

DARIUSZ KWIATKOWSKI

Politechnika Częstochowska

Wydział Inżynierii Mechanicznej i Informatyki

Instytut Przetwórstwa Polimerów i Zarządzania Produkcją

Al. Armii Krajowej 19c, 42-200 Częstochowa

e-mail: kwiatkowski@kpts.pcz.czyst.pl

Wpływ wybranych warunków wtryskiwania na odporność na pękanie kompozytu polipropylenu z talkiem^{*)}

Streszczenie — Przedstawiono wyniki badań wpływu warunków wtryskiwania na wartość całki Rice'a J kompozytów polipropylenu z 25 % mas. udziałem talku (PPH 25T). Próbki do badań wytworzono metodą wtryskiwania według sporządzonego planu. Oceny odporności na pękanie dokonywano na podstawie przyjętej miary — całki Rice'a J . Przeprowadzono analizę Pareto umożliwiającą oszacowanie wielkości wpływu wybranych warunków wtryskiwania (temperatura formy, temperatura wtrysku, prędkość wtrysku i ciśnienie docisku) na wartość całki Rice'a. Stwierdzono, że największy wpływ na odporność na pękanie kompozytu PPH 25T wywiera temperatura formy oraz temperatura wtrysku.

Słowa kluczowe: warunki wtryskiwania, odporność na pękanie, kompozyty, całka Rice'a J .

EFFECTS OF SELECTED INJECTION MOLDING CONDITIONS ON CRACK RESISTANCE OF POLYPROPYLENE COMPOSITE WITH TALC

Summary — The results of investigations of the effects of injection molding conditions on Rice's integral J values for the composites of polypropylene with 25wt. % of talc (PPH 25T) are presented. The specimens for tests were prepared by injection molding according to the schedule elaborated (Fig. 1—3, Table 1 and 2). Rice's integral was taken as a measure for crack resistance evaluation. Pareto analysis, enabling us to assume the effects of selected injection molding conditions (mold temperature, injection temperature and velocity, clamping pressure) on Rice's integral value, has been done (Fig. 4). It was found that mold temperature and injection temperature influence most the crack resistance of PPH 25T composite (Fig. 5—7).

Key words: injection molding conditions, crack resistance, composites, Rice's integral J .

Teoretyczna wartość wytrzymałości tworzyw polimerowych obliczona na podstawie sił zarówno międzyatomowych, jak i międzycząsteczkowych jest na ogół dużo większa od wytrzymałości uzyskiwanej w badaniach laboratoryjnych. Z obliczeń wynika, iż naprężenie potrzebne do rozerwania wiązań wewnątrzcząsteczkowych jest rzędu 10 GPa, tymczasem często, rzeczywista wytrzymałość nie przekracza 100 MPa. Rozbieżności te tłumaczy się istniejącymi w każdym tworzywie polimerowym defektami strukturalnymi, wokół których koncentrują się naprężenia lokalne o wartościach dużo większych od wartości średniego naprężenia przeliczonego na całą powierzchnię przekroju badanej próbki. Zniszczenie materiału jest zapoczątkowane z reguły w miejscu największego defektu, od którego następuje rozchodzenie się pęknięcia i w efekcie rozerwanie próbki, w warunkach naprężenia mniejszego niż wynikające z sił spójności [1—3].

^{*)} Artykuł stanowi treść wystąpienia w ramach XII Profesorskich Warsztatów Naukowych „Przetwórstwo tworzyw sztucznych”, Toruń—Bachotek, 4—6 czerwca 2007 r.

