

Mehaničko - toplinska svojstva polimernih materijala

Radić, Karla

Master's thesis / Diplomski rad

2021

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:235:637649>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-05**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Karla Radić

Zagreb, 2021.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentori:

Izv. prof. dr. sc. Ana Pilipović, dipl. ing.

Student:

Karla Radić

Zagreb, 2021.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se svojoj mentorici, izv. prof. dr. sc. Ani Pilipović na nesebičnoj pomoći i savjetima pri pisanju ovog rada.

Zahvaljujem se Bruni Krajačiću na pomoći i utrošenom vremenu, tvrtki INA MAZIVA d.o.o. na donaciji ulja, gospodinu Marku Mamiću iz tvrtke Dioki d.d. za uređaj namijenjen ispitivanju VTS-a.

Veliko hvala mojoj obitelji, dečku i prijateljima na podršci i potpori tijekom cijelog studiranja.

Karla Radić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE
Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika



| | |
|--|---------------|
| Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje | |
| Datum: | Prilog: |
| Klasa: | 602-04/21-6/1 |
| Ur. broj: | 15-1703-21 |

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **KARLA RADIĆ** Mat. br.: 0035207277

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Mehaničko - toplinska svojstva polimernih materijala**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Mechanical – thermal properties of polymer materials**

Opis zadatka:

Sa sve većim primjenama polimernih materijala u raznim industrijama zahtjevi na svojstva su se povećala, pa sukladno tome jedan od bitnih zahtjeva je primjena polimernih materijala pri povišenim temperaturama. Pri tome je potrebno poznavati granične temperature na kojima se polimerni materijali mogu opteretiti određenim silama s umjerenom deformacijom. Postoje tri načina određivanja tih graničnih temperatura, a to su:

- postojanost oblika pri zagrijavanju DTUL
- temperatura omekšavanja po Vicatu
- ispitivanje po Martensu

U radu je potrebno napisati protokole ispitivanja prema normama za postojanost oblika pri zagrijavanju DTUL i temperaturi omekšavanja po Vicatu. U Laboratoriju za preradu polimera nalaze se stari uređaji za oba ispitivanja, te je u eksperimentalnom dijelu rada potrebno napraviti poboljšanje uređaja i pustiti ih u rad.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
30. rujna 2021.

Rok predaje rada:
2. prosinca 2021.

Predvideni datum obrane:
13. prosinca do 17. prosinca 2021.

Zadatak zadao: *Ana Pilipović*
prof. dr. sc. Ana Pilipović

Predsjednica Povjerenstva:
Biserka Runje
prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

| | |
|---|-----|
| POPIS SLIKA | I |
| POPIS TABLICA..... | III |
| POPIS OZNAKA I KRATICA | IV |
| SAŽETAK..... | VI |
| SUMMARY | VII |
| 1. UVOD..... | 1 |
| 2. POLIMERI I POLIMERIZACIJA | 2 |
| 3. SVOJSTVA POLIMERA..... | 3 |
| 3.1. Mehanička svojstva polimera..... | 4 |
| 3.1.1. Naprezanje – istežanje..... | 5 |
| 3.1.2. Utjecaj strukture na mehanička i uporabna svojstva polimera..... | 10 |
| 3.2. Toplinska svojstva polimera..... | 11 |
| 3.2.1. Toplinska provodnost..... | 11 |
| 3.2.2. Specifični toplinski kapacitet | 11 |
| 3.2.3. Toplinska rastezljivost | 12 |
| 3.2.4. Toplinska prodornost | 12 |
| 3.2.5. Toplinska difuzivnost..... | 12 |
| 4. MEHANIČKO – TOPLINSKA SVOJSTVA..... | 13 |
| 4.1. Određivanje toplinske postojanosti oblika pod opterećenjem – DTUL..... | 13 |
| 4.1.1. HRN EN ISO 75 – 1:2020 | 13 |
| 4.1.2 HRN EN ISO 75 – 2:2013 | 17 |
| 4.1.3. HRN EN ISO 75 – 3:2008 | 19 |
| 4.1.3.2. Ispitna tijela | 19 |
| 4.1.3.3. Izračun primijenjene sile | 19 |
| 4.2. Određivanje temperature omekšavanja po Vicatu – VST..... | 20 |
| 4.2.1. Opseg norme | 20 |
| 4.2.2. Pojmovi i definicije | 21 |

| | |
|--|----|
| 4.2.3. Aparatura..... | 21 |
| 4.2.4. Kalibracija dijelova | 26 |
| 4.2.5. Ispitna tijela..... | 26 |
| 4.2.6. Postupak | 27 |
| 4.2.7. Izvješće o ispitivanju..... | 27 |
| 4.3. Temperatura postojanosti oblika po Martensu | 28 |
| 5. EKSPERIMENTALNI DIO | 30 |
| 5.1 Aparatura..... | 30 |
| 5.2. Priprema i mjerenje dimenzija ispitnih tijela | 36 |
| 5.3. Postupak ispitivanja..... | 39 |
| 5.4. Rezultati | 39 |
| 5.4.1. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polilaktida (PLA)..... | 39 |
| 5.4.2. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polistirena (PS) | 41 |
| 5.4.3. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polietilena visoke gustoće (PE -HD) | |
| 43 | |
| 5.4.4. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu poliamida 66 (PA 66)..... | 45 |
| 5.4.5. Usporedba dobivenih rezultata..... | 46 |
| 6. ZAKLJUČAK..... | 48 |

POPIS SLIKA

| | |
|---|----|
| Slika 2.1. Stupnjevita polimerizacija [5] | 2 |
| Slika 3.1. Dijagram potražnje polimera na području Europe ovisno o vrsti i području primjene iz 2016. godine [7]..... | 3 |
| Slika 3.2. Ispitivanje rasteznih svojstava [10]..... | 5 |
| Slika 3.3. Deformacija nastala rasteznim naprežanjem [9] | 6 |
| Slika 3.4. Dijagram naprežanje – istežanje glavnih skupina polimernih materijala [12]..... | 7 |
| Slika 3.5. Smični modul različitih polimera u funkciji reducirane temperature staklišta [14] | 10 |
| Slika 4.1. Konstrukcija uređaja za DTUL ispitivanje [17]..... | 14 |
| Slika 4.2. Shematski prikaz opreme za ispitivanje s opremom za zagrijavanje ispunjenom kapljevinom ili fluidizirajućim slojem [20]..... | 24 |
| Slika 4.3. Shematski prikaz opreme za ispitivanje s jedinicom za zagrijavanje s direktnim kontaktom [20] | 25 |
| Slika 4.4. Skica ispitivanja temperature postojanosti oblika po Martensu [21]..... | 29 |
| Slika 5.1. Kada ispunjena uljem i kontrolni uređaj | 30 |
| Slika 5.2. Uređaj za prikaz temperatura u uljnoj kadi | 31 |
| Slika 5.3. Kontrolni uređaj | 32 |
| Slika 5.4. Kada za ispitivanje ispunjena uljem..... | 33 |
| Slika 5.5. Prikaz uređaja za mjerenje penetracije..... | 33 |
| Slika 5.6. Okvir i klip | 34 |
| Slika 5.7. Uteg, klip i penetrator | 35 |
| Slika 5.8. Penetrator | 35 |
| Slika 5.9. Mjerenje debljine ispitnog tijela | 36 |
| Slika 5.10. Mjerenje širine ispitnog tijela | 37 |
| Slika 5.11. HD – PE, PS i PLA ispitna tijela | 38 |
| Slika 5.12. PA 66 ispitna tijela..... | 38 |
| Slika 5.13. Ispitna tijela PLA nakon provedenog ispitivanja metodom A50..... | 40 |
| Slika 5.14. Ispitna tijela PLA nakon provedenog ispitivanja metodom A120..... | 41 |
| Slika 5.15. Ispitna tijela PS nakon provedenog ispitivanja metodom A50 | 42 |
| Slika 5.16. Ispitna tijela PS nakon provedenog ispitivanja metodom A120 | 43 |
| Slika 5.17. Ispitna tijela PE – HD nakon provedenog ispitivanja metodom A50 | 44 |

| | |
|--|----|
| Slika 5.18. Ispitna tijela PE – HD nakon provedenog ispitivanja metodom A120 | 45 |
| Slika 5.19. Ispitna tijela PA66 nakon provedenog ispitivanja metodom A120 | 46 |
| Slika 5.20. Usporedba dobivenih rezultata temperature omekšavanja i polimera | 47 |

POPIS TABLICA

| | |
|--|----|
| Tablica 3.1. Klasifikacija mehaničkih svojstava materijala [9] | 5 |
| Tablica 3.2. Specifični toplinski kapacitet određenih materijala [16]..... | 11 |
| Tablica 4.1. Prihvatljivi iznosi prodiranja u odnosu na debljinu ispitnog tijela [18]..... | 19 |
| Tablica 5.5.1. Rezultati VST za PLA za metodu A50 | 39 |
| Tablica 5.5.2. Rezultati VST za PLA za metodu A120 | 40 |
| Tablica 5.5.3. Rezultati VST za PS za metodu A50 | 41 |
| Tablica 5.5.4. Rezultati VST za PS za metodu A120 | 42 |
| Tablica 5.5.5. Rezultati VST za HD – PE za metodu A50 | 43 |
| Tablica 5.5.6. Rezultati VST za PE – HD za metodu A120 | 44 |
| Tablica 5.5.7. Rezultati VST za PA 66 za metodu A120..... | 46 |
| Tablica 5.8 Usporedba dobivenih rezultata VST-a s literaturom..... | 47 |

POPIS OZNAKA I KRATICA

| Oznaka | Jedinica | Opis |
|----------------------|---|--|
| <i>A</i> | mm ² | Površina poprečnog presjeka |
| <i>a</i> | m ² /s | Toplinska difuzivnost |
| <i>b</i> | Ws ^{1/2} m ⁻² K ⁻¹ | Toplinska prodornost |
| <i>b</i> | mm | Širina ispitnog tijela |
| <i>c_p</i> | kJ/kgK | Specifični toplinski kapacitet |
| <i>D</i> | mm | Promjer kuglice kod Brinella |
| <i>F</i> | N | Sila |
| <i>F_n</i> | N | Aksijalna sila |
| <i>F_s</i> | N | Sila primijenjena na ispitno tijelo |
| <i>h</i> | mm | Debljina ispitnog tijela |
| <i>h</i> | mm | dubina prodiranja |
| HB | | tvrdća po Brinellu |
| HRC | | tvrdća po Rockwellu |
| HV | | tvrdća po Vickersu |
| <i>l</i> | mm | Ukupna duljina ispitnog tijela |
| <i>L</i> | mm | Udaljenost između oslonaca |
| <i>l₀</i> | mm | Početna duljina ispitnog tijela |
| <i>l₀</i> | mm | Duljina poluge |
| <i>l₁</i> | mm | Udaljenost između simetrale ispitnog tijela i težišta poluge |
| <i>l₂</i> | mm | Udaljenost između simetrale ispitnog tijela i težišta utega |
| <i>M</i> | Nm | Moment |
| <i>m_r</i> | kg | Masa štapa koji prenosi silu na ispitno tijelo |
| <i>m_w</i> | kg | Masa dodanih utega |
| <i>P₁</i> | N | Sila poluge |
| <i>P₂</i> | N | Sila pomičnog utega |
| PA | | Poliamid |
| PA 66 | | Poliamid na osnovi heksametilendiamina i adipinske kiseline |
| PE | | Polietilen |
| PE – HD | | Polietilen visoke gustoće |

| | | |
|------------------------|----------------------------------|---|
| PE – LD | | Polietilen niske gustoće |
| PET | | Poli(etilen-tereftalat) |
| PLA | | Polilaktid |
| PP | | Polipropilen |
| PS | | Polistiren |
| PVC | | Poli(vinil-klorid) |
| s | mm | progib |
| T_f | °C | Temperatura odstupanja pod opterećenjem |
| VST | °C | Temperatura omekšavanja po Vicatu |
| α | K ⁻¹ | Toplinska rastezljivost |
| Δl_0 | mm | Promjena u duljini ispitnog tijela |
| $\Delta \varepsilon_f$ | % | Povećanje savojne deformacije |
| ε | % | Vrijednost istezanja |
| ε_f | % | Savojna deformacija |
| ϑ_g | °C | Temperatura staklišta |
| λ | Wm ⁻¹ K ⁻¹ | Toplinska provodnost |
| σ | N/mm ² | Naprezanje |
| σ_f | N/mm ² | Savojno naprezanje |

SAŽETAK

Polimeri su neizostavni dio modernog društva. Oni čine veliki dio svih većih industrija; prometa, građevinarstva, energije, poljoprivrede, tekstila, prehrane, farmacije, itd. Polimerni materijali upotrijebljeni u takvim industrijama mogu dolaziti u različitim oblicima i sadržavati različita svojstva. U ovom radu objašnjena su svojstva polimera, a težina je stavljena na njihova mehaničko toplinska svojstva. Opisane su norme određivanja toplinske postojanosti oblika pod opterećenjem (HRN EN ISO 75), određivanje temperature omekšavanja po Vicatu (HRN EN ISO 306) i metoda dobivanja temperature postojanosti oblika po Martensu. U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je dostupni uređaj na katedri za preradu polimera poboljšati te pustiti u rad. Nakon toga provedena su ispitivanja temperature omekšavanja po Vicatu na četiri različitih plastomera za potvrdu ispravnosti uređaja.

Ključne riječi: temperatura omekšavanja, plastomer, Vicat, , Martens, DTUL

SUMMARY

Polymers are indispensable materials to modern society. They constitute a large part of major industries, including transport, construction, energy, agriculture, textiles, food, pharmacy, etc. The polymers used in such industries come in different forms and contain various characteristics. This paper will examine the properties of various polymers and focus on their mechanical and thermal properties. The described standards include determination of temperature of deflection under load (HRN EN ISO 75), determination of Vicat softening temperature (HRN EN ISO 306), and Martens method for determining heat – deflection temperature. The experimental part of this paper discusses improvement and putting into service the machine at polymer processing department. Lastly, tests of determination of Vicat softening temperatures are carried out on four different thermoplastic materials to confirm machine accuracy.

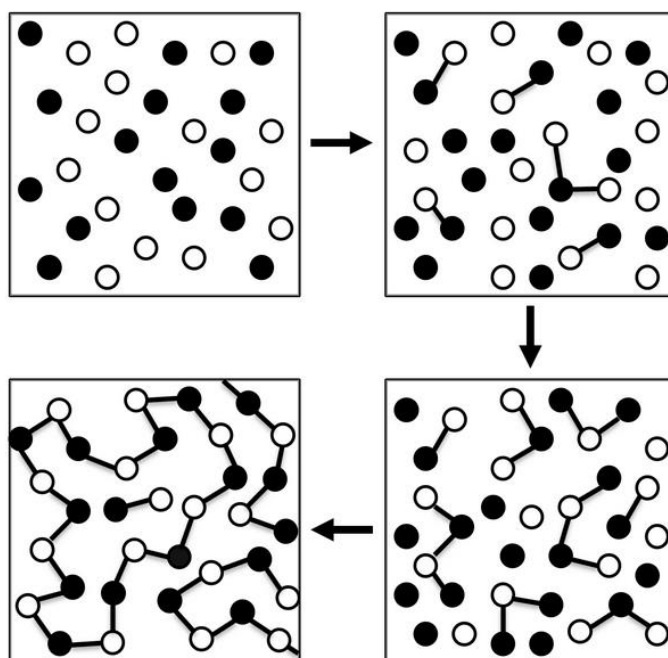
Key words: softening point, thermoplastic materials, Vicat, Martens, DTUL

1. UVOD

Riječ polimer potječe iz grčkog jezika gdje *poly* označuje mnogo, a *mer* označuje ponavljajuću jedinicu. Početna tvar od koje se proizvodi polimer naziva se monomer koji predstavlja molekulu s jednom ponavljajućom jedinicom. Ovisno o kemijskoj strukturi monomera, broju mera u polimernom lancu i vrsti veza između njih polimere dijelimo u tri velike skupine: plastomere, elastomere i duromere i jednu podskupinu elastoplastomera. Veliki broj fizikalnih svojstava polimera ovisi o duljini lanca molekule. Komercijalna uporaba polimera najviše ovisi o njihovim svojstvima i cijeni [1]. Polimeri mogu biti sintetizirani na različite načine primjenom raznih procesa polimerizacije. Njihovo porijeklo može biti prirodno ili sintetsko. Brojna istraživanja provedena su na različitim vrstama polimerima zadnjih desetljeća. Iako je već mnogo toga otkriveno ostaje još mnogo materije za istražiti i utvrditi nove mogućnosti primjene. Područje primjena polimera jako je široko. Danas se polimeri primjenjuju u medicini, biologiji, tekstilnoj industriji, te su korišteni u svakidašnjim životima. Prirodni polimeri poput celuloze proizvedeni su 1830.-ih godina iz prirode. Polimerna industrija započela je 1818. godine s proizvodnjom gume za cipele i rukavice. Tijekom zadnja dva desetljeća istraživanja o polimerima najviše su se temeljila na njihovim električnim svojstvima, te njihovoj primjeni u energetici, solarnim panelima, nanogeneratorima, itd. Danas se rabe i u mnogim drugim područjima kao što su aditivna proizvodnja, svemirska industrija, pročišćavanje vode, pametne tkanine, itd. Očekuje se rast tržišta polipropilena (PP) i polietilena (PE), jednih od najčešće korištenih polimera, zbog njihovih sve češćih primjena u ambalažnoj, automobilskoj i građevinskoj industriji. Ekološka situacija zahtijeva proizvodnju biorazgradivih materijala zbog čega biopolimeri dobivaju sve veću pažnju. Širokoprimjenjivi polimeri su polietilen visoke gustoće (HD - PE), polietilen niske gustoće (LD - PE), polistiren (PS), polipropilen (PP), poli(vinil-klorid) (PVC), polietilen tereftalat (PET) [2].

