

ANALIZA TEHNOLOGICITĂȚII INDUSTRIALE A MATERIALELOR PLASTICE COMPOZITE DIN RESURSE REGENERABILE

Teză destinată obținerii
titlului științific de doctor inginer
la

Universitatea *Politehnica* Timișoara
în domeniul INGINERIE INDUSTRIALĂ
de către

Ing. Alexandru-Silviu Smaranda

Conducător științific:
Referenți științifici:

Prof.univ.dr.ing.ec. Dumitru Țucu
Prof.univ.dr.ing Viorel-Aurel Șerban
Prof.univ.dr.ing. Ovidiu Tița
Dr.ing. Niels Modler

Ziua susținerii tezei: 14.II.2014

Seriile Teze de doctorat ale UPT sunt:

- | | |
|---|--|
| 1. Automatică | 9. Inginerie Mecanică |
| 2. Chimie | 10. Știința Calculatoarelor |
| 3. Energetică | 11. Știința și Ingineria Materialelor |
| 4. Ingineria Chimică | 12. Ingineria sistemelor |
| 5. Inginerie Civilă | 13. Inginerie energetică |
| 6. Inginerie Electrică | 14. Calculatoare și tehnologia informației |
| 7. Inginerie Electronică și Telecomunicații | 15. Ingineria materialelor |
| 8. Inginerie Industrială | 16. Inginerie și Management |

Universitatea *Politehnica* Timișoara a inițiat seriile de mai sus în scopul diseminării expertizei, cunoștințelor și rezultatelor cercetărilor întreprinse în cadrul școlii doctorale a universității. Seriile conțin, potrivit H.B.Ex.S Nr. 14 / 14.07.2006, tezele de doctorat susținute în universitate începând cu 1 octombrie 2006.

Copyright © Editura Politehnica – Timișoara, 2014

Această publicație este supusă prevederilor legii dreptului de autor. Multiplicarea acestei publicații, în mod integral sau în parte, traducerea, tipărirea, reutilizarea ilustrațiilor, expunerea, radiodifuzarea, reproducerea pe microfilme sau în orice altă formă este permisă numai cu respectarea prevederilor Legii române a dreptului de autor în vigoare și permisiunea pentru utilizare obținută în scris din partea Universității *Politehnica* Timișoara. Toate încălcările acestor drepturi vor fi penalizate potrivit Legii române a drepturilor de autor.

România, 300159 Timișoara, Bd. Republicii 9,
tel. 0256 403823, fax. 0256 403221
e-mail: editura@edipol.upt.ro

Cuvânt înainte

Teza de doctorat a fost elaborată pe parcursul activității mele în cadrul Departamentului de Mașini Mecanice, Utilaje și Transporturi al Universității „Politehnica” din Timișoara și în stagiul de la institutul de cercetare ILK din cadrul Universității TU Dresden.

Mulțumiri deosebite se cuvin conducătorului de doctorat prof.dr.ing.ec. Tucu Dumitru pentru sprijinul constant și îndrumarea valoroasă acordată pe parcursul elaborării lucrării. Aportul său a fost cu totul remarcabil și sunt deosebit de onorat să fi putut beneficia de această colaborare. Influența dânsului depășește sala de laborator și a contribuit la formarea mea, nu doar profesională, dar, mai important, consider eu, ca om.

De asemenea, se cuvin sincere mulțumiri domnului dr.ing. Niels Modler, directorul Institutului de cercetare ILK Dresden care mi-a dat șansa să lucrez timp de șase luni alături de echipa sa de cercetare. Condițiile de lucru create la TU Dresden au contribuit la realizarea părților experimentale.

Nu în ultimul rând doresc să adresez sincere mulțumiri soției mele pentru răbdarea și sprijinul necondiționat, factori care au contribuit decisiv la terminarea lucrării.

Timișoara, Ianuarie 2014

Smaranda Alexandru-Silviu

Smaranda, Alexandru Silviu

Analiza tehnologicității industriale a materialelor plastice compozite din resurse regenerabile

Teze de doctorat ale UPT, Seria 8, Nr. 58, Editura Politehnica, 2014, 142 pagini, 39 figuri, 27 tabele.

ISSN:1842-8967

ISBN:978-606-554-792-6

Cuvinte cheie: materiale bioplastice, biocompozite, tehnologicitate, injecție, simulare Moldflow

Rezumat,

Experimentele planificate cu materiale de tip CP armat cu fibră de in presupun evaluarea și optimizarea proceselor de injecție, a matritelor de injectare și, totodată, a calității produselor, prin supunerea la teste mecanice. Obiectivul acestor experimente este elaborarea unei metode eficiente de preparare a unui material biocompozit conținând un bioplastic armat cu fibre naturale care să fie, în același timp, optimizat pentru procesul de injecție.

În capitolul 2 se prezintă materialele bioplastice și o scurtă introducere referitoare la biopolimerii și fibrele naturale disponibile în prezent, cu avantajele și dezavantajele aferente. Se realizează o caracterizare a acestor materiale, iar apoi o comparație între proprietățile materialelor naturale și cele ale materialelor convenționale.

În capitolul 3 este explicat procesul de dezvoltare a materialului compozit CP+fibră de in, cu detalii referitoare atât la materialele folosite, cât și la linia de extrudare utilizată pentru producție. Sunt dezvoltate fundamentele matematice necesare simulării procesului de injecție, problemele teoretice și conceptele. Pe baza a două criterii de decizie, care iau în considerare fluiditatea și lungimea fibrelor, este aleasă o variantă preferabilă a biocompozitului care urmează a fi caracterizat.