W toku procesów technologicznych obejmujących wytwarzanie kompozytów polimerowych mogą powstawać szczeliny i defekty zmniejszające, jak już wspomniano, wytrzymałość uzyskiwanej wypraski. W wyniku odpowiedniego doboru warunków wtryskiwania można pośrednio wpłynąć na wzrost odporności wytworu na pękanie. Na przykład, podczas wtryskiwania zarówno temperatura, jak i ciśnienie wywierają wpływ na kinetykę krystalizacji matrycy polimerowej [4, 5], a zatem na strukturę i stopień krystalizacji zestalonej wypraski. Właściwości wyprasek uzyskiwanych metodą wtryskiwania zależą od [7—14]:

— przetwarzanego tworzywa polimerowego (budowy i składu chemicznego polimeru, zastosowanego napełniacza, zawartości surowca wtórnego, wilgotności, jednorodności, granulacji, płynięcia i in.);

— wtryskarki (wymiarów wtryskarki, stanu technicznego, wyposażenia dodatkowego);

— formy wtryskowej (m.in. dokładności jej wykonania, liczby i układu gniazd, przebiegu płaszczyzn podziału, konstrukcji i jakości wykonania układu dopro-

wadzenia tworzywa, wymiarów i położenia przewęzek, sposobu regulacji temperatury, odpowietrzenia, sposobu ustalania połówek formy, układu wypychania wypraski, rodzaju materiału formy, stopnia zużycia);

— warunków wtryskiwania (temperatury wtryskiwania, temperatury i ciśnienia w formie, ciśnienia docisku, czasu wtryskiwania, docisku i chłodzenia wypraski itd.).

Na ogół dąży się do ustalenia warunków wtryskiwania pozwalających na uzyskanie wyprasek odpowiedniej jakości z największą wydajnością. Celem niniejszej pracy jest określenie takich warunków procesu wtryskiwania, w których wytwarzana wypraska charakteryzuje się największą odpornością na pękanie.

W przypadku, gdy w materiale kompozytu polimerowego istnieje już szczelina o wymiarach znacznie przekraczających wymiary elementu struktury kompozytu, do rozwiązań teoretycznych można zastosować rozwiązania anizotropowej teorii sprężystości [1–3] wyróżniającej trzy różne mechanizmy zapoczątkowujące pękanie:

- rozciąganie powierzchni (I),
- ścinanie wzdłużne (II),
- ścinanie poprzeczne (III).

Miarę odporności na pękanie stanowi [1–3]:

- współczynnik intensywności naprężeń K_{α} ,
- współczynnik uwolnienia energii G_{α} ($\alpha = I, II, III$),
- rozwarcie szczeliny δ_T lub też
- całka Rice'a J .

Miary, które określa się w chwili inicjacji rozwoju szczeliny, przybierają wartości krytyczne i są uważane za stałe materiałowe [1–3]. W prezentowanej publikacji za miarę odporności na pękanie przyjęto całkę Rice'a J .

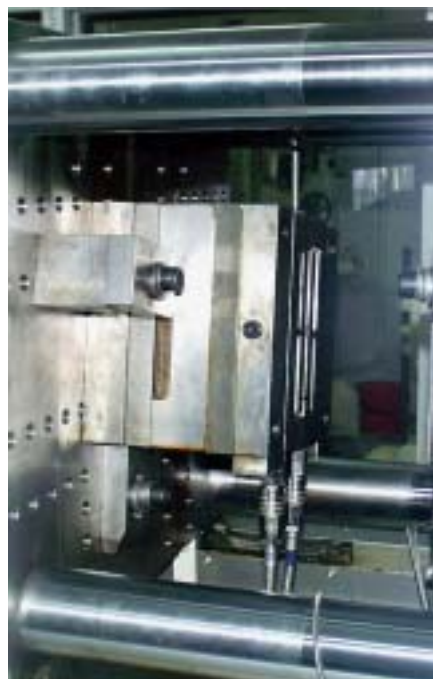
CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Materiały

Do badań użyto kompozytu polipropylenu z udziałem 25 % mas. talku, o nazwie handlowej Reslen PPH 25T (produkcji Polimarky) [15].