2. POLIMERI I POLIMERIZACIJA

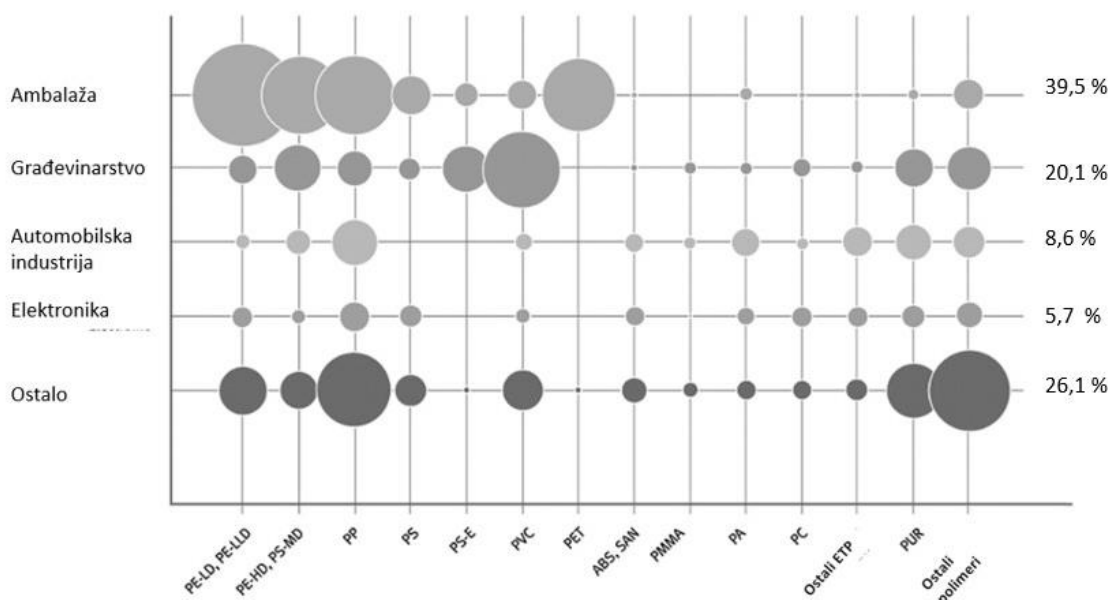
Postoje dva glavna tipa polimerizacije: lančana i stupnjevita. U lančanoj polimerizaciji, još nazivanom i poliadicijom, lančano se polimeriziraju monomeri. Reakcija nije spontana i često se odvija sporo zbog čega se dodavaju inicijatori ili katalizatori. Radikalaska, koordinativna i ionska lančana polimerizacija sastoje se od inicijacije, propagacije i terminacije. Pojam inicijacije označava reakciju slobodnih radikala koji reakcijom s monomerima počinju formirati polimerne lance. Primjer inicijatora je benzoil peroksid $(C_6H_5COO)_2$. Proces propagacije uključuje dodavanje novih monomernih molekula čime se dobivaju lanci različitih duljina. Terminacija je faza prestanka rasta polimernog lanca koja se događa reakcijom dva radikala, disproporcioniranjem ili prijenosom rasta lančane reakcije (eng. *chain transfer*) što je vrlo nepoželjno. Prijenos rasta lančane reakcije s polimerom dovodi do reakcije grananja, osim u slučaju prijenosa na kraju lanca. Prijenos rasta lanca može biti na inicijator, otapalo, monomer i polimer što je i najčešći slučaj. Stupanj polimerizacije kinetički je definiran kao odnos brzina polimerizacije i suma svih brzina terminacije, a veličina reakcija polimerizacije definirana je upravo njime. Stupnjevita polimerizacija kao krajnje produkte sadrži dimere, trimere, tetramere, oligomere i polimerne molekule. Ilustracija stupnjevite polimerizacije prikazana je na Slika 2.1. [3,4].



Slika 2.1. Stupnjevita polimerizacija [5]

3. SVOJSTVA POLIMERA

Polimeri su postali najčešće upotrebljavani materijali, kako u industriji, tako i u svakodnevnom životu jer imaju dobra svojstva, a relativno su jeftini. Široki raspon mogućnosti svojstava otvara nova područja istraživanja i zanimanja. Tijekom zadnjeg desetljeća brojnim istraživanjima pomaknute su granice korištenja polimera. Slika 3.1 prikazuje dijagram potražnje polimera na područjima Europe ovisno o vrsti i području njihove primjene. Dominantna je uporaba polimera u svrhe ambalažnog pakiranja za koji se najčešće upotrebljava PET (poli(etilen-tereftalat)), dok je PP (polipropilen) rasprostranjen u različitim industrijama. PVC je jedan od najčešće primjenjivih polimera u građevinarstvu. Polimeri su često korišteni u različitim industrijama jer većina ima dobra antikoroziivna svojstva i malu masu. U građevinarstvu se najčešće upotrebljava za proizvodnju prozora, cijevi, izolacije, zidnim oblogama itd. Automobilaska industrija sve više rabi polimere, najviše za uređenje interijera, a njihova uporaba se povećava dolaskom električnih automobila. Smatra se da bi bez polimera masa današnjih automobila bila 200 do 300 kg veća. U izradi jednog automobila primjeni se do 13 različitih vrsta polimera, te čine čak 12 % od ukupno korištenih materijala. Kompoziti, materijali koji se dobivaju kombinacijom dvaju ili više materijala, i polimeri osim u proizvodnji automobila se primjenjuju i u drugim transportnim sredstvima kao što su avioni, brodovima, vlakovima [6].



Slika 3.1. Dijagram potražnje polimera na području Europe ovisno o vrsti i području primjene iz 2016. godine [7]

Svojstva se dijele na mehanička, električna, toplinska, svojstva postojanosti, optička i reološka svojstva.

3.1. Mehanička svojstva polimera

Svojstva polimera su ključ odabira materijala kada je riječ o učinkovitosti za neku određenu primjenu. Znanje o njihovim svojstvima ključno je tijekom konstrukcije i optimizacije postrojenja. Mehanička svojstva ovise o vrsti primijenjene sile.

Poznajemo pet osnovnih vrsta sila:

- rastezna
- smična
- pritisna
- savojna
- torzijska.

Čimbenici koji određuju mehanička svojstva polimera su: prosječna molekularna masa, stupanj reda kod amorfni polimera i stupanj kristalnosti kod kristalastih plastomera. Mehanička svojstva polimera ispituju se pomoću ovisnosti naprezanja i deformacija tijekom kratkotrajnog ili dugotrajnog opterećenja. Ispitivanje tijekom kratkotrajnog opterećenja uključuje postupke ispitivanja otpornosti na rastezanje, savijanje, pritisak, smik i torziju. Ispitivanje tijekom dugotrajnog opterećenja može biti uz konstantnu deformaciju ili uz konstantno naprezanje i uključuje ispitivanje puzanja, relaksacije naprezanja, statičkog umora materijala i dinamičkog umora materijala [8].

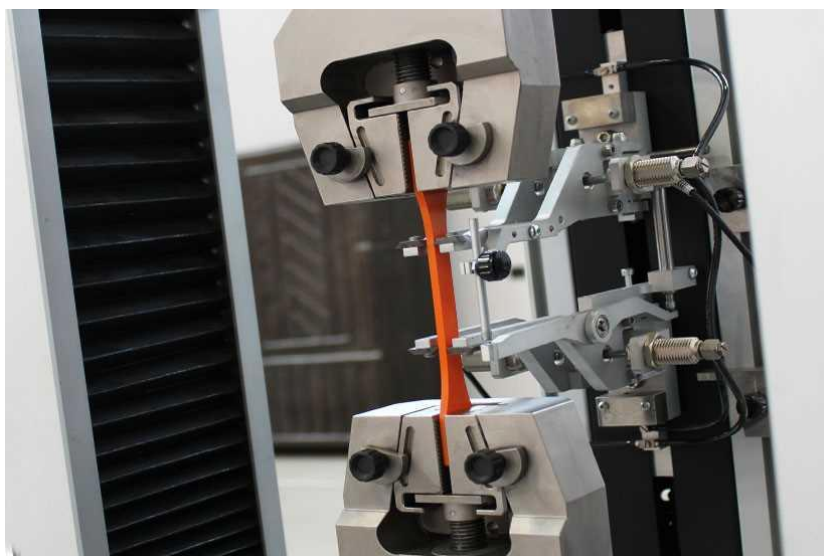
Klasifikacija mehaničkih svojstava materijala pri završetku uporabe prikazana je na Tablica 3.1.

Tablica 3.1. Klasifikacija mehaničkih svojstava materijala [9]

| Svojstvo | Kratkotrajno opterećenje | Dugotrajno opterećenje |
|------------------------|--|--|
| Deformacijska svojstva | Krutost, modul elastičnosti, granica popuštanja, svojstvo naprezanje - istezanje | Puzanje, jednoosna i savojna deformacija, svojstvo puzanja |
| Trajnost materijala | Žilavost, savojna žilavost, prekidna čvrstoća, krhki i duktilni lom | Izdržljivost, smični lom, savojna postojanost |
| Trajnost površine | Tvrdoća, utisna tvrdoća | Trenje i trošenje, faktor trenja |

3.1.1. Naprezanje – istezanje

Rastezna čvrstoća polimera ispituje se prema normi HRN EN ISO 527. Ispitivanje se odvija na kidalici, prikazanog na Slika 3.2, pod određenim opterećenjem uz prisustvo ekstenzometra koji služi za određivanje promjene udaljenosti među dvjema točkama uspoređujući prvotno stanje i nastale promjene. Oni mogu biti beskontaktni ili kontaktni. Aksijalna sila F_n uzrokuje istezanje ispitnog tijela za Δl , promjera d_0 i duljine l_0 , koji je fiksiran na stroj jednim krajem [1,9].



Slika 3.2. Ispitivanje rasteznih svojstava [10]

Jednadžba koja se rabi za računanje istežanja, tj. relativnog produljenja glasi:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (1.1)$$

gdje je:

ε , % – vrijednost istežanja

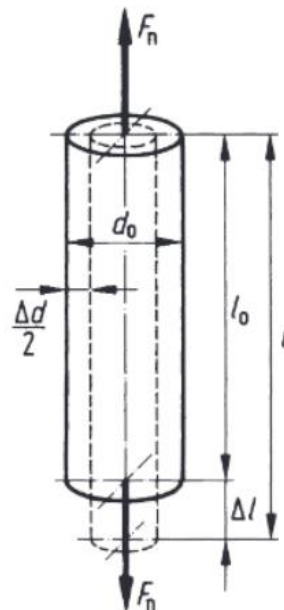
L_0 , mm – duljina između mjernih oznaka

ΔL_0 , mm – povećanje duljine između mjernih oznaka uslijed istežanja, prikazano na Slika 3.3.

Jednadžba koja se primjenjuje za računanje naprežanja glasi:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (1.2)$$

gdje je F , N, sila kojom se djeluje na ispitno tijelo, A , mm², površina poprečnog presjeka, l , mm, ukupna duljina ispitnog tijela, l_0 , mm, početna duljina ispitnog tijela, a Δl , mm, nastala razlika u duljini ispitnog tijela, prikazano na Slika 3.3.

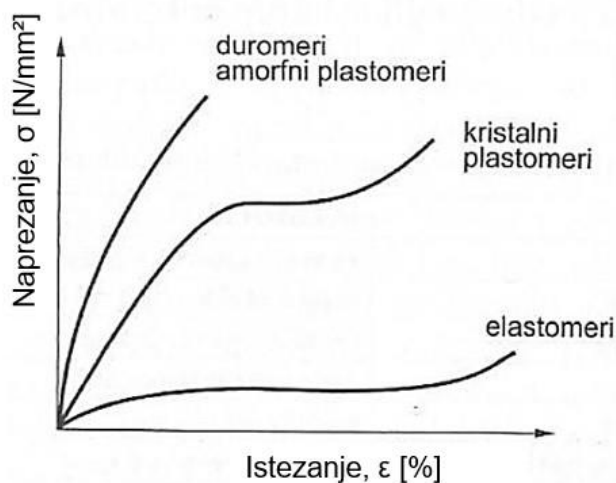


Slika 3.3. Deformacija nastala rasteznim naprežanjem [9]

Tipičan dijagram napreznja-istezanja za glavne grupe polimera prikazan je na Slika 3.4. za glavne grupe polimernih materijala. Modul elastičnosti E predstavlja mjeru za krutost materijala koji se proračunava za svaki materijal. Elastičnost polimera omogućava materijalu povratak u prvobitno stanje nakon što je bio podvrgnut opterećenju. Nakon prolaska granice razvlačenja koja predstavlja granično napreznje između elastičnog i plastičnog područja, materijal se ne vraća u prvobitno stanje. Duromeri i amorfni plastomeri krhki su polimeri. Krivulja im je linearna do loma koji nastaje pri produljenju oko 1-2 %. Nisu istežljivi, no potrebna je velika sila kako bi materijal puknuo. Nagib krivulje je velik što znači da je i vrijednost modula elastičnosti E prilično visoka.

Kristalni plastomeri, posebice PE (polietilen) i PP (polipropilen) imaju nižu vrijednost modula elastičnosti od duromera, no dovoljno visoku da neko vrijeme odolijevaju deformaciji materijala. Oni imaju izraženu granicu razvlačenja, te su dovoljno otporni na lom.

Elastomeri spadaju u grupu žilavih polimera bez granice razvlačenja. Njihov E vrlo je nizak zbog čega imaju izvrsne sposobnosti rastezanja i savijanja. Nakon prestanka djelovanja sile vraćaju se u svoj prvotni oblik [11].