Capitolul 4 cuprinde partea experimentală și determinarea tuturor valorilor caracteristice materialului biocompozit. Printe ele se numără densitatea topiturii, temperatura de tranziție în stare vitroasă, diagrama pV-T, cât și conductivitatea termica, coeficienții de dilatare liniară, coeficienții termici, coeficientul lui Poisson, elasticitatea și modurile de alimentare. În final, sunt descrise metodele experimentale utilizate pentru determinarea parametrilor materialului.

Capitolul 5 cuprinde validarea valorilor caracteristice materialului și implementarea acestora în software-ul de simulare a procesului de injecție Moldflow. Urmează parcurgerea unei simulări prezentată în comparație cu un proces complet de injecție (a aceleiași piese) și acordând mai multă atenție studiului de umplere și contracțiilor.

În ultimul capitol se prezintă o sinteză a rezultatelor, autorul încercând să evedențieze concluziile și contribuțiile personale și direcțiile posibile de dezvoltare.

Cuprins

ANALIZA TEHNOLOGICITĂȚII INDUSTRIALE A MATERIALELOR PLASTICE COMPOZITE DIN RESURSE REGENERABILE	1
Cuvânt înainte.....	3
Cuprins	5
Lista lucrărilor științifice publicate.....	7
Acronime.....	8
Lista de figuri	10
Lista de tabele.....	12
CAPITOLUL 1. Importanța temei și obiectivele tezei de doctorat.....	13
1.1. Motivația alegerii temei abordate	13
1.2. Importanța folosirii materialelor bioplastice	14
1.3. Obiectivele tezei de doctorat.....	16
CAPITOLUL 2. Stadiul actual, clasificare și tendințe ale materialelor bioplastice.....	18
2.1. Scurt Istoric	18
2.2. Definiție	19
2.3. Clasificarea diferitelor categorii de materiale bioplastice.....	19
2.4. Proprietățile celor mai importante materiale bioplastice	21
2.5. Materiale bio-compozite armate cu fibre naturale.....	24
2.6. Fibre naturale de armare	26
2.7. Cadrul normativ.....	28
CAPITOLUL 3. Modelele matematice necesare simulării procesului de injecție. Planificarea experimentelor.....	31
3.1. Modelele matematice necesare simulării procesului de injecție.....	31
CAPITOLUL 4. Cercetări experimentale privind realizarea unui material compozit realizat din resurse naturale.....	41
4.1. Obiectivele cercetărilor experimentale.....	41
4.2. Materialul compozit produs din resurse regenerabile.....	41
4.3. Procesul de fabricare a materialului compozit	45
4.4. Factorii de decizie în alegerea materialului realizat.....	51
4.5. Analiza caracteristicilor materialului realizat necesare procesului de injecție.....	58
4.6. Determinarea experimentală a parametrilor necesari procesului de injecție	59

CAPITOLUL 5. Contribuții personale și soluții complete privind injecția materialelor biocompozite	88
5.1. Procesul de umplere al matricei prin injecție	88
5.2. Simularea procesului de injecție și analiza elementului finit FEA cu ajutorul programului Moldflow	92
5.3. Comparație între studiul de umplere și simulare	94
5.4. Evaluarea ciclului de viață (Life-cycle assessment, LCA)	101
CAPITOLUL 6. Contribuții personale și concluzii	105
6.1. Concluzii privind cercetările teoretice și experimentale	105
6.2. Contribuții personale	106
6.3. Perspective și posibilități de cercetări ulterioare	107
BIBLIOGRAFIE	109
ANEXE	115

Lista lucrărilor științifice publicate

1. Smaranda, A. S., & Tucu, D. (2011). Biodegradable Polymers Used In The Packaging Industry: A Review. *International Congress ARA 35 - Science and Art in the Informatics Era*, (pp. 321-325). Timisoara.
2. Smaranda, A. S., & Tucu, D. (2011). Different industrial applications of lignin as a sustainable material. *Buletinul AGIR*, pag. 22.
3. Gusetoiu, R. I., & Smaranda, A. S. (2011). Musculoskeletal disorders in agriculture. *Buletinul AGIR*, pag. 11.
4. Smaranda, A. S., & Gusetoiu, R. I. (2011). Analysis of biodegradable agricultural films and opportunities. *Buletinul AGIR*, pag. 39.
5. Tucu, D., Smaranda, A. S., Rotarescu, V., & Condescu, M. (2011). Life cycle costs in analyze of opportunities for willow's culture as biomass ressources in Banat region. *Buletinul AGIR*, pag.54
6. Smaranda, A. S., & Tucu, D. (2012). Biodegradable materials use in the agricultural production systems - applications and typology. *Actual Task on Agricultural Engineering*, (pp. 443-449). Opatija.

Acronime

CA - acetat de celuloză
CAB - acetobutirat de celuloză
CP - propionat de celuloză
CRIMS - Corrected Residual in Mold Stress
NFC - Natural Fiber Composite
ILK - Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik
MVR - Melt Volume-Flow Rate
PA - Polyamid
PCL - Polycaprolacton
PE-HD - Polyethylen (densitate înaltă)
PHA - Polyhydroxyalkanoat
PHB - Polyhydroxybutyrat
PLA - Polylactide (polylactic acid)
PP - Polypropylen
PVAL - Polyvinylalkohol
PVB - Polyvinylbutyral
WLF - Williams-Landel-Ferry
WPC - Wood-Plastic-Composite

A - suprafața
 A_i - constantă din modelul CROSS-WLF ($i = 1, 2$)
B - funcție din ecuația TAIT
 b_i - coeficient din ecuația TAIT ($i = 1, 2, \dots, 9$)
C - constanta a conductivității căldurii și a ecuației TAIT
 c_p - căldura specifică
 \bar{D} - tensor de relaxare
d - grosime
 d_f - diametrul fibrei
E - modulul de elasticitate
 E_i - modulul de elasticitate ($i = 1, 2$)
 E_C - modulul de elasticitate complex
 E' - modulul de reținere
 E'' - modulul de pierdere
 \bar{E} - tensorul de elasticitate
e - energia internă
F - forța
g - vector al gravitației
 G_{12} - forța de forfecare
 \bar{I} - tensor unitate
L - lungime
 l_c - lungime critică
p - presiune
 p_e - pierdere a presiunii
 p_{mas} - presiunea măsurată
 \underline{q} - densitatea tensiunii calorice
Q - căldura

