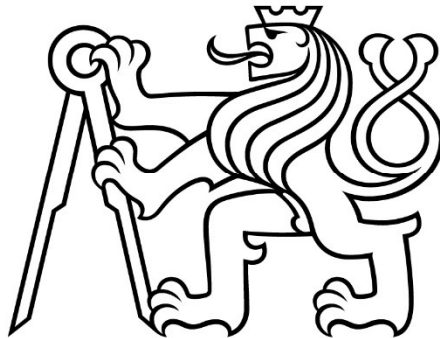


**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

Vstřikování termoplastů
vyztužených krátkými skleněnými vlákny -
Analýza orientace a homogenizace vláken ve výstřiku

Ing. Stefan Krebs

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Strojírenská technologie

Školitel: *doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE*

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Praha

Květen 2022

Název anglicky: Injection moulding of
short glass-fibre reinforced thermoplastics –
Analysis of fibre orientation and homogenization in the
moulding

Disertační práce byla vypracována v kombinované formě doktorského studia na Ústavu strojírenské technologie Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant: Ing. Stefan Krebs
Ústav strojírenské technologie, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Technická 4, 166 07 Praha 6

Školitel: doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D., IWE
Ústav strojírenské technologie, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Technická 4, 166 07 Praha 6

Oponenti: prof. Ing. Josef Steidl, CSc. – emeritní profesor
prof. Ing. Antonín Kříž, Ph.D. – ZČU Plzeň, FS
doc. Ing. Jan Skočilas, Ph.D. – ČVUT v Praze, FS

Teze byly rozeslány dne:

Obhajoba disertace se koná dne 26. 7. 2022 v 10:00 hod.

v zasedací místnosti č. 17 (v přízemí) Fakulty strojní ČVUT v Praze,
Technická 4, Praha 6

před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním oboru Strojírenská
technologie.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní
ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

Prof. Ing. Jan Suchánek, CSc.
předseda oborové rady oboru Strojírenská technologie
Fakulta strojní ČVUT v Praze

Anotace

Disertační práce se zabývá tématem vstřikování termoplastů vyztužených krátkými skleněnými vlákny. Zaměřuje se na analýzu a vyhodnocení orientace a homogenizace vláken ve výtřiku. Ačkoli výraz „krátká skleněná vlákna“ budí dojem, že orientace a homogenita vláken ve složce nehrají zvláštní roli, předložená disertační práce ukazuje, že tyto faktory jsou pro mechanické vlastnosti výrobků vyrobených vstřikováním velmi důležité.

Disertační práce se zabývá příčinami praskání zkušebních těles při axiálním zatížení na příkladu polyamidu PA66+PA6, který je vyztužen krátkými skleněnými vlákny (s 30 hmot. %). Ke praskáním dochází opakovaně na atypickém místě. Toto pozorování je dříve nezdokumentované a neprozkoumané. Je to dobrý příklad důležitosti orientace vláken a homogenity ve výlisku. Pro tento účel byly v práci definovány koeficienty pevnosti a použity vhodné zkušební metody: zkouška tahem, plastografie, analýza spalování plastu (tzv. "ash test") a konfokální laserová mikroskopie.

Disertační práce dále se zabývá stávajícími analytickými modely pro tok taveniny v dutině a pokouší se je prokázat analýzou orientace vláken. Analytické modely, zkušební metody a počítačová simulace shromážděné v práci mohou být příspěvkem pro průmyslovou praxi a přispět k optimalizaci mechanických vlastností a řešení chyb v návrhu vstřikovaných součástí.

Summary

This dissertation deals with the injection moulding of thermoplastics reinforced with short glass fibres. It focuses on the analysis and investigation of the orientation and homogenization of fibres in the moulding. Although the term "short glass fibres" gives the impression that the orientation and homogeneity of the fibres in the component do not play a special role, this dissertation shows that these factors are very important for the mechanical properties.

The dissertation deals with the causes of cracking of test specimens under axial load on the example of polyamide PA66 + PA6, which is reinforced with short glass fibres (with 30% by weight). Cracks occur repeatedly in an atypical location. This observation is previously undocumented and unexplored. This is a good example of the importance of fibre orientation and homogeneity in the moulding. For this purpose, coefficients for tensile strength were defined and suitable test methods were used: tensile test, plastography, analysis of plastic combustion (so-called "ash test") and confocal laser microscopy.

This dissertation deals with existing analytical models for melt flow in the cavity and tries to prove them by analytical methods. Analytical models, test methods and computer simulation collected in the dissertation can be a contribution to further investigation of complex phenomena or in practice contribute to the solution of errors in components.

1. SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

1.1 Čtyři mechanismy lomu kompozitu

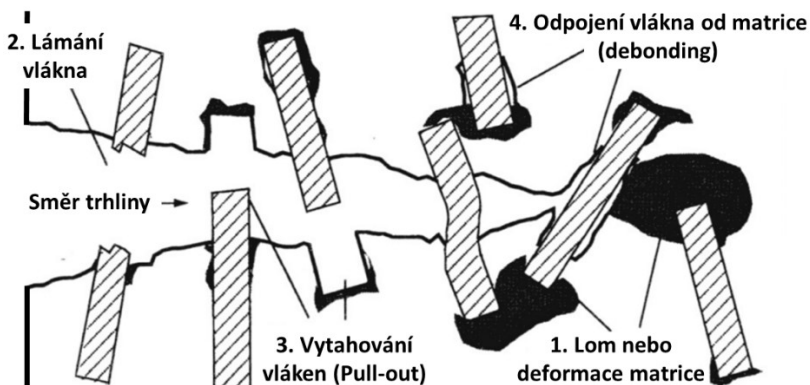
Koncept lineární elastické lomové mechaniky se obvykle používá k popisu a výpočtu lomových procesů [1] [2]. Toto zohledňuje energii potřebnou k šíření trhliny před špičkou zářezu v homogenním materiálu.

V případě plastů vyztužených vlákny však tento koncept není dostačující, protože existuje několik různých mikro-mechanických příčin rozlomení.

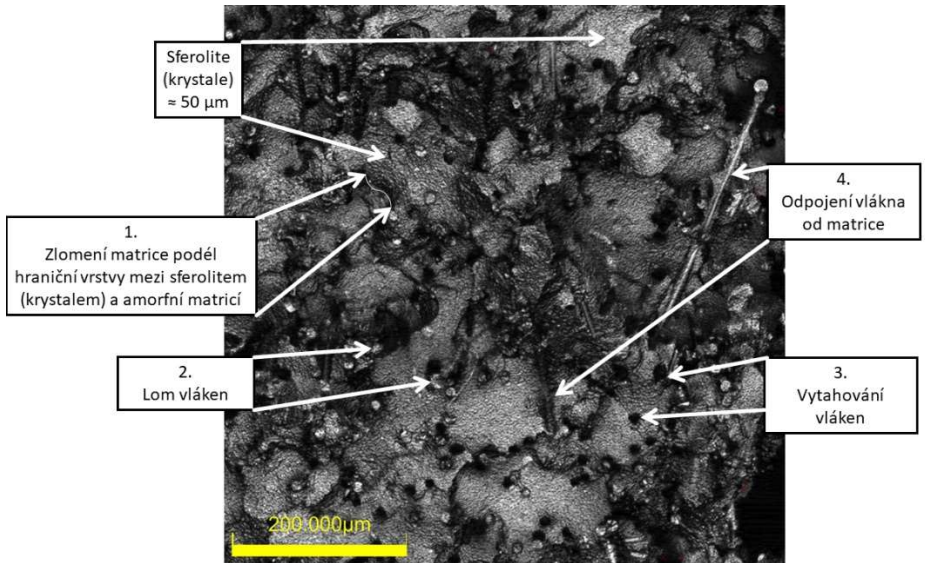
Plasty vyztužené skleněnými vlákny vykazují chování při přetržení při příliš vysokém zatížení, při kterém je vazba mezi dvěma fázemi porušena různými způsoby.