Slika 3.4. Dijagram napreznja - istežanje glavnih skupina polimernih materijala [12]

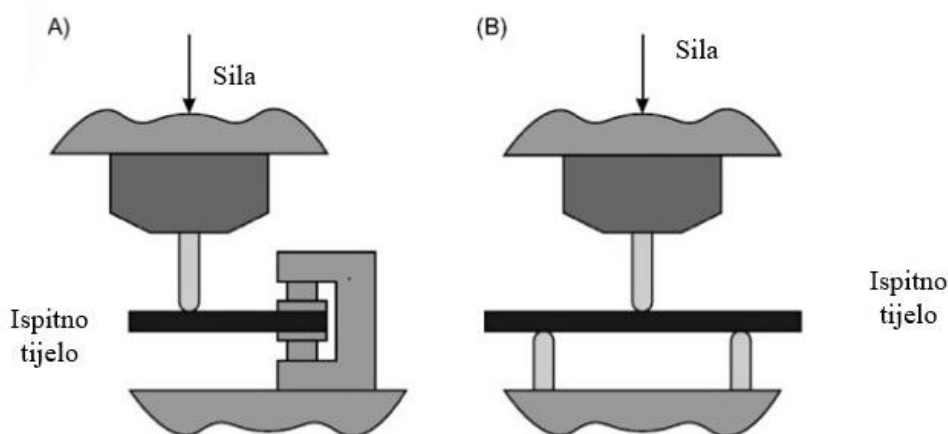
Iz dijagrama napreznja – istežanje određuju se modul elastičnosti (E , *e. Young's modulus*) koji se eksperimentalno iščitava iz početnog nagiba krivulje, granica razvlačenja, žilavost (količina energije koju materijal može apsorbirati prije nego li pukne), konvencionalna granica

razvlačenja i prekidna čvrstoća (sila koju je potrebno dovesti materijalu da bi puknuo). Modul elastičnosti se računa i kao omjer zadanog naprezanja i linijske deformacije, a porastom tangensa kuta raste i modul elastičnosti što je vidljivo i u jednadžbi:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \operatorname{tg} \alpha \quad (1.3)$$

3.1.2. Savojno ispitivanje

Obzirom da je tijekom ispitivanja kod DTUL-a i Martensa potrebno poznavanje savojnog ispitivanja u nastavku je kratko opisano klasično ispitivanje. Pri savojnom ispitivanju dolazi do opterećenja koje djeluje okomito na uzdužnu os poluge (ispitnog tijela). Kod takvog ispitivanja dolazi do deformacije uzdužne osi tijela, a deformirana os naziva se progib. Savojni modul elastičnosti, E , GPa, označava koliku deformaciju ispitno tijelo može podnijet prije nego dođe do trajne (nepovratne) deformacije. Ispitivanje se može provoditi na dva načina s obzirom na postavljanje ispitnog tijela, prikazano na Slika 3.5. U slučaju A radi se o ispitivanju u dvije točke, a u slučaju B radi se o ispitivanju u tri točke. U slučaju B dolazi do opterećenja na sredini ispitnog tijela koje se nalazi na osloncima koji su na normom propisanoj udaljenosti. Sila, F , N, stvara urez u ispitnom tijelu u obliku slova V [7].



Slika 3.5. Prikaz dva primjera savojnog ispitivanja [7]

3.1.3. Ispitivanje tvrdoće

Tvrdoća materijala se određuje kao zarezna tvrdoća (eng. *scratch resistance*) ili kao utisna tvrdoća (eng. *indentation hardness*). Najčešće se tvrdoća, H , određuje tvrdomjerom koji mjeri dubinu prodiranja kuglastog (Brinell test, Rockwell test), piramidarnog (Vickers test) ili drugog oblika u materijal tijekom djelovanja propisane sile.

Jednadžba za računanje tvrdoće kod Brinella glasi:

$$HB = \frac{1 F}{D\pi h} \quad (1.4)$$

gdje je:

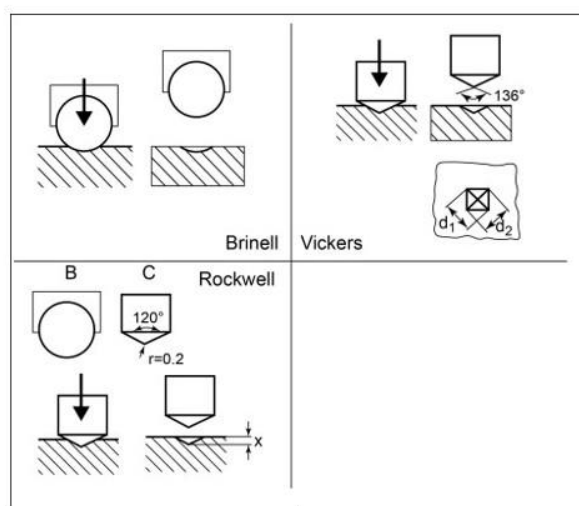
D , mm – promjer kuglice kod Brinella

F , N – sila kojom se djeluje na ispitno tijelo

H , mm – dubina prodiranja tijela

HB – tvrdoća po Brinellu.

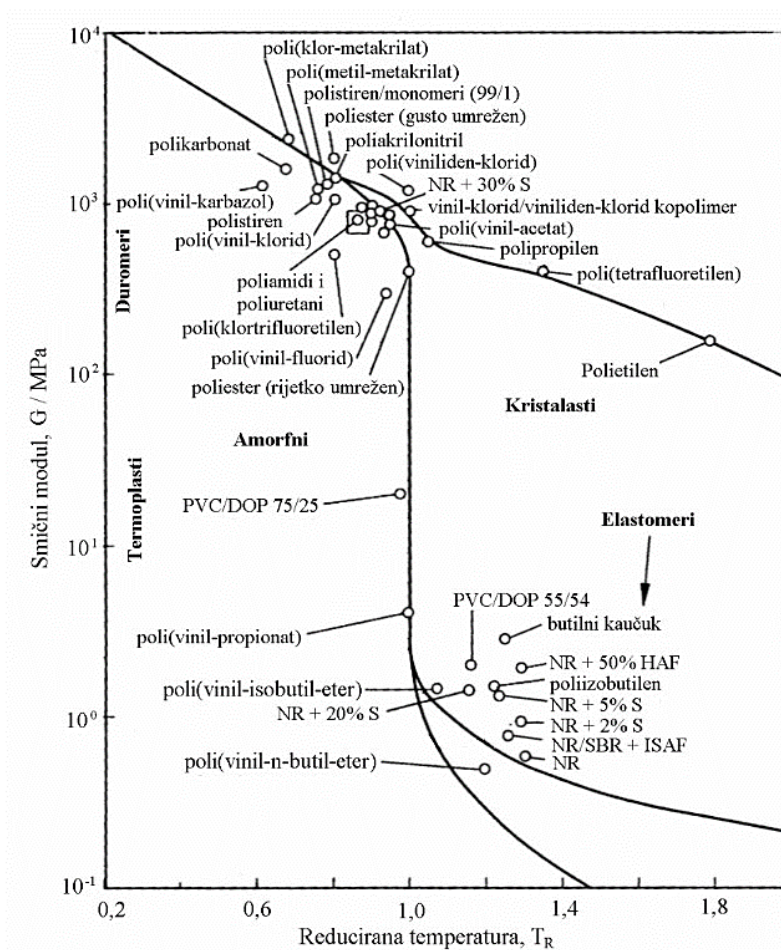
Oznake tvrdoće ovise o primijenjenoj metodi tijekom ispitivanja. U slučaju da se primjenjuje Rockwell metoda mjerna jedinica je HRC, Vickers HV, Brinell HB, a Shore HS. Za mjerenje tvrdoće nisu potrebni posebno izrađeni uzorci već je mjerenje moguće primijeniti već kod poluproizvoda. Tri najčešće primjenjivane metode ispitivanja prikazane su na Slika 3.6.



Slika 3.6 Tri česte metode ispitivanja tvrdoće[13]

3.1.4. Utjecaj strukture na mehanička i uporabna svojstva polimera

Mehanička svojstva različitih polimera mogu se npr. opisati dijagramom ovisnosti smičnog modula G o temperaturi. Smični modul je omjer naprežanja i deformacije pri smičnoj deformaciji. Temperatura u dijagramu je izražena kao reducirana temperatura staklišta (Slika 3.7) [8].



Slika 3.7. Smični modul različitih polimera u funkciji reducirane temperature staklišta [14]

Gornja desna strana dijagrama prikazuje kristalaste plastomere koji imaju staklišta ispod sobne temperature, a gornja lijeva strana prikazuje duromere ispod kojih se nalaze amorfni plastomeri. Ispod kristalastih plastomera nalaze se elastomeri. Polimeri koji su krhki ispod staklišta kao što su amorfni plastomeri popuštaju čak i pri malom stezanju. Porastom temperature njihova se čvrstoća smanjuje sve dok ne postignu veću otpornost prema deformaciji. Oni imaju sposobnost modifikacije svojstava dodavanjem omekšavala. Duromeri i elastomeri imaju različita svojstva od plastomera zbog njihove umreženosti. Elastomerima je staklišta najčešće ispod $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ što

ih čini mekanima pri njihovoj uporabi pri sobnoj temperaturi. Duromeri su jako umreženi polimeri zbog čega im se čvrstoća vrlo malo smanjuje iznad staklišta. Kristalasti plastomeri su žilavi pri sobnoj temperaturi, a uporabljivi su i pri temperaturama iznad staklišta [8].

3.2. Toplinska svojstva polimera

Toplinska svojstva materijala važna su zbog njihovog utjecaja na mehanička i ostala svojstva polimera. Najvažnija toplinska svojstva polimernih materijala su kalorimetrijska svojstva. Pod kalorimetrijska svojstva podrazumijevaju se: toplinska provodnost, specifični toplinski kapacitet, toplinska rastezljivost, stlačivost, toplinska difuznost i toplinska prodornost [15].

3.2.1. Toplinska provodnost

Toplinska provodnost, λ [$\text{WK}^{-1}\text{m}^{-1}$], označuje provođenje energije (topline) kroz materijal te iskazuje količinu topline koja se provodi kroz zadani presjek određenim temperaturnim gradijentom. Kristalasti polimeri poput polietilena visoke gustoće (HD-PE) i polipropilena (PP) imaju bolju toplinsku provodnost od amorfni polimera kao što je polistiren (PS). Iznos toplinske provodnosti povećava se s gustoćom i kristalnošću polimera. Kod amorfni polimera se provodnost povećava proporcionalno s molekulnom masom, tj. duljinom lanca. Toplinska provodnost ovisna je o temperaturi zbog povećanja tj. gibljivosti molekula i specifičnom toplinskom kapacitetu materijala, c_p [15].

3.2.2. Specifični toplinski kapacitet

Specifični toplinski kapacitet, c_p , kJ/kgK , je količina topline koju treba dovesti jedinici mase tvari da bi temperatura porasla za 1 K. U Tablica 3.2. prikazani su specifični toplinski kapaciteti od nekih polimera i materijala [15].

Tablica 3.2. Specifični toplinski kapacitet određenih materijala [16]

| Polimer | Spec. topl. kapacitet, c , J/kgK |
|----------------|---|
| Polietilen | 1550 |
| Polistiren | 1110 |
| Polilaktid | 1800 |
| Polipropilen | 1920 |
| Voda, tekućina | 4184 |
| Aluminij | 887 |

3.2.3. Toplinska rastezljivost

Toplinska rastezljivost, α , $1/K$, pokazuje koliko se tijelo produži ako se ugrije za 1 K. Obično je većeg iznosa kod keramike i metala nego kod polimera. Također, toplinska rastezljivost kod polimera najčešće nije linearna funkcija temperature kao što je slučaj kod metala. Za neke materijale je iznos toplinske rastezljivosti usko povezan s njihovim talištem [15].

3.2.4. Toplinska prodornost

Toplinska prodornost, b , $Ws^{1/2}m^{-2}K^{-1}$, predstavlja mjeru brzine prodiranja topline u materijal. Ona ovisi o toplinskoj provodnosti, specifičnom toplinskom kapacitetu i gustoći materijala. Poznavanjem iznosa toplinske prodornosti može se odrediti i dodirna temperatura koja nastaje dodirrom dvaju tijela [15].

3.2.5. Toplinska difuzivnost

Toplinska difuzivnost, a , m^2/s , označava brzinu mijenjanja temperature tijela, tj. definira proces difuzije topline kroz materijal u ovisnosti o vremenu. Ovo svojstvo iznimno je važno kod prerade materijala kada je potrebno precizno odrediti potrebnu energiju i vrijeme trajanja procesa [15].

4. MEHANIČKO – TOPLINSKA SVOJSTVA

Važno je poznavati granične temperature postojanosti oblika, odnosno temperature pri kojima tvorevine više nisu za upotrebu. Danas se primjenjuju tri normirane metode za određivanje istih. To su metode određivanja toplinske postojanosti oblika (DTUL), temperature omekšavanja po Vicatu (VTS) i temperature postojanosti oblika po Martensu. Takve metode odličan su način za usporedbu svojstava različitih materijala, a detaljnije su objašnjene u poglavlju 4 [17].

4.1. Određivanje toplinske postojanosti oblika pod opterećenjem - DTUL

Norma HRN EN ISO 75 opisuje protokol ispitivanja određivanja toplinske postojanosti polimera pod određenim opterećenjem (e. *Determining Deflection Temperature Under Load, DTUL* ili e. *Heat Deflection Temperature, HDT*).

Prvi dio norme (ISO 75-1:2020) daje općeniti uvid u metodu, definira uvjete i aparaturu za određene tipove materijala. Sam sastav za ispitivanje sličan je savojnom ispitivanju uz primjenu zagrijavanja. Postupkom se određuje postojanost oblika kod plastomera, tvrde gume i duromera ojačanih vlaknima [18].

4.1.1. HRN EN ISO 75 – 1:2020

Pojmovi koji su navedeni u normi i njihova značenja su:

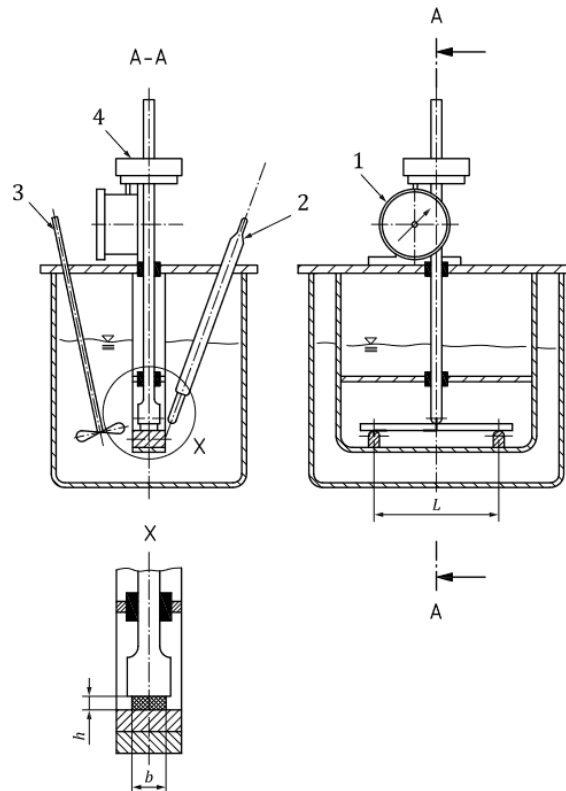
- savojna deformacija (ε_f) – omjer promjene duljine tijela na vanjskoj površini ispitnog tijela
- porast savojne deformacije ($\Delta\varepsilon_f$) – povećanje savojnog istegnuća koje se događa tijekom zagrijavanja
- progib (s) – pomak težišta presjeka u smjeru okomitom na nedeformiranu os ispitnog tijela
- standardni progib (Δs) – povećanje progiba kao rezultat savojnog naprezanja
- savojno naprezanje (σ_f) – nominalno naprezanje na sredini vanjske površine ispitnog tijela
- opterećenje (F) – sila primijenjena na sredinu ispitnog tijela što rezultira savojnim naprezanjem

- temperatura odstupanja pod opterećenjem (T_f) – temperatura pri kojoj odstupanje ispitnog tijela dostiže standardno odstupanje

Na samom početku ispitivanja ispitno tijelo se postavlja ravno i fiksiran je s tri točke na koje djeluju konstantna opterećenja. Povećanjem temperature dolazi do standardnog odstupanja pri kojem se mjeri temperatura [18].

4.1.1.1. Aparatura potrebna za određivanje toplinske postojanosti oblika pod opterećenjem

Na Sliku 4.1 prikazana je potrebna aparatura za ispitivanje. Uređaj se sastoji od metalnog okvira unutar kojeg se klip može slobodno kretati u vertikalnom smjeru. Jedan kraj klipa je pričvršćen na površinu na kojoj se nalazi uteg, a drugi završava s pritisknim vrhom. Ispitku potporu pružaju dva cilindrična oslonca, te se sila vrši na ispitno tijelo na polovici njihove udaljenosti.