Przygotowanie próbek do badań

Próbki do badań uzyskiwano metodą wtryskiwania za pomocą wtryskarki ślimakowej firmy Krauss Maffei KM 65-160, wyposażonej w wysokiej klasy układ sterowania o symbolu C4 oraz termostat Wittmann Temprom Plus 140. W celu wytworzenia wyprasek wykonano wkładkę formującą do formy wtryskowej (rys. 1). Umożliwia ona wtryskiwanie próbek SENB (*Single Edge Notch Bend*) o kształcie belki prostopadłościowej z wewnętrznym karbem prostokątnym i wymiarach $80 \times 10 \times 4$ mm. Wkładka składa się z ruchomej matrycowej płyty formującej z ukształtowanymi kanałami chłodzącymi, wypychaczy oraz rączki pozwalającej na sprawne umieszczanie wkładki w obudowie. Wykonano również



Rys. 1. Widok formy wtryskowej
Fig. 1. View of the injection mold

nieruchomą płytę zwaną wstawką formującą, w której za pomocą połączenia wciskowego są zamocowane elementy formujące karb próbki. Temperaturę formy ustalano przy użyciu termostatu Wittmann Temprom Plus 140.

Aby zminimalizować możliwe błędy i zakłócenia podjęto następujące działania:

— wtryskiwanie serii próbek przeprowadzono w warunkach kontrolowanej temperatury oraz wilgotności otoczenia w możliwie najkrótszym czasie (w ciągu jednego dnia);

— każdorazowo, po zmianie parametrów procesu wykonywano tzw. przetrzysk w celu cieplnego ustabilizowania się tworzywa w układzie uplastyczniającym wtryskarki;

— próbki ochładzano do temperatury otoczenia zawsze w tym samym miejscu i położeniu a oznaczone i zapakowane przechowywano w pomieszczeniu o temp. 23 ± 2 °C i wilgotności względnej ± 50 %.

Do pomiaru ciśnienia tworzywa w formie w toku wtryskiwania zamontowano w niej czujnik piezoelektryczny firmy Kistler, pozwalający na rejestrację zmiany ciśnienia w funkcji czasu z rozdzielczością do 0,01 s, określenie wartości maksymalnego ciśnienia w gnieździe i dokładne wyznaczenie czasu wtrysku (określenie punktu przełączenia ciśnienia wtrysku na ciśnienie docisku).

Metodyka badań

Parametry procesu wtryskiwania

W celu ustalenia związków między wybranymi warunkami wtryskiwania (zmiennymi niezależnymi) [16] a odpornością na pękanie (zmienną zależną) ocenianą na

podstawie całki Rice'a J , przyjęto cztery spośród kilku-nastu warunków procesu, tj. temperaturę wtryskiwania T_w , temperaturę formy T_f , prędkość wtrysku v_w , oraz ciśnienie docisku p_d [17]. Pozostałe parametry utrzymywano na stałym poziomie.

Wyznaczając przedziały zmienności wielkości wejściowych, oprócz prób doświadczalnych wykorzystano również dane i zalecenia producenta kompozytu [15] oraz dane literaturowe [4, 17]. Założono ponadto, że każda wypraska jest wykonana poprawnie tzn. w przypadku całkowitego wypełnienia gniazda oraz braku procesowych anomalii.

Wykonano próby wstępne w zmiennych warunkach wtryskiwania, w których przepływ tworzywa był utrudniony (skrajnie małe wartości T_w , T_f , v_w i p_d), oraz w których przepływ, ze względu na niedużą lepkość tworzywa był ułatwiony. Ustalono zakresy zmienności warunków wtryskiwania kompozytu PPH 25T przedstawia tabela 1.

T a b e l a 1. Zakres zmienności wybranych warunków wtryskiwania

T a b l e 1. Range of variability of selected injection molding conditions

Parametr wejściowy (zmienna niezależna)	Przedział wartości
Temperatura wtryskiwania (T_w), °C	230—280
Temperatura formy (T_f), °C	20—70
Ciśnienie docisku (p_d), MPa	30—50
Prędkość wtrysku (v_w), mm/s	14,15—113,2

Ilościową ocenę zależności odporności na pękanie kompozytu od parametrów procesu wtryskiwania umożliwiła wielowymiarowa analiza regresji (analiza Pareto). Ogólną złożoną postać modelu zawierającą człon liniowy i kwadratowy oraz uwzględniającą interakcje międzyczynnikiowe zapisano równaniem [16]:

$$z = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_4 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \beta_{44} x_4^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{14} x_1 x_4 + \beta_{24} x_2 x_4 + e \quad (1)$$

gdzie: β_0 — współczynnik przesunięcia lub wyraz wolny, β_1 — współczynnik regresji liniowej.

