \times 10^{-5}$	$2,4 \times 10^{-5}$	$6,0 \times 10^{-5}$	$2,5 \times 10^{-5}$
LDPE	-	$1,1 \times 10^{-5}$	-	$1,5 \times 10^{-5}$
PTFE	-	$7,0 \times 10^{-5}$	-	$8,3 \times 10^{-5}$
PVC	-	$3,8 \times 10^{-5}$	-	$4,3 \times 10^{-5}$

1.1.3. Viskozita

Viskozita je jedním z hlavních faktorů procesu zpracování polymerů, která určuje vlastnosti toku taveniny. Viskozita je charakterizována vnitřním třením, které způsobuje odpor taveniny proti tečení. Jelikož je viskozita polymerní taveniny během procesu zpracování závislá na smykové rychlosti a teplotě, používají se pro její hodnocení tzv. viskózní křivky.

Protože mají plyny používané pro mikrocelulární pěny viskozitu dosahující pouze 0,0001% viskozity polymerní taveniny, znamená i nízká koncentrace plynu rozpuštěného v tavenině výrazné snížení viskozity celého roztoku. Přibližné hodnoty maximálního možného snížení viskozity taveniny pro dusík a oxid uhličitý v různých polymerech oproti čistým polymerům jsou uvedeny v tabulce 3.

Tabulka 3: Snížení viskozity v mikrocelulárních pěnách oproti čistým plastům [3]

Polymer	Plnivo	Maximální snížení viskozity s N ₂	Maximální snížení viskozity s CO ₂
PEEK	-	19	20
PET	15 % GF	15	25
PBT	30 % GF	10	25
PA/SPS	-	20	30
GPPS	-	12	20
PC	35 % GF	15	35
PA66	-	8	23
PP	13 % GF	5	11

Oproti využití aditiv pro snížení viskozity účinkují plyny v polymeru pouze pokud jsou v tavenině rozpuštěny. V průběhu precipitace viskozita taveniny znovu stoupá. I přesto je toto snížení viskozity hlavním faktorem při zkrácení doby výrobních cyklů při výrobě plastových výrobků.

1.1.4. Nukleace pórů

Pro vytvoření pěnovité struktury z roztoku polymeru a plynu je nutná změna podmínek (standardně změna tlaku taveniny), která změnou rozpustnosti plynu v polymeru vytvoří přesycený roztok, ze kterého budou precipitovat bublinky plynu. Tento proces se nazývá nukleace a může probíhat buďto homogenně, nebo heterogenně. [4]

Homogenní nukleace

Dle homogenní nukleační teorie probíhá nukleace pouze v částech roztoku s konstantní aktivační energií. V těchto oblastech můžeme pozorovat změny v Gibbsově volné energii ΔG_{hom} definované jako:

$$\Delta G_{hom} = -V_b \Delta P + A_{bp} \gamma_{bp} \quad (5)$$

kde V_b je objem vznikající buňky,

ΔP je tlak uvnitř buňky,

A_{bp} je plocha povrchu buňky a

γ_{bp} je povrchové napětí rozhraní polymer-plyn.

Bez působení smykových deformací je pro buňky s plynem nejnadhěji dosažitelným tvarem koule. Proto lze rovnici upravit na:

$$\Delta G_{hom} = -\left(\frac{4}{3}\right)\pi r^3 \Delta P + 4\pi r^2 \gamma_{bp} \quad (6)$$

kde r je poloměr nukleační bubliny.

Výsledná závislost $\Delta G_{hom}(r)$ dosahuje pro určitou hodnotu r lokálního maxima s maximální pozitivní Gibbsovo volnou energií. Rádus v tomto bodě označujeme jako kritický poloměr buňky r^* a Gibbsovu volnou energii jako energetickou bariéru nukleace ΔG_{hom}^* . Pokud je $r < r^*$, plynová bublina je nestabilní a zkolabuje. Pokud je $r > r^*$, plynová bublina dosáhne rovnováhy a začne růst.

Rychlost homogenní nukleace N_{hom} lze po vyjádření energetické bariéry vypočítat jako:

$$N_{hom} = f_0 C_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_{hom}^*}{kT}\right) \quad (7)$$

kde f_0 je frekvenční faktor homogenní nukleace,

C_0 je koncentrace plynu v roztoku,

k je Boltzmanova konstanta a

T je teplota roztoku. [3]

Heterogenní nukleace

Ve procesu zpracování polymerů je heterogenní nukleace převládajícím mechanismem vzniku plynových bublin, neboť probíhá v místech v roztoku s nižší aktivační energií, která se nacházejí na rozhraní různých materiálů přítomných v polymeru. Tyto materiály jsou zpravidla pevné částice (vměstky) látek přítomných v aditivech polymerů přidávaných právě pro zvýšení počtu nukleačních zdrojů.

Dle heterogenní nukleační energie je tedy Gibbsova volná energie rozšířena o povrchovou energii rozhraní polymer – částice označenou *pč* a plyn (buňka) – částice označenou *bč*:

$$\Delta G_{het} = -V_b \Delta P + A_{bp} \gamma_{bp} + A_{pč} \gamma_{pč} - A_{bč} \gamma_{bč} \quad (8)$$

Výsledná rychlost heterogenní nukleace je analogická homogenní nukleaci:

$$N_{hom} = f_1 C_1 \exp\left(-\frac{\Delta G_{het}^*}{kT}\right) \quad (9)$$

kde f_1 je frekvenční faktor homogenní nukleace,

C_1 je koncentrace plynu v roztoku a

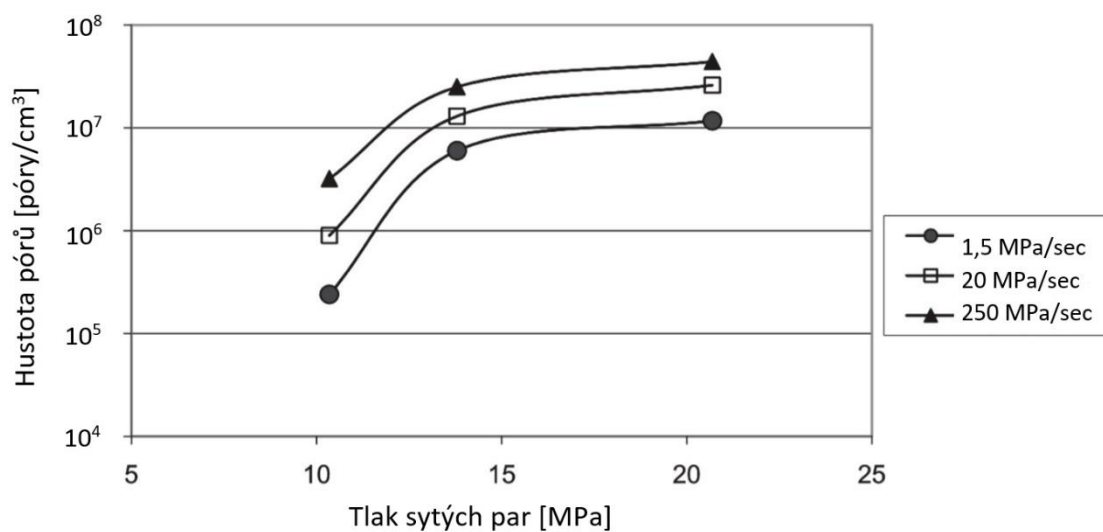
ΔG_{het}^* je energetická bariéra nukleace. [3]

Vliv tlaku a stříhu na nukleaci

S rostoucím tlakem sytých par roste také hustota nukleačních zdrojů v roztoku a tím i výsledná hustota buněk v polymeru. Oxid uhličitý má z používaných plynů v roztoku nejvyšší hustotu nukleačních zdrojů, ale s rostoucím tlakem sytých par tato hustota roste pomaleji, než u dusíku nebo argonu. Z experimentálních dat vyplývá, že v HDPE při tlaku 14 MPa dosahuje dusík srovnatelné hustoty nukleačních zdrojů jako oxid uhličitý.

Výslednou hustotu buněk v polymeru ovlivňuje také rychlost změny tlaku taveniny dp/dt tzv. *Drop rate*. Především pro nižší tlaky sytých par platí, že rychlejší pokles tlaku taveniny generuje vyšší hustotu buněk ve výsledné struktuře. Pro výrobu izolačních polystyrenových pěn se zpravidla používá minimální změna tlaku 1 GPa/s. Pro plněné materiály může být vlivem vyšší heterogenní nukleace při stejné hustotě buněk změna

tlaku nižší. Graf na obrázku 3 ukazuje závislost hustoty buněk na tlaku sytých par a změně tlaku.

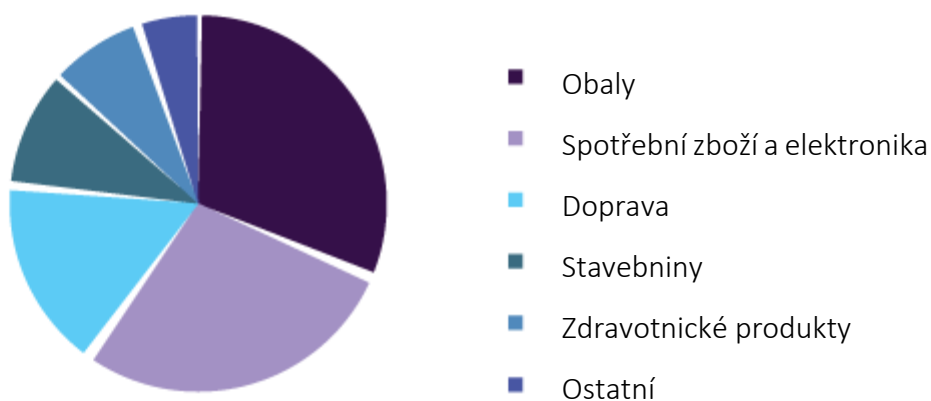


Obrázek 3: Graf závislosti hustoty pórů na tlaku sytých par pro různé rychlosti změny tlaku [3]

Rychlost smykové deformace (stříhu) je dalším faktorem ovlivňujícím výslednou hustotu nukleačních zdrojů. Především pro nižší tlaky sytých par s vyšší smykovou deformací vzniká více nukleačních zdrojů. Pro plněné materiály s převládající heterogenní nukleací je tento jev méně patrný než u materiálů čistých.

2. Vstřikovací lisování termoplastů

Vstřikovací lisování neboli vstřikování, je jedna z nejstarších a nejčastěji využívaných technologií zpracování plastů, vycházející z technologie tlakového lití. Tato technologie byla poprvé patentována panem J. W. Hyattem v roce 1868 a sloužila především k výrobě celuloidových kulečnickových koulí. [6] V současné době zažívá trh s produkty vstřikovacího lisování stabilně rostoucí a rozšiřující se poptávku, která se skládá především z produktů sloužících jako obaly, spotřební zboží a elektronika a také se stále rostoucím podílem produktů v automobilovém a dopravním průmyslu (graf na obrázku 4).



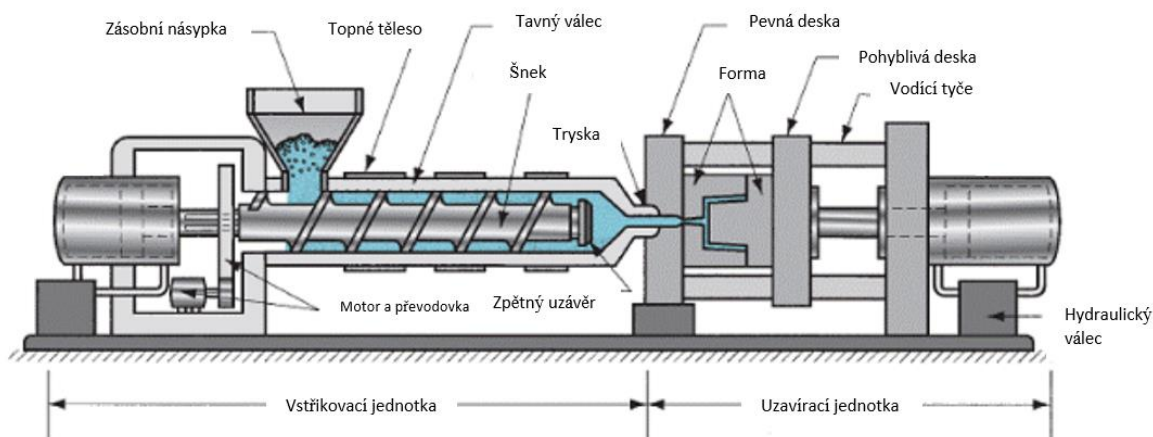
Obrázek 4: Podíl druhů produktů vstřikování na trhu [7]

Technologie vstřikování je vhodná pro zpracování termoplastů, termoplastických elastomerů, reaktoplastů, kompozitů, kaučuků a pryží. Mezi termoplasty je nejčastěji zpracovávaným materiálem polypropylen (PP), dále akrylonitrilbutadienstyren (ABS) a vysokohustotní polyethylen (HDPE). [7]

Hlavní výhodou této technologie je její vysoká přesnost, opakovatelnost a automatizace. Vysoké náklady na formy pro vstřikování však zapřičiňují nízkou rentabilitu pro malosériové výroby.

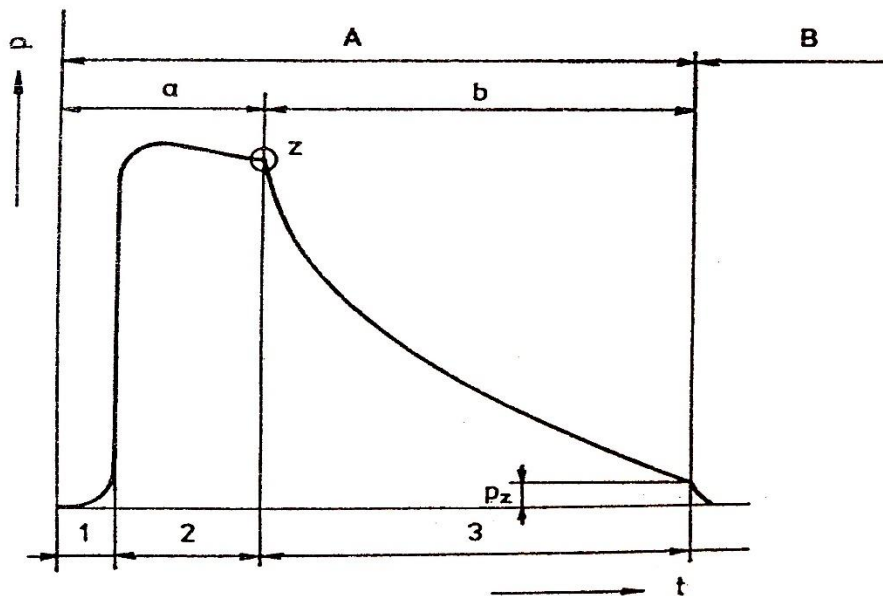
2.1. Princip technologie

Technologii vstřikování můžeme rozdělit na tyto hlavní fáze: plastifikaci materiálu v tavném válci, vstřikování taveniny do formy, dotlačování taveniny a její chlazení, vyjmutí výstřiku z formy. Celé zařízení se skládá z částí zobrazených na obrázku 5.