R - radius
 R_{term} - rezistența termică
 S_V - variația volumului
 T - temperatura
 T_{Proba} - temperature probei
 T_{Ref} - temperatura de referință
 T_{trans} - temperatura de tranziție în stare vitroasă
 T_{mat} - temperature peretelui sculei
 T' - temperature de referință
 t - timp
 u - viteză
 v - volum specific
 v_0 - funcție din ecuația TAIT
 v_S - viteza pistonului
 v_t - funcție a materialelor cristaline din ecuația TAIT
 \mathbf{v} - vector al vitezei
 V - volum
 \mathbf{x} - vector de poziție

 α - coeficient al tranziției de căldură
 α_i - coeficient de dilatare ($i = 1,2$)
 α_T - factor de modificare a temperaturii
 $\underline{\alpha}$ - tensor al coeficientului de dilatare termică
 $\dot{\gamma}$ - viteza de forfecare
 δ - unghiul de fază
 V - volum
 Δ - diferență
 ϵ_i - elongații ($i = 1,2,3$)
 $\underline{\epsilon}$ - tensorul de întindere
 $\underline{\epsilon}^{\text{th}}$ - tensor de dilatare termică
 η - vîscozitate
 κ - rata de încălzire
 λ - propagarea căldurii
 ν_{12}, ν_{23} - constantele de contracție
 ρ - densitate
 $\sigma_{f,\text{max}}$ - rezistența la tracțiune a fibrei
 $\sigma_{m,\text{max}}$ - rezistența la tracțiune a armăturii
 $\underline{\sigma}$ - tensorii de tensiune
 $\underline{\sigma}^I$ - tensorul tensiunii inițiale
 τ - tensiunea de forfecare
 τ' - tensiunea de forfecare la tranziție
 τ_m - matricea rezistenței la forfecare
 $\underline{\tau}$ - tensor al extratensiunilor
 ϕ - procentul masic de fibre
 ω - frecvența
 ∇ - Operator Nabla

Lista de figuri

Figura 1.1.1 Structura consumului global al resurselor regenerabile [2]	13
Figura 1.2.1 Creșterea producției de plastic la nivel global și European [6]	15
Figura 2.3.1 Categorii de materiale plastice.....	20
Figura 2.3.2 Biopolimeri în funcție de originea lor.....	20
Figura 2.3.3 Clasificare după modul de obținere.....	21
Figura 2.6.1 Tipurile de fibre naturale de armare existente [31, 32]	27
Figura 3.1.1 Diagrama pVT pentru materiale plastice amorfe (st.) sau parțial cristaline (dr.)	35
Figura 3.1.2 Modelul de forfecare la curgerea fluidului	35
Figura 3.1.3 Curba tipică a vâscozității unui polimer topit [48]	36
Figura 3.1.4 Constrația în timpul răcirii [52]	40
Figura 4.2.1 Obținerea de propionat de celuloză din celuloză și acid propionic [13]	42
Figura 4.2.2 Propionatul de celuloză "Cellidor CP 300-13" de la compania Albis Plastic GmbH.....	43
Figura 4.2.3 Fibre de in	44
Figura 4.2.4 Proba microscopică a suprafeței de fracturare a unui test de tracțiune [27]	45
Figura 4.3.1 Configurația șurubului și zonele de proces utilizate [60].....	46
Figura 4.3.2 Extruderul și ordinea de alimentare.....	46
Figura 4.3.3 Baia de răcire și granulatorul de tăiat	47
Figura 4.3.4 Variante de conținut masiv de fibre de in	48
Figura 4.3.5 Aparat pentru determinarea indicelui de curgere a topiturii (st.) și schema bloc (dr.)	50
Figura 4.4.1 Valori MVR ale probelor testate în funcție de viteza șurubului	53
Figura 4.4.2 Microfotografiile ale probelor la 50 rpm (st.), 100 rpm (mijloc) și 300 rpm(dr.)	55
Figura 4.4.3 Lungimea fibrei în funcție de viteza de rotație și procentul masiv de fibre.....	56
Figura 4.4.4 Materialul biocompozit realizat sub formă de granule.....	57
Metoda de încercare pentru determinarea densității topiturii este similară cu cea pentru determinarea ratei de curgere a debitului și este prezentată în figura 4.6.1..	59
Figura 4.6.2 Calorimetru (stânga) și schema bloc a celulei de măsurare [72]	60
Figura 4.6.3 Capacitatea specifică de caldură măsurată în corelație cu temperatura	61
Figura 4.6.4 Aparatul Rheograph 75 (stânga) și principiul de funcționare (dreapta) [75]	63
Figura 4.6.5 Variația temperaturii la determinarea conductivității termice [75]	63
Figura 4.6.6 Conductivitatea termică în funcție de temperatură la presiunea ambiantă	64