W analizowanym procesie wtryskiwania $x_1 = T_w$, $x_2 = T_f$, $x_3 = p_d$ i $x_4 = v_w$, zatem równanie (1) przybiera postać:

$$z = \beta_0 + \beta_1 T_w + \beta_2 T_f + \beta_3 p_d + \beta_4 v_w + \beta_{11} T_w^2 + \beta_{22} T_f^2 + \beta_{33} p_d^2 + \beta_{44} v_w^2 + \beta_{21} T_w T_f + \beta_{13} T_f p_d + \beta_{14} T_w v_w + \beta_{23} T_f p_d + \beta_{24} T_f v_w + \beta_{34} p_d v_w + e \quad (2)$$

Na podstawie wyników estymacji (poszukiwania parametrów modelu) [16] ograniczano liczbę zmiennych niezależnych opisujących zmienną badaną (zależną) dążąc do uproszczenia modelu.

Badania prowadzono zgodnie z opracowanym planem. Przygotowano go na podstawie literatury z zakre-

su teorii planowania doświadczeń [16] stosując moduł DoE (*Design of Experiment*) programu do statystycznej analizy danych Statistica 6.0 PL firmy StatSoft [18]. Przyjęty plan jest centralnym planem kompozycyjnym o współczynniku rotalności $\alpha = 2$. Każda ze zmiennych wejściowych może występować na 5 poziomach reprezentowanych przez wartości skrajne planu: $-\alpha$ i $+\alpha$ (punkty gwiazdne), -1 i $+1$ (punkty główne) oraz 0 (punkt centralny). Plan składa się z 18 różnych układów, według których wykonano próbki do badań. Układy różnią się między sobą przyjętymi warunkami procesu wtryskiwania, przy czym każda zmienna wejściowa występuje na czterech poziomach (tabela 2).

T a b e l a 2. Przyjęte wartości wybranych zmiennych niezależnych w opracowanym planie wykonywania metodą wtryskiwania próbek do badań odporności na pękanie

T a b l e 2. Accepted values of selected independent variables in the research program of preparation (by injection molding) of the samples for crack resistance tests

Układ planu	T_w , °C	T_f , °C	p_d , MPa	v_w , mm/s
1	267,5	57,5	45,0	38,86
2	267,5	57,5	35,0	38,86
3	267,5	32,5	45,0	88,32
4	242,5	57,5	35,0	88,32
5	267,5	32,5	35,0	88,32
6	242,5	32,5	45,0	38,86
7	242,5	57,5	45,0	88,32
8	242,5	32,5	35,0	38,86
9	255,0	45,0	40,0	63,59
10	230,0	45,0	40,0	63,59
11	280,0	45,0	40,0	63,59
12	255,0	20,0	40,0	63,59
13	255,0	70,0	40,0	63,59
14	255,0	45,0	30,0	63,59
15	255,0	45,0	50,0	63,59
16	255,0	45,0	40,0	14,15
17	255,0	45,0	40,0	113,2
18	255,0	45,0	40,0	63,59