Publikace [3] se komplexně zabývá lomovou mechanikou kompozitů. Byly identifikovány čtyři různé mechanismy pro vznik a šíření trhlin ve výstřiku (Obr. 1):

1. Lom nebo deformace matrice (Obr. 2, č. 1; „Matrix fracture“): materiál matrice podléhá zatížení, láme se nebo se deformuje.
2. Lámání vlákna (Obr. 2, č. 2; „Fibre fracture“): vlákno, které je pevnější než matrice, ale také křehčí, se láme
3. Vytahování vláken (Obr. 2, č. 3; „Pull-out“): konec vlákna se oddělí od matrice a vyčnívá z povrchu lomu
4. Odpojení vlákna od matrice (Obr. 2, č. 4; „De-bonding“): vlákno se odděluje od matrice podél povrchu vlákna



Obr. 1 - Schematické znázornění čtyř mechanismů [3]

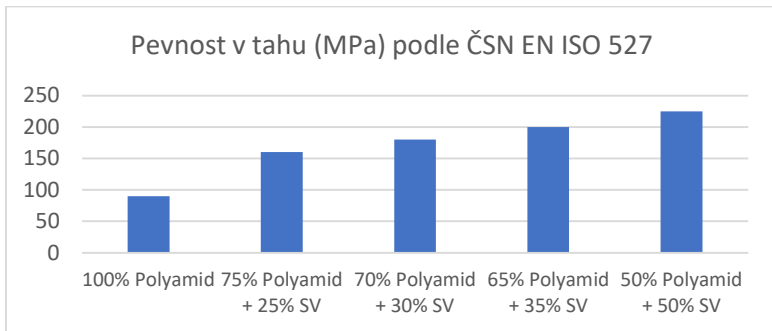


Obr. 2 - Snímek lomů materiálu EMS Grilon TSG-30/4 (nasnímáno mikroskopem LEXT při zvětšení 10x)

1.2 Mechanické vlastnosti výstřiku

1.2.1 Závislost pevnosti na podílu vláknin

Obr. 3 ukazuje vliv podílu přidaného skleněného vlákna na pevnost kompozitu. (Podíly skleněného vlákna jsou uvedeny v hmotnostních procentech [4]).

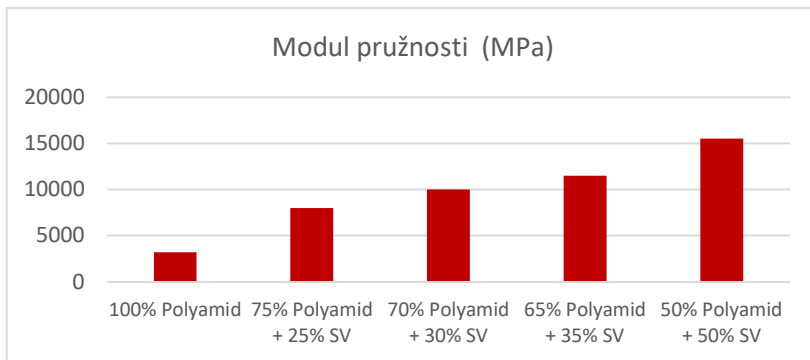


Obr. 3 - Pevnost v tahu polyamidu¹ pro různá složení kompozitů vyztužených skleněnými vlákny

¹ Za standardních podmínek prostředí, tj. za normální vlhkosti vzduchu

1.2.2 Závislost pružnosti na podílu vláknin

Obr. 4 ukazuje vliv podílu přidaného skleněného vlákna na modul pružnosti kompozitu [4].



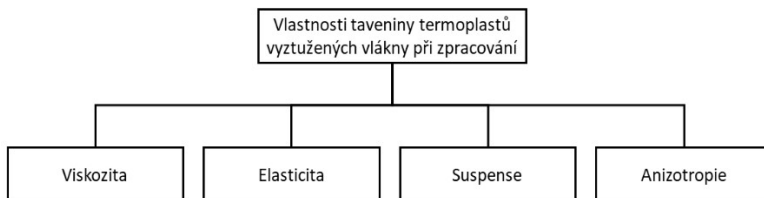
Obr. 4 – Modul pružnosti pro různá složení kompozitů vyztužených skleněnými vlákny

1.3 Tavenina termoplastů vyztužených vlákny a její tokové chování

Chování tavenin vyztužených plastů je obtížné vědecky popsat.

Termoplastická tavenina plněná vlákny má čtyři samostatné vlastnosti, které ovlivňují chování toku při zpracování (viz Obr. 5):

- Viskozita: podobná jako u kapalin, ale není konstantní, závisí na tření (ne-newtonská kapalina),
- Elasticita termoplastické taveniny: podobná jako u pevné látky, která se může elasticky deformovat (a po odlehčení opět pruží).
- Suspence: tj. směs pevné látky (vlákno) a kapaliny (tavenina).
- Anizotropie: vzhledem k orientaci makromolekul a orientaci a nehomogenitě vláken v tavenině jsou vlastnosti materiálu směrově závislé.



Obr. 5 – Vlastnosti taveniny termoplastů vyztužených vlákny při zpracování

1.3.1 Carreauův model viskozity

Problematiku toku plastů vhodně popisuje Carreauův model. V případě plastů není viskozita pro nekonečně vysoké rychlosti η_{∞} relevantní, protože nemohou dosáhnout tak vysoké rychlosti bez poškození molekulární struktury. V takovém případě má Carreauova rovnice následující podobu:

$$\tau = \frac{a_T \cdot A \cdot \dot{\gamma}}{(1 + a_T \cdot B \cdot \dot{\gamma})^C} \quad (1.1)$$

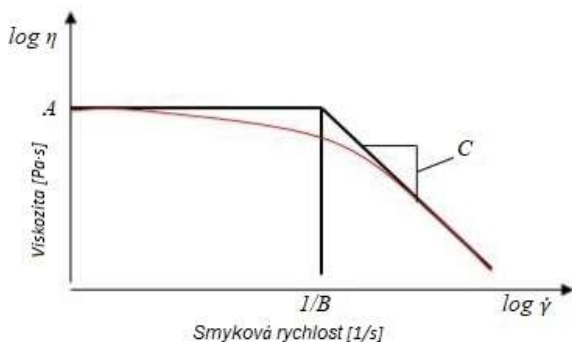
kde:

a_T faktor posunu teploty

A, B, C empiricky určené látkové konstanty, které mohou být určeny z experimentálně stanoveného průběhu $\log \eta$, (viz Obr. 6)

τ smykové napětí [Pa]

$\dot{\gamma}$ smyková rychlost [1/s]



Obr. 6 - Konstanty A , B a C (podle rovnice 1.1) v Carreauově modelu

1.3.2 Suspenze z vláken v tavenině

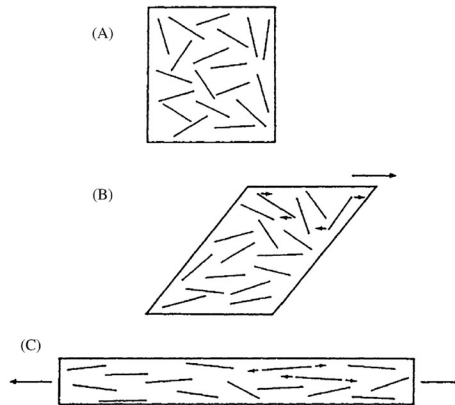
Kapitola 1.3.1 se vztahuje na čisté kapaliny. Model viskozity funguje pro homogenní tekutiny. Plasty vyztužené vlákny jsou ale suspenze. Lze mluvit o viskozitě, pokud v mikroskopickém rozsahu ovlivňují tok pevného tělesa? Proto se v těchto případech mluví o „zdánlivé viskozitě“.