Figura 4.6.7 Zona de testare DMA (stânga) și principiul de funcționare (dreapta)	65
Figura 4.6.8 Descompunerea modului de elasticitate în modulul de acumulare și modulul de pierdere	66
Figura 4.6.9 Modulul vâscos în corelație cu temperatura	67
Figura 4.6.10 Principiul de funcționare principal (stânga) și curgerea în capilar (dreapta)	68
Figura 4.6.11 Profilul vitezei de forfecare a unei topituri și a unui fluid newtonian [84]	69
Figura 4.6.12 Schema de corecție experimentală Bagley	71
Figura 4.6.13 Standul de măsurare Rheograph 75	71
Figura 4.6.14 Valorile de vâscozitate măsurate și curbele de vâscozitate calculate	73
Figura 4.6.15 Diagrama pvT tipică pentru un termoplastice amorf [86]	74
Figura 4.6.16 Procesul de lucru pentru determinarea diagramei pvT	75
Figura 4.6.17 Cântarul pentru determinarea densității	76
Figura 4.6.18 Valorile pvT măsurate și diagrama pvT calculată	77
Figura 4.6.19 Dilatometru (stânga) și principiul de funcționare (dreapta)	80
Figura 4.6.20 Coeficientul de dilatare liniară în funcție de temperatură	80
Figura 4.6.21 Coeficientul termic de dilatare liniară măsurat	81
Figura 4.6.22 Configurația de testare pentru determinarea modului Young și raporturile lui Poisson	83
Figura 4.6.23 Curbele de tensiune-deformație în direcția de curgere (Tip 1A)	84
Figura 4.6.24 Curbele tensiune-deformație în direcția transversală pe direcția de curgere	85
Figura 4.6.25 Principiul de testare pentru obținerea modului de forfecare	86
Figura 4.6.26 Măsuratori de întindere pentru determinarea modului de forfecare cu ajutorul ARAMIS	87
Figura 5.1.1 Componenta în vedere isometrică (sus) și geometria diferită (jos)	89
Figura 5.1.2 Studiu de umplere (nervurile 1,2,3,4 începând de la stânga la dreapta)	90
Figura 5.1.3 Diferențe la umplere	91
Figura 5.2.1 Rețeaua FE cu elemente tetraedrice și rețeaua de injecție	92
Figura 5.2.2 Simularea studiului de umplere a nervurilor	93
Figura 5.2.3 Vedere laterală a benzilor simulate la momentul II	94
Figura 5.3.1 Comparatie între rezultatele din studiul de umplere și simulare	98
Figura 5.3.2 Lungimi ale nervurilor la simulare și la studiu de umplere	99
Figura 5.3.3 Contractia simulate în direcție y (sus) și direcția z (partea de jos)	100
Figura 5.3.4 Contractia în direcția y (de sus) și direcția z (partea de jos)	101

Lista de tabele

Tabelul 2.4.1 Compilație a celor mai comuni biopolimeri [13, 18].....	22
Tabelul 2.4.2 Comparație între materialele plastice convenționale și biopolimeri [13, 17, 18].....	22
Tabelul 2.6.1 Comparația dintre fibre naturale și fibre sintetice [30, 34, 35, 36, 37]...	28
Tabelul 4.3.1 Valoarea măsurată la ieșirea din alimentator la 1 minut de funcționare .	48
Tabelul 4.4.1 Parametrii de încercare pentru obținerea granulatului	52
Tabelul 4.4.2 Vedere de ansamblu între valorile decisive pentru alegerea compozitului.....	57
Tabelul 4.5.1 Parametrii materialului necesari pentru injecție de mase plastice.....	58
Tabelul 4.6.1 Rezultate obținute la măsurarea densității topiturii	59
Tabelul 4.6.2 Rezultatele pentru determinarea temperaturii de tranziție vitroasă	68
Tabelul 4.6.3 Rate de forfecare investigate pentru a determina vâscozitatea la forfecare.....	72
Tabelul 4.6.4 Coeficienții calculați pentru modelul CROSS-WLF	73
Tabelul 4.6.5 Valorile densității măsurate.....	77
Tabelul 4.6.6 Coeficienții calculați pentru ecuația TAIT.....	78
Tabelul 4.6.7 Modulul Young măsurat și raportul Poisson	83
Tabelul 4.6.8 Modulele de elasticitate calculate folosind specișenele de de tracțiune Tip 1BA	85
Tabelul 4.6.9 Valorile măsurate ale modulului de forfecare.....	87
Tabelul 5.1.1 Privire de ansamblu asupra celor mai importanți parametri de procesare în timpul studiului de umplere.....	89
Tabelul 5.3.1 Comparație a timpilor de injecție măsurați și simulați.....	95
Tabelul 5.3.2 Compararea lungimilor între studiu de umplerea și simulare	99

CAPITOLUL 1. Importanța temei și obiectivele tezei de doctorat

1.1. Motivația alegerii temei abordate

Una din primele motivații pentru începerea utilizării materialelor bioplastice biodegradabile în defavoarea materialelor plastice convenționale era de a rezolva problema depozitelor de deșeurile care deveneau neîncăpătoare. Acum atenția publicului se îndreaptă mai degrabă înspre a rezolva problema poluării și a limitării resurselor. Consumatorii devin tot mai exigenți, cer materiale cât mai naturale, iar în cazul celor de unică folosință vor să fie atât biodegradabile cât și reciclabile [1].

Practic, caracterul limitat al resurselor de petrol – materia primă de bază pentru plasticul convențional – cât și problemele de biodegradabilitate ale acestuia au constituit un impuls către cercetarea în această direcție. Deși reciclarea este o soluție care sună atractiv, doar o cantitate mică de plastic este și reciclabil, majoritatea ajungând în gropile de gunoi sau în natură. Această problemă acută afectează o paleta mare de ramuri industriale. Este de subliniat că există o preocupare la nivel mondial de a genera energie electrică, energie termică și combustibili din resurse regenerabile sau forme alternative de energie, cum ar fi energia solară, hidroenergia, energia eoliană sau biomasa regenerabilă din agricultură și silvicultură. În figura 1.1.1 se arată în procente structura consumului de energie din resurse regenerabile:

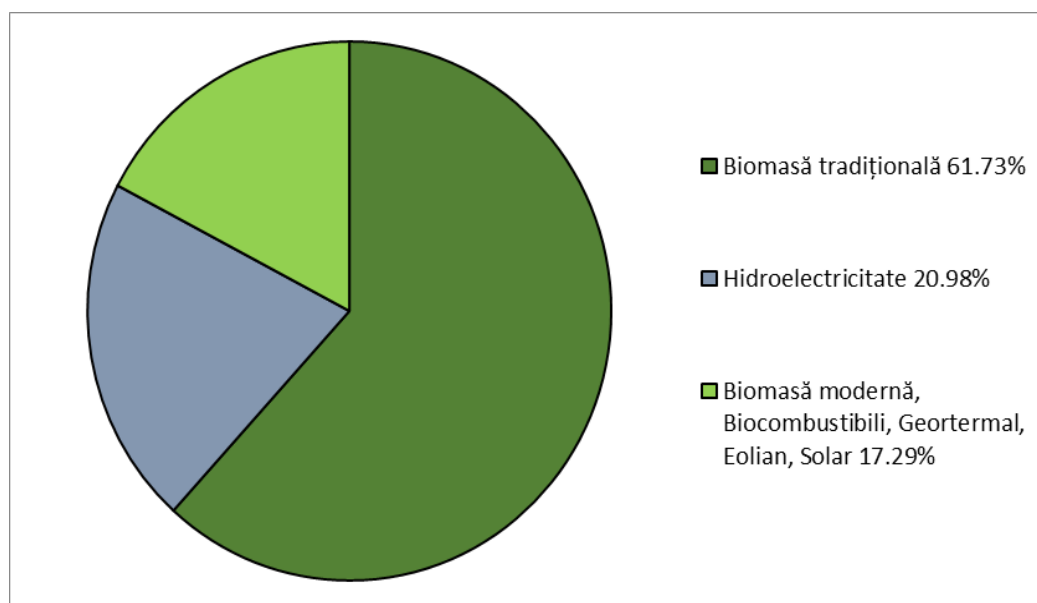


Figura 1.1.1 Structura consumului global al resurselor regenerabile [2]

Biopolimerii produși din resurse regenerabile agricole și forestiere (biomasă), sunt denumiți bioplastic și câștigă din ce în ce mai mult în popularitate. Acest lucru înseamnă, de asemenea, creșterea producției agricole, respectiv, un venit mai mare pentru cei implicați în agricultură. Gama largă de aplicații în care

este utilizat materialul plastic în prezent subliniază necesitatea de a dezvolta nu doar un sistem polimeric, ci de a oferi o soluție pentru fiecare aplicație în mod individual [3]. În același timp cu materialele bioplastice, sunt îndeplinite noi funcționalități cum ar fi biodegradabilitatea sau compostabilitatea.

În acest context și-au găsit și fibrele naturale un loc pe piața materialelor compozite ca și armătură. De fapt, se preferă ca toate componentele unui material biocompozit, de la polimer, fibră, armătură, și până la aditivi să fie de natura bio – ceea ce am încercat de altfel să obținem și noi în lucrarea de față.

În timp ce se urmărește obținerea de biocompozite durabile, de înaltă performanță și competitivitate, prin amestecarea acestor componente noi realizate din resurse regenerabile, este necesar ca amestecul de material și tehnicile de prelucrare să fie bine studiate, dezvoltate și optimizate pentru a fi în măsură să îndeplinească cerințele necesare pentru diferite aplicații, industriei și piețe.

Varietatea de biomateriale, numărul de combinații de materiale, tehnologiile de prelucrare și potențialele aplicații oferă oportunități extraordinare. Cu toate acestea, există multe provocări care trebuie depășite pe măsura dezvoltării maselor plastice biodegradabile și biocompozite pentru diferite sectoare industriale, cum ar fi automotivale, ambalajele, agricultura, construcțiile și produsele de larg consum.

În paralel cu impresionantele cercetări și inovații pe plan mondial în domeniul materialelor, este necesar și studiul aprofundat al proceselor de prelucrare și proiectare al acestora, astfel încât utilizarea materialelor plastice biodegradabile să fie eficientă din punct de vedere comercial. Pentru aceasta materialele trebuie să poată fi prelucrate folosindu-se aceleași tehnologii folosite la ora actuală pentru materialele plastice convenționale. Cele mai importante tehnici de procesare în momentul de față sunt extrudarea, termoformarea și mai ales injecția de mase plastice.

Scopul prezentei lucrări este de a propulsa și încuraja soluții care sunt prietenoase cu mediul și au proprietăți similare sau chiar mai bune decât materialele plastice convenționale.

În economia mondială, unde concurența este tot mai acerbă, devine necesar pentru companii să exploreze modalități de a-și îmbunătăți productivitatea folosind materiale sustenabile, implementând o tehnologie flexibilă și standardizată și adoptând principii de management dovedite ca fiind eficiente [4].

Industria materialelor plastice biodegradabile s-a dezvoltat enorm în ultimii ani. De asemenea, se estimează că plasticul convențional va fi înlocuit în proporție de 90% cu materiale plastice biodegradabile până în anul 2020 [5].

1.2 Importanța folosirii materialelor bioplastice

La ora actuală, majoritatea celor ce studiază tehnicile și procesele de prelucrare a maselor plastice biodegradabile nu sunt în totalitate la curent cu dezvoltarea și inovațiile aduse de cercetătorii din domeniul materialelor. Limitarea existentă în acest moment pentru utilizarea materialelor plastice biodegradabile este faptul că acestea sunt văzute doar ca un substitut/înlocuitor pentru materialele plastice convenționale. Acest fapt se aplică doar în cazul materialelor plastice biodegradabile de tipul PE (polietilena) și PP (polipropilena); pentru materialele plastice biodegradabile mai speciale, cum sunt cele de tipul PLA (acid polilactic) și PHB (polihidroxibutirat) există mult mai multe oportunități. Un exemplu ar fi felul în care coeficientul scăzut de contracție termică al unora dintre materiale le poate face

oportune pentru crearea de geometrii ale produsului ce erau foarte greu sau chiar imposibil de realizat folosind plasticul tradițional (până acum multe produse trebuiau proiectate în așa fel încât să fie reduse efectele negative ale contracției termice). În acest fel, una dintre caracteristicile tipice ale acestui material, îl transformă într-un substitut într-o inovație.