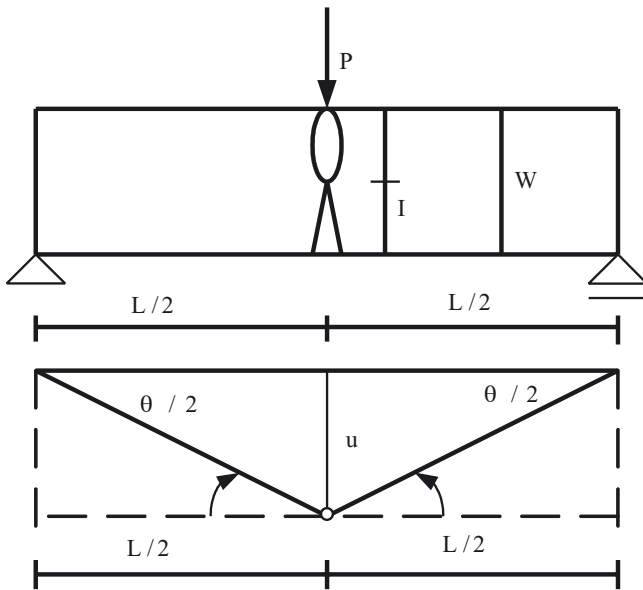
Badanie odporności kompozytu na pękanie

Ocena odporności materiału na pękanie metodą opartą na pomiarze energii uwalnianej podczas pękania wielu próbek jest dość skomplikowana. Rice opracował prosty sposób polegający na wyznaczeniu całki J (miary odporności) w toku pękania jednej próbki, przyjmując założenie pełnego uplastycznienia tworzywa w obszarze leżącym na przedłużeniu płaszczyzny szczeliny, czyli istnienie przegubu plastycznego.

Punktem wyjścia do wyznaczenia całki J w odniesieniu do belki trójpunktowo zginanej (rys. 2) jest równanie (3) [3]:

$$J = \int_0^u \left(\frac{\partial P}{\partial l} \right) du \quad (3)$$

gdzie: ∂P — przyrost siły, ∂l — przyrost długości karbu, u — przemieszczenie (ugięcie).



Rys. 2. Belka trójpunktowo zginana [3]; P — siła, L — długość, u — ugięcie, θ — kąt ugięcia, W — wysokość próbki, I — długość karbu

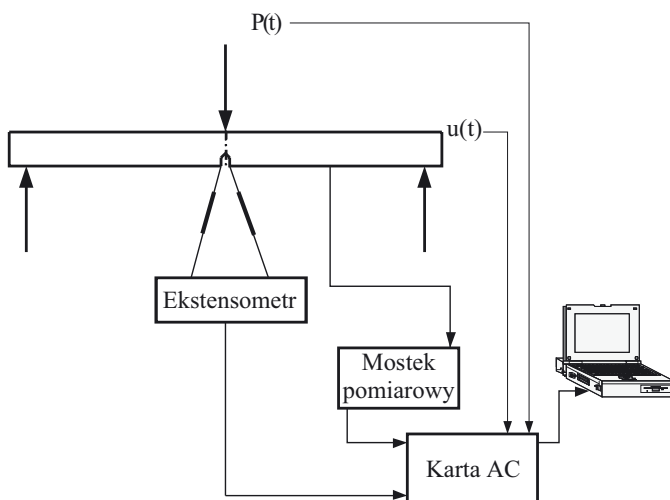
Fig. 2. Three-point bended beam [3]; P — force, L — length, u — deflection, θ — deflection angle, W — sample height, I — notch length

Jego ostateczną postać przedstawia równanie (4):

$$J = \frac{2A}{B(W - I)} \quad (4)$$

gdzie: A — jest polem pod krzywą zależności siła-przemieszczenie, wyznaczonej w próbce doświadczalnej, B — szerokość próbki, W — wysokość próbki, I — długość karbu.