Zdroj [5] se zabývá modelováním suspenzí pseudo-plastických tekutin. Tento model platí i pro suspenzi tavenin termoplastů. Klíčovou informací je, že vliv vláken na zdánlivou viskozitu je větší, čím více není matrice newtonská. Taveniny z plastu splňují tuto podmínku, takže obsah vláken má silný vliv na zdánlivou viskozitu.

1.4 Analytické modely tokového chování taveniny vyztužených plastů

1.4.1 Vliv smykového toku na orientaci vláken a orientace vláken blízko stěny formy

Pokud je tavenina naplněna vlákny, vlákna se vyrovnávají ve směru toku (viz Obr. 7 A-C).



Obr. 7 - Schématický diagram změn v orientaci vláken během toku:
 (A) počáteční náhodné rozdělení; (B) rotace během smykového toku; (C) zarovnání během elongačního toku [7] (směr toku je naznačen šipkami)

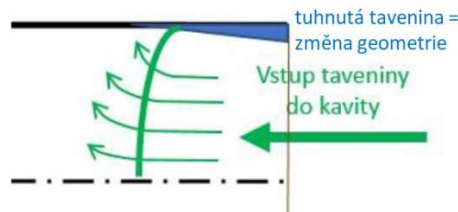
1.4.2 Expanzní tok taveniny na celém toku („fontánový tok“)

Matematický model uvedené v kapitole 1.3.1 se úspěšně používají k výpočtu tlakových ztrát a maximálních smykových napětí během plnění formy.

Neodráží však skutečné chování toku, zejména na čele taveniny.

Obr. 8 schématicky ukazuje, chování taveniny po vstupu do kavity. Tok má směr, který distribuuje taveninu ze středu do stran a tavenina teče lokálně a jen krátce do strany až ke stěně formy. Tento lokální tok ve směru z je důležitý pro orientaci vláken, ale bohužel není uvažován ve všech matematických modelech.

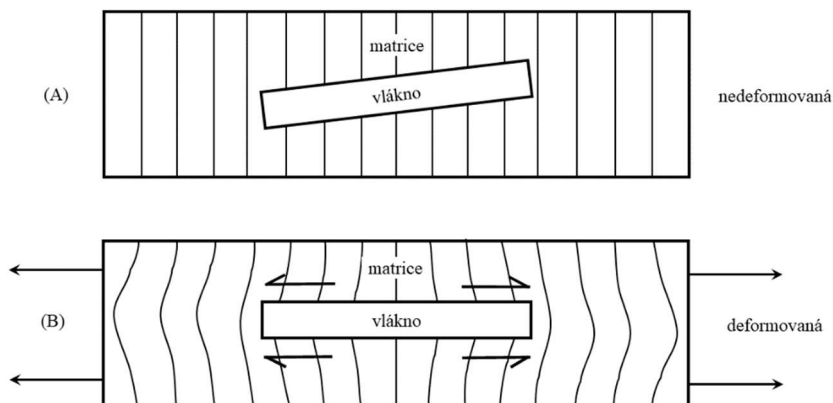
„Fontánový tok“ (Obr. 8) je první jev, který se objeví při vstupu taveniny do kavity. Distribuuje vlákna po stranách toku ze středu toku vzhledem ke tření – zpomalení toku, u stěn kavity.



Obr. 8 – „Fontánový efekt“ u vstupu taveniny do kavity

1.4.3 Vliv extenzního toku na orientaci vláken a orientace vláken v případě, kdy je zmenšen průřez proudění

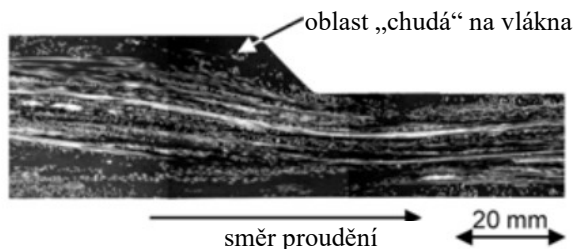
Publikace [7] vysvětluje procesy v extenzním toku. V expanzním proudu se tavenina táhne do délky, ale vlákno, které má vysoký modul v tahu, se takto nechová. Vzhledem k tomu, že matrice je natažena na délku působí expanzní tok (šipky na obrázku 9 B) na každou stranu vlákna, tahem vlákna z obou stran a vyrovnáním ve směru toku vlákna. To je znázorněno v Obr. 9.



Obr. 9 - Analytický model chování orientovaného vlákna v expanzním toku

1.4.4 Segregace vláken

V publikaci o vstřikování plastů vyztužených vlákny [8] byla experimentálně stanovena segregace vláken při přechodu z většího na menší průřez.



Obr. 10 - Segregace vláken při přechodu z většího na menší průřez [8]

2 CÍLE A PŘEDPOKLADY DISERTAČNÍ PRÁCE

2.1 Cíle disertační práce

Polyamid vyztužený krátkými skelnými vlákny (PA-GF) je křehký materiál, který podléhá křehkému lomu. Zkoušky tahem s tímto materiálem, které byly provedeny v rámci disertační práce, však ukázaly neočekávaný výsledek, který nebyl doložen v předchozí literatuře. Při pohledu ze směru toku taveniny zkušební tělesa vždy na konci úzké části praskla.

Vzhledem k tomu, že tahová síla je i zde aplikována rovnoměrně z obou stran, by se dalo očekávat přerušení na středu nebo na dalších různých místech zkušebních těles. To však není tento případ, jak Obr. 11 ukazuje. K praskání dochází opakovaně na konci úzké části zkušebních těles. To platí pro různé rychlosti tahu a pro zkušební tělesa, která byla vyrobena různými vstřikovacími rychlostmi.

Tento jev (viz Obr. 11) a souvislost s orientací a homogenitou vláken v materiálu je předmětem disertační práce.



Obr. 11- Zkušební tělesa z materiálu PA-GF, které jsou přerušena mezi segmentem č. 5 a č. 6

Hlavním cílem disertační práce je tedy vysvětlit příčinu praskání výstřiku kompozitu z polyamidu a krátkých skleněných vláken.

Dílčí cíle:

1. Nalezení kvalitativních podmínek pro prasknutí výstřiků kompozitních částí z polyamidu vyztuženého krátkými skleněnými vlákny.
2. Druhý dílčí cíl řešení disertační práce je experimentální analýza stavů výstřiků při nalezených podmínkách prasknutí.
3. Návrh výpočetního postupu pro určení podmínek stavů výstřiků z dílčího cíle 1, které vedou k prasknutí.
4. Určení velikosti významu podmínek z dílčího cíle 1 pro prasknutí kompozitních výstřiků z polyamidu a krátkých skleněných vláken.

Disertační práce v následujících kapitolách ukazuje, že orientace a homogenita vláken v kompozitu má převládající vliv na praskání výstřiku kompozitu z polyamidu a krátkých skleněných vláken.