Injecția materialelor plastice biodegradabile, deși un procedeu utilizat deja nu este folosit la potențialul său maxim. Pe de o parte, apare provocarea de a prelucra materiale cu un coeficient scăzut de contracție termică, ce poate deveni realizabilă prin folosirea de matrițe de injecție noi, la care se vor aplica ajustări ale unghiului de extracție și ale aruncătorului. Pe de altă parte, la ora actuală injecția materialelor plastice se pretează în special pentru producția la scară mare, iar în acest caz provocarea o constituie utilizarea acestei proceduri la scară redusă, în conformitate cu tipurile de material plastic biodegradabil disponibile. Astfel, este necesară o cercetare aprofundată pentru utilizarea eficientă și din punct de vedere economic a injecției materialelor plastice biodegradabile, pentru a fi competitive pe piața de consum.

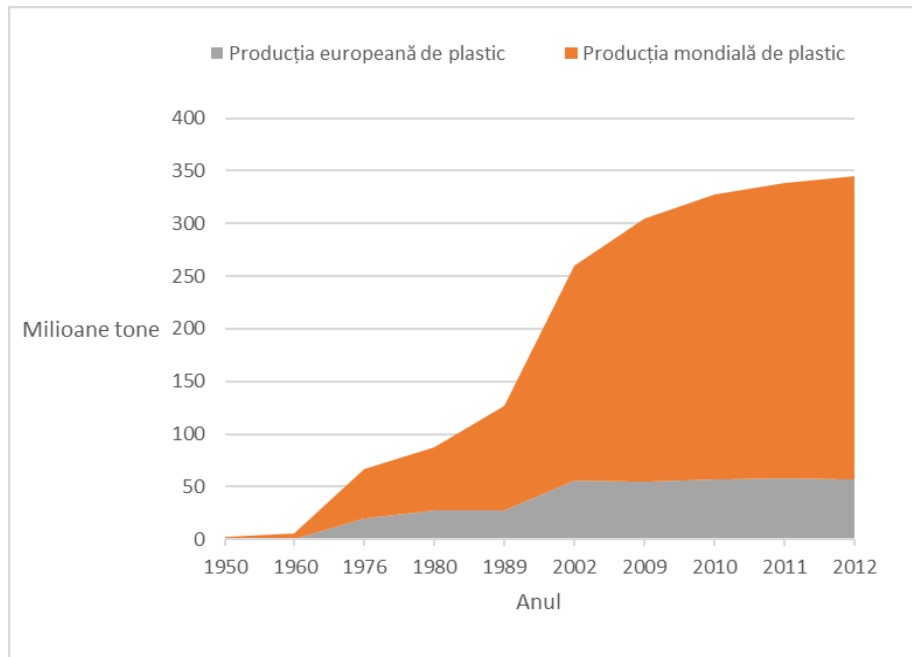


Figura 1.2.1 Creșterea producției de plastic la nivel global și European [6]

Această nouă tendință aduce, de asemenea, și multă confuzie în atribuirea de termeni. Noii termeni, cum ar fi bioplastic, biodegradabil, compostabil, reciclabil nu sunt bine definiți, iar producătorii, prin divizia de marketing și publicitate, profită de acest fapt pentru a-și vinde produsele drept ecologice, deși nu sunt întotdeauna ceea ce par, uneori chiar fiind daunatoare mediului. Lucrarea dorește să facă o distincție clară între acești termeni și să prezinte o analiză, o definiție și o clasificare a materialelor bioplastice în special în scopul de a apropia lumea academică de industrie spre a duce la colaborare mai bună.

Cererea de materiale plastice este în continuă creștere, după cum se poate observa în figura 1.2.1, iar materialele bazate pe resurse naturale regenerabile își

fac din ce în ce mai simțită prezența. Cu o creștere continuă în ultimii 50 de ani, producția mondială în 2012 a crescut la 288 milioane de tone, adică o creștere de 2,8% față de 2011. Cu toate acestea, în Europa, în conformitate cu situația economică generală, producția de plastic a scăzut cu 3%, 2011-2012. Dincolo de conținutul de resurse regenerabile din materialele plastice, dorim să furnizăm un cadru pentru o evaluare completă a ciclului de viață și a amprentei de carbon pentru fiecare material [7].

1.3 Obiectivele tezei de doctorat

Obiectivul principal urmărit în teză este reducerea greutății, respectiv a masei produselor tehnice, fără a afecta capacitatea portantă a acestora sau alte funcționalități.

Materialele compozite își găsesc un rol important în special în cazul mijloacelor de transport și al automotivelor, unde se pot realiza accelerări și încărcături mai mari, precum și un consum de energie redus [8]. În cursul dezvoltării continue al acestui domeniu s-au remarcat câteva inovații, în special în industria auto, feroviară și aeronautică. Aici se remarcă această clasă nouă de materiale, materialele biocompozite. Materialele utilizate până în prezent, adică plasticele convenționale precum poliamida, rășinile epoxidice și rășinile poliesterice, sunt întărite cu fibre sintetice (din carbon, sticlă sau aramidă). Urmând trendul actual de a dezvolta produse compozite în totalitate din resurse regenerabile, au revenit din nou în atenția cercetătorilor fibrele de armare naturale cum ar fi inul, cânepa, iuta, sisalul, formând materialele biocompozite, un produs ecologic și sustenabil.