- 1 – uređaj za mjerenje otklona
- 2 - uređaj za mjerenje temperature
- 3 – miješalica
- 4 – uteg

- b – širina ispitnog tijela
- h – debljina ispitnog tijela
- L – duljina između oslonaca

Slika 4.1. Konstrukcija uređaja za DTUL ispitivanje [18]

4.1.1.2. Oprema za zagrijavanje

Oprema za zagrijavanje obuhvaća kadu ispunjenu kapljevinom, fluidizirajućim slojem ili pećnicu na zrak. Za prijenos topline ispitno tijelo mora biti postavljeno na najmanje 50 mm dubine. Pomoću miješalice dolazi do boljeg prijenosa topline na sva ispitna tijela. Oprema za zagrijavanje mora sadržavati i kontrolnu jedinicu kako bi se temperatura mogla dizati 120 ± 10 °C/h. Stopa rasta temperature pregledava se pregledom automatskog čitaća temperature ili termometrom svakih 6 min. Uređaji za mjerenje temperature smiju odstupati ± 1 °C. Uređaj ne smije biti udaljen više od 12,5 mm od točke gdje vrh opterećenja dira ispitno tijelo. Također, uređaj za mjerenje temperature ne smije dodirivati ispitno tijelo. Savjetuje se da svaka ispitna stanica ima svoj zasebni termometar.

4.1.1.3. Instrument za mjerenje deformacije

Primjenjuje se kalibrirani mjerači kako bi izmjerili deformaciju nastalu na ispitnom tijelu na poziciji gdje sila opterećenja dodiruje materijal. Mjerač treba imati svojstvo očitavanja do 0,01 mm.

4.1.1.4 Ispitna tijela

Svako ispitno tijelo treba biti iste duljine s pravokutnim presjekom. Rubovi moraju međusobno biti paralelni, te ne smiju imati ogrebotine ili udubljenja. Ispitanik mora napraviti vizualni pregled i utvrditi da je ispitno tijelo bez oštećenja. Ispitivanje se vrši na najmanje dva ispitna tijela. Ukoliko je moguće savjetuje se ispitivanje na različitim stranama površine. Uvjeti ispitivanja moraju se slagati s normom ISO 291.

4.1.1.5 Postupak ispitivanja

Jednadžba za računanje sile primijenjene na ispitno tijelo glasi:

$$F = \frac{2\sigma_f \cdot b \cdot h^2}{3L} \quad (1.5)$$

gdje

F , N – sila

σ_f , MPa / N/mm² – savojna čvrstoća

b , mm – širina ispitnog tijela

h , mm – debljina ispitnog tijela

L , mm – udaljenost između oslonaca.

Masa klipa, m_r , koji prenosi silu na ispitno tijelo mora biti uzeta u obzir. Ako je korišten instrument koji sadrži opruge, iznos i smjer sile F_s koju stvara opruga mora se uzeti u obzir i provjeriti njezin pozitivan ili negativan doprinos sili F . Masa dodanih utega, m_w , utječe na ukupnu silu i računa se pomoću jednadžbe:

$$F = 9,81 (m_w + m_r) + F_s \quad (1.6)$$

$$m_w = \frac{F - F_s}{9,81} - m_r \quad (1.7)$$

gdje

m_r , kg - masa štapa koji prenosi silu na ispitno tijelo

m_w , kg - masa dodanih utega

F , N - sila primjenjena na ispitno tijelo

F_s , N - sila prenošena s korištenih instrumenata s oprugama.

Iznos sile F_s je pozitivan ukoliko je potisak opruge usmjeren prema ispitnom tijelu, a negativan ukoliko je okrenut u drugom smjeru. Ukoliko se ne koristi instrument s oprugom iznos spomenute sile iznosi nula.

Temperatura sustava za zagrijavanje mora biti ispod 27 °C na početku svakog ispitivanja. Rezultati ispitivanja mogu pokazivati drugačija rješenja ukoliko su ispitna tijela drugačijih dimenzija ili su pripremljeni za ispitivanje na drugačiji način. Prije ispitivanja provjerava se udaljenost između oslonaca. Ispitno tijelo stavlja se na oslonce tako da mu uzdužna os bude paralelna s njima. Sustav s utegom stavlja se u uljno korito i primjenjuje se sila na ispitno tijelo (opisano u ISO 75 – 2 i ISO 75 – 3). Pet minuta nakon što je primijenjena sila očitava se mjerenje na mjerачu ili ga se postavlja u nultu poziciju. Temperatura ulja se povisuje (120 ± 10) °C/h. Zabilježava se temperatura pri kojoj je došlo do standardnog odstupanja što je naznačeno u drugom i trećem dijelu norme, a računa se jednadžbom :

$$\Delta s = \frac{L^2 \cdot \Delta \varepsilon_f}{600h} \quad (1.8)$$

gdje

Δs , mm – standardni progib

L , mm - udaljenost između oslonaca

$\Delta \varepsilon_f$, % - porast savojne deformacije

h , mm - debljina ispitnog tijela.

Rezultati ispitivanja prikazuju se kao aritmetička sredina temperature odstupanja pri navedenom opterećenju, iskazani u °C [18].

Ispitno izvješće treba sadržavati sljedeće informacije:

- a) referencu na određeni dio norme ISO 75
- b) sve detalje potrebne za identificiranje ispitivanog materijala
- c) metodu pripreme ispitnog tijela
- d) vrstu medija korištenog za prijenos topline
- e) uvjete i postupke kaljenja ukoliko su primjenjeni
- f) temperaturu odstupanja pod opterećenjem, °C
- g) dimenzije ispitnog tijela
- h) korišteno savojno naprezanje
- i) udaljenost između oslonaca
- j) stranu ispitnog tijela na kojoj je rađeno ispitivanje
- k) svako neuobičajeno ponašanje ispitnog tijela tijekom ili nakon postupka ispitivanja [18].

4.1.2 HRN EN ISO 75 – 2:2013

Drugi dio norme HRN EN ISO 75 bavi se određivanjem temperature postojanosti oblika pod opterećenjem kod plastike i tvrde gume (ebonita) i opisuje tri metode koje se upotrebljavaju za takva ispitivanja. Metoda A primjenjuje savojno naprezanje od 1,8 MPa, metoda B savojno naprezanje od 0,45 MPa, a metoda C savojno naprezanje od 8 Mpa. Standardni progib Δs koje se koristi za određivanje temperature postojanosti oblika pod opterećenjem odgovara povećanju

savojne deformacije ($\Delta\varepsilon_f$). Omjer promjene (porasta) savojne deformacije i početne savojne deformacije ovisi o modulu elastičnosti polimera zbog čega je ova metoda ispitivanja primjerena samo za ispitivanje postojanosti materijala sličnih elastičnih svojstava pri sobnoj temperaturi [19].

4.1.2.1. Ispitna tijela

Dimenzije ispitnog tijela trebaju biti:

dužina l : (80 ± 2) mm;

širina b : $(10 \pm 0,2)$ mm;

debljina h : $(4 \pm 0,2)$ mm.

Priprema ispitnih tijela za postupak ispitivanja treba biti sukladno normi ISO 293 (i ISO 2818 ukoliko je primjenjivo) ili sukladno normama ISO 294–1 i ISO 10724–1 ukoliko je prihvaćeno od strane ispitanika. Ukoliko su ispitna tijela dobivena tlačnim lijevanjem, njihova debljina treba biti između 3 i 13 mm (po mogućnosti između 4 i 6 mm). Neusklađenosti rezultata ispitivanja dobivenih zbog različitih uvjeta lijevanja mogu se umanjiti žarenjem prije samog postupka ispitivanja [19].

4.1.2.2. Postupak ispitivanja

Na ispitno tijelo se primjenjuje naprezanje ovisno o korištenoj metodi. Računa se Δs (standardni progib) kako je propisano u prvom dijelu norme. Zapisuje se temperatura pri kojoj dolazi do iznosa standardnog odstupanja. Zapisana temperatura je temperatura postojanosti oblika pod opterećenjem. Ako se rezultati amorfnih polimera ili ebonita razlikuju za više od 2 °C ispitivanje se mora ponoviti. Tablica 4.1 prikazuje prihvatljive iznose prodiranja ovisno o debljini ispitnog tijela [19].

Tablica 4.1. Prihvatljivi iznosi prodiranja u odnosu na debljinu ispitnog tijela [19]

| Debljina ispitnog tijela h , mm | Standardni progib Δs , mm |
|-----------------------------------|-----------------------------------|
| 3,8 | 0,36 |
| 3,9 | 0,35 |
| 4,0 | 0,34 |
| 4,1 | 0,33 |
| 4,2 | 0,32 |

4.1.3. HRN EN ISO 75 – 3:2008

Treći dio norme HRN EN ISO 75 bavi se određivanjem temperature postojanosti oblika pod opterećenjem kod duromernih laminata visoke čvrstoće i plastike ojačane dugim vlaknima. U ovom slučaju podrazumijeva se duljina vlakana duljih od 7,5 mm. Savojno naprezanje nije određeno kao u drugom dijelu norme već iznosi 1/1000 savojnog modula materijala pri sobnoj temperaturi. Takvo pravilo dozvoljava ispitivanje materijala širokih raspona savojnog modula [20].

4.1.3.1. Oprema za ispitivanje

Potrebna aparatura za ispitivanje jednaka je kao i u prvom dijelu HRN EN ISO 75.

4.1.3.2. Ispitna tijela

Dimenzije uzorka moraju biti sljedeće:

duljina l : barem 10 mm duža od udaljenosti između oslonaca

širina b : između 9,8 mm i 12,8 mm

debljina h : između 2 mm i 7 mm.

Priprema mora biti u skladu s ISO 298, ISO 10724 – 1 ili relevantnim dijelom norme ISO 1268.

Važno je osigurati da su sve rezane površine poravnate i glatke.[20]

4.1.3.3. Izračun primijenjene sile

Izračun primijenjene sile koja stvara savojno naprezanje σ_f jednak je 1/1000 savojnog modula materijala pri sobnoj temperaturi. Sila se također može izračunati kao sila potrebna da bi se dogodio prodor jednak povećanju savojne deformacije od 0,1 %. Ovakav pristup ima prednosti

jer ne zahtjeva poznavanje savojnog modula materijala. Korištenjem ovog pristupa rezultat standardnog prodiranja bio bi precizan $\pm 2,5$ % [20].

4.1.3.4. Mjerenje

Razmak između oslonaca treba prilagoditi iznosu 30 debljina (± 1 mm) ispitnog tijela. Izračunava se standardni progib Δs kao u jednadžbi 1.7, uz korištenje iznosa od 0,2 % za savojnu deformaciju. Zapisuje se temperatura pri kojoj je došlo do iznosa standardnog progiba. Ispitivanje se mora ponoviti ako se rezultati razlikuju više od 5 °C [20].

4.1.3.5. Izvješće o ispitivanju

Slijediti upute iz prvog dijela HRN EN ISO 75, izostavljajući h , korišteno savojno naprezanje. Izraz pod slovom i) prilagoditi sljedećem:

- i) izmjereno korišteno savojno naprezanje
 - pomoću savojnog modula materijala pri sobnoj temperaturi
- ili
- računanjem odstupanja već napisanom jednadžbom.

Napomenuti ukoliko je korišteno strojno stanjivanje ispitnog tijela.

4.2. Određivanje temperature omekšavanja po Vicatu - VST

HRN EN ISO 306 je hrvatska norma po kojoj se određuje temperatura omekšavanja po Vicatu (VST) plastomernih materijala. Zadnje izdanje norme izdano je 2013. godine [21].

4.2.1. Opseg norme

Ova norma određuje četiri metode za određivanje temperature omekšavanja plastomera po Vicatu:

- metoda A50 uz primjenu sile od 10 N i stope zagrijavanja od 50 K/h
- metoda B50 uz primjenu sile od 50 N i stope zagrijavanja od 50 K/h
- metoda A120 uz primjenu sile od 10 N i stope zagrijavanja od 120 K/h

-
- metoda B120 uz primjenu sile od 50 N i stope zagrijavanja od 120 K/h.

Spomenute metode primjenjive su samo kod plastomera za koje daju podatke o temperaturi omekšavanja [21].

4.2.2. Pojmovi i definicije

Osim navedenih pojmova u ovom poglavlju još postoje pojmovi i definicije iz norme ISO 472.

- Prodor (udubljenje) – udubljenje na ispitnom tijelu koje penetrator napravi za vrijeme jednog ispitivanja, mm.
- Opterećenje – sila primijenjena na ispitno tijelo koju prenosi vrh igle.
- VST (Temperatura omekšavanja po Vicatu) – temperatura pri kojoj igla s ravnim završetkom napravi udubljenje na ispitnom tijelu od 1 mm pod određenim opterećenjem i određenom stopom rasta temperature ispitivanja [21].

4.2.3. Aparatura

4.2.3.1. Oprema za zagrijavanje

Oprema za zagrijavanje sadrži kadu ispunjenu kapljevnom, jedinicu za zagrijavanje ili fluidizirani sloj i uređaj za hlađenje. Takva oprema treba imati mogućnost reguliranja temperature i omogućiti temperaturi određenu stopu rasta od (50 ± 5) K/h ili (120 ± 10) K/h.

Stopa zagrijavanja mora biti potvrđena:

- provjerom i automatskim zapisom tijekom cijelog raspona temperature

ili

- ručnom provjerom i zapisom promjene temperature u intervalima od 6 min.

Zahtjev na stopu zagrijavanja zadovoljen je ukoliko se nakon svakog intervala od 6 min temperatura mijenja za $(5 \pm 0,5)$ °C ili (12 ± 1) °C. Za zagrijavanje na više pozicija stopa zagrijavanja mora biti zadovoljena na svakoj ispitnoj stanici. Uređaj može biti prilagođen da automatski zaustavi grijanje i upali zvučni alarm u trenutku zadanog udubljenja. Postoji više mogućnosti zagrijavanja: kada s kapljevnom, izravnim kontaktom ili primjenom fluidiziranog sloja [21].

4.2.3.2. Kada ispunjena kapljevinom

Kada sadrži kapljevinu u koju se uranja ispitno tijelo na dubinu od najmanje 35 mm. Kapljevine koje se smiju primijeniti su: tekući parafin, glicerol, silikonsko ulje, trafo ulje i mnoge druge. Potrebna je i miješalica za što ravnomjerniju temperaturu u cijeloj kapljevinu. Važno je uzeti u obzir da je odabrana tekućina stabilna pri korištenim temperaturama i ne utječe na ispitni materijal [21].

4.2.3.3. Jedinica za zagrijavanje s izravnim kontaktom

Jedinica sadrži grijače i blokove koji provodeći toplinu podižu temperaturu ispitnog tijela sve dok se ne dostigne temperatura omekšavanja po Vicatu [21].

4.2.3.4. Fluidizirani sloj

U fluidizirani sloj koji sadrži sloj praška (npr. aluminijski oksid u obliku praha) stavlja se ispitna tijela na udubinu od barem 35 mm. U ovom tipu opreme upotrebljava se mikrometrijski prah aluminijskog oksida koji miješanjem s vrućim zrakom stvara medij za zagrijavanje u obliku kapljevine. Sa spomenutom opremom maksimalne radne temperature znatno su veće od onih tijekom primjene druge opreme. Također, potreban je sustav za miješanje kako bi se postigla jednakost temperature na svim ispitnim stanicama [21].

4.2.3.5. Uređaj za hlađenje

Uređaj za hlađenje smanjuje temperaturu uređaja za zagrijavanje i može se primijeniti za skraćivanje vremena između dva ispitivanja [21].

4.2.3.6. Klip i okvir

Klip i okvir dolaze s osloncima koji se nalaze unutar čvrstog okvira. Vertikalno pomicanje klipa je slobodno s minimalnim trenjem. Klip je konstruiran tako da se na njega stavlja utezi koji stvaraju opterećenje. Baza okvira drži ispitna tijela na koje je naslonjen vrh igle [21].

4.2.3.7. Penetrator

Penetrator je po mogućnosti izrađen od ojačanog čelika, duljine od 1,5 mm do 3 mm, s kružnim presjekom površine $(1 \pm 0,015) \text{ mm}^2$, te je donjim dijelom pričvršćen na klip. Površina vrha penetratora je ravna u dodiru s ispitnim tijelom i okomita je na os klipa [21].