2.2 Kvalitativních podmínky pro prasknutí výstřiků kompozitních částí z polyamidu vyztužené krátkými skleněnými vlákny

Kvalitativní podmínky pro prasknutí výstřiků jsou:

1. Podmínky, které pochází z podstaty taveného kompozitu:
 - a. Tavenina matrice kompozitu má ne-newtonovskou podstatu. V důsledku toho dochází k nadprůměrnému smykovému napětí blízko stěn formy.
 - b. Vlákna se mohou v tavenině vyrovnat (orientace):
 - c. Vlákna mají poměr délky k průměru (AR), který vytváří anizotropii
 - d. Tavenina kompozitu a vlákna jsou suspenze. Vlákna se mohou na některých místech hromadit (segregace).
2. Podmínky, které pochází z geometrie výlisku:
 - a. Průřez povrchu, kterým protéká tavenina kompozitu se zvětšuje. To vede k dekompresi taveniny, tzv. dekompresnímu toku (expanzní tok).
 - b. Průřez povrchu, kterým protéká tavenina kompozitu se zmenšuje. To vede ke stlačení taveniny, tzv. kompresnímu toku.
3. Podmínky, které pochází ze charakteristiky lomu výstřiku: existuje mechanismus, který vede k prasknutí materiálu.

Všechny tyto podmínky mění lokální pevnost kompozitu a anizotropii materiálu (pevnost, která závisí na směru zatížení).

3 MATERIAL A METODIKY

3.1 Material

Disertační práce se věnuje vstřikování materiálu polyamid vyztuženého krátkými skleněnými vlákny (PA-GF). Experimenty byly realizovány na konkrétním materiálu polyamid vyztužený 30 % krátkými skleněnými vlákny, který nese obchodní jméno „Grilon TSG-30/4 black 9832“ a je vyráběn švýcarskou firmou EMS-Grivory [9].

3.2 Metodicky

Po pečlivém zvážení byly pro experimentální část disertační práce vybrány následující jednotlivé metody:

- Metodická příprava vzorků (3.2.1),
- Zkouška tahem (3.2.2).
- Plastografie (3.2.3),
- Likvidace matrice úplným spalováním – tzv. „ash test“ (3.2.4),
- Konfokální laserová mikroskopie (3.2.5) a
- Numerická simulace prostřednictvím sw CADMould 3D (3.2.6).

Tyto metody byly vybrány, protože jsou běžně dostupné a použitelné v praktických (tzn. nejen laboratorních) podmínkách.

3.2.1 Příprava vzorků

Vybraný zkušební materiál má být typický pro výrobu mechanicky a termicky namáhaných výstřiků v automobilovém nebo elektrotechnickém průmyslu (Matrice: polyamid, plnivo/výztuž: skleněná vlákna). Kvůli tomuto kritériu byl vybrán následující zkušební materiál: Polyamid vyztužený 30 % krátkými skleněnými vlákny, který nese obchodní jméno „Grilon TSG-30/4 black 9832“ a je vyráběn švýcarskou firmou EMS-Grivory [9].

Pro zpracování materiálu byl vybrán vstřikovací lis Arburg Allrounder 270 C Golden Edition (Obr. 12).



Obr. 12 - Vstřikovací lis v laboratoře fakulty strojní ČVUT v Praze

Obr. 13 ukazuje vzorek zkušebního tělesa podle ČSN EN ISO 527, vyrobeného na výše uvedeném vstřikovacím lisu.



Obr. 13 - Zkušební těleso z EMS-Grivory Grilon TSG-30/4 black 9832

3.2.2 Experiment 1: Zkouška tahem

Na experimentálním pracovišti Ústavu strojírenské technologie (ÚST) je běžná zkouška tahem nejčastěji používaná pro vzorky kovových materiálů.

Při tahové zkoušce se ukázalo, že zkušební tělesa nelze v čelistech zkušebního stroje spolehlivě upnout. Nízký koeficient tření polyamidu způsobil, že zkušební tělesa při tahové zkoušce v čelistech prokluzovaly.

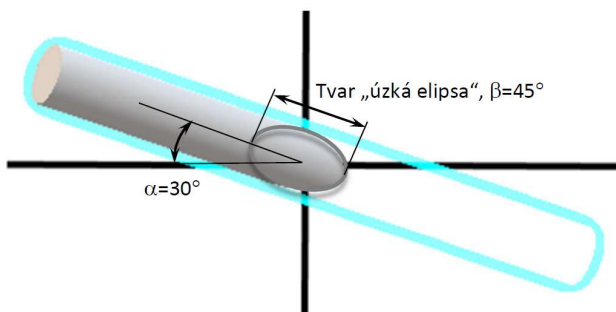
Proto byly nařezány hliníkové destičky a přilepeny k upínacím plochám dvousložkovým lepidlem Loctite EA 9466, viz Obr. 14. Tím se problém částečně vyřešil.



Obr. 14 – Zkouška tahem: zkušební těleso před a po lepení Al destiček

3.2.3 Experiment 2: Plastografie

Následující metoda, která byla vyvinuta pro zkoumání kovových kompozitů [10], byla v rámci řešení disertační práce přenesena na plastové materiály [11], [12].



Obr. 15 - Příklad: orientovaná vlákna: úhel natočení vlákna v rovině příčného řezu $\alpha=30^\circ$, v rovině kolmé a míra natočení vlákna $\beta = 45^\circ$

Pro určení natočení vlákna jsou potřeba dva hodnotící parametry:

a) Úhel natočení vlákna – α (viz Obr. 15)

Míru natočení vlákna určuje v 3D prostoru jen 2D pohled. Dalším pohledem je úhel natočení, který udává, jakým směrem se to které vlákno pohybuje v rámci toku taveniny kavitou.

b) Míra natočení vlákna (v AJ: „aspect ratio“ AR)

Je určena poměrem stran elipsy (vzniklé příčným řezem vlákna). Vlákno kolmé k toku má poměr stran 1:1, natočení vlákna pak zvětšuje poměr AR.

Metoda plastografie poskytuje hodnoty (α , AR / β) pro každé vlákno. Aby bylo možné v rámci disertační práce vyhodnotit snímek jako celek, bylo nutné

vyvinout parametr, který tyto hodnoty smysluplně shrnuje. To umožňuje určit a porovnat orientaci ve vzorku.

Pro vyhodnocení obrázků získaných na mikroskopu byl použit program Image J, verze FIJI, který je volně dostupný na internetu pro rozsáhlé použití napříč všemi vědními či průmyslovými obory. Pro tento program existuje mnoho aplikací – tzv. "plug-in", které rozšiřují jeho možnosti a je možné je vkládat bez omezení.

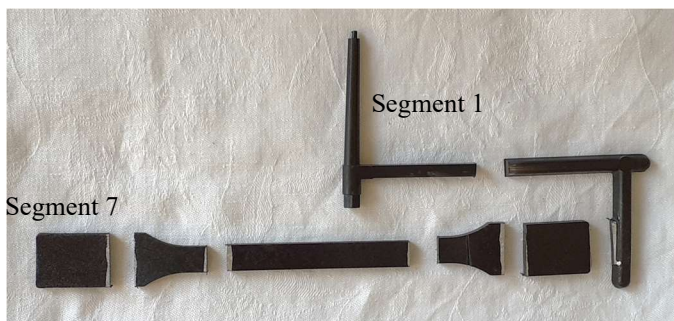
Tímto způsobem byly zaznamenávány výsledky 60 snímků pro 8 784 vláken, spočítáno a vyměřeno natočení ve všech třech rozměrech.

3.2.4 Experiment 3: Likvidace matrice úplným spalováním – tzv. „ash test“

Tato metoda využívá rozdílu v teplotě spalování plastové matrice (nad 350 °C) a teploty „tavení“ skleněných vláken (nad 950 °C). Když se kompozitní vzorek zahřeje na 650°C, matrice zcela shoří, zatímco skleněné vlákno zůstává nepoškozené a tvoří „popel“ po „spáleném vzorku“. Proto se tato metoda označuje z angličtiny jako „ash test“.