Próbkę z karbem prostokątnym (o wymiarach $80 \times 10 \times 4$ mm) mocowano na dwóch podporach (odległość między podporami wynosi 40 mm) w uchwycie przy-



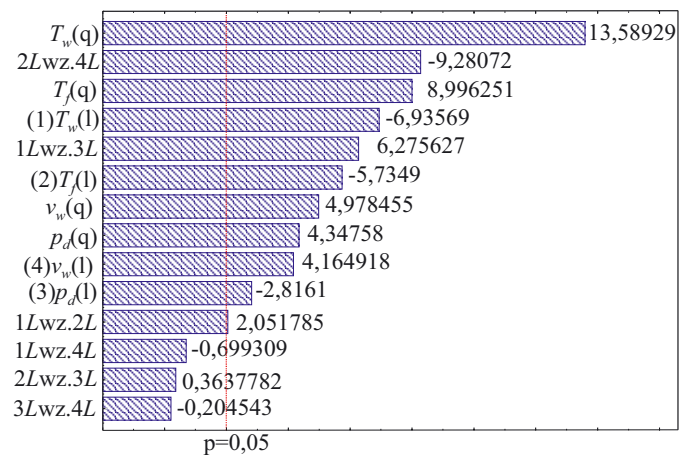
Rys. 3. Schemat stanowiska do badań odporności na pęknięcie; u — przemieszczenie (ugięcie), P — siła

Fig. 3. Scheme of the stand for crack resistance testing; u — deflection, P — force

rzędu pomiarowego służącego do badania odporności na pęknięcie (rys. 3). Na belkę działa siła przyłożona w połowie odległości pomiędzy podporami. Podczas zginania trójpunktowego aparaturą pomiarową urządzenia przesyłano sygnał analogowy przez kartę AC do komputera, w którym zamieniano go na sygnał cyfrowy. Otrzymane punkty pomiarowe poddano obróbce w pakiecie Statistica 6.0 PL w celu obliczenia pola pod krzywą siła–przemieszczenie. Pole to odpowiada energii uwalnianej podczas pęknięcia próbki. Na podstawie wartości tej energii obliczano całkę Rice'a J będącą miarą odporności badanego kompozytu na pęknięcie w warunkach obciążeń statycznych.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Wyniki analizy Pareto wpływu wybranych warunków wtryskiwania na wartość całki Rice'a J dotyczące kompozytu PPH 25T przedstawia rys. 4. Pionową linią przerywaną oznaczono poziom istotności odpowiadający wartości $p = 0,05$. Człony równania, których poziom istotności jest mniejszy od 0,05 są poza tą linią. Oznacza



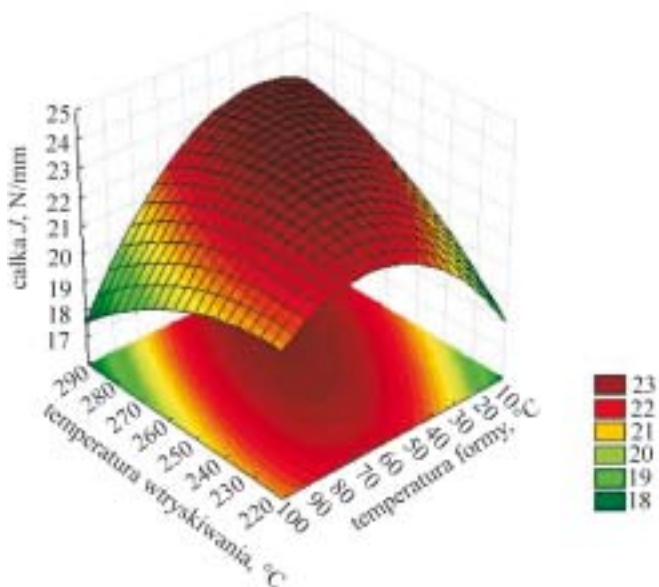
wartość bezwzględna standaryzowanej oceny efektu

Rys. 4. Wykres Pareto kompozytu PPH 25T; objaśnienia symboli por. tekst

Fig. 4. Pareto chart for PPH 25T composite; for symbols explanation — see text

to, że prawdopodobieństwo zaobserwowania przypadkowych różnic opisujących zmienną badaną wynosi nie więcej niż 5 % i jednocześnie, z prawdopodobieństwem nie mniejszym niż 95 % wszystkie zaobserwowane różnice są wiarygodne. Zapis symboli, np. $(3)p_d(l)$ informuje, że jest to parametr równania z numerem (3), odnosi się do p_d — ciśnienia docisku, a (l) bądź (q) dotyczą, odpowiednio, liniowego lub kwadratowego składnika równania modelowego, „ $3L$ wz. $4L$ ” oznacza interakcje składnika z numerami (3) i (4).