4.2.3.8. Utezi

Utezi se stavljaju na sredinu klipa tako da ukupno opterećenje na ispitna tijela iznosi $(10 \pm 0,2)$ N za metode A50 i A120, a (50 ± 1) N za metode B50 i B120 [21].

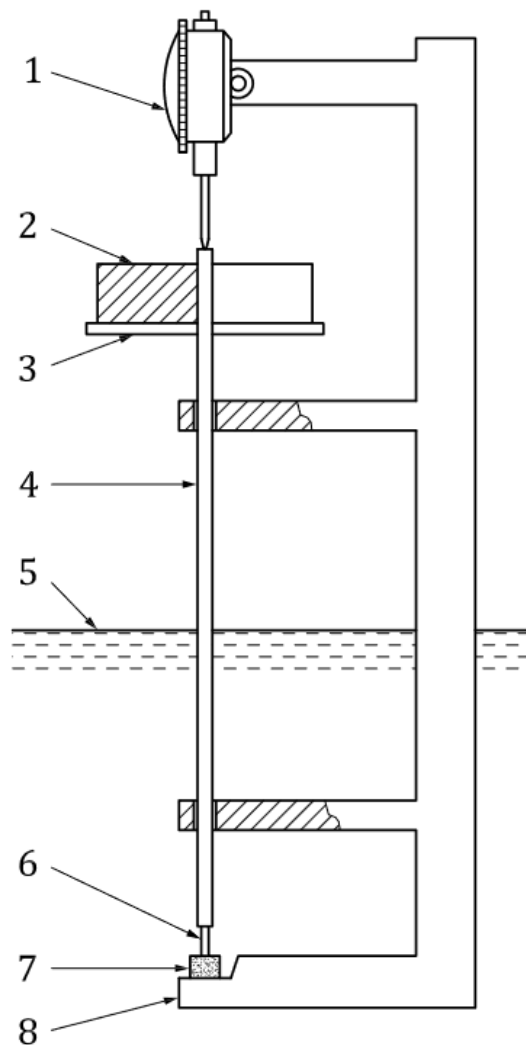
4.2.3.9. Uređaj za mjerenje udubljenja

Uređaj za mjerenje udubljenja može biti kalibrirani mikrometarski mjerač, sustav za diferencijalno pretvaranje linearne varijable ili bilo koji drugi odgovarajući mjerni instrument koji može izmjeriti udubljenje vrha igle s točnošću od ± 0.01 mm [21].

4.2.3.10. Uređaj za mjerenje temperature

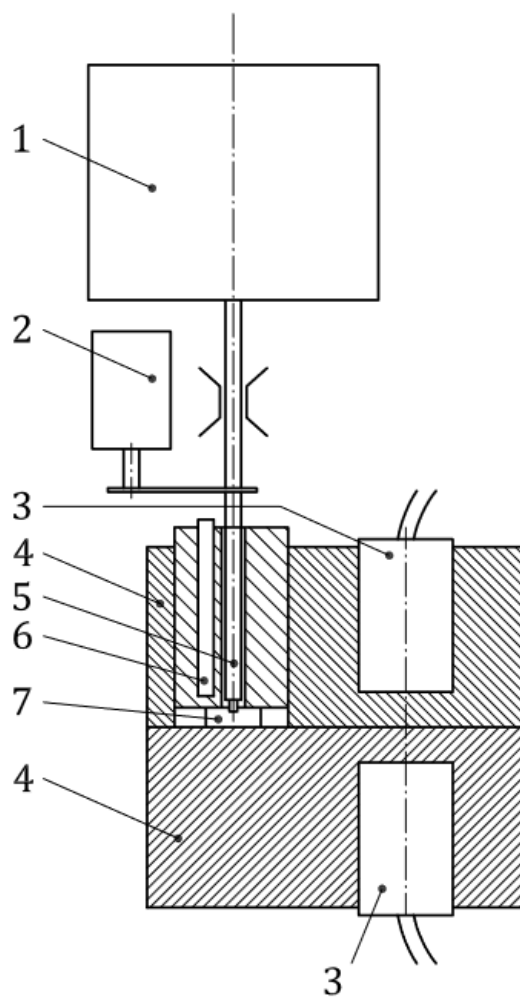
Za kadu ispunjenom kapljevinom koja sadrži fluidizirajući sloj upotrebljavaju se odgovarajući uređaji za mjerenje temperature s preciznošću od $\pm 0,5$ K. Termometri moraju biti kalibrirani na dubinu stavljanja ispitnog tijela. Pozicija termometra mora biti što bliža vrhu igle i ispitnom tijelu, ali bez izravnog dodira.

Za sustav grijanja s izravnim kontaktom primjenjuje se uređaj za mjerenje temperature s određenim rasponom i preciznošću od ± 0.5 K. Pozicija senzora trebala bi biti što bliže vrhu penetratora i ispitnom tijelu, ali bez izravnog dodira. Slika 4.2 i Slika 4.3 prikazuju shematski prikaz opreme za ispitivanje [21].



- 1 – mikrometerski mjerni sat
- 2 – zamjenjivi uteg
- 3 – površina na koju se postavlja uteg
- 4 – klip s penetratorom
- 5 – nivo kapljevine ili fluidizirajućeg sloja
- 6 – penetrator
- 7 – ispitno tijelo
- 8 – oslonac za ispitno tijelo

Slika 4.2 Shematski prikaz opreme za ispitivanje s opremom za zagrijavanje ispunjenom kapljevnom ili fluidizirajućim slojem [20]



- 1) uteg
- 2) uređaj za mjerenje pomaka
- 3) grijač
- 4) grijaći blok
- 5) klip s penetratorom
- 6) uređaj za mjerenje temperature
- 7) ispitno tijelo

Slika 4.3 Shematski prikaz opreme za ispitivanje s jedinicom za zagrijavanje s direktnim kontaktom [20]

4.2.4. Kalibracija dijelova

U slučajevima kada se primjenjuje analogni mjerni sat potrebno je zabilježiti njegov pomak. Sila njegove opruge je usmjerena prema gore i oduzima se od opterećenja. U drugim vrstama mjernog sata takva sila djeluje prema dole i dodaje se opterećenju, te se računa u poziciji gdje penetrator prodire 1 mm u ispitno tijelo. U slučaju da klip s penetratorom ima isti koeficijent linearnog toplinskog rastezanja kao i metalni okvir njihova promjena u duljini predstavlja grešku kod čitanja rezultata. Tada se prvo ispitivanje vrši na svakom okviru primjenom ispitnih tijela napravljenih od krhkih materijala s niskim koeficijentom toplinskog rastezanja (npr. kvarc). Greške se utvrđuju tijekom svakog porasta od 10 °C za svaku ispitnu stanicu. Ako je korekcijski faktor (pomak mjernog sata) veći ili jednak 0,02 mm onda se dodaje ili oduzima (ovisno o predznaku) očitani pomak mjernog sata za svako ispitivanje VST-a. Drugim riječima ako prilikom kalibracije na mjernom satu postoji odstupanje veće ili jednako od 0,02 mm to treba dodati u rezultate VTS-a [21].

4.2.5. Ispitna tijela

Za svako ispitivanje potrebno je najmanje dva ispitna tijela za svaki uzorak. Ispitni uzorci moraju biti debljine između 3 mm i 6,5 mm s površinom ne manjom od 10 mm². Njihove površine moraju biti ravne i paralelne. Ako su ispitna tijela dobivena lijevanjem njihova debljina mora biti također između 3 mm i 6,5 mm u skladu s normama ISO 293, ISO 294 – 1, ISO 294 – 2, ISO 294 – 3 i ISO 20753. Za materijale koji dolaze u obliku ploče, debljina njihovog ispitnog tijela treba biti ista debljini ploče osim u dva slučaja:

- a) ako debljina iznosi više od 6,5 mm ispitna tijela se stanjuju do dimenzija između 3 i 6,5 mm strojnom obradom samo jedne površine.
- b) ako debljina iznosi manje od 3 mm, najviše tri dijela se trebaju složiti u jedan kako bi dobili debljinu između 3 mm i 6,5 mm. Debljina gornjeg dijela treba biti najmanje 1,5 mm.

Rezultati ispitivanja mogu ovisiti o uvjetima lijevanja [21].

4.2.6. Postupak

U slučaju kada se primjenjuje kada ispunjena kapljevnom ili fluidiziranim slojem, ispitna tijela se stavljaju horizontalno i okomito na vrh klipa koji nije pod opterećenjem. Ako se primjenjuje jedinica za zagrijavanje s izravnim kontaktom ispitna tijela se stavljaju horizontalno i okomito od penetratora, bez da se vrh prisloni na ispitno tijelo. Vrh u nijednom slučaju ne bi trebao biti bliži od 3 mm rubu ispitnog tijela.

Tijekom primjene grijane kade ispunjene kapljevnom ili fluidiziranim sloja, klip i okvir se stavljaju u sustav za zagrijavanje. Ako se primjenjuje jedinica za grijanje s izravnim kontaktom ispitno tijelo se stavlja između dva blokova i urezni vrh se prislanja na ispitno tijelo. Na početku ispitivanja temperatura sustava za zagrijavanje mora biti najviše 25 °C. Senzor termometra mora biti što bliži ispitnom tijelu. Nakon što je postavljeno ispitno tijelo dodaje se uteg tako da ukupno opterećenje bude $(10 \pm 0,2)$ N za metode A50 i A120 i (50 ± 1) N za metode B50 i B120. Nakon prvih pet minuta s dodanim opterećenjem zapisuje se trenutno stanje na mjernim instrumentima ili se postavljaju na početnu poziciju.

Povećava se temperatura stopom rasta od (50 ± 5) K/h ili (120 ± 10) K/h. U slučaju primjene kade ili fluidiziranog sloja važno je promiješati medij zagrijavanja tijekom ispitivanja.

Zapisuju se temperature medija za zagrijavanje ili grijaćih blokova u trenutku kada penetrator napravi udubljenje na ispitnom tijelu od $(1 \pm 0,01)$ mm, što označava temperaturu omekšavanja materijala po Vicatu.

Dobivene temperature zapisuju se kao aritmetička sredina temperatura omekšavanja svih ispitanih ispitnih tijela, osim ako rezultat odskače za 2 K. Ako je raspon dobivenih temperatura veći od 2 K tako se zapisuju individualni rezultati i ponavlja se ispitivanje uz dodavanje nova dva ispitna tijela [21].

4.2.7. Izvješće o ispitivanju

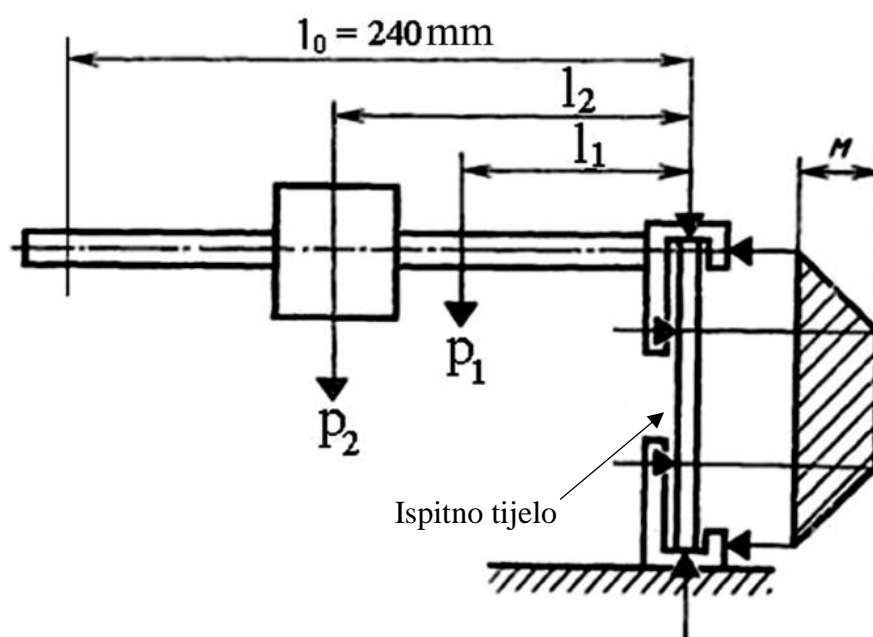
Izvješće o ispitivanju treba sadržavati sljedeće podatke:

- a) referencu na internacionalnu normu, npr. ISO 306;
- b) potpune informacije o ispitivanom materijalu;
- c) primjenjenu metodu (A50, A120, B50, B120);
- d) debljinu i ukoliko su ispitana laminirana kompozitna ispitna tijela;

-
- e) metodu dobivanja ispitnih tijela;
 - f) vrstu opreme za zagrijavanje;
 - g) uvjete i procese žarenja ukoliko su bili napravljeni;
 - h) srednju vrijednost temperature omekšavanja materijala po Vicatu, iskazanu u °C, osim ako raspon prvih rezultata prelazi 2 K kada se zapisuju individualni rezultati;
 - i) bilo koje neobične karakteristike ispitnog tijela tijekom ili nakon ispitivanja;
 - j) datum ispitivanja [21].

4.3. Temperatura postojanosti oblika po Martensu

Temperatura postojanosti oblika po Martensu označava temperaturu pri kojoj se vrh poluge pri savijanju ispitnog tijela pod određenim opterećenjem spusti za 6 mm. Dimenzije ispitnog tijela moraju biti 120 x 15 x 10 mm, a opterećenje $5 \pm 0,5$ MPa. Ispitno tijelo se stavlja u peć gdje je rast temperature 50 ± 5 °C/h. Rezultat, tj. temperatura postojanosti oblika se zapisuje kada se dogodi progib kao posljedica savijanja od 6 ± 1 mm. Ova metoda najčešće se primjenjuje za ispitivanje temperature postojanosti kod duromera. Na Slika 4.4 prikazana je skica uređaja za ispitivanje temperature postojanosti oblika po Martensu [22].



P_1 , N – sila poluge

P_2 , N – sila pomičnog utega

l_0 , mm – duljina poluge

l_1 , mm – udaljenost između simetrale ispitnog tijela i težišta poluge

l_2 , mm – udaljenost između simetrale ispitnog tijela i težišta utega

b , mm – širina ispitnog tijela

h , mm – debljina ispitnog tijela

M , Nm – moment

Slika 4.4. Skica ispitivanja temperature postojanosti oblika po Martensu [22]

5. EKSPERIMENTALNI DIO

U eksperimentalnom dijelu rada napravljeno je poboljšanje i puštanje u pogon uređaja za određivanje temperature omekšavanja po Vicatu (VST) kod plastomera. Ispitivanje je napravljeno sukladno normi HRN EN ISO 306:2013 i provedeno na sedam vrsta plastomera pod opterećenjem od 10 N. Temperatura omekšavanja dobivena ispitivanjem usko je povezana sa svojstvima polimera što omogućuje razumijevanje i lakše predviđanje ponašanja polimera u drugim sustavima. Dobivena temperatura označava gornju granicu stabilnosti polimera bez prisutnosti deformacije uz prisutnost opterećenja i zagrijavanja. U ispitivanju su primjenjene A50 (sila od 10 N i stopa rasta temperature od 50 K/h) i A120 (sila od 10 N i stopa rasta temperature od 120 K/h).

5.1 Aparatura

Oprema za ispitivanje sastoji se od uljne kade, kontrolnog uređaja koji omogućava kontrolirani rast temperature od $(50 \pm 5) ^\circ\text{C/h}$ ili $(120 \pm 5) ^\circ\text{C/h}$ i pokazivača iznosa temperature, prikazano na Slika 5.1 i Slika 5.2.