Obrázek 5: Schéma vstřikovacího lisu [8]

Na grafu zobrazeném na obrázku 6 můžeme vidět závislost tlaku v dutině vstřikovací formy na času při vstřikovacím cyklu. Kromě tlaku v dutině vstřikovací formy můžeme uvažovat také tzv. systémový (hydraulický tlak) označovaný p_s nebo p_h , vnitřní vstřikovací tlak, který vzniká během procesu vstřikování v dutině vstřikovací formy, označovaný jako p_i a vnější vstřikovací tlak, označovaný jako p_{vS} , který vzniká na ploše průřezu dutiny tavné komory před čelem šneku. Celý proces vstřikování můžeme rozdělit na část plastifikace, část vstřikování, část dotlaku a chlazení a část vyhazování výlisku. [9]



Obrázek 6: Časová závislost tlaku p v dutině formy při vstřikování: 1 - vstřikování, 2 - dotlačování, 3 - chlazení; a - šnek se pohybuje vpřed, b - šnek se pohybuje vzad; A - forma zavřená, B - forma otevřená; p_z - zbytkový tlak [9]

2.1.1. Plastifikace

Účelem této fáze je připravit homogenní taveninu plastu a dopravit ji do prostoru před čelo šneku. Šnek se v této fázi otáčí otáčkami n a nabírá granulát, potažmo prášek z násypky. Poté co je tento materiál dopraven skrz dopravní část šneku do části kompresní, je hněten a díky vlastnímu tření a ohřevu tavného válce pomalu taven. Následný tok taveniny je ovlivněn reologickými vlastnostmi materiálu, teplotou válce, stříhem, tlakem a otáčkami šneku.

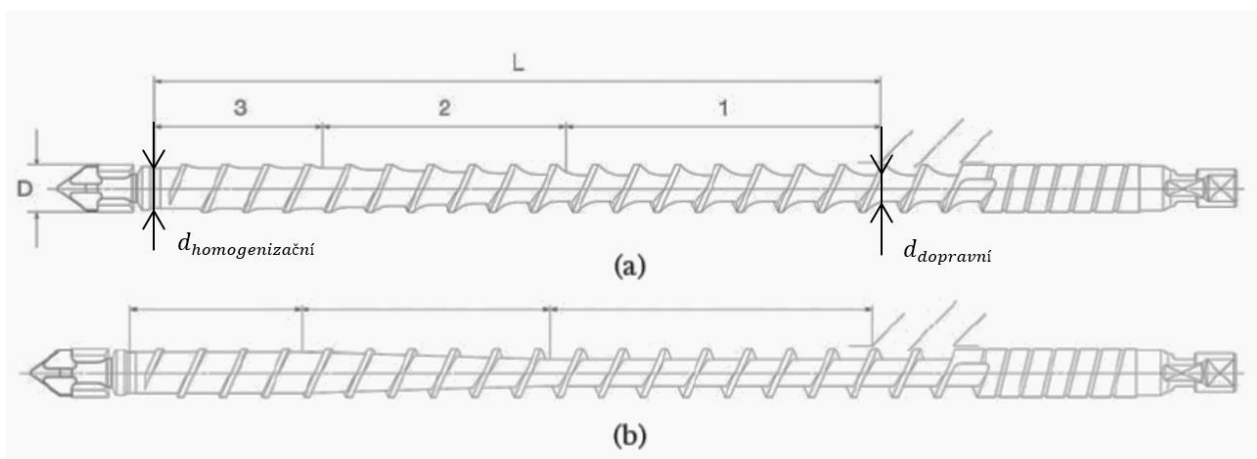
Z maximálního objemu plastu a rychlosti cyklu plastifikace můžeme vypočítat plastifikační kapacitu stroje. Ta je z důvodu nekontinuity procesu plastifikace menší než kapacita kontinuálního extruzního procesu.

Hlavní parametry vstřikovacího ústrojí ovlivňující efektivnost plastifikace jsou: plastifikační kapacita, typ šneku, rychlost šneku a teplo dodávané do tavného válce.

Typy šneku

Z důvodu rozdílných hustot, dynamických viskozit, teplotních kapacit a dalších vlastností různých plastů, je potřeba na daný materiál vybrat vyhovující šnek. Hlavní rozdíly mezi různými typy šneků jsou především v poměru mezi pracovní délkou šneku L a vnitřním průměrem tavicí komory D (tzv. L/D poměr). Na obrázku 7 jsou vyznačeny další charakteristiky šneku: délka dopravní zóny (1), délka kompresní zóny (2) a délka homogenizační zóny (3).

Můžeme také rozlišovat mezi tzv. pasivním šnekem (a), který způsobuje nižší namáhání materiálu stříhem a kompresí a slouží především k transportu a tavení materiálu, a tzv. standardním šnekem (b) s vyšším kompresním poměrem (obrázek 7).



Obrázek 7: Pasivní (a) a standardní šnek (b) s vyznačenými hlavními rozměry a zónami [10]

Poměr mezi hloubkou dopravní zóny a homogenizační zóny se nazývá kompresní poměr:

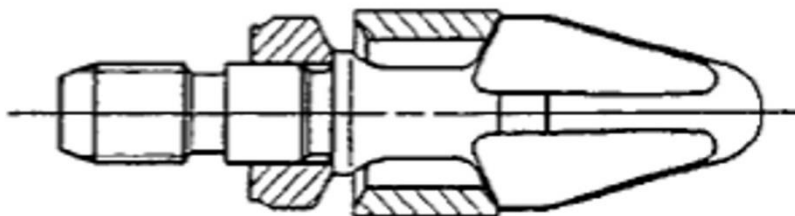
$$\text{kompresní poměr} = \frac{D^2 - d_{\text{dopravní}}^2}{D^2 - d_{\text{homogenizační}}^2} \quad (10)$$

Pro termoplasty bez přidávaných aditiv je doporučený L/D poměr minimálně 20:1. U šneků s rozšířenou plastifikační zónou se tento poměr může zvýšit až na 25:1. Pro reaktoplasty a elastomery je tento poměr naopak menší z důvodu vyšší teplotní citlivosti.

Kompresní poměr pro většinu termoplastů je doporučen jako 2 : 1. Pro teplotně citlivější materiály jako PVC, které při zvýšených teplotách teplotně degraduje a uvolňuje agresivní chemické sloučeniny se tento poměr může snížit až na 1,6 : 1 a L/D poměr snížit až na 18-20 : 1.

Zpětný uzávěr

Důležitou částí šneku je také zpětný uzávěr na čele šneku, který zajišťuje oddělení prostoru před a za čelem šneku pro účel vstřikování axiálním pohybem šneku při vstřikovací fázi. Tento uzávěr zároveň umožňuje proudění taveniny do prostoru před čelem šneku při procesu plnění tavicí komory. Zpětný uzávěr je zobrazen na obrázku 5 a jeho detail na obrázku 8. [10]



Obrázek 8: Zpětný uzávěr na špičce šneku výrobce ARBURG [10]

Viskozita materiálu v tavicím válci

Viskozita plastů v kterémkoliv místě tavicího válce závisí na druhu plastu, lokálním tlaku a lokální teplotě. Pro efektivní vstřikovací proces je třeba dosáhnout co nejnižší viskozity materiálu při průtoku tryskou extruderu. Závislost teploty taveniny na dynamické viskozitě při konstantním tlaku lze pro semikrystalické plasty při teplotách T vyšších než 1,5 teploty tavení materiálu T_t popsat Andradovou rovnicí (v Arrheniusově formě):

$$\eta = \eta_0 e^{\frac{E}{RT}} \quad (11)$$

Kde η_0 je newtonská viskozita, E je aktivační energie materiálu, R je univerzální plynová konstanta a T je teplota taveniny.

Pro teploty v intervalu nad teplotou skelného přechodu $T_g - (T_g + 100 K)$ je lépe pro vypočítání této závislosti použít rovnici WLF (Williams-Landel-Ferry):

$$\log \eta (T) = \log \eta (T_g) - [c_1 - (T - T_g)]/[c_2 + T - T_g] \quad (12)$$

kde c_1 a c_2 jsou univerzální konstanty ($c_1 = 17,44$; $c_2 = 51,6$). [11]

Vliv tlaku taveniny na dynamické viskozitě je komplexnější než vliv teploty. Pro výpočet dynamické viskozity při proměnlivém tlaku lze použít například tzv. Bagleyho korekturu.

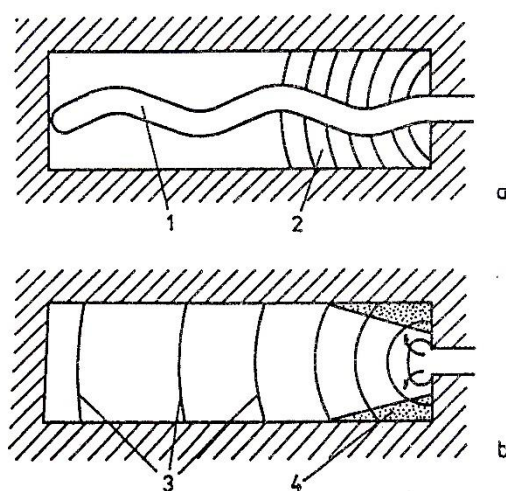
V praxi lze však nejčastěji nalézt tzv. procesní okno, které udává hraniční parametry tlaků a teplot zpracování daného plastu. Příklad těchto hodnot pro různé plasty je uveden v tabulce 4. [10]

Tabulka 4: Doporučené hodnoty zpracování vybraných plastů [10]

Materiál	Teplota stěny trysky [°C]	Vstřikovací tlak [bar]
Polyethylen (PE)	210-250	600-1350
Polypropylen (PP)	220-290	800-1400
Akrylonitril butadien styren (ABS)	180-260	650-1550
Polyvinylchlorid (PVC) – měkčený	150-170	400-1550
Polyvinylchlorid (PVC)	160-180	1000-1550
Polyamid 11 (PA11)	200-250	450-1550
Polyamid 6 (PA6)	230-260	450-1550
Polyamid 6.6 (PA66)	270-295	450-1550
Polystyren (PS)	160-230	650-1550

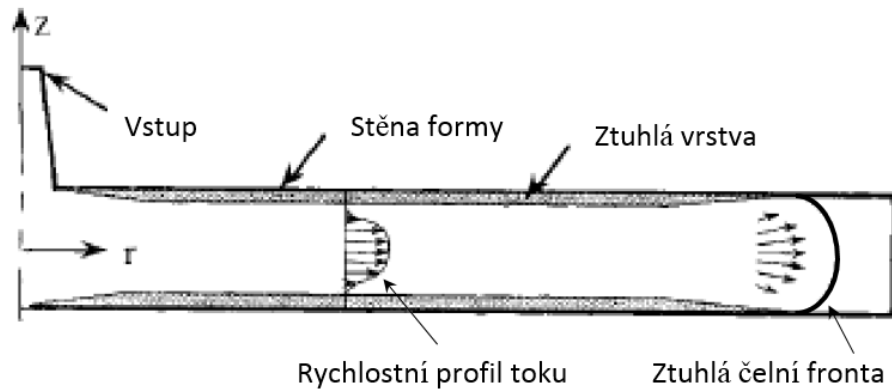
2.1.2. Vstřikování taveniny

Vstřikování taveniny do formy je provedeno axiálním pohybem šneku směrem, k již uzavřené prázdné formě. Připravený natavený materiál o dostatečném množství před čelem šneku, je pohybem šneku (při uzavřeném zpětném závěru) vytlačen tryskou do formy. Rychlost vstřiku je dána rychlostí pohybu šneku. Pro získání kvalitních výlisků s dobrými fyzikálními vlastnostmi a vysokou kvalitou povrchu je nutné zajistit plynulé laminární proudění vstřiku uvnitř formy a zamezit vzniku tzv. volného paprsku (angl. *jet stream*) (obrázek 9).



Obrázek 9: Průběh plnění tvarové dutiny formy: a) plnění volným paprskem: 1 - volný paprsek, 2 - doplňující tavenina; b) postupné plnění: 3 - čelo toku taveniny, 4 - počátek chladnutí [9]

První materiál, který vstoupí do vtokové soustavy formy je vystaven podmínkám uvnitř formy, tedy zpravidla atmosférickému tlaku a teplotě uvnitř a na stěnách formy. Tento materiál tak tvoří tzv. čelní frontu, která od počátku vstřikování začíná v dutině formy tuhnout. Materiál v kontaktu s formou začíná také tuhnout, a to v závislosti na teplotě stěny formy, kterou lze regulovat teplotou formy. Tento materiál tak tvoří tzv. ztuhlou vrstvu při vstřikování (obrázek 10).



Obrázek 10: Schéma toku taveniny při vstupu do vtokové soustavy [8]

Při setkání dvou čelních front ve formě vznikají tzv. studené spoje, které zpravidla vykazují výrazně sníženou pevnost a mohou při nevhodném návrhu výrobku vést k lomu.