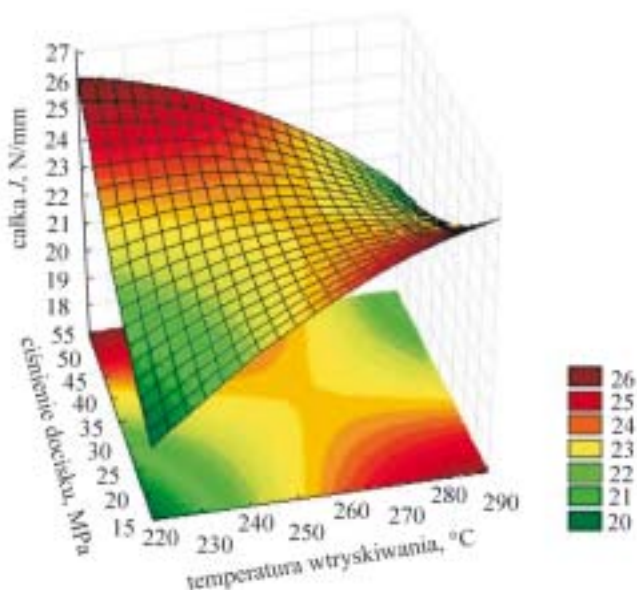
Jak widać temperatura formy (T_f) i temperatura wtryskiwania (T_w) są głównymi czynnikami decydują-



Rys. 5. Zależność wartości całki J od temperatury wtryskiwania i temperatury formy odnosząca się do kompozytu PPH 25T

Fig. 5. Dependence of integral J value on injection temperature and mold temperature for PPH 25T composite

cymi o odporności na pękanie. Pozostałe wybrane parametry procesu (v_w , p_d) wpływają na wartość całki J w dużo mniejszym stopniu. Znak przy wartości bezwzględnej oceny wyjaśnia kierunek zależności, tzn. znak „-” oznacza, że zwiększenie wartości tej zmiennej powoduje zmniejszenie zmiennej analizowanej, zaś znak „+”, np. przy wartości T_w i T_f wskazuje, że wzrost wartości temperatury wtryskiwania bądź tempe-



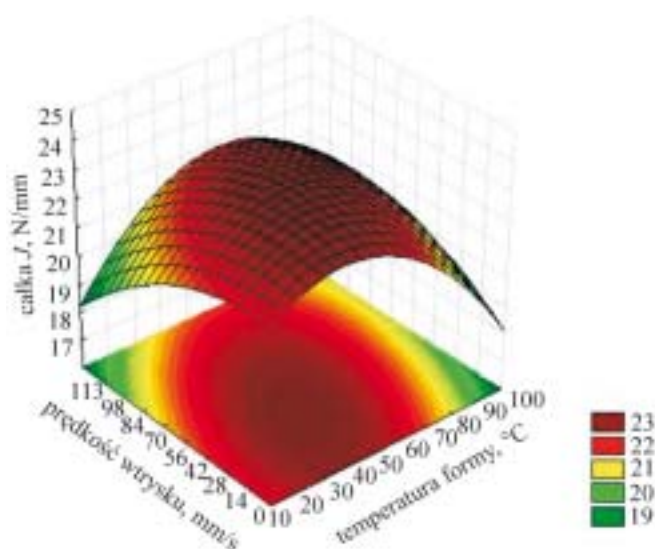
Rys. 6. Zależność wartości całki J od ciśnienia docisku i temperatury wtryskiwania w odniesieniu do kompozytu PPH 25T

Fig. 6. Dependence of integral J value on clamping pressure and injection temperature for PPH 25T composite

ratury formy powoduje również zwiększenie wartości całki J .