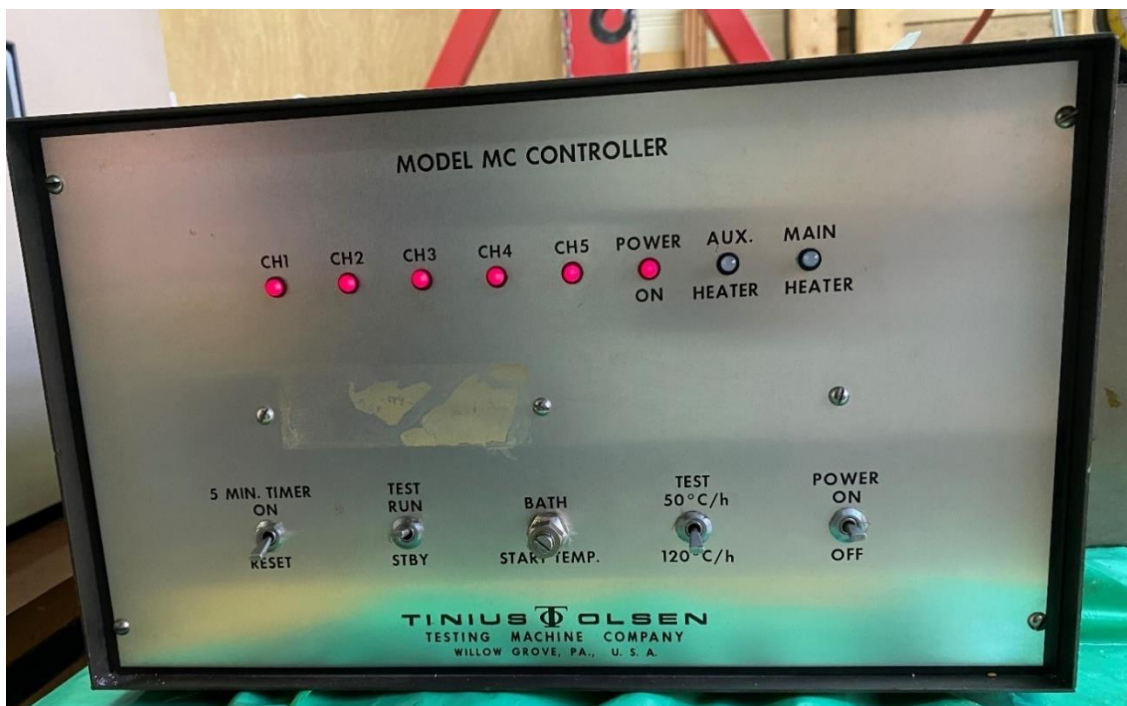


Slika 5.1. Kada ispunjena uljem i kontrolni uređaj



Slika 5.2. Uređaj za prikaz temperatura u uljnoj kadi

Osim za pokretanje ispitivanja, kontrolni uređaj omogućava različite metode ispitivanja (A50 ili A120). Uređaj sadrži oznake ispitnih stanica za koje se oglasi zvučni signal u trenutku dostizanja temperature omekšavanja. Prilikom uključivanja uređaja pali se petominutni mjerač (e. *timer*) nakon čega slijedi početak ispitivanja (Slika 5.3).



Slika 5.3. Kontrolni uređaj

Kada ispunjena uljem sastoji se od pet ispitnih stanica, sustava za zagrijavanje i ispunjeno je Termanol 32 uljem koje služi za prijenos topline u zatvorenim sustavima. Njegova temperatura primjene je do 280 °C. Ono ima mogućnost hlađenja putem sustava za vodu kako bi se skratilo vrijeme čekanja između ispitivanja (Slika 5.4.).

Svaka ispitna stanica sastoji se od klipa na kojem se nalazi odgovarajući uteg (u ovom slučaju 10 N), te uređaja za mjerenje pomaka s dvije kazaljke koje služe za mjerenje penetracije u ispitno tijelo. S njihove nulte (početne pozicije) do kraja ispitivanja dolaze do brojke 1,0 kada se oglasi zvučni signal (Slika 5.5.). Svaki takav uređaj mora biti kalibriran i s preciznošću od $\pm 0,01$ mm. Unutar metalnog okvira nalazi se klip na koji je pričvršćen penetrator. Klip ima slobodu kretanja u vertikalnom smjeru s minimalnim trenjem. Baza okvira ujedno služi i za postavljanje ispitnih tijela, prikazano na Slika 5.6.

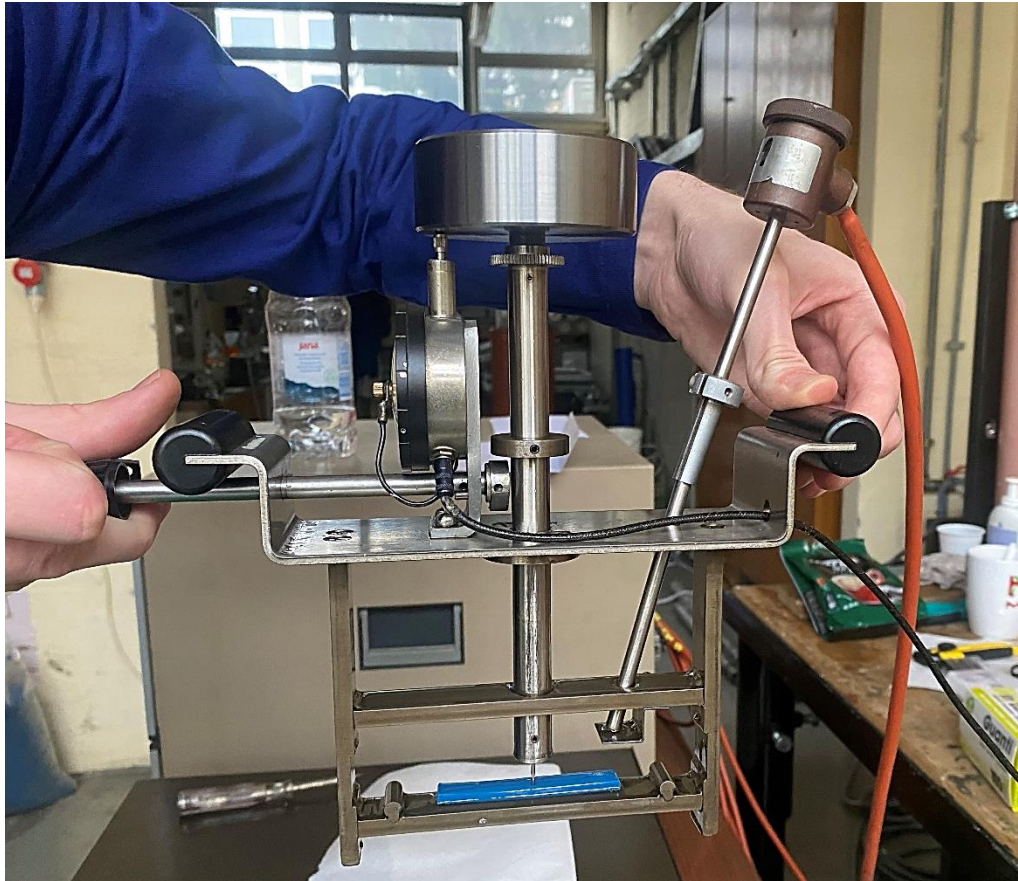


Slika 5.4. Kada za ispitivanje ispunjena uljem



Slika 5.5. Prikaz uređaja za mjerenje penetracije

Unutar svakog okvira nalazi se uređaj za mjerenje temperature s preciznošću od $\pm 0,5$ °C. Termometar je pozicioniran u blizini ispitnog tijela i penetratora, no bez izravnog kontakta.



Slika 5.6. Okvir i klip

Penetrator koji je pričvršćen na dno klipa (Slika 5.7.) duljine je 2 mm s kružnim presjekom i ravnim vrhom. Površina vrha okomita je na os klipa (Slika 5.8). Penetrator se utiskuje u ispitno tijelo 1 mm pod opterećenjem od 10 N.



Slika 5.7. Uteg, klip i penetrator



Slika 5.8. Penetrator

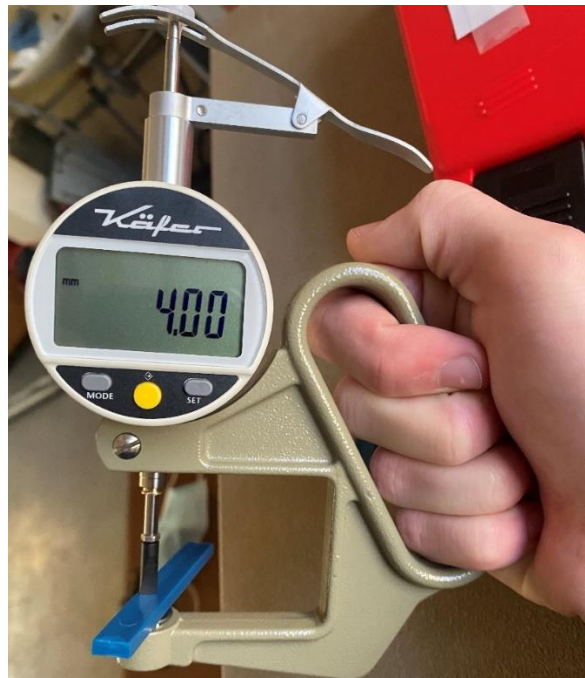
5.2. Priprema i mjerenje dimenzija ispitnih tijela

Ispitano je sedam materijala:

1. polilaktid (PLA)
2. polietilen visoke gustoće (PE - HD)
3. polistiren (PS)
4. poliamid 66 (PA 66), proizvođač *Polyram Group*
5. poliamid 66 (PA 66) s 15 % reciklata
6. poliamid 66 (PA 66) s 25 % reciklata
7. poliamid 66 (PA 66), proizvođač *Dupont*.

Svi materijali dobiveni su metodom injekcijskog prešanja.

Za svaki materijal korišteno je pet ispitnih tijela. Ispitna tijela su debljine 4 mm, širine 9,94 mm i duljine 75 mm. Površina im je ravna i glatka (Slika 5.9 i Slika 5.10).



Slika 5.9. Mjerenje debljine ispitnog tijela



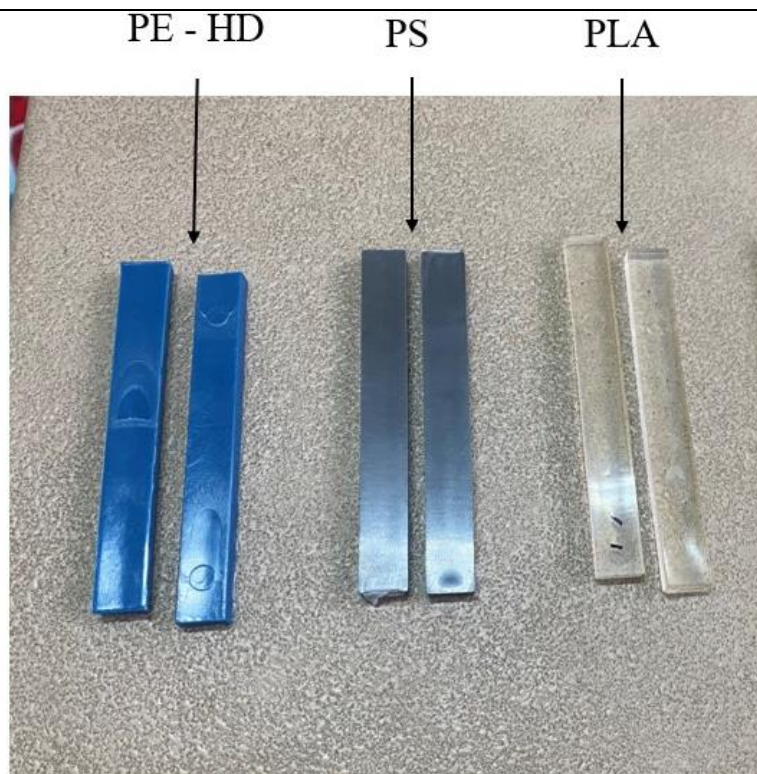
Slika 5.10. Mjerenje širine ispitnog tijela

PLA predstavlja grupu biorazgradljivih i obnovljivih plastomera te se najčešće primjenjuje u ambalažnim pakiranjima i prehrambenoj industriji.

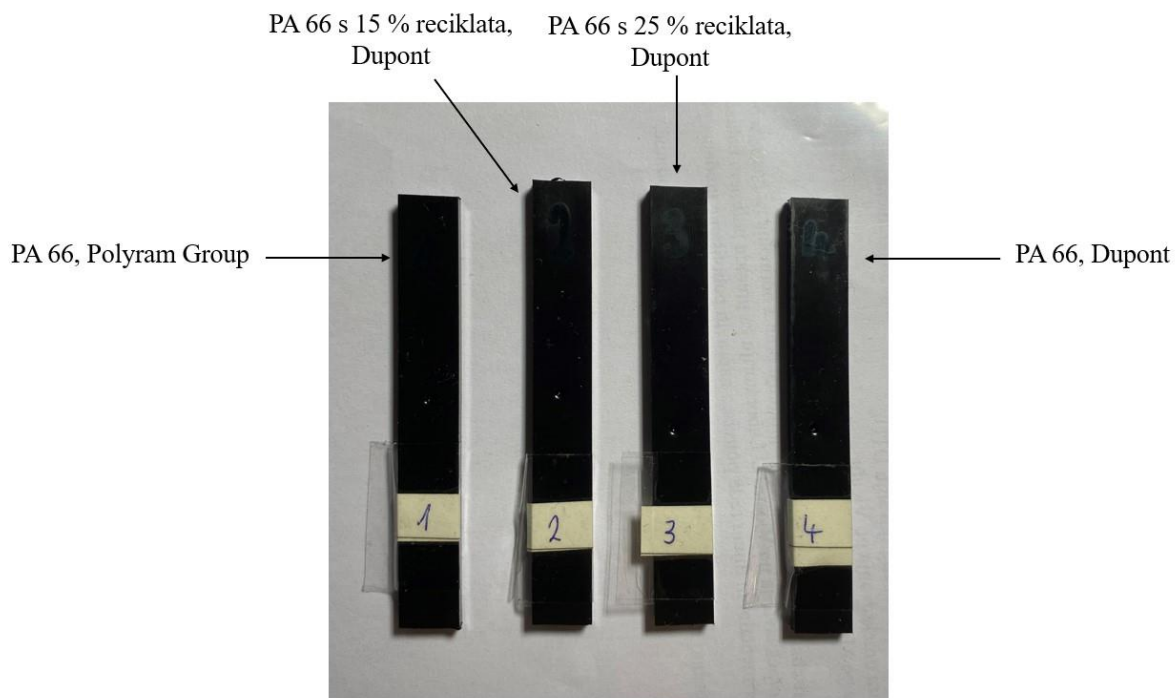
PE - HD je polietilen koji nastaje niskotlačnim postupkom i veće je kristalnosti od polietilena niske gustoće. Rabi se za proizvodnju ambalaže i jedan je od najčešćih polimera upotrebljenih u svijetu.

PS je lako preradljiv plastomer s velikim opsegom primjena relativno niske cijene. Obični polistiren je tvrd, ali krhak, te ima malu savojnu žilavost.

PA su plastomeri visokog tališta, visoke rastezne čvrstoće i savojne žilavosti. Poznata je njihova primjena u tekstilnoj industriji. PA 66 je prilično krut, čvrst, stabilan pri visokim temperaturama i otporan na abraziju. Slika 5.10. i Slika 5.11. prikazuju pripremljena ispitna tijela za ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu.



Slika 5.11. PE - HD, PS i PLA ispitna tijela



Slika 5.12. PA 66 ispitna tijela

5.3. Postupak ispitivanja

Nakon što su stavljena ispitna tijela u metalni okvir i postavljena na dubinu od najmanje 35 mm kalibrirani su mjerni uređaji pomaka. Kazaljke su stavljene na početnu poziciju i opterećenje od 10 N je stavljeno na svih pet ispitnih stanica. Pregledaju se odabrane postavke sukladno metodi ispitivanja i upali se uređaj. Uključuje se petominutni brojač nakon kojeg se ulje s početne temperature od 23 °C počinje zagrijavati. U slučajevima metode ispitivanja A 50 rast temperature događa se (50 ± 5) °C/h, a u slučajevima A120 (120 ± 10) °C/h. Ispitivanje je završeno kada penetrator uđe u ispitno tijelo u dubinu od 1 mm koje se očitava u pomaku mjernog sata i oglasi se zvučni signal na kontrolnom uređaju.