Díky vysoké viskozitě plastů je třeba také uvažovat maximální délku, kterou tavenina může protéct při daném vstřikovacím tlaku. Tato vzdálenost výrazně klesá se zmenšující se tloušťkou dutiny, kterou materiál protéká. Tato závislost je různá pro rozdílné materiály a je možné ji odhadnout pomocí Hagen-Poiseuilleho zákona:

$$L = \frac{\Delta p}{32 * \varphi * v_f * \eta_{eff}} H^2 \quad (13)$$

kde: L [cm] je délka toku, H [cm] je hydraulický rádius definovaný tloušťkou toku T [cm] a šířkou toku W [cm] jako:

$$H = \frac{2 * W * T}{(W + T)} \quad (14)$$

φ [–] je rozměrový faktor (pro šířku toku širší než tloušťka roven 1,5), v_f [$\frac{cm}{s}$] je rychlost čelní fronty, Δp [Pa] je rozdíl vstřikovacího tlaku a tlaku uvnitř dutiny a η_{eff} [Pa · s] je zdánlivá efektivní viskozita, která se zpravidla odhaduje pro amorfní materiály jako: $\eta_{a\,eff} = 250 - 270$ Pa · s a pro semikrystalické jako $\eta_{s\,eff} = 170$ Pa · s. Díky těmto odhadům můžeme délku toku pro standardní vstřikovací tlak 120 MPa pro amorfní materiály odhadnout ze vztahu: $L_a = 320 H^2$ [cm] a pro semikrystalické materiály jako: $L_a = 500 H^2$ [cm]. [12]

2.1.3. Dotlak

Po naplnění dutiny formy taveninou je nutné po určitou dobu ve formě udržovat tlak, aby došlo k úplnému zaplnění formy a kompenzovala se ztráta objemu výstřiku vlivem smrštění taveniny. Tato fáze má z hlediska jakosti největší vliv na tvarovou a rozměrovou přesnost výrobku. Dotlaku je docíleno pomocí tzv. polštáře, který vzniká před čelem šneku v plastikační komoře.

Bod, ve kterém se tlak plnění přepne na tlak dotlačovací (bod z v diagramu na obrázku 6), je kritickým místem plnění formy. Pokud k přepnutí tlaků dojde příliš pozdě, ve formě vzniká vysoké tlakové maximum, které může vést ke vzniku přetoků v dělicích rovinách formy, zpětnému toku taveniny a kritickému zatížení uzavírací jednotky stroje. Při předčasném přepnutí vzniká naopak riziko neúplného objemového a tvarového naplnění dutiny formy, vady povrchu výstřiků (staženiny, propadliny) a většímu smrštění výrobků.

Bod přepnutí vstřikovacího tlaku je možno zvolit v závislosti na dráze šneku, respektive objemu vstřikované taveniny, nebo na tlaku v hydraulickém systému stroje, před čelem šneku, nebo ve formě v závislosti na návrhu zařízení. Přepínání v závislosti na době vstřiku není doporučeno používat pro vysoké kolísání hodnot a nízké reprodukovatelnosti výstřiků. Této závislosti je používáno pouze pro bezpečnostní účely pro případ výpadků v systému kontroly dráhy šneku, nebo tlaku.

Doba a hodnota dotlaku je závislá na použitém materiálu, zařízení a také návrhu formy (především místě ústí vtoku do dutiny). Doba dotlaku ovlivňuje celkovou dobu cyklu, která by z ekonomických důvodů měla být co nejnižší. Doby a hodnoty dotlaku je tedy nejlépe stanovit simulačním výpočtem v závislosti na požadovaných tolerancích a jakostech výrobku.

2.1.4. Chlazení

V procesu vstřikování rozlišujeme při fázi chlazení vylisků dva pojmy:

- Ochlazování – Doba od prvního kontaktu taveniny s formou až do vyhození vylisku z formy
- Chlazení – Proces chlazení vylisků po dokončení fáze dotlaku

Proces chlazení je definován dvěma parametry:

- Doba chlazení
- Teplota formy

Rychlost a doba chlazení výrazně prodlužuje výslednou délku cyklu vstřikování, její délka má však vliv na výsledné rozložení orientace molekul a vnitřní pnutí ve výlisku, smrštění výlisku a krystalinitu semikrystalických polymerů. Rychlost ochlazování je dána teplotním gradientem mezi teplotou stěny formy a teplotou taveniny. Temperování formy je tedy klíčovým faktorem pro regulaci procesu chlazení.

Chlazení zpravidla probíhá pouze do doby, kdy je možné z formy výlisk vyhodit bez vzniku tvarových deformací. Teplotu při vyhazování a dobu ochlazování pro výstřik desky o tloušťce 3 mm z akrylonitrilbutadienstyrenu (ABS) a polyoxymethylen (POM) ukazuje tabulka 5. [13]

Tabulka 5: Teplota při vyhazování výlisku a doba chlazení výlisků z ABS a POM [13]

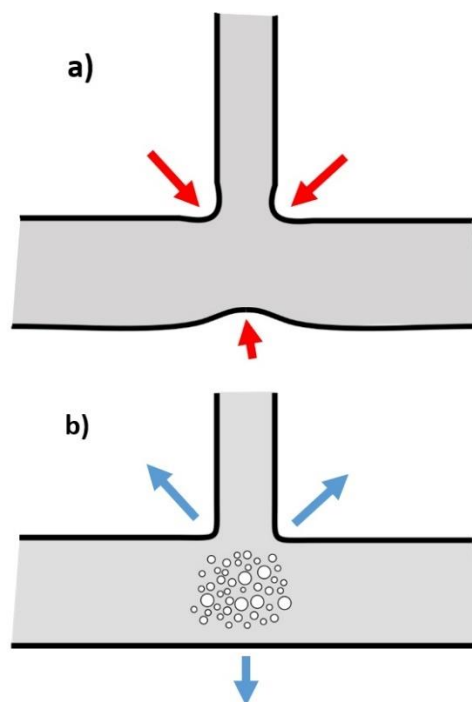
Materiál	Teplota vyhazování [°C]	Doba ochlazování [s]
ABS	100	18
	80	24
POM	130	28,3
	110	48,5

3. Mikrocelulární vstřikovací lisování

Mikrocelulární, nebo také mikrobuněčné, vstřikovací lisování je modifikace vstřikovacího lisování, při kterém je cílem vytvoření výstřiku s uzavřenou jemnou pěnovitou strukturou. V závislosti na charakteru struktury pěny, především tvaru, velikosti a rozložení buněk, mohou výrobky vyrobené pomocí mikrocelulárního vstřikování spolu se sníženou hmotností vykazovat také vyšší měrnou pevnost, tvarovou stálost a lepší akustické a izolační vlastnosti.

Vstřikovací lisování je nejrozšířenější metodou pro výrobu plastových součástí s mikrocelulární strukturou. Díky možnému snížení hmotnosti výrobků bez snížení kvality výrobků, je mikrocelulární vstřikovací lisování velmi inovativní technologií. Ačkoliv správné nastavení parametrů technologie vyžaduje vysokou zručnost, výsledné náklady mohou být, především pro drahé plasty, výrazně sníženy nižší spotřebou materiálu. Proto se tato technologie nabízí také pro zpracování bioplastů, u kterých je jejich cena zatím stále velkým brzdícím faktorem pro širší aplikace. Mikrocelulární struktura navíc u bioplastů může výrazně snížit dobu a náročnost jejich rozkladu. [14]

Dalším výrazným přínosem mikrocelulárních materiálů v procesu vstřikování je snížení viskozity a vytvoření dodatečného vnitřního tlaku v dutině formy. Snížení viskozity, již popsané v tabulce 3, je výrazným přínosem díky zrychlení procesu plastifikace a plnění formy a tím zkrácení vstřikovacího cyklu. Nižší viskozita umožňuje také 20-60% snížení vstřikovacího tlaku. Vnitřního tlaku v dutině formy je docíleno precipitací plynu do tuhnutí taveniny výlisku. Tento proces částečně nahrazuje dotlakovou fázi a vede k celkově lepšímu plnění dutiny formy. Díky vnitřnímu tlaku jsou lépe plněna kritická místa dutiny s malými rozměry (hrany, rohy) a také je potlačováno smršťování výlisku (obrázek 11).



Obrázek 11: Vliv smrštění na součást s vrubem: (a) bez vnitřního nadouvání, (b) s vnitřním tlakem vyvolaným nadouváním

Mikrocelulární vstřikovací lisování můžeme rozdělit podle formy nadouvacího prostředku na technologii s chemickým nadouvadlem (angl. *chemical blowing agent* – CBA) a fyzikálním nadouvadlem (angl. *physical blowing agent* – PBA). [3]

3.1. Chemická nadouvadla

Chemická nadouvadla jsou v procesu vstřikovacího lisování zpravidla v pevné formě smíchány s granulátem polymeru a poté zpracovány vstřikovací jednotkou. Při dosažení teploty, která je vyšší, než jejich tepelná dekompozice začnou chemická nadouvadla do taveniny polymeru vypouštět plyn. Pokud je tlak a teplota taveniny vyhovující je tento plyn rozpuštěn v tavenině a poté po poklesu tlaku v kavitě precipitován a vytváří pórovitou strukturu.

Chemická nadouvadla jsou zpravidla organického původu a při dekompozici nejčastěji uvolňují plyny N_2 , CO, CO_2 nebo NH_3 . V minulosti byla využívána také nadouvadla na bázi chlor-fluorových uhlovodíků (freonů), které jsou však v současnosti zakázané z důvodu narušování ozónové vrstvy.

Charakter rozpadu nadouvadla v tavenině je zpravidla exotermní, což může vést k teplotní degradaci polymeru v okolí částice nadouvadla. V současné době jsou však některými společnostmi produkována i nadouvadla endotermní, u kterých k teplotní degradaci nedochází.

Endotermní nadouvadla navíc během rozkladu a precipitace plynu urychlují chladnutí taveniny polymeru a tím zkracují vstřikovací cyklus.

Základní předpoklady pro chemické nadouvadlo jsou:

- Teplota dekompozice nadouvadla musí být nižší, než teplota zpracování polymeru
- Teplotní rozsah uvolňování nadouvacího plynu by neměl přesahovat 10 °C
- Dekompozice by neměla být autokatalycká, aby nedocházelo k akumulaci tepla a teplotní degradaci polymeru
- Chemické nadouvadlo by mělo mít formu vhodnou pro míšení s polymerem a nemělo by po dekompozici zanechávat v matrici polymeru vysoké množství nečistot

Hlavní faktory ovlivňující charakter nadouvadla jsou:

- Teplotní interval dekompozice (°C)
- Množství produkovaného plynu v daném intervalu teplot (ml_{plyn}/g_{CBA})
- Charakter dekompozice (exotermní / endotermní)

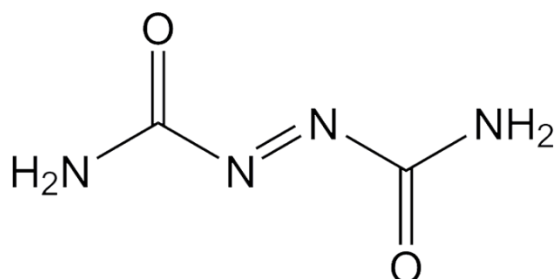
Oproti fyzikálním nadouvadlům mají chemická nadouvadla hlavní výhodu v možnosti jejich použití bez zásahů do vstřikovacího zařízení. Dávkování nadouvadla může probíhat mimo vstřikovací lis nebo v jeho zásobníku a následné zpracování může probíhat na stejném zařízení jako lisování standardního materiálu a odpadají tak investiční náklady na úpravu zařízení.

Nevýhodou chemických nadouvadla je jejich vyšší cena za jednotku uvolněného plynu. Chemická nadouvadla také v polymeru zanechávají nečistoty z produktů chemické reakce dekompozice, které mohou negativně reagovat s některými polymery.

Mezi nejčastěji využívané chemické sloučeniny používané pro chemická nadouvadla jsou především azosloučeniny (např. Azodikarbonamid – ADC).

Nejhojněji používané nadouvadlo Azodikarbonamid (obr. 12) je oranžový až světložlutý krystalický prášek. V praxi je nejčastěji využíván především pro svoje vysoké množství

produkovaného plynu (až $220 \text{ ml}_{\text{plyn}}/\text{g}_{\text{CBA}}$) a stabilitu při skladování. ADC se rozkládá při komplexní exotermní reakci na převážně dusík, oxid uhelnatý a malé množství amoniaku při teplotách 205-215 °C. Jako nadouvadlo je však využíván v polymerní matrici spolu s katalyzátory (tzv. *kickers*), které teplotu dekompozice mohou snížit až na 150 °C.



Obrázek 12: Strukturální vzorec azodikarbonamidu [15]

Dále využívanými sloučeninami jsou hydraziny (např. p-Toulensulfonylhydrazid – TSH), semikarbazidy (např. p-toulensulfonyl semikarbazid – TSSC) a tetrazoly (např. 5-fenyltetrazol - 5-PT). [16]

3.2. Fyzikální nadouvadla

Nadouvání polymerů fyzikálním prostředkem je prováděno pomocí zavádění neaktivního plynu (nejčastěji oxidu uhličitého, dusíku) v jejich již superkritické fázi přímo do taveniny v plastifikační komoře vstřikovacího zařízení. Tato technologie vyžaduje nákladnější úpravu vstřikovacího zařízení kvůli zavedení ventilu s tekutinou, umožňuje však variabilnější a reprodukovatelnější výsledky s možností dosažení velmi jemných mikrocelulárních struktur (v literatuře uváděné až jako nanocelulární). [1]

Oproti podobné technologii vstřikování s pomocí plynu tzv. GIT (angl. *gas assisted technology*), při které je pomocí plynu (nejčastěji je používán také dusík nebo oxid uhličitý) ve výlisku vytvořena dutina, netvoří u mikrocelulárního vstřikování plyn během procesu s taveninou jednofázový roztok a je do formy dopraven až po solidifikaci vnější vrstvy výlisku.

V praxi nejrozšířenější technologie mikrocelulárního vstřikování je technologie MuCell®, již zmiňované firmy Trexel Inc., která využívá speciální geometrie šneku a vstřikování

plynu do plastifikační komory vstřikolisu. Další technologie (např. technologie Optifoam® firmy Sulzer Chemtech, nebo Ergocell® společnosti Sumitomo-Demag) pracují na podobných principech a liší se především formou dopravy tekutého plynu do taveniny.

Kritickými komponenty pro mikrocelulární vstřikování jsou dávkovací zařízení, uzavírací ventil, a šnek vstřikolisu.

3.2.1. Dávkovací zařízení

Oxid uhličitý a dusík jako nejčastěji používaná fyzikální nadouvadla jsou relativně levné látky komerčně dostupné v různých objemech s různými tlaky a teplotami skladování. Dusík je dodáván v plynné formě obvykle v rozpětí tlaků 14-20 MPa, nebo v tekuté formě s teplotou nižší než -196 °C (kryogenní dusík).