Likvidace matrice úplným spalováním analyzuje hmotnost objemu zbytkového popelu (tvořeného skleněnými vlákny). Zkušební těleso je proto rozděleno na segmenty 1-7 podle Obr. 16.

Zkušební vzorky pro tahovou zkoušku byly podle Obr. 16 označeny na správných místech a rozřezány na segmenty vyřezávací pilou:



Obr. 16 - Zkušební těleso (včetně „vtokové soustavy“) z Grilonu rozřezané na segmenty 1-7

Vyřezávací pila poskytla dobrý, hladký řez díky vysoké rychlosti řezání. Pilový list takových pil je velmi úzký, takže ztráty materiálu jsou minimální.



Obr. 17 - Sedm segmentů podle Obr. 16 po spálení - bílá hmota v kelímcích jsou zbytky skleněných vláken

Zbylý materiál po spalování má bublinkovitou strukturu; bublinky se tvoří tam, kde je plast lokálně zplyňován. Proto je zbytkový materiál (popel) po spalování objemově větší než výchozí materiál (Obr. 17).

3.2.5 Experiment 4: Konfokální laserová mikroskopie

Měření bylo provedeno mikroskopem na katedře materiálu a strojírenské metalurgie Fakulty strojní, Západočeské univerzity v Plzni. K tomuto účelu byl použit konfokální laserový mikroskop Olympus Lext OLS5000-SAF (3D).

3.2.6 Definice parametrů

Efektivita natočení vláken (PENV) je parametr, který hodnotí míru natočených vláken, a přitom jednotlivé rozsahy míry natočení hodnotí příslušným koeficientem, který reflektuje negativní příspěvek natočení vlákna od ideální pozice. Tato hodnota se stanovuje pro příslušnou vyhodnocovanou oblast. Maximální hodnota parametru může nabýt velikosti počtu vyhodnocovaných zrn (každé zrno je násobeno koeficientem $k=1$).

Když je vlákno natočeno, je jeho přenos síly menší. Základem je nižší účinná povrchová plocha vlákna, která přispívá k přenosu síly. To je zobrazeno ve formě koeficientu „ k “ (viz Tab. 1 – Tab. hodnot koeficientu k – přínos vlákna k přenesení síly). Vlákno, které se odchyluje od směru síly o 15-25° stupňů, má tedy pouze 85 % své únosnosti.

Tab. 1 – Tab. hodnot koeficientu k – přínos vlákna k přenesení síly

Třída	Míra natočení vlákna	Koeficient
k1	0° - 15°	1,00
k2	15° - 25°	0,85
k3	25° - 40°	0,75
k4	40° - 55°	0,60
k5	55° - 70°	0,45
k6	70° - 90°	0,30

Poměrná efektivita natočení vláken je hodnota, která udává efektivitu natočení vláken v dané zkoumané oblasti bez ohledu na to, kolik vláken se v oblasti nachází. Je to tedy podíl vláken – násobených příslušným koeficientem v jednotlivých kategoriích rozsahu míry natočení vlákna – k celkovému počtu vláken ve vzorku (viz výpočtový vztah 2.1):

$$PENV_x = \sum \frac{k_i \cdot z_i}{\sum z_i} \quad [\%] \quad (2.1)$$

3.2.7 Numerická simulace prostřednictvím sw CADMould 3D

Podle výzkumu stavu numerické matematiky a stávajících softwarových produktů byl použit produkt CADMould 3D-F od společnosti Simcon / Německo. Tento software je na trhu rozšířen, odpovídá stavu současné techniky a od roku 2021 je k dispozici i na Ústavu strojírenské technologie, FS, ČVUT v Praze.

Parametry materiálu byly již výrobcem materiálu EMS Chemie uloženy v materiálové databázi sw CADMould. Za tímto účelem výrobce materiálu přiblížil skutečnou naměřenou funkci viskozity pomocí modelu Carreau (viz kapitola 1.3.1)

4. VÝSLEDKY A DISKUSE VÝSLEDKŮ

4.1 Teoretická úvaha o orientaci vláken v kompozitu

Do značné míry jsou termoplasty vyztužené krátkými vlákny považovány za homogenní materiály, které nemají ve tvarovaném dílu žádné významné anizotropie (toto je zejména uváděno výrobcí materiálů).

Existuje však několik důvodů, proč lze tento předpoklad anizotropie považovat za nesprávný [K1]:

a) Poměrně vysoký poměr délky k průměru vláken:

Již se lze dočíst v literatuře [13]: „Typická skleněná vlákna pro vyztužení mohou mít například tloušťku 11 μm a délku 300 μm .“ V technické praxi jsou krátká vlákna obvykle delší, než výše uvedená „definice“ naznačuje, jejich délka je tzv. "střední".

b) Dalším důvodem, proč lze vlákna orientovat, je to, že podíl v objemu kompozitu je relativně malý.

$$V_f = M_f * \frac{\rho_m}{\rho_f} = 30 \text{ hmot. \%} * \frac{1\,084 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}}{2\,575 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} = 12,63 \text{ obj. \%} \quad (4.1)$$

kde:

M_f	hmotnostní podíl vláken	
V_f	objemový podíl vláken	
ρ_m	měrná hmotnost matrice polyamidu	1 084 kg/m ³
ρ_f	měrná hmotnost vláken (E sklo)	2 575 kg/m ³

Kompozit, který obsahuje vlákna s hmotnostním podílem 30 %, je vyplněn vlákny pouze osminou svého objemu. Ve skutečnosti je kompozit ještě méně vyplněný než tavenina, protože polyamid se během zpracování rozpíná o více než 10 %, E-sklo téměř vůbec.

Během zpracování ve formě taveniny je kompozit naplněn pouze do devítiny svého objemu. Proto je věrohodné, že se vlákna mohou během zpracování pohybovat a otáčet [K2].

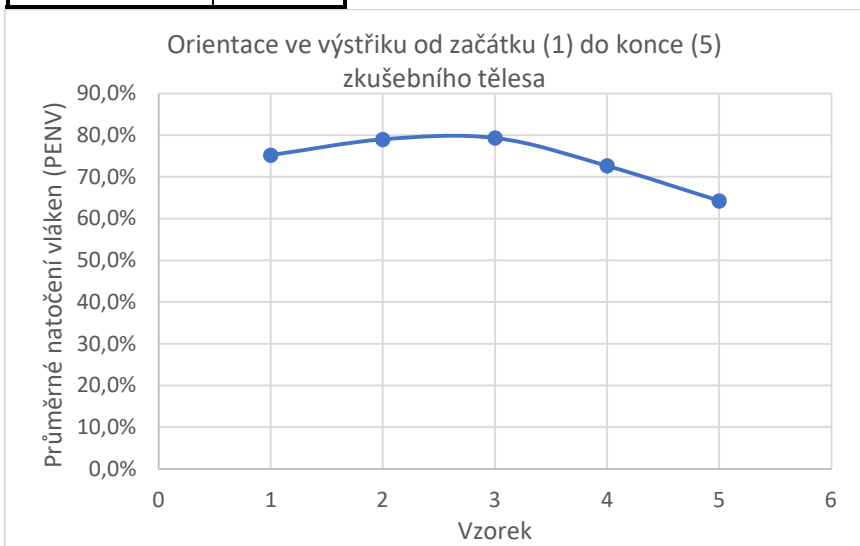
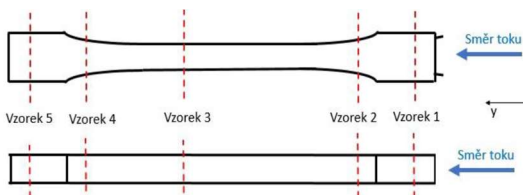
c) V různých literárních zdrojích týkajících se tokového chování, pevnosti a lomového chování zmíněných v teoretické části se uvádí, že takové relativně dlouhé vlákno vede k anizotropiím [7, 8, 11, 12].