5.4. Rezultati

U nastavku su dani rezultati mjerenja temperature omekšavanja po Vicatu (VST) za sva ispitna tijela.

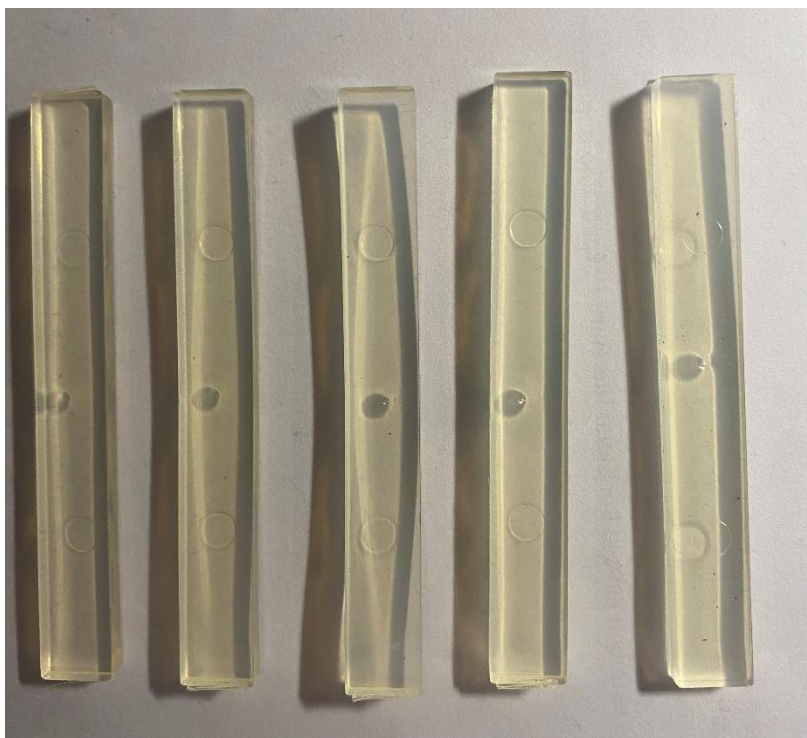
5.4.1. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polilaktida (PLA)

U Tablica 5.1. prikazani su rezultati ispitivanja VST-a za PLA za metodu A50, a u Tablica 5.2. za metodu A120.

Tablica 5.1. Rezultati VST za PLA za metodu A50

| A50 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 58 |
| 2 | 57,9 |
| 3 | 58 |
| 4 | 57,9 |
| 5 | 58,3 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 58 |
| Standardna devijacija, s | 0,16 |

Na Sliku 5.13. prikazana su ispitna tijela polimera PLA nakon provedenog ispitivanja metodom A50. Srednja temperatura omekšavanja po Vicatu (VST) iznosi 58 °C što PLA čini nepogodnim materijalom za uporabu pri visokim temperaturama. Ovaj rezultat je identičan ponašanju PLA dostupnom u raznim literaturama.

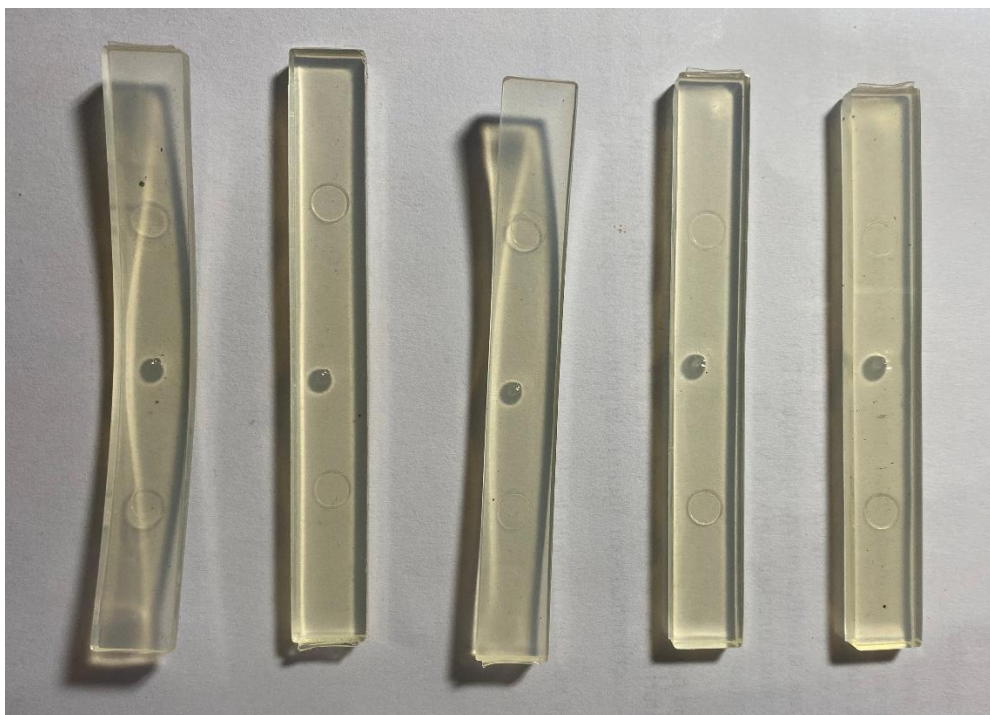


Slika 5.13. Ispitna tijela PLA nakon provedenog ispitivanja metodom A50

Tablica 5.2. Rezultati VST za PLA za metodu A120

| A120 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 60,6 |
| 2 | 60,6 |
| 3 | 61 |
| 4 | 61 |
| 5 | 61,6 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 60,96 |
| Standardna devijacija, s | 0,41 |

Srednja temperatura omekšavanja po Vicatu za PLA metodom A120 iznosi 60,96 °C, što je vrlo blizu rezultata dobivenog metodom A50. Zagrijavanjem ulja do temperature omekšavanja PLA kod nekih od ispitnih tijela došlo je do deformacije što je prikazano na Slika 5.14.



Slika 5.14. Ispitna tijela PLA nakon provedenog ispitivanja metodom A120

5.4.2. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polistirena (PS)

Rezultati ispitivanja temperature omekšavanja po Vicatu (VST) za PS za metodu A50 prikazani su u Tablica 5.3.

Tablica 5.3. Rezultati VST za PS za metodu A50

| A50 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 142,3 |
| 2 | 142,5 |
| 3 | 142,3 |
| 4 | 141,8 |
| 5 | 142,9 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 142,36 |
| Standardna devijacija, s | 0,40 |

Srednja temperatura VST za polistiren iznosi 142,36 °C. PS je postojaniji pri zagrijavanju od polilaktida, no još uvijek ima nedovoljno visoku temperaturu omekšavanja za rad pri visokim temperaturama. Na Slika 5.15. prikazana su ispitna tijela polistirena nakon provedenog ispitivanja. Za razliku od polilaktida, ispitna tijela PS nemaju vidljive deformacije.



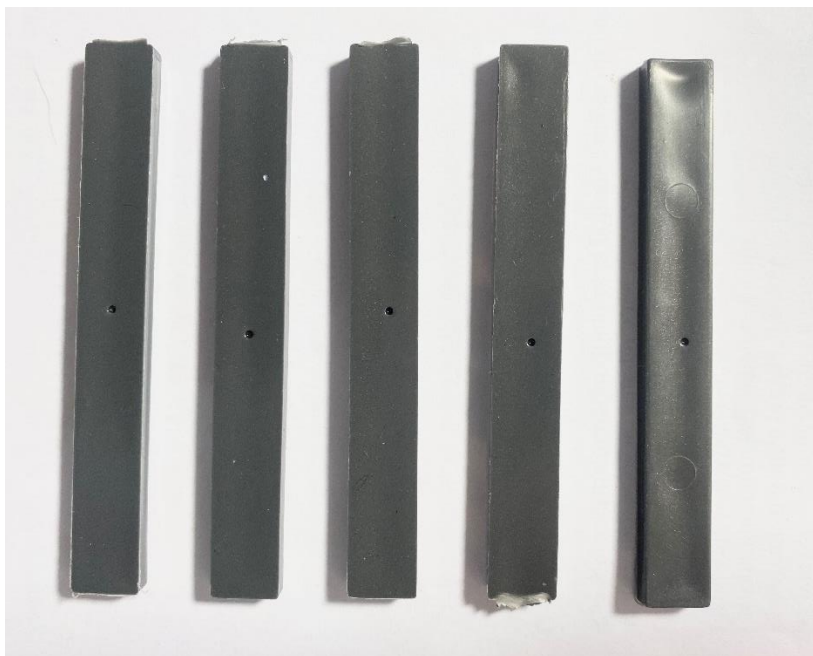
Slika 5.15. Ispitna tijela PS nakon provedenog ispitivanja metodom A50

Metodom ispitivanja A120 dobivena je srednja temperatura omekšavanja po Vicatu od 142,58 °C što je približno temperaturi dobivenoj metodi A50 (Tablica 5.4).

Tablica 5.4. Rezultati VST za PS za metodu A120

| A120 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 142,9 |
| 2 | 142,7 |
| 3 | 142,4 |
| 4 | 141,8 |
| 5 | 143,1 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 142,58 |
| Standardna devijacija, s | 0,51 |

Na Slika 5.16. prikazana su ispitna tijela PS nakon provedenog ispitivanja metodom A120. Tijekom ispitivanja nije došlo do deformacije ispitaka.



Slika 5.16. Ispitna tijela PS nakon provedenog ispitivanja metodom A120

5.4.3. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu polietilena visoke gustoće (PE -HD)

Srednja vrijednost temperature omekšavanja po Vicatu (VST) za ispitani polietilen visoke gustoće iznosi kod metode A50 128,86 °C, prikazano na Tablica 5.5.

Tablica 5.5. Rezultati VST za HD – PE za metodu A50

| A50 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 128,9 |
| 2 | 129 |
| 3 | 128,7 |
| 4 | 128,4 |
| 5 | 129,3 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 128,86 |
| Standardna devijacija, s | 0,34 |

Na Sliku 5.17. prikazana su ispitna tijela polietilena visoke gustoće nakon provedenog ispitivanja. Tijekom ispitivanja nije došlo do deformacije na ispitnim tijelima.



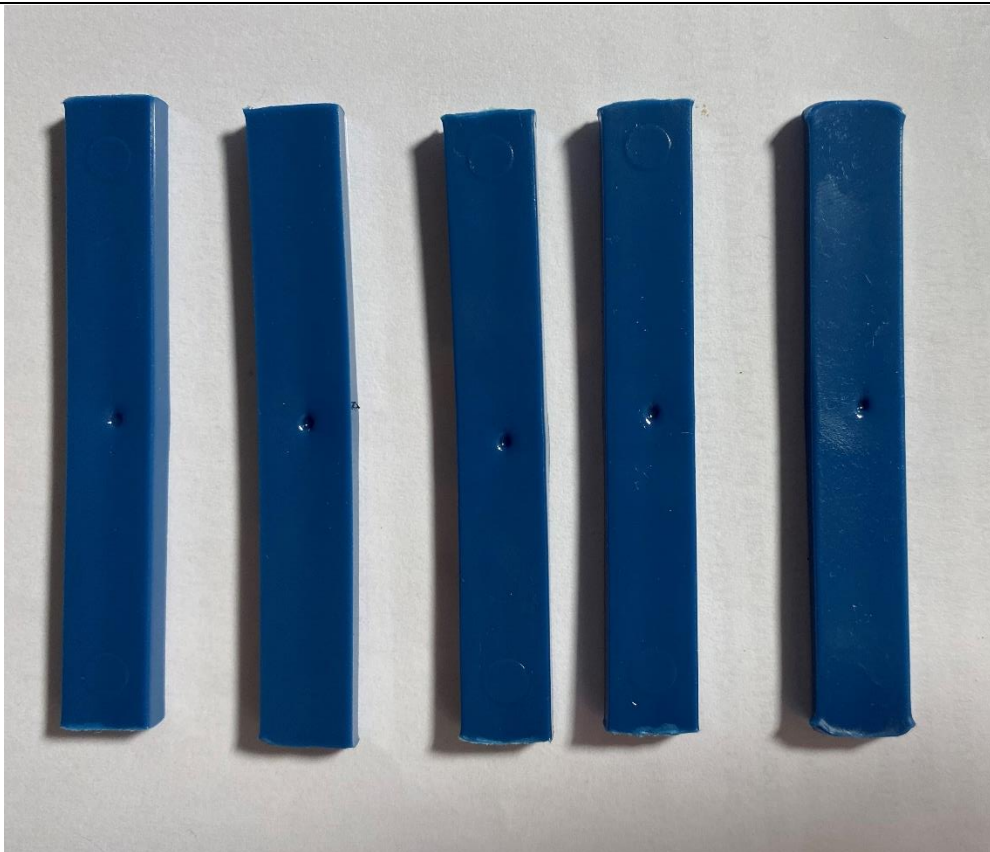
Slika 5.17. Ispitna tijela PE - HD nakon provedenog ispitivanja metodom A50

Na Tablica 5.6. prikazani su rezultati mjerenja temperature omekšavanja po Vicatu (VST) za polietilen visoke gustoće, za metodu A120.

Tablica 5.6. Rezultati VST za PE - HD za metodu A120

| A120 | |
|-------------------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 130,3 |
| 2 | 130 |
| 3 | 129,9 |
| 4 | 129,3 |
| 5 | 130,5 |
| Srednja vrijednost, \bar{x} | 130 |
| Standardna devijacija, s | 0,46 |

Na Sliku 5.18 prikazana su ispitna tijela polietilena visoke gustoće nakon provedenog ispitivanja metodom A120.



Slika 5.18. Ispitna tijela PE - HD nakon provedenog ispitivanja metodom A120

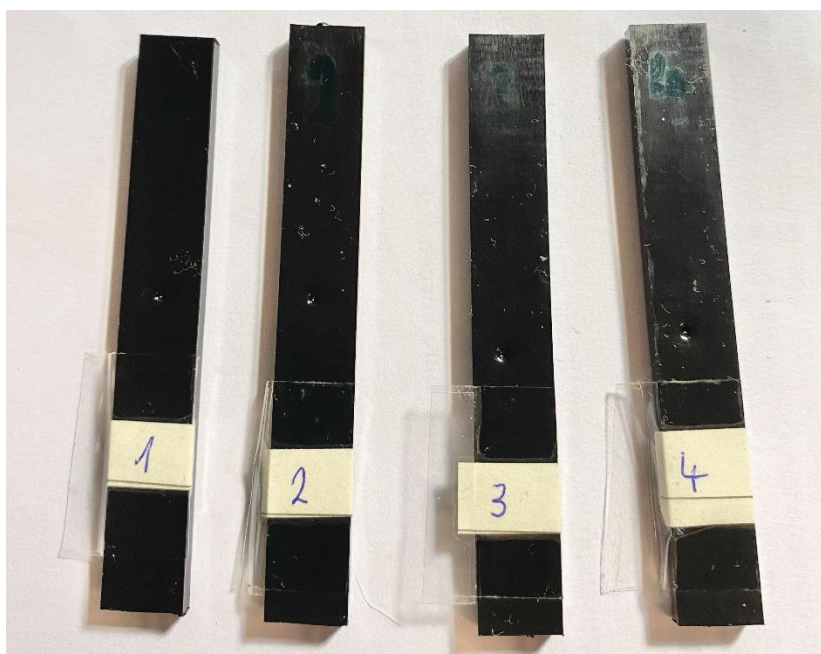
5.4.4. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu poliamida 66 (PA 66)

Iznimno za ispitivanje poliamida 66 izmjereno je četiri ispitna tijela, svako od drugog proizvođača ili drugačijeg sastava. Na prvoj ispitnoj stanici nalazi se poliamid 66 (PA 66) proizvođača *Polyram Group*, na drugoj ispitnoj stanici nalazi se PA 66 s 15 % reciklata, na trećoj ispitnoj stanici nalazi se PA 66 s 25 % reciklata, a na četvrtoj ispitnoj stanici je PA 66 proizvođača *Dupont*. Zbog njegove čvrstoće i postojanosti na povišene temperature izvršeno je ispitivanje metodom A120. Na

Tablica 5.7. prikazane su izmjerene temperature omekšavanja po Vicatu (VST). Najvišu temperaturu omekšavanja ima PA 66 proizvođača *Polyram Group*, dok najnižu ima PA 66 s 25 % reciklata. Ovaj polimer je iznimno otporan na opterećenja. Izgled ispitnih tijela nakon provedenog ispitivanja prikazan je na Slika 5.19.