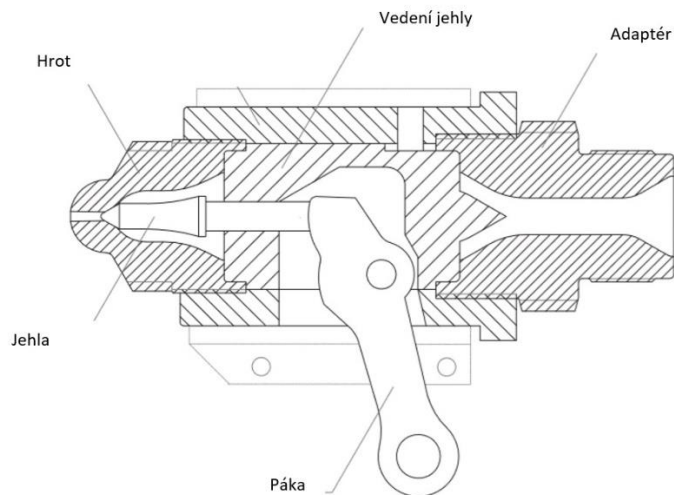
Pro regulaci procesu mikrocelulárního vstřikování je nutné použití dávkovacího zařízení pro injekci plynu a regulátor tlaku plynu. Regulátory plynu fungují zpravidla v souladu s pumpovacím zařízením plynu a mohou fungovat buď jako redukční regulátory (tlak pouze snižují) nebo zpětné regulátory (tlak zvyšují). Plyn je do taveniny zaváděn zpravidla pomocí ventilu skrz otvor v tavicím válci.

3.2.2. Uzavírací ventil

Uzavírací ventil je klíčový pro udržení tlaku roztoku plynu a polymeru a zabránění jeho úniku. Tento ventil se nachází konci plastifikační komory před vtokovou soustavou formy. Hlavními požadavky na jeho správnou funkci jsou:

- Rychlé a přesné operování při vysokých tlacích taveniny
- Minimum odpadního materiálu při zavření ventilu
- Neovlivňování pohybu šneku při jeho rotačním a axiálním pohybu

Klasické řešení tohoto ventilu ukazuje obrázek 13. [3]

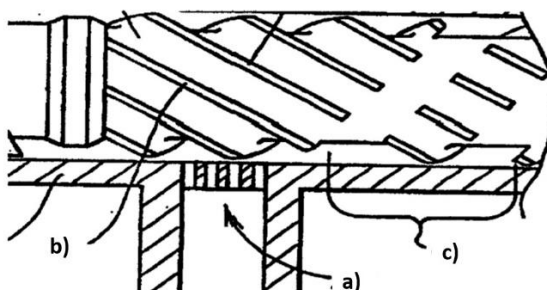


Obrázek 13: Uzavírací ventil a jeho komponenty [3]

3.2.3. Šnek pro mikrocelulární vstřikování s fyzikálním nadouvadlem

Účelem šneku vstřikovacího lisování, jak již bylo zmíněno je tavení, míchání a doprava polymeru v plastifikační fázi vstřikování. Podmínkou šneku pro mikrocelulární vstřikování s fyzikálním nadouvadlem je umožnění vstupu plynu v superkritické fázi, jeho smíchání s taveninou a kontrolovatelnost tlaku taveniny v průběhu celého vstřikovacího cyklu.

Technologie MuCell® proto používá šnek upravený o úsek pro vytvoření jednofázového roztoku, která se skládá z tzv. šlehačí sekce (angl. *whipping section*) a míchací sekce (angl. *mixing section*) (obrázek 14). Tento úsek je zařazen až před zpětný uzávěr šneku a je charakteristický mezerami v listech šneku ve šlehačí sekci a nulovým kompresním poměrem. Mezery v listech šneku umožňují rychlejší disperzi plynu v tavenině. Nulový kompresní poměr umožňuje stálost tlaku v tomto úseku a omezuje možnost zpětného toku plynu v protisměru pohybu šneku. [17]



Obrázek 14: Úsek šneku pro technologii Mucell® se vstupním ventilem (a), míchací sekci (b) a šlehačí sekci (c) [17]

III. Experimentální část

1. Popis a cíl experimentální části

Experimentální část této práce je zaměřena na zkoumání faktorů ovlivňujících tvorbu celulární struktury při procesu vstřikovacího lisování a na sledování vlivu struktury na mechanické vlastnosti výlisků. Motivací pro experimentální část bylo navržení experimentu pro možnost rychlého zjištění ideálního nastavení vstřikovacího procesu v praxi. Optimalizována byla měrná pevnost a hustota výlisků, což odráží požadavky při současné poptávce po plastových výliscích.

Pro vytvoření mikrocelulárního procesu byla zvolena cesta s chemickým nadouvadlem pro její snadnou implementaci do procesu vstřikolísování. Fyzikální nadouvadla vyžadují výraznější a nákladnější zásah do vstřikovací jednotky a při nevhodném nastavení mohou vést k poškození zařízení.

Pomocí metodiky návrhu experimentu (angl. *Design of Experiment – DOE*) bylo pro určení sledovaných faktorů a jejich úrovní sestaveno 8 skupin s různými parametry vstřikovacího procesu a pro každou skupinu bylo vyrobeno určité množství vzorků (včetně vzorků bez nadouvadla). U vyrobených vzorků byla poté zjištěna jejich hustota, mez pevnosti v tahu a četnost a podíl pórů v průřezu.

2. Výroba zkušebních těles

2.1. Základní materiál

Jako základní materiál byl vybrán polypropylen (PP) z regranulační linky firmy RENOplastic družstvo. Polypropylen jakožto jeden z nejčastěji zpracovávaných materiálů technologií vstřikovacího lisování byl zvolen pro svoji dostupnost, nízkou cenu a relativně široké rozmezí teplot možného zpracování při vstřikolisování. Materiál ve formě granulátu byl černé barvy a dovořoval tak použití kontrastního bílého barviva při hodnocení pórovitosti v průřezu vylisku (viz níže). Ačkoliv se jedná o regranulát, výrobce garantuje vlastnosti z materiálového listu uvedené v tabulce 6.

Tabulka 6: Materiálový list RPP - RENOplastic družstvo [18]

Fyzikální vlastnost	Hodnota	Jednotka	Norma
Mez pevnosti v tahu	26	<i>MPa</i>	ISO 527
E Modul	1400	<i>MPa</i>	ISO 527
Relativní prodloužení při přetržení	15	%	ISO 527
Rázová houževnatost Charpy 23 °C s vrubem	7	<i>kJ/m²</i>	ISO 179
Hustota	0,90	<i>g/cm³</i>	ISO 1183

Materiál byl skladován před použitím dle normy ČSN EN ISO 291 při teplotě 23 ± 2 °C a relativní vlhkosti 50 ± 10 %.

2.2. Nadouvadlo

Metodou pro vytvoření mikrocelulární struktury při vstřikovacím lisování bylo zvoleno nadouvání pomocí chemického nadouvadla. Jedná se o metodu využívající chemické nadouvadlo zpravidla ve formě granulátu nebo prášku, které je spolu s granulátem matrice zaveden v určitém poměru do šnekovacího ústrojí vstřikolisů. Pro tuto práci byla

získána chemická nadouvadla od firmy Tramaco a to ve dvou variantách: TRACEL IM 3235 a TRACEL PO 4207. V obou případech se jedná o bílý granulát vhodný pro zpracování PP metodou vstřikovacího lisování. Charakteristiky obou nadouvadla z materiálových listů dodaných výrobcem spolu s materiály jsou uvedeny v tabulce 7.

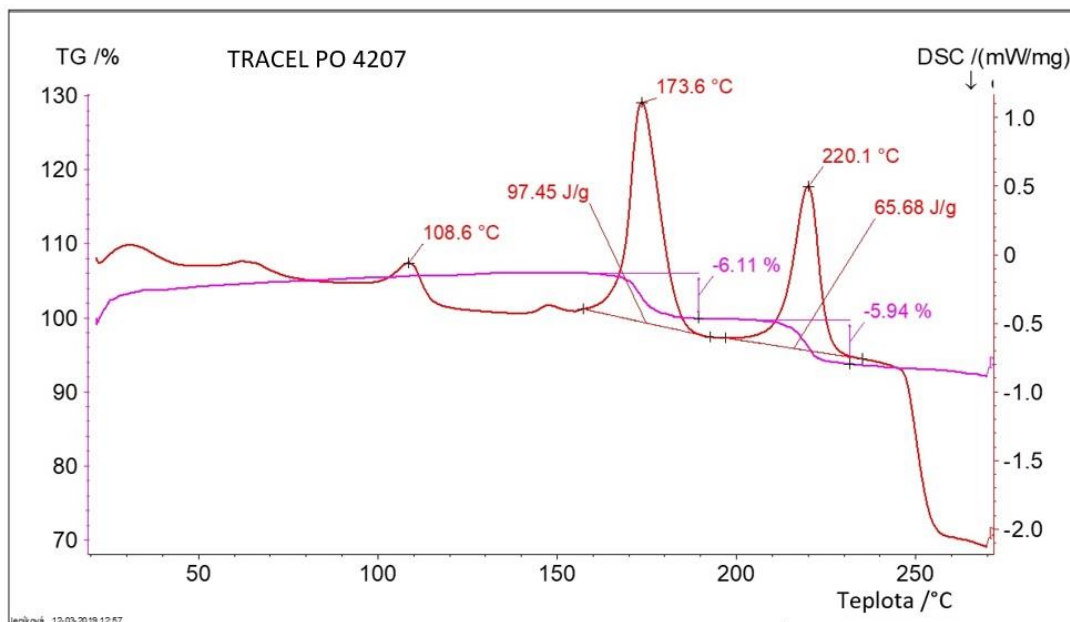
Tabulka 7: Vlastnosti nadouvadla TRACEL

Vlastnost	TRACEL PO 4207	TRACEL IM 3235
Složení	neuveveno; polymerní pojivo	P-toulensulfonylsemikarbazid; polymerní pojivo
Teplota zpracování [°C]	135 – 220	200
Objem uvolněného plynu při 220 °C [ml/g]	50	60
Obsah nadouvací látky [%]	40	30
Charakter reakce	endotermní	exotermní
Dávkování [%]hm.	1 – 2,5	1 – 3
Uvolněné plyny	Oxid uhličitý	Dusík a oxid uhličitý

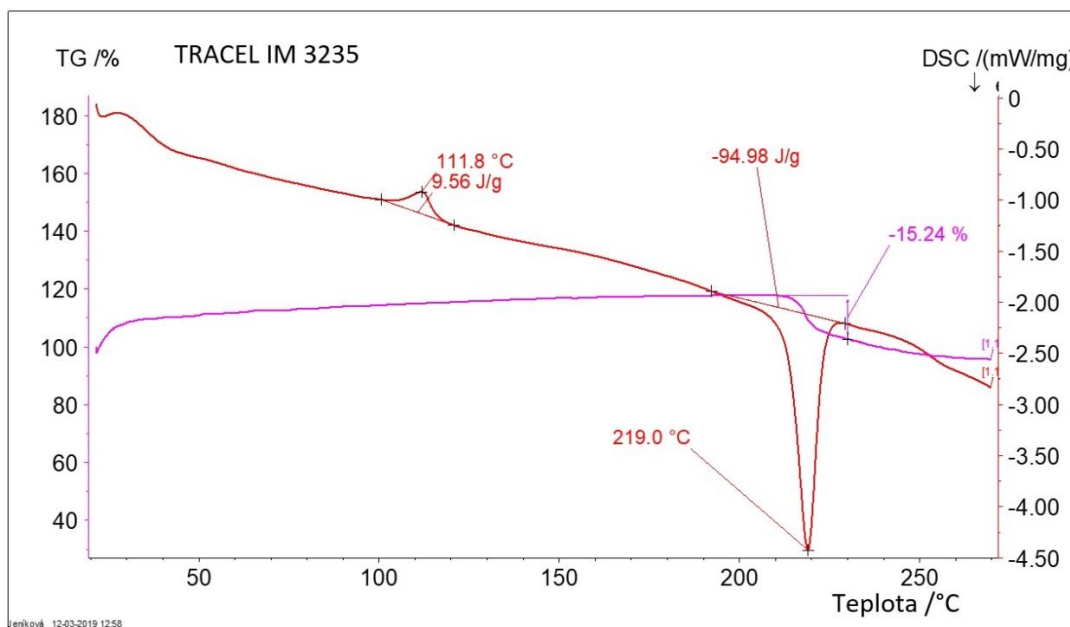
Oba materiály byly navíc podrobeny zkoušce metodou diferenciální snímací kalorimetrie (DSC) na zařízení NETZCH STA 409 PC/PG. Pomocí této zkoušky byla zjištěna závislost termických vlastností při rozkladu nadouvadla. Z grafů na obrázcích 15 a 16 je možné určit teplotu strukturní změny vzorku nadouvadla a úbytek hmoty vzorku. Tyto údaje lze chápat jako rozklad nadouvadla a uvolnění plynu ze vzorku. Vzorek materiálu o váze 3,6 mg TRACEL PO 4207 vykazuje dvě endotermní reakce. První v rozmezí teplot 158-189 °C, při které dochází k úbytku 6,11 % materiálu a druhou reakci při teplotách 195-235 °C, při které dochází k úbytku dalších 5,96 % vzorku. Pro úplné rozpuštění

nadouvadla je tedy nutné dosáhnout minimální teploty 195 °C. Vzorek materiálu TRACEL IM 3235 o váze 1,4 mg vykazoval exotermní reakci při teplotách 190-230 °C s úbytkem hmotnosti vzorku o 15,24 %.

Pro výrobu vzorků byl vybrán materiál TRACEL IM 3235.



Obrázek 15: Graf diferenciální snímací kalorimetrie (DCS) při ohřevu vzorku TRACEL PO 4207



Obrázek 16: Graf diferenciální snímací kalorimetrie (DCS) při ohřevu vzorku TRACEL IM 3235

Skladování materiálu nadouvadel bylo v souladu s pokyny výrobce.