4.2 Významná orientace a segregace vláken ve výstřiku

Ve výstřiku vyrobeného z PA-GF:

- jsou vlákna významně orientovaná (tzn. v různých směrech) a tato orientace působí na anizotropii mechanických vlastností (viz Obr. 18 a 19).
- nejsou rovnoměrně rozdělená a tato nehomogenita působí na anizotropii mechanických vlastností (viz Obr. 18).

Vzorek č. (viz schéma vpravo)	Orientace [%] ²
1	75,3 %
2	79,0 %
3	79,4 %
4	72,7 %
5	64,3 %
Max. odchylka	15,1 %

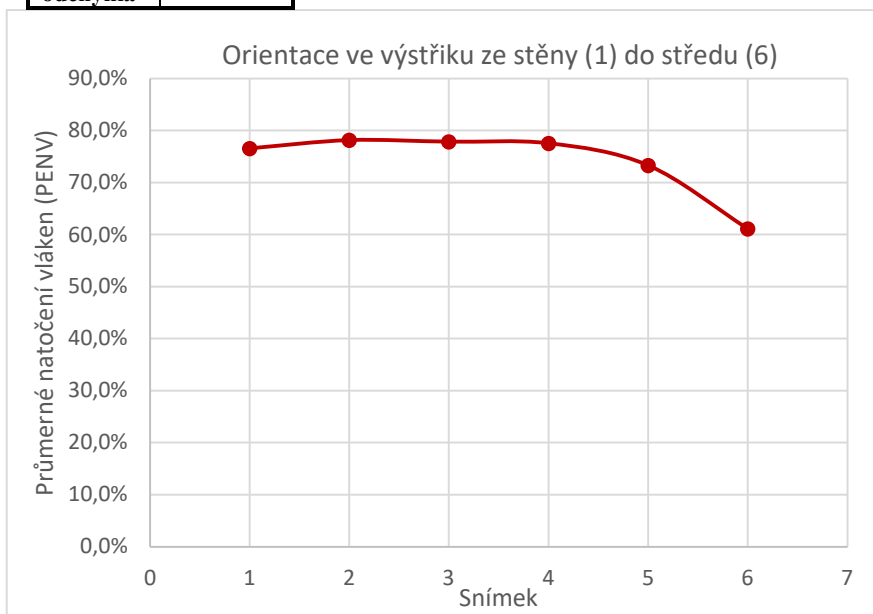
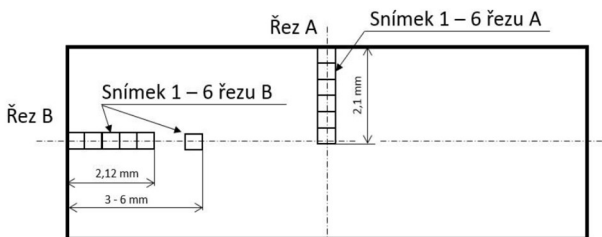


Obr. 18 – Plastografie: grafické znázornění průměrné efektivity natočení vláken (PENNV) podle směru toku taveniny [K3]

Obrázek 18 ukazuje, že průměrné vytočení vláken (orientace) ve zkušebním tělese je nerovnoměrně rozložena podle směru toku.

² Žádná orientace odpovídá 67 % (statistický průměr), plná orientace odpovídá 100 %.

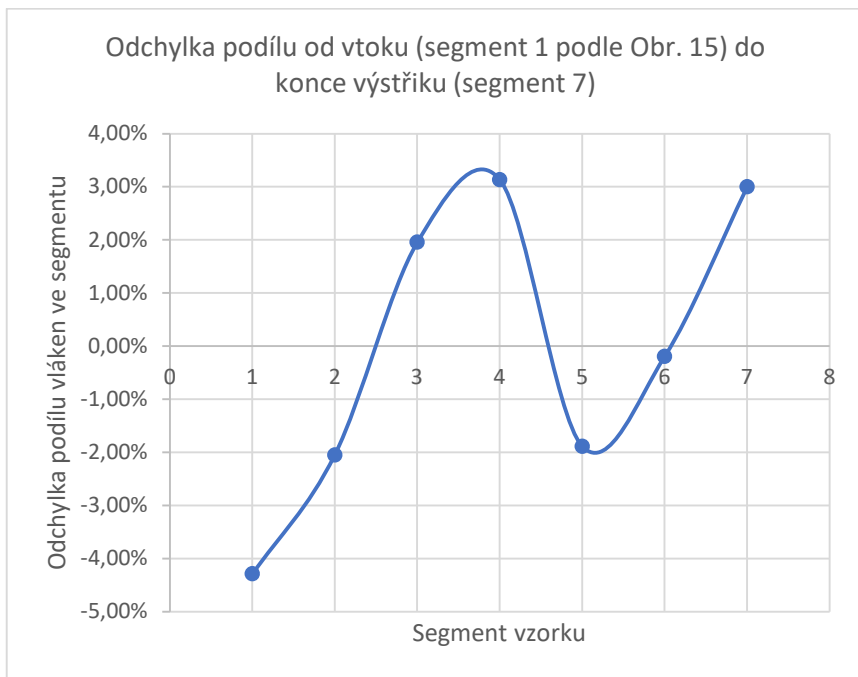
Snímek č. (viz schéma vpravo)	Orientace řezu B [%] ³
1	76,6 %
2	78,2 %
3	77,9 %
4	77,6 %
5	73,3 %
6	61,1 %
Max. odchylka	17,1 %



Obr. 19- Plastografie: Grafické znázornění průměrné efektivity natočení vláken (orientace) kolmo k toku taveniny

Obrázek 19 ukazuje, že průměrné vytočení vláken (orientace) je také nerovnoměrně rozložena kolmo ke směru toku.

³ Žádná orientace odpovídá 67 % (statistický průměr), plná orientace odpovídá 100 %.



Obr. 20 – Ash test: grafické znázornění hmotnostních podílů skleněných vláken v segmentech 1-7 [K4] (segmenty podle Obr. 16)

Obrázek 20 ukazuje, že podíl vláken je podle směru toku rozložen nerovnoměrně (segregate).

4.3 Simulace vstřikování

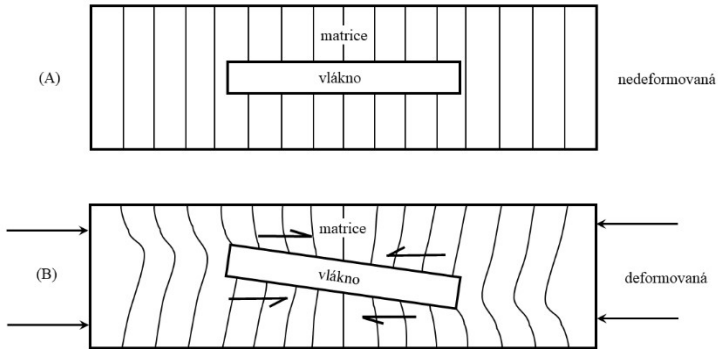
V literatuře [7] se poukazuje na to, že extenzní toky vyrovnávají vlákna (viz obrázek 8). Naopak kompresní tok povede ke snížení orientace.

V modrém kruhu na obrázku 22 simulace ukazuje oblast, ve které není tavenina natahována, ale stlačována. Zde náhle klesá orientace.