Tablica 5.7. Rezultati VST za PA 66 za metodu A120

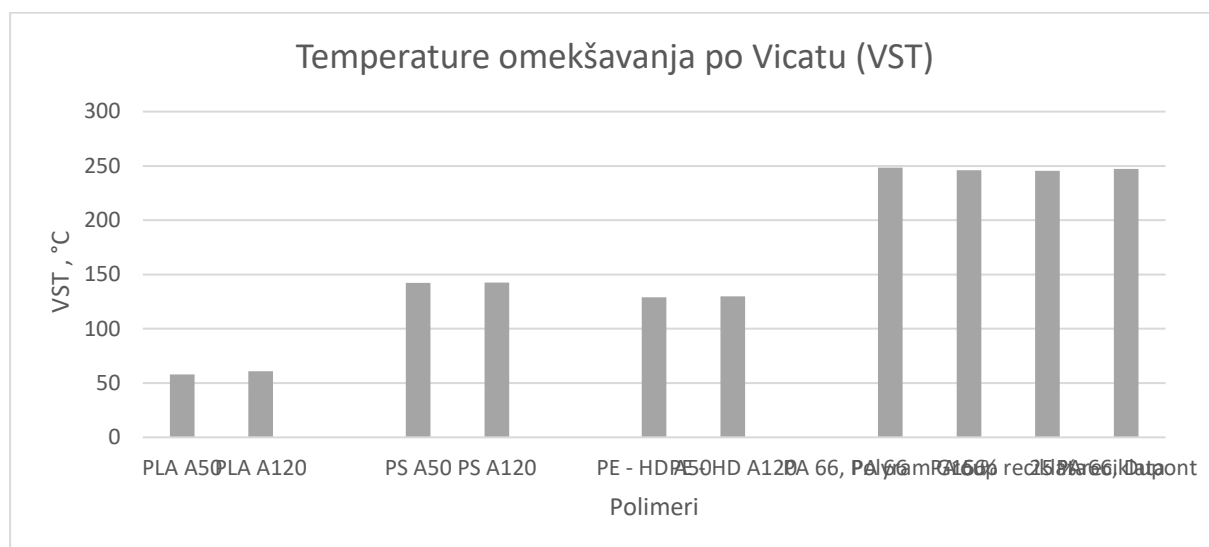
| A120 | |
|----------------------|---------|
| Broj ispitnog tijela | VST, °C |
| 1 | 248,3 |
| 2 | 245,9 |
| 3 | 245,3 |
| 4 | 247,2 |

**Slika 5.19. Ispitna tijela PA66 nakon provedenog ispitivanja metodom A120**

5.4.5. Usporedba dobivenih rezultata

Usporedbom dobivenih rezultata primjećuje se da se temperature omekšavanja po Vicatu (VST) uvelike ne razlikuju ovisno o primijenjenoj metodi A50 ili A120. Najnižu temperaturu omekšavanja od svih ispitanih polimera ima polilaktid (PLA), a najvišu ima poliamid 66 (PA 66) proizvođača *Polyram Group* (Slika 5.20). Jedini materijal na kojem su se vidjele

deformacije uzrokovane zagrijavanjem je PLA. Uređaj za ispitivanje i svi njegovi dijelovi radili su bez greške, a između ispitivanja je primijenjen sustav s vodom za hlađenje vrućeg ulja kako bi se smanjilo vrijeme čekanja.



Slika 5.20. Usporedba dobivenih rezultata temperature omekšavanja i polimera

Ovim ispitivanjem utvrđeno je da nema odstupanja od pojedinog ispitnog mjesta (uređaj ih ima 5) te da je kalibracija sustava prije puštanja u pogon uspješno izvršena. Usporedbom dobivenih rezultata i literaturom potvrđena je ispravnost uređaja (Tablica 5.8).

Tablica 5.8. Usporedba dobivenih rezultata VST-a s literaturom

| Polimeri | VST (iz literature) , °C | VST A50 , °C | VST A120, °C |
|-----------------------|--------------------------|--------------|--------------|
| PLA | 56,6 | 58 | 60,96 |
| PS | 108 | 142,36 | 142,58 |
| PE-HD | 130 | 128,86 | 130 |
| PA 66, Polyram Group | 250 | / | 248,3 |
| PA 66, 15 % recyklata | 250 | / | 245,9 |
| PA 66, 25 % recyklata | 235 | / | 245,3 |
| PA 66, Dupont | 240 | / | 247,2 |

6. ZAKLJUČAK

U ovom radu provedena su mjerenja temperature omekšavanja po Vicatu na četiri vrste plastomera. Zahtjevi na svojstva materijala su se vremenom povećala, a jedan od bitnijih zahtjeva je primjena polimernih materijala pri povišenim temperaturama. Važno je poznavati granične temperature pri kojima se materijali mogu opteretiti određenim silama bez da se materijal deformira. Svi ispitani materijali su pokazali postojanost oblika do njihove temperature omekšavanja. Ispitani materijal s najvišom temperaturom omekšavanja je poliamid 66 koji se i inače primjenjuje u mnogim primjenama zbog njegove dugotrajnosti i krutosti. Ispitivanje temperature omekšavanja po Vicatu samo je jedna metoda u nizu koja nam približava može približiti svojstva nekog materijala, ali sama nije dovoljna. Tako se uz njih provodi i ispitivanje toplinskih i mehaničkih svojstava kao i određivanje staklišta, tališta i/ili tecišta. Nakon provedenih ispitivanja s utegom od 10 N dan je prijedlog rješenja utega od 50 N koji se lako može namontirati na postojeći. Rješenja su prikazana uz tehničku dokumentaciju.

LITERATURA

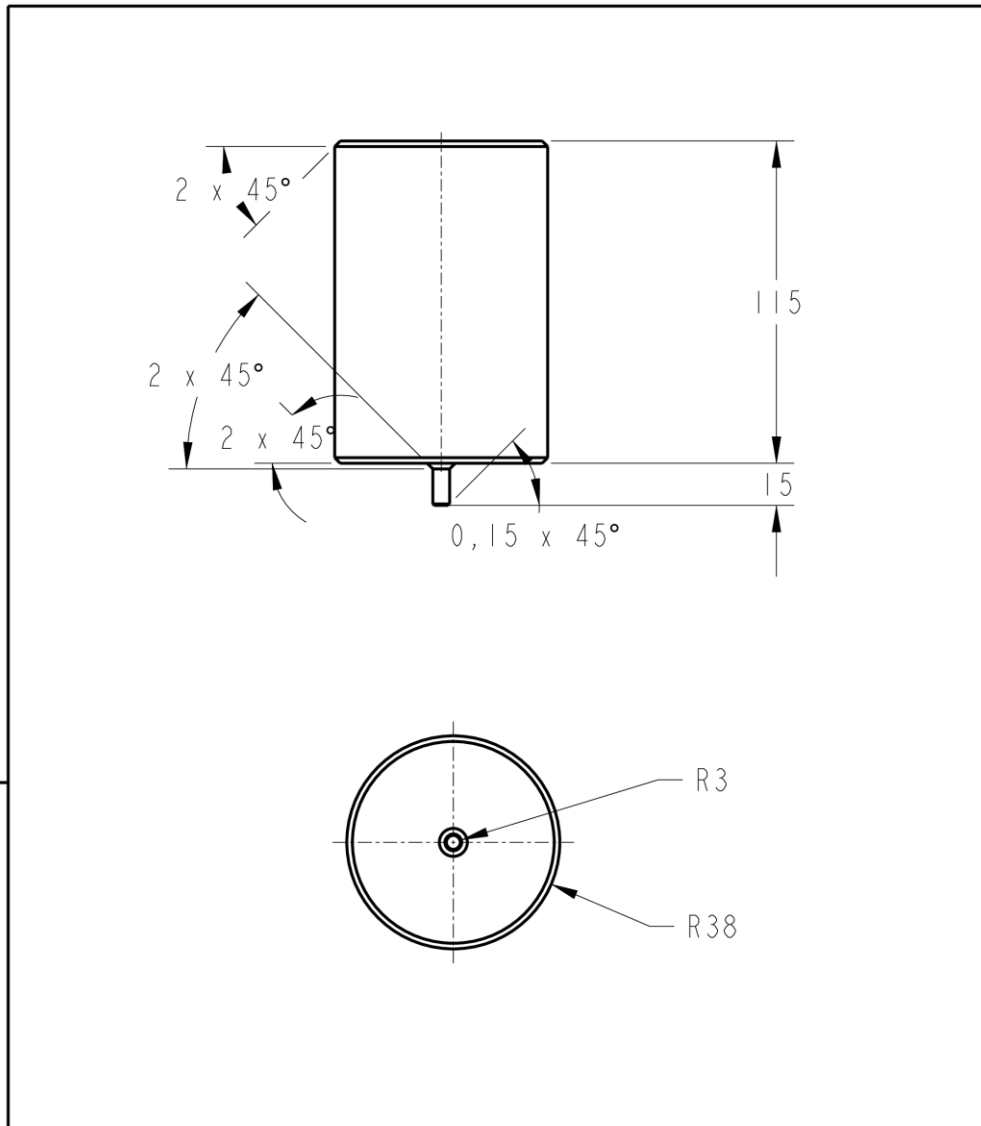
- [1] Adelstein, SJ.:General introduction. *Health Phys.* 2001;80(4):327. doi: 10.1097/00004032-200104000-00006
- [2] AlMaadeed, MAA, Ponnamma D, El-Samak AA. Polymers to improve the world and lifestyle: physical, mechanical, and chemical needs. *Polymer Science and Innovative Applications*. INC; 2020. 1–19 p. doi: 10.1016/b978-0-12-816808-0.00001-9
- [3] Carraher, CE, Seymour, RB. *Introduction To Polymer Science and Technology*. ACS Symposium Series. 1985. 13–47 p. doi: 10.1016/b978-008043417-9/50004-0
- [4] Polimerizacija[Internet].Dostupno na:
<https://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?ID=49182>, pristupljeno 05.10.2021.
- [5] Step Growth Polymerization. Dostupno na: <https://polymerdatabase.com/polymer-chemistry/Stepgrowth-Polymerization.html>, pristupljeno 15.10.2021.
- [6] Automative&Transport[Internet].Dostupno na:
<https://www.plasticsconverters.eu/automotiveandtransport>, pristupljeno 05.10.2021.
- [7] Gilbert, M. *Plastics Materials: Introduction and Historical Development*. Brydson's *Plast Mater* Eighth Ed. 2016;2–18. doi: 10.1016/B978-0-323-35824-8.00001-3
- [8] Rudin, A, Choi, P. Mechanical Properties of Polymer Solids and Liquids. *Elem Polym Sci Eng.* 2013;149–229. doi: 10.1016/b978-0-12-382178-2.00004-3
- [9] Ward, IM, Pinnock, PR. The mechanical properties of solid polymers. *Br J Appl Phys.* 1966;17(1):3–32. doi: 10.1088/0508-3443/17/1/302
- [10] Tensile Properties of Polymers [Internet]. Dostupno na:
<https://www.galdabini.eu/material-testing-machines/plastic-rubber-composites-testing/tensile-properties-plastics-ASTM-D638-ISO-527-1-ISO-527-2-JIS-K7113>, pristupljeno 01.11.2021.
- [11] Grantor D. Usporedba mehaničkih svojstava biorazgradljivih vrećica za kućanstvo. 2021;
- [12] Ljeljak, B.: Naprava za injekcijsko prešanje manjih polimernih dijelova. Diplom rad. 2021; Fakultet strojarstva i brodogradnje
- [13] Wright, RN. Mechanical Properties of Wire and Related Testing. *Wire Technol.* 2016;129–57. doi: 10.1016/b978-0-12-802650-2.00011-x

- [14] Kovačić, T. Struktura i svojstva polimera. Sveučilišni udžbenik, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu; 2010.
- [15] Seymour, RB, Carraher, CE. Thermal Properties of Polymers. Struct Relationships Polym. 1984;83–93. doi: 10.1007/978-1-4684-4748-4_7
- [16] [Internet]. Dostupno na: <https://polymerdatabase.com/polymerphysics/HeatCapacity.html>, pristupljeno 01.11.2021.
- [17] Balani, K, Vivek, V. Physical, Thermal, and Mechanical Properties of Polymers (pages 329–344), The American Ceramic Society, 2015., John Wiley & Sons
- [18] HRN EN ISO 75 - 1; Plastika - Određivanje temperature postojanosti oblika pod opterećenjem – 1. dio: Opća metoda ispitivanja.
Plastics – Determination of temperature of deflection under load – Part 1: General test method, 2018.
- [19] Norma H. Hrvatska norma ISO 75 - 2; Plastika – Određivanje temperature postojanosti oblika pod opterećenjem – 2. dio: Plastika i tvrda guma (ebonit) .
Plastics – Determination of temperature of deflection under load – Part 2: Plastics and ebonite, 2013.
- [20] Norma H. Hrvatska norma ISO 75 - 3. Plastika – Određivanje temperature postojanosti oblika pod opterećenjem – 3. dio: Duromerni laminati visoke čvrstoće i plastike ojačane dugim vlaknima. Plastics – Determination of temperature of deflection under load – Part 3: High-strength thermosetting laminates, 2012.
- [21] Norma H. Hrvatska norma HRN EN ISO 306. Plastika – Plastomerni materijali – Određivanje temperature omekšavanja po Vicatu (VST). Plastics – Thermoplastic materials – Determination of Vicat softening temperature (VST), 2013.
- [22] Samoilenko, V V. Blaznov, AN. Zimin, DE. Bychin, N V., Firsov, V V., Zhurkovsky, ME. Thermomechanical characterization of glass fiber- and basalt fiber-reinforced plastics. Mater Sci Forum. 2020;1003 MSF:196 204. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.1003.196

PRILOG

1. Rješenje 1 za uteg od 50 N
2. Rješenje 2 za uteg od 50 N

1. Rješenje za uteg od 50 N



| | | | | | | |
|--------------------|--|--------------------------|-------------------|----------------|------------|--------|
| Broj naziva - code | | Datum | Ime i prezime | Potpis | | |
| Projektirao | | Nov-26-21 | Karla Radić | | | |
| Razradio | | Nov-26-21 | - | | | |
| Crtao | | Nov-26-21 | - | | | |
| Pregledao | | Nov-26-21 | - | | | |
| ISO - tolerancije | | Objekt: - | | Objekt broj: - | | |
| | | | | R.N. broj: - | | |
| | | Napomena: - | | | | Kopija |
| | | Materijal: Steel | Masa: 4078,8 g | | | |
| | | | Naziv: uteg_1.prt | Pozicija: - | Format: A4 | |
| | | Mjerilo originala: 0.500 | Vrtjez broj: - | | Listova: 1 | |
| | | | | | List: 1 | |

Design by CADLab

2. Rješenje za uteg od 50 N

The drawing shows a rectangular weight with a height of 107 and a thickness of 4. The top corners are chamfered with a 2 x 45° angle, and the bottom corners are chamfered with a 0.5 x 45° angle. The top view shows a circular profile with an outer radius of R40 and an inner radius of R38.05.

| | | | | | | |
|--------------------|--|--------------------------|----------------|--------------|------------|--------|
| Broj naziva - code | | Datum | Ime i prezime | Potpis | | |
| Projektirao | | Nov-27-21 | Karla Radić | | | |
| Razradio | | Nov-27-21 | | | | |
| Crtao | | Nov-27-21 | | | | |
| Pregledao | | Nov-27-21 | | | | |
| ISO - tolerancije | | Objekt: | | Objekt broj: | | |
| | | | | R.N. broj: | | |
| | | Napomena: | | | | Kopija |
| | | Materijal: Steel | Masa: 4078.8 g | | | |
| | | Naziv: uteg_2.prt | | Pozicija: | Format: A4 | |
| | | Mjerilo originala: 0.500 | | Listova: 1 | | |
| | | Crtez broj: | | List: 1 | | |

Design by CADLab