2.3. Návrh experimentu

Pro zjištění ideálního nastavení parametrů vstřikovacího lisování a určení závislosti jednotlivých faktorů na výsledných vlastnostech výlisků byla zvolena metoda návrhu experimentu (angl. *Design of Experiment – DOE*) a to konkrétně Taguchiho metoda návrhu experimentu. Pomocí této metody a určením klíčových parametrů ovlivňujících výsledný výlisek bylo možno charakterizovat proces za použití osmi skupin vzorků. Jednotlivé parametry (faktory) a hodnoty (úrovně) byly zvoleny na základě literární rešerše problematiky a také na základě zkušeností s prací se vstřikovacím lisem. Pro každý faktor byla zvolena nižší a vyšší úroveň označené jako úroveň 1 a úroveň 2. Parametry a jejich hodnoty jsou uvedeny v tabulce 8.

Tabulka 8: Faktory a úrovně navrhovaného experimentu

Faktor		Úroveň 1	Úroveň 2
A	Množství CBA [% hm.]	1	3
B	Teplotní zóny [°C]	210, 200, 190, 180	230, 220, 210, 200
C	Teplota formy [°C]	30	60
D	Dotlak [bar]*	30	40
E	Rychlost vstřikování [m/s]	36	46

*Dotlak konstantní po dobu 2 s

Doba ochlazování byla s ohledem na nadouvání mimo formu řádně nevychlazených vzorků nastavena na 30 s. Ideální doba chlazení a její závislost na teplotě formy by jako důležitý parametr ekonomičnosti procesu byla námětem pro další práci za použití podobné metodiky.

Pro vyhodnocení experimentu za předpokladu porovnání každého parametru s každým (tzv. úplný faktoriální experiment) a dvou úrovní by vzniklo $2^5 = 32$ skupin vzorků. Díky metodě DOE byl s pomocí programu Minitab® 2015 a funkce „Analyze Taguchi

Design' vytvořen experiment s ortogonálním rozložením částečně faktoriálního experimentu, čímž byl počet skupin potřebných pro vyhodnocení experimentu snížen na 8 (tzv. rozložení L8). Rozložení úrovní v závislosti na parametru je zobrazeno v tabulce 9.

Tabulka 9: Rozložení L8 Taguchiho experimentu (1 = úroveň 1; 2 = úroveň 2)

Skupina	Faktor				
	A	B	C	D	E
1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2
3	1	2	2	1	1
4	1	2	2	2	2
5	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1
7	2	2	1	1	2
8	2	2	1	2	1

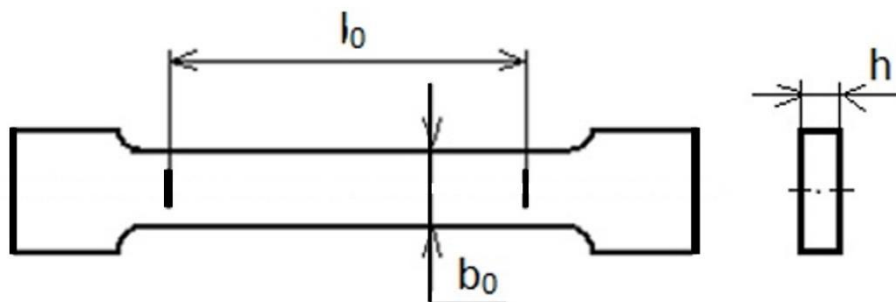
2.4. Výroba vzorků

Materiál pro výrobu vzorků byl vytvořen z matrice (regranulát PP) a nadouvadla (granulát TRACEL IM 3235) promícháním v nádobě ve dvou poměrech – 1 % hm. nadouvadla a 3 % hm. nadouvadla. Promíšení obou materiálů bylo provedeno ručně. Výsledné směsi byly poté postupně nasypány do zásobníku vstřikovacího lisu ENGEL EC 100 s průměrem šneku 22 mm (obrázek 17). Při změně materiálu byla tavná komora lisu vyprázdněna od předešlého materiálu.



Obrázek 17: Vstřikovací lis ENGEL EC 100

Vzorky byly vstřikovány do formy s dutinou ve tvaru zkušebního tělíska dle ČSN EN ISO 527 s rozměry dle normy (obrázek 18).



b_0 [mm]	l_0 [mm]	h [mm]
$10 \pm 0,2$	$115 \pm 0,5$	$4 \pm 0,2$

Obrázek 18: Zkušební tělíska a jeho rozměry

Vzorky byly vyráběny po sériích 15 kusů od každé skupiny. Prvních pět vzorků každé série nebylo použito, aby bylo zajištěno ustálení procesu na daných parametrech. Z čisté matrice bylo také vyrobeno 10 vzorků pro porovnání vlastností vzorků s pórovitou strukturou s čistými vzorky.

3. Testování vzorků

Vyrobené vzorky byly popsány číslem určujícím jejich skupinu. Pro čisté vzorky bylo zvoleno označení skupiny 0. Na třech vzorcích z každé skupiny byla změřena jejich hustota, tři byly podrobeny tahové zkoušce a na třech vzorcích z každé skupiny byla charakterizována jejich struktura. Počet testovaných vzorků byl zvolen s ohledem na rychlé vyhodnocení experimentu a dosáhl tak 27 měření hustoty 27 tahových zkoušek a 16 charakterizování struktury.

Před každou zkouškou byly vzorky skladovány dle normy ČSN EN ISO 291.

3.1. Měření hustoty

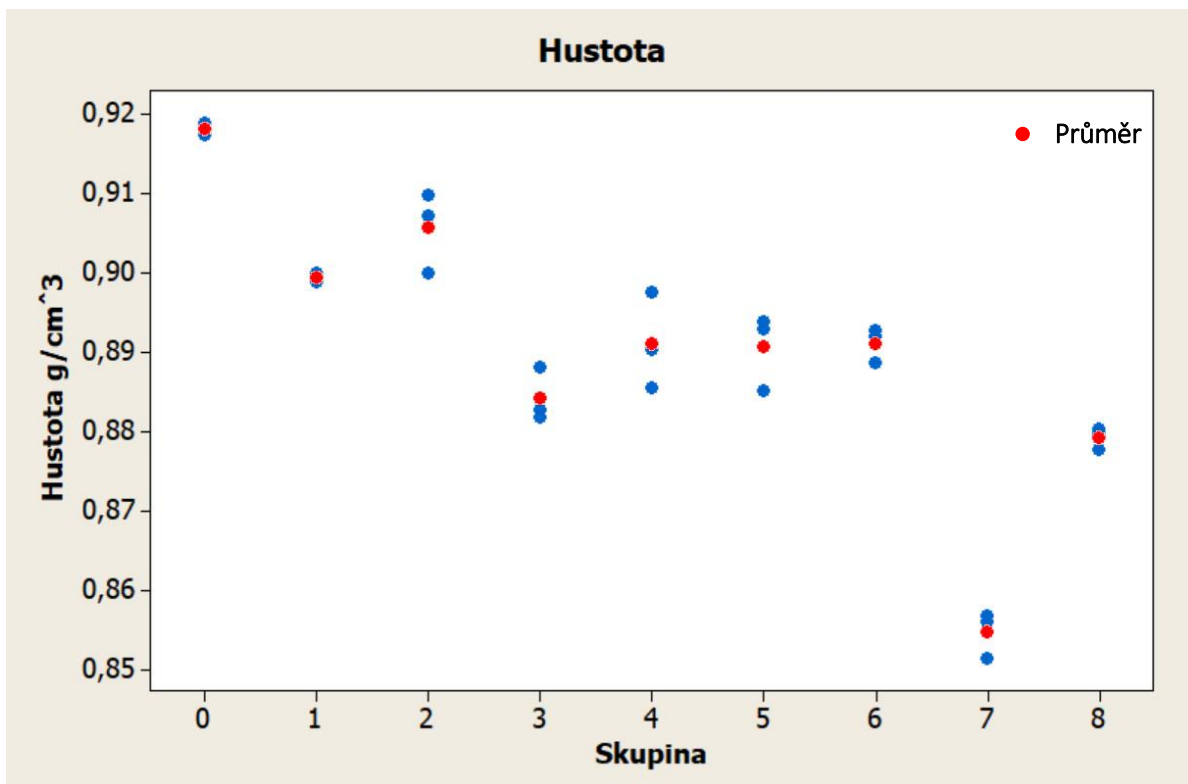
Měření hustoty je poměrně rychlá metoda zjištění obsahu pórů ve vzorku. Při stabilním procesu výroby by poměr mezi hustotou vzorků s pórovitou strukturou a vzorků bez ní měl odpovídat obsahu pórů ve struktuře. Tato metoda však nijak necharakterizuje četnost a rozměry jednotlivých pórů.

3.1.1. Průběh zkoušky

Měření hustoty probíhalo na hustoměru SD-200L s rozlišením na 4 desetinná místa. Očištěné vzorky byly nejprve zváženy na vzduchu a poté na principu Archimedova zákona v destilované vodě s definovanou teplotou. Výpočet hustoty byl prováděn automaticky zařízením.

3.1.2. Výsledek zkoušky

Výsledky měření hustoty jsou zobrazeny na grafu na obrázku 19. Průměry hustot pro jednotlivé skupiny a jejich směrodatné odchylky jsou uvedeny v tabulce 10. Z výsledků je patrná variace hustoty dle skupiny. Výrazně nejnižší hustotu vykazovala skupina 7 s průměrnou hustotou $0,855 \text{ g/cm}^3$. Všechny zkoumané skupiny s pórovitou strukturou mají hustotu nižší než vzorky bez nadouvadla.



Obrázek 19: Výsledky měření hustoty pro jednotlivé skupiny

Tabulka 10: Průměry a směrodatné odchytky naměřených hustot jednotlivých skupin

Skupina	Hustota [g/cm^3]	Směrodatná odchytka [g/cm^3]
0	0,918	0,0007
1	0,899	0,0005
2	0,906	0,0042
3	0,884	0,0028
4	0,891	0,0050
5	0,891	0,0039
6	0,891	0,0018
7	0,855	0,0024
8	0,879	0,0011

3.2. Tahová zkouška

Tahovou zkouškou lze určit klíčové vlastnosti vypovídající o pevnosti vzorku, tedy mez kluzu a mez pevnosti, modul pružnosti a jmenovité prodloužení při přetržení. Metoda bývá zpravidla statická a vyhodnocuje závislost zatížení vzorku na jeho prodloužení. Zkouška plastových vzorků je definována normou ČSN EN ISO 527. Rychlost posuvu čelistí svírajících vzorek je konstantní a je zpravidla doporučena normou.

3.2.1. Průběh zkoušky

Tahová zkouška byla provedena postupně na třech vzorcích z každé experimentální skupiny na zařízení ZD 10/90 Walter + Balag při laboratorní teplotě 23°C. Vzdálenost čelistí na počátku zkoušky byla 115 mm a rychlost čelistí během zkoušky byla nastavena na 50 mm/min. Před zkouškou byly zkontrolovány rozměry vzorků. Vzorky vyrobené s pomocí nadouvadla vykazovaly rozměry b_0 a h o 0,2 – 0,5 mm větší než vzorky bez nadouvadla. Naměřené rozměry byly tedy dosazeny do výpočtu plochy průřezu vzorků a výsledná mez pevnosti určena s reálnou hodnotou průřezu.

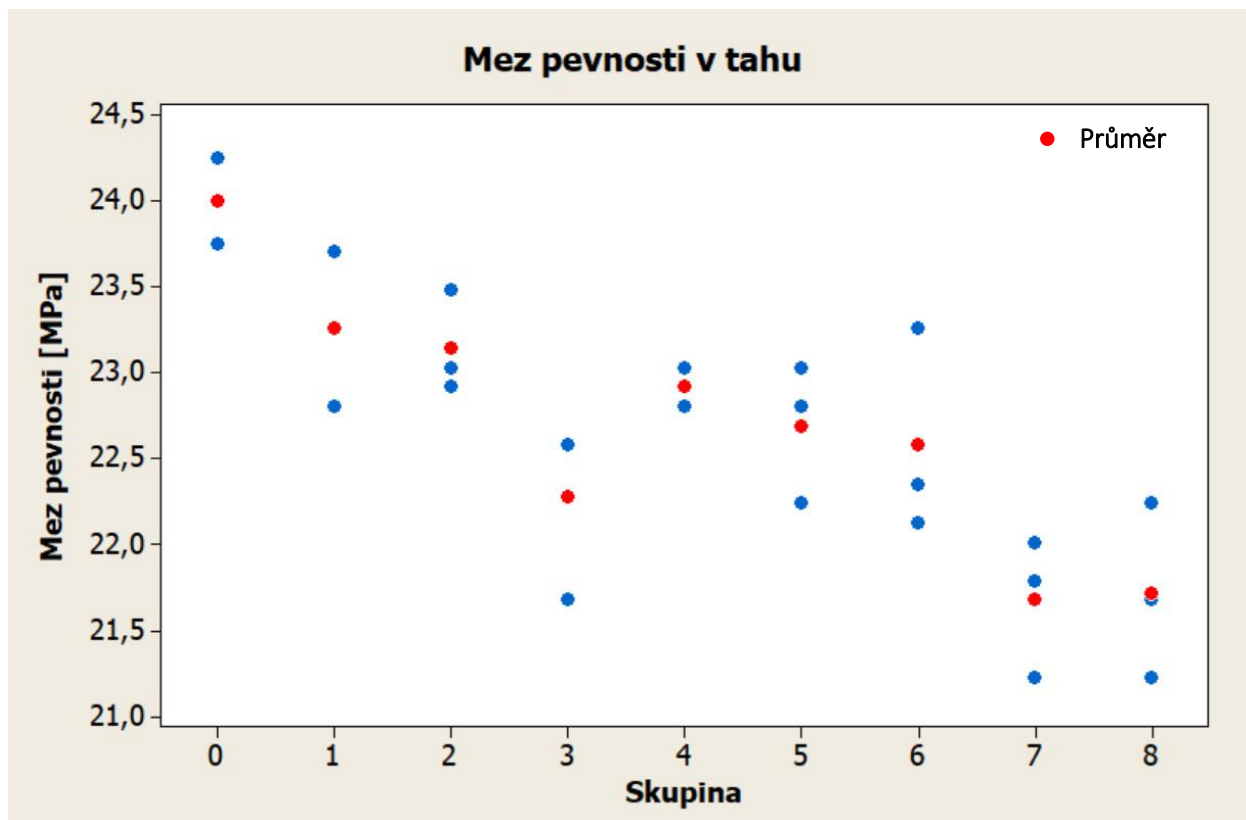
3.2.2. Výsledek zkoušky

Ze zaznamenaného průběhu zatížení jednotlivých vzorků bylo určeno první maximum dosažené síly zatížení F_m , která se používá pro výpočet meze pevnosti σ_m . Ze získaných dat byla pomocí rovnice 15 určena mez pevnosti každého vzorku. Z výsledných hodnot zobrazených na grafu na obrázku 20 byl vypočten aritmetický průměr a směrodatná odchylka (tabulka 11).

$$\sigma_m = \frac{F_m}{A} \text{ [MPa]} \quad (15)$$

kde A je počáteční plocha průřezu v mm^2 .