Pokles orientace předpovídaný v literatuře je potvrzen simulací. Provedený lomový test (zkouška tahem) ukazuje, že většina zkušebních těles se v tomto místě zlomí (Obr. 21). Tento výsledek souhlasí s tvrzením v literatuře [7].

Zkušební tělesa, vyrobená z polyamidu vyztuženého krátkými skleněnými vlákny, mají kritické místo, kde dochází k porušení při tahové zkoušce mezi segmentem č. 5 a 6, což je neobvyklé. Existuje pro to vysvětlení.

V tomto místě mezi segmentem č. 5 a 6, který je vtok kompresivní (Obr. 21) a orientace nejnižší v celém výstřiku. Vzhledem k tomu, že orientace v lisované části je v tomto bodě nejnižší, je zde také nejslabší místo. Proto se lisovaný díl poruší právě tam. Uživatel může použít simulaci k nalezení slabých míst (Obr. 22 označen modrým kroužkem), V tomto místě je v modrém kruhu orientace nejnižší (tyrkysová a modrá barva).



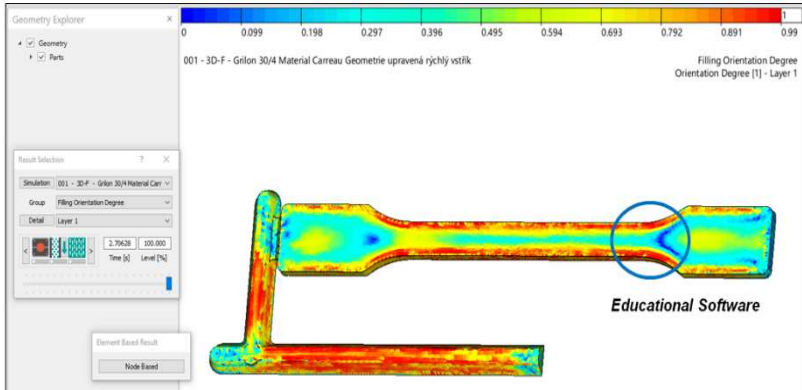
Obr. 21 Analytický model chování orientovaného vlákna v kompresivním toku

Slabá místa lze tedy najít pomocí následující metody:

- Vyhledat místo ve výstřiku kde se koná kompresní tok
- Simulace tohoto místa pomocí softwaru.

Simulační program poskytne vhodné informace na předpoklad kritického místa ve výstřiku.

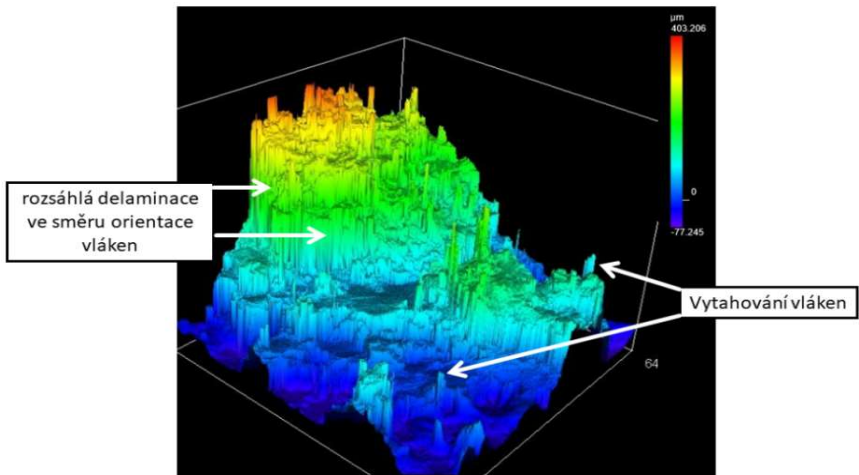
Kritické místo na Obr. 21 také vyniká v simulaci (viz Obr. 22, označeno modrým kroužkem). V tomto místě je v modrém kruhu orientace nejnižší (tyrkysová a modrá barva). Vzhledem k tomu, že orientace v lisované části je v tomto místě nejnižší, je zde také nejslabší místo. Proto se lisovaný díl poruší právě tam. Uživatel může použít simulaci k nalezení slabých míst pro praktické použití.



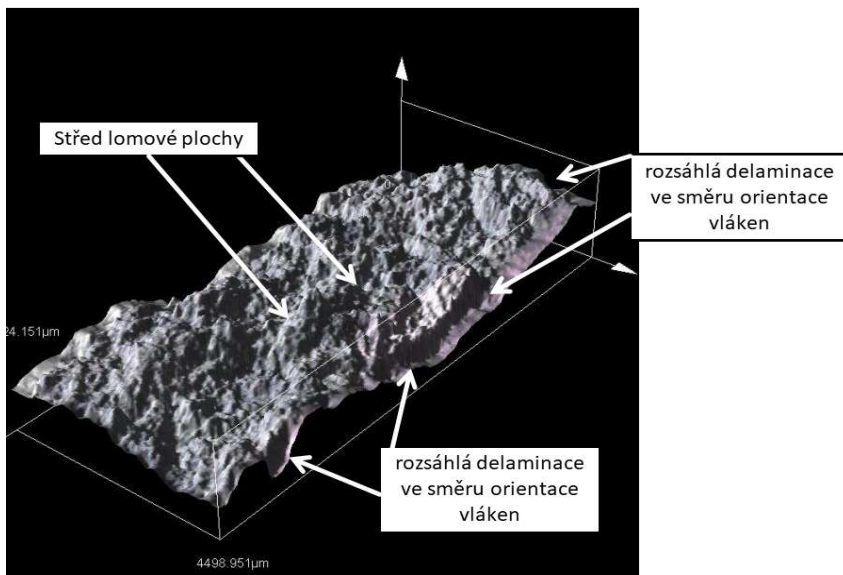
Obr. 22 - Stupeň orientace vláken (žádná orientace 0%, úplná orientace 100%)

4.4 Neobvyklý způsob lomu

Konfokální laserová mikroskopie ukázala, že v oblastech s výraznou orientací vláken převažuje rozsáhlá delaminace ve směru tažné síly.



Obr. 23 - Snímek části lomu s barevným zdůrazněním výšky (zvětšení 20x)



Obr. 24 - Izometrický snímek celé lomové plochy (zvětšení 5x)

4.8 Potvrzení předpokladů z kapituly 2.2

Průměrná naměřená délka vláken byla stanovena jako $\bar{O}l \approx 360 \mu\text{m}$. Průměrná naměřená hodnota průměru vláken byla stanovena jako: $\bar{O}d \approx 11 \mu\text{m}$. Podle informací od výrobce materiálu má vlákno přibližné rozměry: průměr cca $10 \mu\text{m}$ a délku cca $400 \mu\text{m}$, což bylo ověřeno při plastografických v tomto experimentu.

Tento výsledek podléhá určitým přirozeným nepřesnostem. Je však třeba poznamenat, že zvolená metoda měření zahrnuje nepřesnosti měření délky v důsledku možného porušení vláken nebo v důsledku nesprávného sférického vyrovnání vláken. V každém případě je vypočítaná hodnota menší než hodnota skutečná

Výsledky experimentu jsou důvěryhodné a lze je použít k potvrzení předpokladu. Na základě uvedených výsledků vyplývá, že tento materiál není izotropní.