Un alt obiectiv este legat de experimentele planificate cu materiale de tip CP armat cu fibră de in care presupun evaluarea și optimizarea proceselor de extrudare, a proceselor de injectare și simulare și totodată a calității produselor prin supunerea la teste mecanice. Obiectivul acestor experimente este elaborarea unei metode eficiente de preparare a unui material biocompozit conținând un bioplastic armat cu fibre naturale care să fie în același timp optimizat pentru procesul de injecție.

Au fost alese, ca și materiale naturale, propionatul de celuloza CP și fibrele de in. În proiectarea corespunzătoare a materialelor, un rol important pentru dezvoltarea componentelor pentru injectat, îl joacă atât simularea procesului de turnare prin injecție, cât și forma finală a modelelor pentru producție. Din această cauză, pentru biocompozitul nostru în curs de dezvoltare, este foarte important ca proprietățile reologice și mecanice să fie determinate cu exactitate. Ulterior, acestea vor fi validate la o mașină de injectat. Folosind modele cunoscute se caracterizează proprietățile mecanice ale materialelor bioplastice armate cu fibre de in și apoi sunt verificate prin studii experimentale. În final aceste modele sunt validate prin modelele turnate prin injectare și comparate cu modelele simulate prin software. Astfel, se creează pentru acest biocompozit o bază de la care se pot materializa dezvoltări viitoare.

Construirea metodică a lucrării este divizată după cum urmează:

În capitolul 2 se prezintă materialele bioplastice și totodată o scurtă introducere referitoare la biopolimerii și fibrele naturale disponibile în prezent, cu avantajele și dezavantajele aferente. Se realizează o caracterizare a acestor

materiale, iar apoi o comparație între proprietățile materialelor naturale și cele ale materialelor convenționale. Capitolul se încheie cu câteva exemple de materiale plastice armate cu fibre naturale, puse în practică.

În capitolul 3 este explicat procesul de dezvoltare a materialului compozit CP+fibră de in, cu detalii referitoare atât la materialele folosite cât și la linia de extrudare utilizată pentru producție. Sunt dezvoltate fundamentele matematice necesare simulării procesului de injecție, problemele teoretice și conceptele. Pe baza a două criterii principale de decizie, care iau în considerare fluiditatea și lungimea fibrelor, este aleasă o variantă optimizată a biocompozitului care urmează a fi caracterizat.

Capitolul 4 cuprinde partea experimentală și determinarea tuturor valorilor caracteristice materialului biocompozit. Printe ele se numără densitatea topiturii, temperatura de tranziție în stare vitroasă, diagrama pV-T cât și conductivitatea termică. Sunt prezentați în continuare coeficienții de deformație liniară, coeficienții termici, raportul lui Poisson, elasticitatea și modurile de alimentare. În final, sunt descrise metodele experimentale utilizate pentru determinarea parametrilor materialului.

Capitolul 5 cuprinde validarea valorilor caracteristice materialului și implementarea acestora în software-ul de simulare a procesului de injecție Moldflow. Urmează parcurgerea unei simulări prezentată în comparație cu un proces complet de injecție (a aceleiași piese) și acordând mai multă atenție studiului de umplere și contracțiilor.

În ultimul capitol autorul încearcă să discute despre rezultate și să evidențieze concluziile și contribuțiile personale.

Sintetizând se pot prezenta următoarele obiective:

- *Elaborarea unor metode și dezvoltarea unor tehnologii care să permită utilizarea pe scară largă a materialelor plastice biocompozite obținute din resurse regenerabile*
- *Identificarea factorilor care influențează proprietăților tehnologice și tehnologicitatea industrială a produselor din materiale plastice compozite biodegradabile obținute din resurse regenerabile*
- *Evaluarea și identificarea soluțiilor privind optimizarea unor sisteme de fabricație industrială care utilizează materialele bioplastice*
- *Dezvoltarea de instrumente și modalități noi, inovative, destinate implementării soluțiilor optime propuse anterior în industrie abordate drept componente esențiale ale sistemului tehnologic care utilizează materialele plastice biocompozite*

CAPITOLUL 2. Stadiul actual, clasificare și tendințe ale materialelor bioplastice

2.1. Scurt Istoric

Biopolimerii au fost descoperiți de foarte mult timp. În anii 1860 a fost inventat primul material termoplastic pe bază de celuloză [9]. În 1892, când Christian Karl Diesel a inventat motorul diesel, acesta a fost proiectat să funcționeze cu ulei vegetal. Similar, Henry Ford a creat modelul de automobil T care să funcționeze cu un amestec de 85% etanol și restul benzină cu gândul că fermierii și-ar putea produce singuri combustibilul. De atunci, s-au dezvoltat numeroși compuși noi, derivați din resurse regenerabile. În 1900, celofanul a fost descoperit de către Dr. Jacques Edwin Brandenberger, inginer textilist elvețian, care a venit cu ideea unei folii de ambalaj transparente și protective. Un alt exemplu este etilena care a fost sintetizată prin deshidratarea biocombustibililor pe bază de etanol, în anii 1940 [10].

Din păcate însă, toate aceste realizări nu au reușit să depășească faza de experiment și să intre în producția comercială. Asta din cauză că în 1939 firma DuPont realizează prima fibră cu adevărat sintetică: nylon-ul. Însă abia începând cu anii '50, s-au dezvoltat polimerii sintetici pe bază de petrol, la un preț extrem de scăzut. De atunci, volumul produselor din industria petrochimică a crescut constant și ocupă astăzi un loc indispensabil în viața de zi cu zi.