Z výsledků vyplývá snížení pevnosti vzorků všech skupin s porézní strukturou.



Obrázek 20: Výsledné meze pevnosti pro jednotlivé skupiny

Tabulka 11: Průměry a směrodatné odchylky naměřených hustot jednotlivých skupin

Skupina	Mez pevnosti [MPa]	Směrodatná odchylka [MPa]
0	24,0	0,204
1	22,2	0,352
2	22,1	0,233
3	21,3	0,407
4	21,9	0,088
5	21,7	0,318
6	21,6	0,466
7	20,7	0,318
8	21,7	0,416

3.3. Měrná pevnost

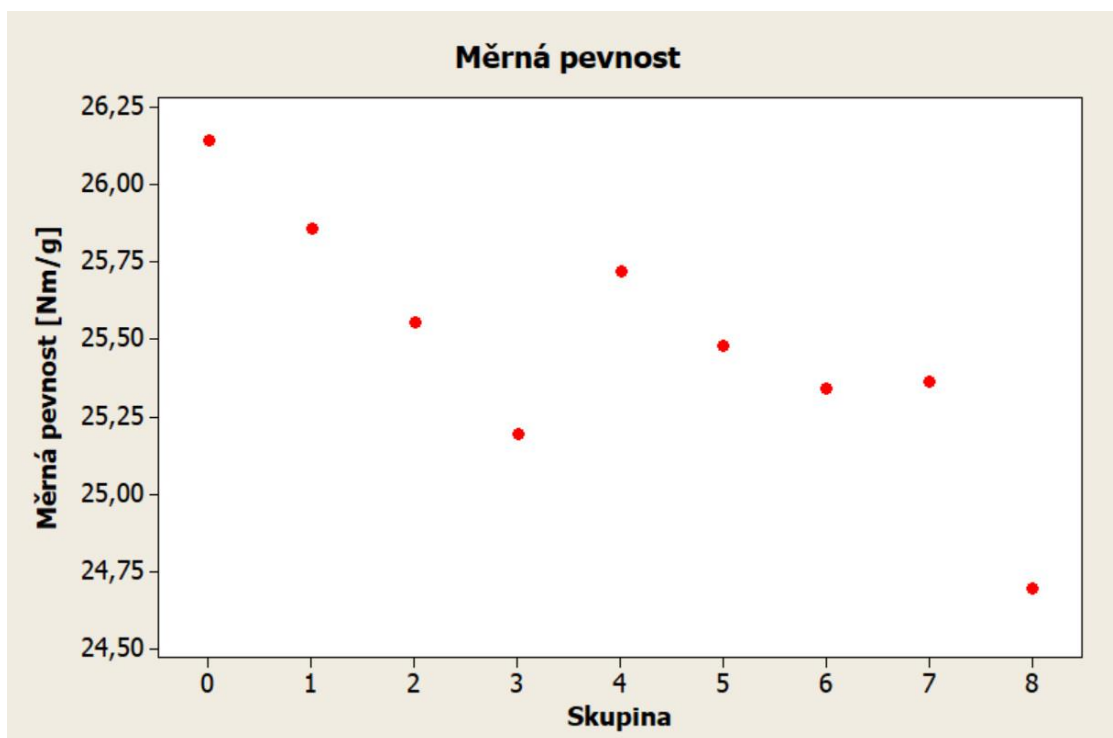
Pro určení efektivity snížení hmotnosti vzorků s porézní strukturou v závislosti na jejich pevnosti je vhodné určit měrné pevnosti dle rovnice 16. Měrné pevnosti slouží především pro porovnání jednotlivých materiálů. Jednotka vycházející z použitých veličin je $\left[\frac{Nm}{g}\right]$.

$$\sigma_m^m = \frac{\sigma_m}{\rho} \left[\frac{Nm}{g}\right] \quad (16)$$

kde σ_m^m je měrná mez pevnosti v tahu a ρ je hustota.

Materiály s vyšší měrnou pevností jsou vhodnější pro aplikace vyžadující snížení hmotnosti součástí.

Výsledné měrné pevnosti experimentálních skupin jsou zobrazeny na grafu na obrázku 21 a jejich hodnoty uvedeny v tabulce 12.



Obrázek 21: Vypočtené měrné meze pevnosti v tahu pro jednotlivé skupiny

Tabulka 12: Vypočtené měrné meze pevností pro jednotlivé skupiny

Skupina	Měrná mez pevnosti $\left[\frac{Nm}{g}\right]$
0	26,1
1	25,9
2	25,6
3	25,2
4	25,7
5	25,5
6	25,3
7	25,4
8	24,7

Z vypočtených hodnot vyplývá, že nejvyšší měrnou pevnost má vzorek bez porézní struktury. Ačkoliv mají některé ze skupin vzorků s nadouvadlem měrnou pevnost srovnatelnou s čistým materiálem, nelze říci, že by tento materiál mohl čistou matici nahradit. Pro dosažení stejné pevnosti výlisku s porézní strukturou je třeba použití většího množství materiálu a ušetření hmotnosti vlivem porézní struktury se vytrácí.

3.4. Hodnocení struktury

Pro vyhodnocení vnitřní porézní struktury vzorků bylo nutno jednotlivé vzorky z každé skupiny rozříznout a pomocí mikroskopu sledovat četnost a rozměry jednotlivých pórů. Tato metoda je relativně náročná na použité zařízení a na čas. Výsledné měření však může sloužit k hodnocení závislosti rozměrů pórů na výslednou pevnost vzorku. Vlivem veliké variace rozložení a četnosti pórů napříč jednotlivými vzorky je třeba z každého vzorku udělat několik příčných a případně podélných řezů. Vlivem destruktivního charakteru této metody i tahové zkoušky není bohužel možné vztahovat pevnost naměřeného vzorku na jeho vlastní vnitřní strukturu. Pro vyhodnocení závislosti je tedy třeba používat zjištěné zprůměrované hodnoty jednotlivých skupin.

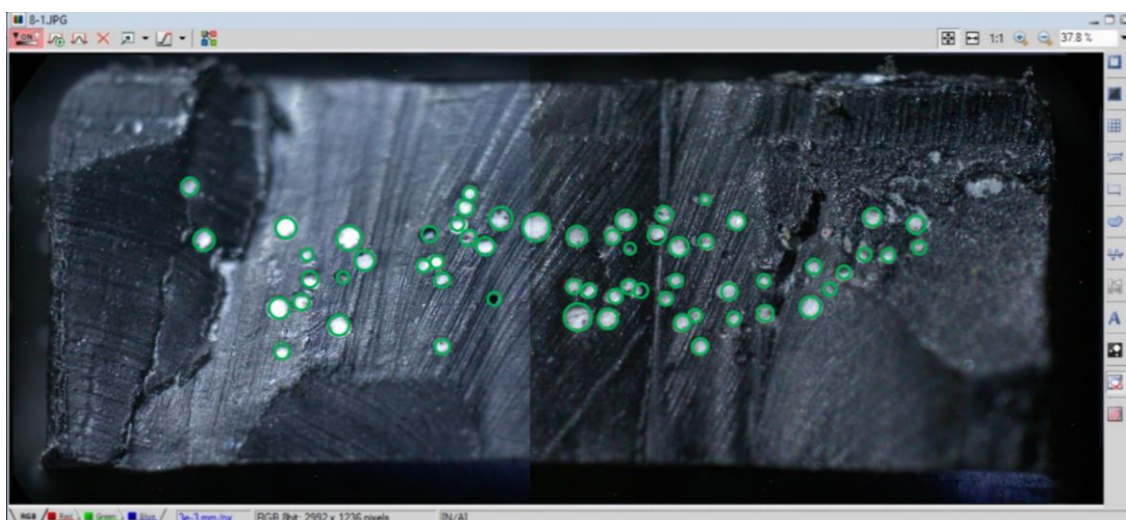
3.4.1. Průběh měření

Vhodný způsob dělení vzorků a hodnocení jejich struktury bylo nutné vyzkoušet různými metodami. Jako nejvhodnější dělení vzorků se ukázalo podchlazení vzorků v mrazícím boxu při teplotě $-14\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu dvou hodin a následné dělení čepelí nože. Broušení dělených ploch vedlo k rozštěpení okrajů pórů a jejich zanesení, a tudíž obtížnému vyhodnocování, a proto nebylo použito. Metoda odříznutí tenkých fólií vedla k deformaci jednotlivých pórů a také výrazně komplikovala vyhodnocování.

Vzorky byly rozděleny na dvou místech rozdělujících vzorek podélně na tři stejné díly. Z každé skupiny byly vybrány dva vzorky, ze kterých byly dohromady získány čtyři řezy. Vyhodnocení struktury probíhalo pomocí světelného mikroskopu NIKON ECLIPSE 600ME. Kvůli nedostatečnému kontrastu pórů na černých vzorcích byla plocha řezu natřena bílou temperovou barvou, která po setření zanechala obarvené vnitřní dutiny pórů a tím je zvýraznila. Z řezů jednotlivých vzorků byla pořízena fotografie (obrázek 22) a ta byla dále vyhodnocena v programu NIS-ELEMENTS AR společnosti NIKON (obrázek 23). Po kalibraci vzorků byly póry v binárním editoru ručně vyznačeny a pomocí softwaru byla spočítána četnost a rozměry pórů.



Obrázek 22: Snímek ze světelného mikroskopu (zvětšeno 10x) vzorku ze skupiny 4



Obrázek 23: Záznam binárního editoru programu NIS-ELEMENTS s vyznačenými póry na vzorku ze skupiny 4

3.4.2. Výsledky měření

Výstupem softwaru NIS-ELEMENTS byl seznam všech zaznamenaných pórů s jejich ekvivalentním průměrem a plochou. Z těchto dat bylo možné zjistit četnost pórů jednotlivých v jednotlivých řezech a průměrnou četnost pórů v řezu vzorkem. Četnost pórů v ploše řezu vzorku 40 mm^2 byla přepočtena na jednotku [*počet/cm²*]. Součtem ploch všech pórů v průřezu byla určena celková plocha pórů v průřezu a také její procentuální podíl v ploše průřezu.

Z rozměrů pórů je možné sestavit křivku distribuce průměrů pórů. Protože jsou póry teoreticky sférického tvaru a řez je zpravidla neprotíná v jejich maximálním rozměru, jsou v práci uvedeny pouze maximální rozměry nalezených pórů a průměrné hodnoty rozměrů. Vydělením celkové plochy pórů v průřezu jejich průměrnou četností v ploše řezu byla získána průměrná plocha póru.

Výsledné hodnoty jsou uvedeny v tabulce 13.

Z naměřených hodnot vyplývá, že rozměry pórů nejsou pro žádnou z měřených skupin dostatečně malé pro jejich zařazení mezi mikropóry dle výše uvedené charakteristiky (průměr pórů $< 50 \mu\text{m}$).

Tabulka 13: Výsledné hodnoty měření struktury vzorků jednotlivých skupin

Skupina	Četnost [počet/cm ²]	Maximální průměr [mm]	Průměrný průměr [mm]	Plocha celková [mm ²]	Podíl plochy [%]	Prům. plocha póru [mm ²]
1	141	0,230	0,081	0,41	1,01	0,0072
2	101	0,185	0,073	0,19	0,48	0,0058
3	83	0,215	0,100	0,89	2,21	0,0097
4	163	0,280	0,138	1,09	2,72	0,0172
5	229	0,285	0,151	1,10	2,75	0,0194
6	209	0,305	0,159	1,28	3,19	0,0224
7	300	0,260	0,137	1,52	3,80	0,0154
8	255	0,285	0,137	1,80	4,49	0,0176

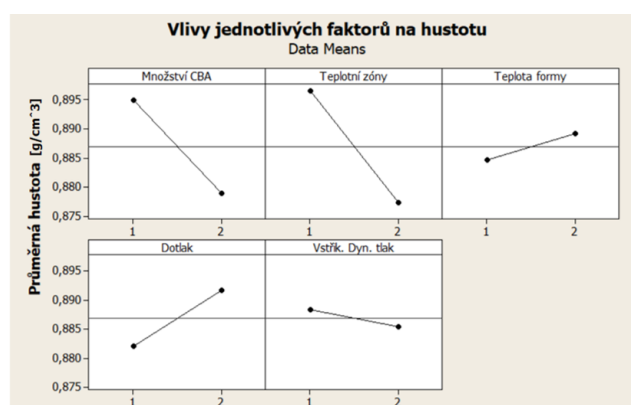
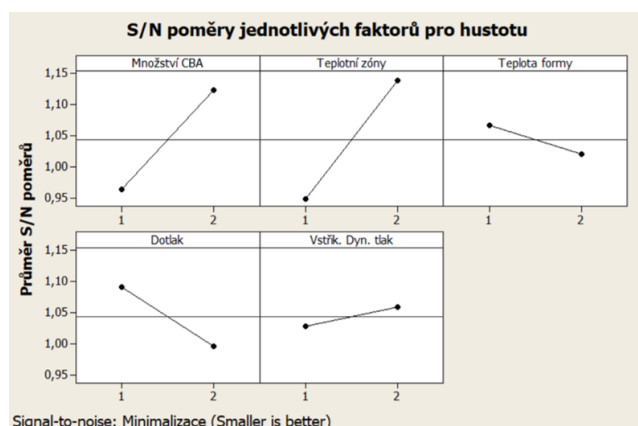
4. Vyhodnocení experimentu

Pro navržený experiment byly testováním vyrobených vzorků získány tyto odezvy: hustota, měrná mez pevnosti v tahu, četnost pórů v průřezu a maximální rozměr pórů. Pomocí Taguchiho analýzy můžeme s využitím naměřených hodnot pro jednotlivé skupiny optimalizovat výrobní parametry pro zvolenou odezvu. Taguchiho analýza se obvykle provádí ve dvou krocích. V prvním kroku je zjištěn tzv. poměr signál-ruch (angl. *Signal-to-noise ratio* - *S/N*) a ve druhém je zjištěn vliv parametru na výslednou odezvu. Pomocí *S/N* poměru lze minimalizovat variabilitu procesu kolem ideální cílové hodnoty. Tato hodnota může být buď nominální (angl. *Nominal is best*), nebo se můžeme snažit o její maximalizaci (angl. *Larger is better*), příp. minimalizaci (angl. *Smaller is better*). Získané odezvy byly zpracovány v programu Minitab® 2015 pomocí funkce „*Analyze Taguchi Design*“. Výsledkem experimentu jsou průměry odezvy pro jednotlivé faktory a tzv. hodnota delta určující rozdíl mezi průměrnou odezvou úrovně 1 a úrovně 2. Dle výsledné hodnoty delta je určeno pořadí (angl. *Rank*) významnosti jednotlivých parametrů. Faktory s vyšší hodnotou delta, a tedy nižším pořadím, mají větší vliv na zkoumanou odezvu.