5. ZÁVĚREČNÁ DISKUSE K VÝSLEDKŮM

Tab. 2 - Určení velikosti významu podmínek pro prasknutí výstřiků kompozitních částí z polyamidu vyztuženého krátkými skleněnými vlákny

Podmínky pro prasknutí výstřiků (viz 6.1.4)	Kvantifikace	Velikosti významu podmínek*
1. Podmínky, které pochází z podstaty taveného kompozitu:		
a. Tavenina matrice kompozitu má ne-newtonovskou podstatu. V důsledku toho dochází k nadprůměrnému smykovému napětí blízko stěn formy.	Odchylka PENV je 15,1 %	++
b. Vlákna se mohou v tavenině vyrovnat (orientace):	Vlákno je obklopeno devítinásobným množstvím taveniny (objemu)	++
c. Vlákna mají poměr délky k průměru (AR), který vytváří anizotropii	Poměr délky ku průměru vláken je asi 32:0	++
d. Tavenina kompozitu a vlákna jsou suspenze. Vlákna se mohou na některých místech hromadit (segregace).	Odchylka hmotnostního podílu skleněných vláken v procentech je 8,1 %	+
2. Podmínky, které pochází z geometrie výlisku:		
a. Průřez povrchu, kterým protéká tavenina kompozitu se zvětšuje. To vede k dekompresi taveniny, tzv. dekompresnímu toku (expanzní tok).	PENV se zvyšuje o 6,3 %	+
b. Průřez povrchu, kterým protéká tavenina kompozitu se zmenšuje. To vede ke stlačení taveniny, tzv. kompresnímu toku.	PENV se snižuje o 3,7 %	-
3. Podmínky, které pochází ze charakteristiky lomu výstřiku: existuje mechanismus, který vede k prasknutí materiálu.	Kvalitativní výsledek: rozsáhlá delaminace je kolmo k povrchu lomu ve směru tahu. Předpoklad: lom se v těchto bodech nešíří lineárně a elasticky, ale náhle a spontánně.	+

* Velikost významu: ++ riziko se signifikantně zvýší, + riziko se významně zvýší, - riziko prasknutí se sníží

6. ZÁVĚR

Tato disertační práce popisuje kvantitativní okrajové podmínky praskání výstřiku kompozitu z polyamidu a krátkých skleněných vláken. Podmínky jsou popsány v kapitole 2.2. Tím je splněn první dílčí cíl.

Druhého dílčího cíle bylo dosaženo provedením experimentů 1-4:

- zkouškou tahem (3.2.2),
- plastografií (3.2.3),
- likvidací matrice úplným spalováním ("ash test" 3.2.4) a
- konfokální laserovou mikroskopií (3.2.5).

Kromě toho byly použity tři výpočty k tvorbě základu pro kvantitativní vysvětlení zlomení zkušebních těles:

- výpočet pohyblivosti vláken v kompozitu (4.1),
- vývoj koeficientu pro statistické vyhodnocení orientace (3.2.6) a
- numerická simulace (3.2.7).

Tím byl třetí dílčí cíl plně splněn.

Čtvrtý dílčí cíl zahrnuje kvantifikaci různých podmínek praskání výstřiku kompozitu. Podmínky byly kvantifikovány v experimentech 1-4 (viz 3.2.2-3.2.5). Dílčí výsledky byly nakonec diskutovány a nakonec vyhodnoceny v kapitole 5. Díky tomu bylo dosaženo čtvrtého dílčího cíle.

Hlavní cíl, vysvětlit příčinu praskání výstřiku kompozitu z polyamidu a krátkých skleněných vláken, byl plně splněn splněním čtyř dílčích cílů.

Publikace související s tématem disertace

- [K1] Krebs, S.: Kap. 2.1.7. Orientace molekul v plastech a anizotropie, In: Krebs, S.; Brzksi Stunova, B.; Kolařík, L. *Technologie zpracování plastů a kompozitů*, Nakladatelství ČVUT, Praha 2020, ISBN 978-80-01-06722-2
- [K2] Krebs, S.; Kolařík, L. a Skočilas, J. Short glass fibre reinforced thermoplastics – a look deep inside. In: Kudláček, Jan. *Technological forum 2021: 12th International Technical Conference*. 1. Jaroměř: CTU in Prague, Faculty of Mechanical Engineering, 2021, s. 138-142. ISBN ISBN 978 -80 -87583 -33 - 3.
- [K3] Krebs, S.; Kolařík, L. a Skočilas, J. Short glass fibre reinforced thermoplastics – Orientation of fibres along the flow. *Manufacturing technology: Engineering Science and Research Journal*. J. E. Purkyně University in Ústí nad Labem. Czech Republic, 2022, ISSN 1213-2489, (submitted)
- [K4] Krebs, S. Methode zur Messung der Entmischung von Glasfasern in faserverstärkten Thermoplasten. *Kunststoffe*. Carl Hanser Verlag, 2022, ISSN 0023-5563 , (submitted)

Seznam použitých literárních zdrojů v tezích

- [1] Kunz J.. *Aplikovaná lomová mechanika*. místo neznámé : Vyklatatelství ČVUT, 2005.
- [2] Grellmann W., Seidler S. *Kunststoffprüfung*. 3. vydání. Munchen, 2015. ISBN 978-3446220867. 2015. ISBN 978-3446220867.
- [3] Stelzer G. *Zum Faser- und Eigenschaftsabbau bei der Verarbeitung und Recycling diskontinuierlich faserverstaerakter Kunststoffe*. Dissertační práce. Kaiserslautern : Universität Kaiserslautern, Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik, 2002.
- [4] BASF. *Ultramid Brochure*. Ludwigshafen : BASF, 2021.
- [5] Jarzebski, G. J. *On the effective viscosity of pseudoplastic suspensions*. *Rheologica Acta* . 20, 1981, Sv. 280–287 . DOI: 10.1007/BF01678029
- [6] Hull, D. *An Introduction to Composite Materials*, , 1981. Cambridge : Cambridge University Press, 1981. ISBN 978-0-521-86095-6.

- [7] Monfared V. *Problems in short-fiber composites and analysis of chopped fiber-reinforced materials*. New Materials in Civil Engineering. Zanjan, Iran : Department of Mechanical Engineering, Islamic Azad University, 2020. DOI: 10.1016/B978-0-12-818961-0.00031-4
- [8] Schmachtenberg E., Lippe D., Skrodolies K.. *Faser-/Matrix-Entmischung während des Fliesspressens von SMC*. Journal of Plastics Technology. 2005.
- [9] EMS-CHEMIE AG, Business Unit EMS-GRIVORY, EMS Technical Data Sheet Grilon TSG-30/4. [Online] 2002. <https://ems.materialdatacenter.com/eg/en/main/ds/Grilon+TSG-304> .
- [10] Dong M., Schmauder S., Bidlingmaier T., Wanner A. *Prediction of the mechanical behaviour of short fiber reinforced MMCs by combined cell models*. Computational Materials Science. Volume 9, , 1997, Sv. December 1997, Issues 1–2. DOI: 10.1016/S0927-0256(97)00066-9
- [11] Mlekusch B., Lehner E. A., Geymayer W. *Fibre orientation in short-fibre-reinforced thermoplastics*. Materials Science. 59, 1999, 543-545. DOI: 10.1016/S0266-3538(98)00101-8.
- [12] Lee K. W., Lee S. W., Youn J. R., Kang T. J., Chung K.. *Confocal microscopy measurement of the fiber orientation in short fiber reinforced plastics*. Fibers and Polymers . volume 2, 2001, pages 41–50. DOI: 10.1007/BF02875227.
- [13] *Bruchmodell faserverstärkte Kunststoffe – Lexikon der Kunststoffprüfung*. [Online] Polymer Service GmbH Merseburg. [Citace: 15. 1 2022.] https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Bruchmodell_faserverst%C3%A4rkte_Kunststoffe