Rysunek 5 ilustruje zależność wartości całki J od temperatury formy i prędkości wtrysku odnoszące się do kompozytu PPH 25T. Maksymalną odporność kompozytu J uzyskano w warunkach temperatury formy ok. 50 °C i temperatury wtryskiwania ok. 270 °C. Wypraski uzyskiwane w wyższej temperaturze formy charakteryzują się wyższym stopniem krystaliczności [6–8]. Jest to związane ze stanem termodynamicznym tworzywa w fazie chłodzenia. W tym przypadku czas chłodzenia wypraski przedłuża się, dzięki czemu jest ułatwione porządkowanie struktury polimeru. Efektem jest wzrost odporności na pękanie kompozytu.

Na rysunku 6 przedstawiono zmiany wartości całki J w funkcji ciśnienia docisku i temperatury wtryskiwania badanego kompozytu. Największa odporność na pękanie odpowiada maksymalnej wartości ciśnienia docisku i minimalnej temperaturze wtryskiwania a także minimalnej wartości ciśnienia docisku oraz maksymalnej



Rys. 7. Zależność wartości całki J od prędkości wtrysku i temperatury formy w odniesieniu do kompozytu PPH 25T

Fig. 7. Dependence of integral J value on injection velocity and mold temperature for PPH 25T composite

temperaturze wtryskiwania. Zależność zmiany wartości całki J od funkcji prędkości wtrysku i temperatury formy obrazuje rys. 7. Największą odporność na pękanie wykazują próbki otrzymywane w warunkach temperatury formy 40 °C i prędkości wtrysku 42,39 mm/s.

PODSUMOWANIE

W wyniku analizy Pareto oszacowano wpływ wybranych parametrów procesu wtryskiwania na odporność wyprasek wtryskowych na pękanie. Wartość całki Rice'a J przyjętej jako miara tej odporności w najwięk-

szym stopniu zależy od temperatury formy (T_f) i temperatury wtryskiwania (T_w). W przypadku przetwarzania kompozytu PPH 25T podwyższenie temperatury formy lub temperatury wtryskiwania powoduje wzrost odporności wyprasek na pękanie. Wyższa temperatura formy przedłuża czas chłodzenia wypraski co prowadzi do większego uporządkowania struktury polimeru a zatem wyższego stopnia krystaliczności gotowej wypraski, a w efekcie większej odporności na pękanie.

LITERATURA

1. Bochenek A.: „Elementy mechaniki pękania”, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 1998.
2. Neimitz A.: „Mechanika pękania”, PWN, Warszawa 1998.
3. German J.: „Podstawy mechaniki pękania”, Politechnika Krakowska, Kraków 2001.
4. Sikora R.: „Podstawy przetwórstwa tworzyw wielkocząsteczkowych”, Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej, Lublin 1992.
5. Sikora R.: „Tworzywa wielkocząsteczkowe — rodzaje, właściwości i struktura”, Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej, Lublin 1991.
6. Kowalska B.: *Polimery* 2007, **52**, 83.
7. Bociąga E.: *Polimery* 2007, **52**, 170.
8. Majchrzak Z., Lipczyński J.: *Polimery* 2007, **52**, 190.
9. Kowalska B.: *Polimery* 2007, **52**, 280.
10. Sterzyński T., Śledź I.: *Polimery* 2007, **52**, 443.
11. Jachowicz T., Sikora R.: *Polimery* 2006, **51**, 177.
12. Bociąga E., Jaruga T.: *Polimery* 2006, **51**, 843.
13. Postawa P.: *Polimery* 2005, **50**, 201.
14. Sikora R., Bociąga E.: *Polimery* 2003, **48**, 100.
15. www.polymarky.com.pl.
16. Polański Z.: „Planowanie doświadczeń w technice”, PWN, Warszawa 1994.
17. Sikora R.: „Przetwórstwo tworzyw wielkocząsteczkowych”, Wydawnictwo Edukacyjne, Warszawa 1993.
18. www.statsoft.com.pl — strona producenta pakietu narzędziowego analizy danych Statistica 5.0 PL.