Pro vyhodnocení naměřených veličin je také vyhodnocena korelace jednotlivých veličin.

4.1. Vyhodnocení parametrů pro hustotu

Pro zjištění parametrů ovlivňujících hustotu byla zvolena metoda minimalizace (*Smaller is better*). Výsledné *S/N* poměry jednotlivých parametrů a vliv parametrů na průměrnou hustotu je zobrazen na grafech na obrázku 24. Delta hodnoty, výsledné pořadí významnosti parametrů a jejich optimální nastavení jsou zobrazeny v tabulce 14.



Obrázek 24: S/N poměry a vlivy jednotlivých faktorů na hustotu

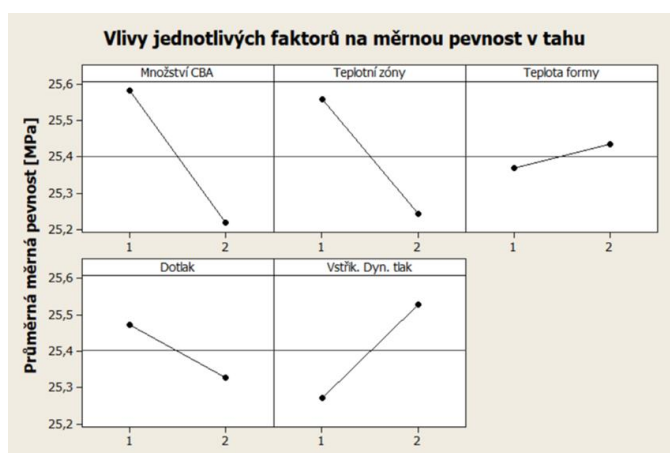
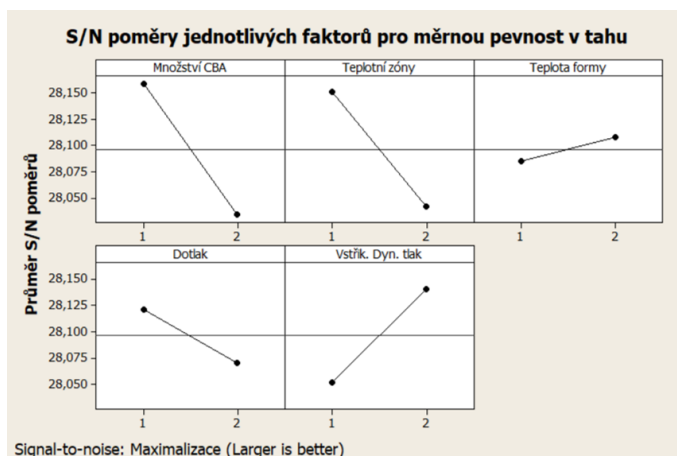
Tabulka 14: Výsledné delta hodnoty a pořadí významnosti parametrů pro hustotu

Faktor	Množství CBA	Teplotní zóny	Teplota formy	Dotlak	Vstřik. dyn. tlak
Delta	0,016	0,019	0,005	0,010	0,003
Rank	2.	1.	4.	3.	5.
Optimální úroveň	2	2	1	1	2

Ze získaných dat vyplývá, že největší vliv na dosažení minimální hustoty vzorků v navrženém experimentu má faktor ‚teplotní zóny‘ a ‚množství CBA‘. S vyšším nastavením teplotních zón a vyšším obsahem CBA klesá hustota vzorků.

4.2. Vyhodnocení parametrů pro měrnou pevnost v tahu

Pro zjištění parametrů ovlivňujících měrnou pevnost v tahu byla zvolena metoda maximalizace (*Larger is better*). Výsledné S/N poměry jednotlivých parametrů a vliv parametrů na průměrnou hustotu je zobrazen na grafech na obrázku 25. Delta hodnoty, výsledné pořadí významnosti parametrů a jejich optimální nastavení jsou zobrazeny v tabulce 15.



Obrázek 25: S/N poměry a vlivy jednotlivých faktorů na měrnou pevnost

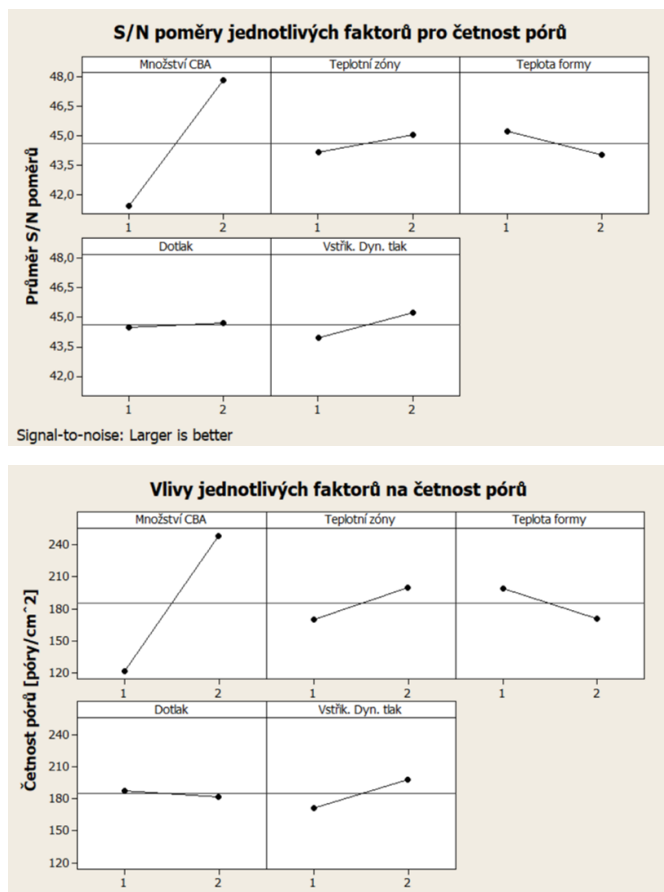
Tabulka 15: Výsledné delta hodnoty a pořadí významnosti parametrů pro měrnou pevnost

Faktor	Množství CBA	Teplotní zóny	Teplota formy	Dotlak	Vstřik. dyn. tlak
Delta	0,36	0,32	0,07	0,15	0,26
Rank	1.	2.	5.	4.	3.
Optimální úroveň	1	1	2	1	2

Ze získaných dat vyplývá, že největší vliv na dosažení maximální měrné pevnosti vzorků v navrženém experimentu má faktor ‚množství CBA‘ a ‚teplotní zóny‘. Dále je ze získané optimalizace parametrů patrné, že nastavení pro maximalizaci měrné pevnosti je opačné než nastavení pro minimalizaci hustoty.

4.3. Vyhodnocení parametrů pro četnost pórů

Pro zjištění parametrů ovlivňujících četnost pórů v průřezu vzorku byla také zvolena metoda maximalizace. Výsledné S/N poměry jednotlivých parametrů a vliv parametrů na průměrnou četnost pórů je zobrazen na grafech na obrázku 26. Delta hodnoty a výsledné pořadí významnosti parametrů jsou zobrazeny v tabulce 16.



Obrázek 26: S/N poměry a vlivy jednotlivých faktorů na četnost pórů

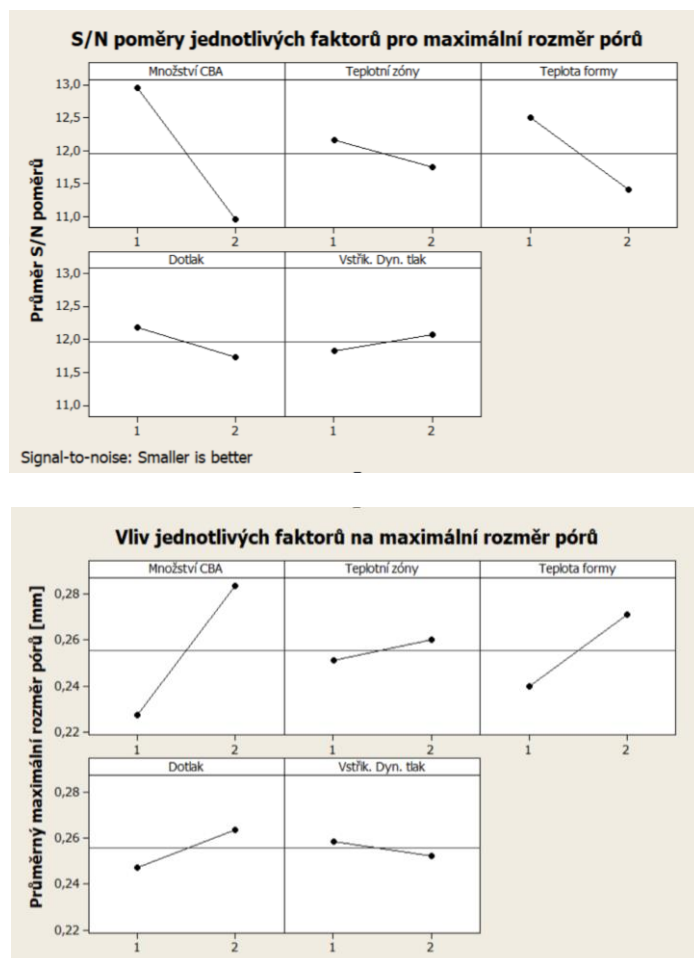
Tabulka 16: Výsledné delta hodnoty a pořadí významnosti parametrů pro četnost pórů

Faktor	Množství CBA	Teplotní zóny	Teplota formy	Dotlak	Vstřík. dyn. tlak
Delta	126	30	29	6	26
Rank	1.	2.	3.	5.	4.
Optimální úroveň	2	2	1	2	2

Ze získaných dat vyplývá, že největší vliv na dosažení maximální četnosti pórů ve vzorků v navrženém experimentu má faktor „množství CBA“. S vyšším podílem CBA výrazně stoupá četnost pórů ve výlisku.

4.4. Vyhodnocení parametrů pro maximální rozměr pórů

Pro zjištění parametrů ovlivňujících maximální rozměr pórů byla zvolena metoda minimalizace (*Smaller is better*). Výsledné S/N poměry jednotlivých parametrů a vliv parametrů na průměrný maximální rozměr jsou zobrazeny na grafech na obrázku 27. Delta hodnoty, výsledné pořadí významnosti parametrů a jejich optimální nastavení jsou uvedeny v tabulce 17.



Obrázek 27: S/N poměry a vlivy jednotlivých faktorů na maximální rozměr pórů

Tabulka 17: Výsledné delta hodnoty a pořadí významnosti parametrů pro maximální rozměr pórů

Faktor	Množství CBA	Teplotní zóny	Teplota formy	Dotlak	Vstřík. dyn. tlak
Delta	0,056	0,009	0,031	0,016	0,006
Rank	1.	4.	2.	3.	5.
Optimální úroveň	1	1	1	1	2

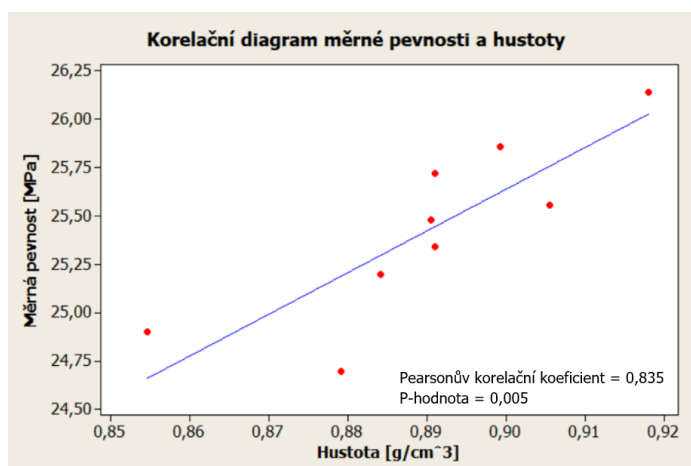
Ze získaných dat vyplývá, že největší vliv na dosažení minimálních největších rozměrů pórů má faktor ‚množství CBA‘ a ‚teplota formy‘. Jejich optimální nastavení je úroveň 1, tedy nižší množství nadouvadla a nižší teplota formy.

4.5. Korelace naměřených veličin

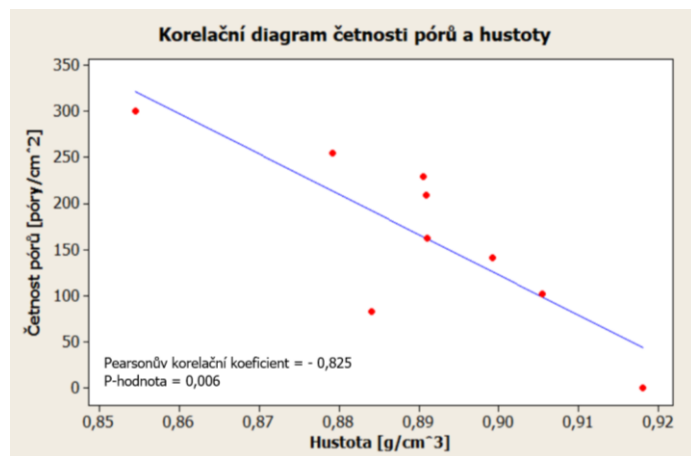
Pro některé z naměřených veličin byla také hledána korelace s jinými naměřenými veličinami. Ačkoliv není z dat možné posuzovat kauzalitu jednotlivých veličin, mohou případné korelace veličin sloužit k pochopení jejich závislostí a ke zjednodušení vyhodnocování dalších experimentů.

Pro hodnocení korelace byla zvolena funkce ‚*Correlation*‘ programu Minitab® 2015 a korelační diagramy. Korelační diagramy zobrazují závislost veličin jako dvou proměnných. Vzájemná korelace je vyjádřena lineární závislostí zobrazených hodnot. Korelaci je také možné popsat tzv. Pearsonovým korelačním koeficientem. Tento koeficient ležící v intervalu $\langle -1; 1 \rangle$ popisuje sílu lineární závislosti (1 = lineární závislost; 0 = žádná závislost) a její směr (negativní hodnoty pro nepřímou úměrnost a kladné pro přímou úměrnost). Dále je určena tzv. hodnota p určující statistickou významnost (statistická významnost pro $p \leq 0,05$).

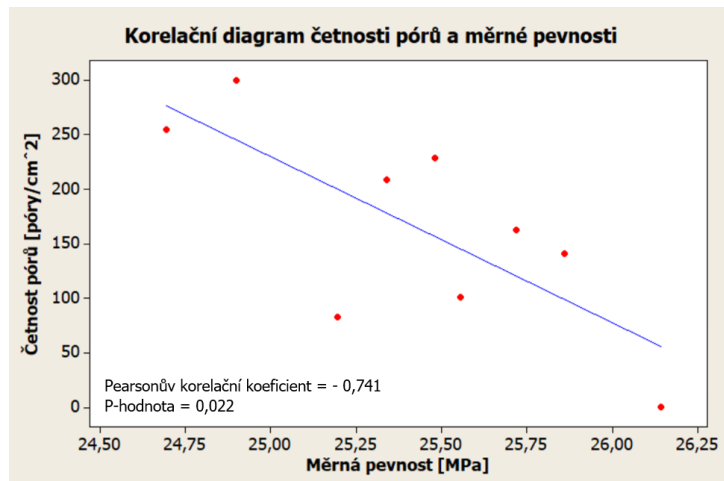
Korelační diagramy vztahů mezi odezvami ‚Hustota‘, ‚Měrná pevnost‘, ‚Četnost pórů‘ a ‚Maximální rozměr pórů‘ jsou zobrazeny na obrázku 28 - 32. Červené body představují jednotlivé skupiny naměřených vzorků a modrá linie je přímka lineární regrese hodnot. Na grafech je také uveden Pearsonův korelační koeficient a p-hodnota.



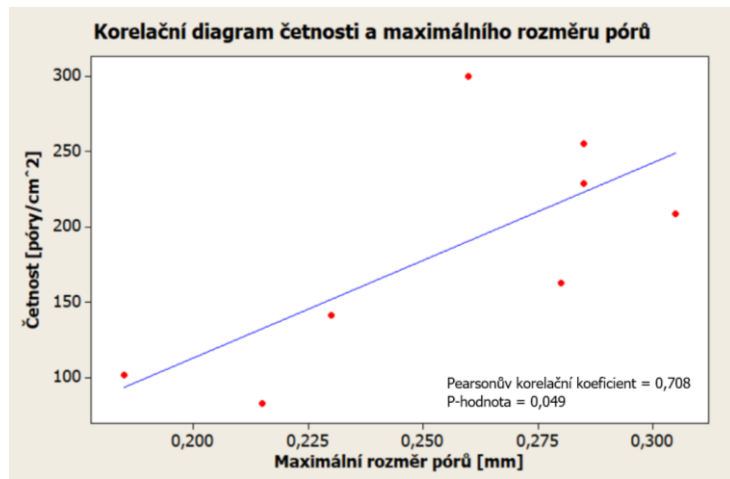
Obrázek 28: Korelační diagram měrné pevnosti a hustoty s Pearsonovým koeficientem a p-hodnotou



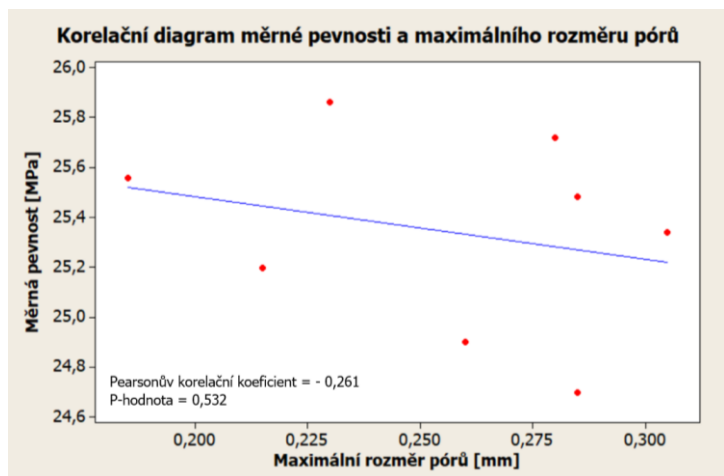
Obrázek 29: Korelační diagram četnosti pórů a hustoty s Pearsonovým koeficientem a p-hodnotou



Obrázek 30: Korelační diagram četnosti pórů a měrné pevnosti s Pearsonovým koeficientem a p-hodnotou



Obrázek 31: Korelační diagram četnosti pórů a maximálního rozměru pórů s Pearsonovým koeficientem a p-hodnotou



Obrázek 32: Korelační diagram měrné pevnosti a maximálního rozměru pórů s Pearsonovým koeficientem a p-hodnotou

Z vypočtených korelačních koeficientů vyplývá že veličiny ‚Hustota‘, ‚Měrná pevnost‘, a ‚Četnost pórů‘ jsou mezi sebou lineárně závislé. Nejsilnější korelace je pro měrnou pevnost a hustotu (Pearsonův koeficient = 0,853 s p-hodnotou = 0,005). Dá se předpokládat, že s nižší hustotou vzorků bude nižší také měrná pevnost vzorků, a tudíž nadouváním nelze vytvořit materiál s vyšší měrnou pevností. Korelace je patrná také pro četnost pórů a hustotu vzorků (Pearsonův koeficient = -0,825 s p-hodnotou = 0,006). S vyšší četností pórů klesá hustota vzorků. Tato závislost je patrná také na třetí korelaci četnosti pórů a měrné pevnosti, která je nejslabší, ale splňuje statistickou významnost (Pearsonův koeficient = -0,741 s p-hodnotou = 0,022).

Maximální rozměr pórů koreluje se statistickou významností pouze s četností pórů (Pearsonův koeficient = -0,708 s p-hodnotou = 0,049). S určitou pravděpodobností platí, že s nižší četností pórů je nižší také jejich maximální rozměr. Korelace maximálního rozměru pórů s měrnou pevností není prokazatelná. Korelace s hustotou nebyla měřena.

IV. Závěr a diskuze

Cílem této práce bylo popsat problematiku výroby plastových pěn s tzv. mikrocelulární strukturou, navrhnout metodu pro vytvoření vzorků s pěnovou strukturou pomocí vstřikovacího lisování, vyrobit příslušné vzorky a s jejich pomocí optimalizovat výrobní proces.

Všechny cíle této práce byly splněny. Význam mikrocelulárních pěn a jejich výroba byla popsána spolu s procesem vzniku celulární struktury v teoretické části. Získané informace o vzniku celulární struktury byly použity pro určení klíčových parametrů vstřikovacího lisování. Pomocí metodiky DOE byl proveden návrh experimentu, s jehož pomocí mohly být určeny vlivy zvolených parametrů na jednotlivé odezvy. Odezvy byly měřeny na vzorcích vyrobených dle navrženého experimentu. Pomocí Taguchiho analýzy mohly být získány informace o jednotlivých vlivech z menšího počtu vzorků, což v praxi vede k výraznému snížení nákladů na vyhodnocení experimentu.

Jako hlavní odezvou, dle které byl charakterizován výrobní proces, byla zvolena měrná pevnost v tahu. Tato vlastnost byla spočítána z měření meze pevnosti v tahu a hustoty jednotlivých vzorků. Z vyhodnocených dat vyplývá, že měrná pevnost vyrobených vzorků se snižuje s klesající hustotou. Efekt nadouvání vzorků má tedy negativní vliv na výslednou pevnost vzorků. Optimální nastavení vstřikovacího procesu pro získání maximální měrné pevnosti v tahu je tedy opačné optimálnímu nastavení minimalizace hustoty. Zatímco pro získání minimální hustoty vyrobených výlisků je třeba použít vyšší poměry chemického nadouvadla k základnímu materiálu, vyšší teploty tavného válce a nižšího dotlaku, u maximalizace měrné pevnosti výlisků je tomu přesně naopak. Pro maximalizaci měrné pevnosti je také zapotřebí vyšších hodnot dynamického vstřikovacího tlaku, který u optimalizace hustoty má nejmenší vliv.

U vzorků s celulární strukturou byla také charakterizována jejich vnitřní struktura v průřezu kolmém na směr vstřikování. Ze získaných dat nebylo možné s jistotou určit četnost a rozměry pórů v celém vzorku, ale naměřené údaje posloužily k porovnání vzorků mezi sebou a určení vlivů jednotlivých parametrů procesu na vnitřní strukturu. Z naměřených dat byla určena pouze četnost pórů v průřezu a maximální rozměr naměřených pórů. Tyto hodnoty vykazují jistou korelaci. Zdá se, že s nižší četností pórů v průřezu je nižší také jejich maximální rozměr, což odpovídá charakteru růstu buněk.

Pro vyšší četnost pórů a zároveň nižší maximální rozměr pórů se ukazuje klíčový parametr teploty formy. Pro optimalizaci obou výstupů (minimální rozměr pórů a jejich maximální četnost) je vhodné mít nastavené nižší hodnoty teploty formy. Četnost poměrů však negativně koreluje s měrnou pevností vzorků. S jejich vyšší četností klesá měrná pevnost naměřených vzorků. U maximálního rozměru pórů nebyla korelace s měrnou pevností naměřena.

Z maximálního průměru naměřených pórů lze říct, že ve vzorcích nebylo dosaženo mikrocelulární struktury definované maximálním rozměrem pórů $< 50 \mu m$.

Pro další pokračování v optimalizaci procesu doporučuji opakovat experiment s hodnotami parametrů blízcími se optimálnímu nastavení a rozšířením jejich úrovní. Dále navrhuji rozšířit měření o další vzorky pro zjištění korelace rozměrů a četností pórů na měrné pevnosti vzorků.

Seznam použité literatury

- [1] OKOLIEOCHA, Chimezie, Daniel RAPS, Kalaivani SUBRAMANIAM a Volker ALTSTÄDT. Microcellular to nanocellular polymer foams: Progress (2004–2015) and future directions – A review. *European Polymer Journal* [online]. 2015, **73**, 500-519 [cit. 2019-01-27]. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2015.11.001. ISSN 00143057. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0014305715300446>
- [2] SUH, Nam. Impact of microcellular plastics on industrial practice and academic research. *Macromolecular Symposia* [online]. 2003, **201**(1), 187-202 [cit. 2019-01-27]. DOI: 10.1002/masy.200351122. ISSN 1022-1360. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/masy.200351122>
- [3] XU, Jingyi. *Microcellular injection molding*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2010. ISBN 9780470466124.
- [4] XU, Xiang. *Design of an injection -molding system for manufacture of microcellular foams*. ProQuest Dissertations Publishing, 2002. Dizertační práce. University of Toronto.
- [5] MILLS, N. *Polymer foams handbook: engineering and biomechanics applications and design guide*. 1st ed. Boston: Butterworth Heinemann, 2007. ISBN 978-0-7506-8069-1.
- [6] BRYCE, Douglas. *Plastic injection molding: mold design and construction fundamentals*. Dearborn, Mich.: Society of Manufacturing Engineers, 1998. ISBN 978-0872634954.
- [7] Injection Molded Plastics Market Size Report. In: *Grand view research* [online]. San Francisco, CA, 2018 [cit. 2018-05-12]. Dostupné z: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/injection-molded-plastics-market>

- [8] THIBAUD-ERKEY, Catherine. *High Thermal Conductivity Polymer Composites for Low-Cost Heat Exchangers* [online]. United Technologies Research Center 411 Silver Lane East Hartford, CT, 2016 [cit. 2018-05-14]. Dostupné z: <https://www.osti.gov/servlets/purl/1337608>. Final Report. DOE/EERE/ Office of Advanced Manufacturing Program (AMO).
- [9] KUTA, Antonín. *Technologie a zařízení pro zpracovávání kaučuků a plastů*. Vyd. 1. Praha: VŠCHT, 1999. ISBN 80-7080-367-3.
- [10] GOODSHIP, Vanessa. *Practical guide to injection moulding*. Shawbury: Rapra Technology, 2004. ISBN 9781859574447.
- [11] FRIEDRICH RUDOLF SCHWARZL., . *Polymermechanik: Struktur und mechanisches Verhalten*. Nachdr. Berlin [etc.]: Springer-Verlag, 1990. ISBN 3540519653.
- [12] MENGES/MOHREN., . *How to make injection molds*. 2. ed. Munich u.a: Hanser, 1986. ISBN 3446136665.
- [13] ZEMAN, Lubomír. *Vstříkování plastů: teorie a praxe*. První vydání. Praha: Grada Publishing, 2018. ISBN 9788027106141.
- [14] TISSANDIER, Cédric, Rubén GONZÁLEZ-NÚÑEZ a Denis RODRIGUE. Asymmetric microcellular composites: Morphological properties. *Journal of Cellular Plastics* [online]. 2014, **50**(5), 449-473 [cit. 2019-01-27]. DOI: 10.1177/0021955X14528191. ISSN 0021-955X. Dostupné z: <http://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0021955X14528191>
- [15] Molecule of the Week Archive: Azodicarbonamide. *ASC chemistry of life* [online]. b.r. [cit. 2019-01-27]. Dostupné z: <https://www.acs.org/content/acs/en/molecule-of-the-week/archive/a/azodicarbonamide.html>
- [16] ZWEIFEL, Hans, Ralph MAIER a Michael SCHILLER. *Plastics additives handbook*. 6th ed. Cincinnati, Ohio: Hanser Publications, 2009. ISBN 9781569904305.

- [17] CARDONA, Juan. *Short screw designs for the MuCell process*. 2004. Dizertační práce. UNIVERSITY OF MASSACHUSETTS LOWELL.
- [18] RENOpastic družstvo: Materiálové listy - RPP. *RENOpastic družstvo* [online]. b.r. [cit. 2019-07-24]. Dostupné z: <http://www.renoplactic.com/cs/co-delame/#produkty>