Odată cu criza petrolului din 1970 a renăscut interesul pentru materialele plastice din resurse regenerabile. Totuși, abia după câteva încercări din anii '80, și mai multe din anii '90, putem vorbi despre o orientare a sectorului chimic înspre biopolimeri inovativi [11,12]. În ciuda unei euforii generale, această primă generație de biopolimeri, a eșuat [13] datorită proprietăților neverificate și a cercetărilor incomplete în cea ce privește biodegradabilitatea. De asemenea, circumstanțele politice și economice, cât și lipsa de interes a industriei au dus la această întârziere a pieței de materiale bioplastice.

Totuși necesitatea găsirii unei soluții pentru depozitarea deșeurilor, tot mai voluminoase în zonele industrializate și dens populate, a impus orientarea înspre soluții ecologice pe termen lung.

Materialele plastice sunt, de asemenea, o problemă din ce în ce mai acută pentru poluarea oceanului, exemplul cel mai relevant fiind așa-numita „Marea Insulă de Gunoaie a Pacificului” („Great Pacific Garbage Patch”) în zona centrală a oceanului Pacific de Nord. Acolo, resturi de plastic s-au acumulat formând o „insulă artificială”, ajungând la o dimensiune estimată între 700 000 km² și 15 de milioane de km², rezultat direct al nivelului ridicat al poluării marine [14].

A doua generație de biopolimeri, care sunt momentan pe piață, au proprietăți comparabile cu materialele plastice convenționale și devin din ce în ce mai competitive, mai ales în domeniul ambalajelor [15]. Momentan, cel mai mare dezavantaj al acestor materiale este ineficiența economică, dar odată cu creșterea producției aceasta se va compensa. Materiale din aceasta generație au fost, în primă fază, proiectate pentru industria ambalajelor și agricultură, astfel încât prioritar a fost gradul de biodegradabilitate și compostabilitate. Odată cu răspândirea acestor bioplastice înspre alte sectoare industriale cum ar fi automotivale, s-au schimbat și

prioritățile caracteristicilor de material, trendul fiind înspre durabilitate, dar cu folosirea de resurse regenerabile. Astfel, cercetările se îndreaptă spre a treia generație de biopolimeri, care vin să înlocuiască direct materialele plastice obținute pe bază de petrol cu materiale durabile, obținute din resurse regenerabile. Un mare avantaj îl constituie faptul că resursele regenerabile sunt disponibile pe termen lung, deci nu poate fi vorba de o limitare a lor. Cantitatea globală de plastic din resurse naturale a fost de numai 0.36 milioane de tone în 2007. Cu toate acestea, piața a crescut puternic între 2003 și 2007 (aproximativ 40% pe an). În 2011 aceasta a ajuns la 1,16 milioane de tone, conform Institutului European de Bioplastice și Biocompozite (IfBB). Înlocuirea plasticelor petrochimice cu bioplastice este estimată la 90%, demonstrând potențialul enorm al plasticului din resurse regenerabile. La nivel mondial, se așteaptă o creștere a cantității de materiale plastice bazate pe resurse regenerabile până la 3.45 milioane de tone în 2020 [5].

2.2. Definiție

Este foarte greu să se definească termenul de Biopolimeri sau Bioplastic. Foarte multă vreme plasticele tradiționale biodegradabile au fost numite și ele „Bioplastice” deoarece biodegradabilitatea era văzută drept cea mai importantă caracteristică a materialelor plastice. Însă materialele plastice biodegradabile pot fi produse atât din resurse naturale cât și din resurse petrochimice. De asemenea, există materiale plastice provenite din resurse naturale care nu sunt biodegradabile, însă importanța lor este tot mai crescută datorită consumului mic de CO₂ în urma producerii lor. Astfel s-a creat, și încă mai există, o confuzie între termeni ca „biopolimeri”, „bioplastic”, „plastic din resurse naturale” sau „plastic biodegradabil”.

Prin Biopolimeri înțelegem materiale polimerice, care sunt fie produse din materii prime regenerabile, care pot fi sau nu biodegradabile, sau care sunt produse din combustibili fosili dar care sunt biodegradabili [13].

Materialele Bioplastice reprezintă o subgrupă a acestor biopolimeri, fiind doar materialele produse în totalitate din resurse bio sau regenerabile, care pot fi sau pot să nu fie, biodegradabile sau compostabile.

Deși atât în America cât și în Europa s-a început standardizarea acestor termeni, încă nu există o definiție care să fie acceptată în toată lumea. Singurele standarde în ceea ce privește materialele plastice acoperă mai mult caracteristicile de biodegradabilitate (ASTM D6868) sau compostabilitate (ASTM D 6400 sau EN 13432). Nu există însă o legislație care să stabilească ce procent de materie primă din resurse regenerabile trebuie să conțină un material pentru a fi denumit bioplastic sau biopolimer, motiv pentru care, de cele mai multe ori, producătorii profită și își numesc produsele lor ca fiind bioplastice având doar un conținut minim de resurse naturale [16]. Mai multe despre clasificarea și legislația în vigoare a materialelor bioplastice în următoarele capitole.

2.3. Clasificarea diferitelor categorii de materiale bioplastice

Având în vedere multitudinea de termeni care sunt folosiți pentru descrierea materialelor plastice considerăm necesar să facem o clasificare a acestor materiale despre care se vorbește tot mai mult în industrie.

Cele doua mari categorii de plastice sunt cele obținute din materiale petrochimice și cele obținute din materiale din resurse regenerabile. Ambele feluri de plastic pot fi biodegradabile sau nu. Se trage deseori concluzia greșită că materiale plastice convenționale nu sunt biodegradabile.

Prin urmare, putem împărți Biopolimerii în 3 subcategorii diferite [13]:

- Biodegradabili pe bază de materii prime regenerabile;
- Nedegradabili pe bază de materii prime regenerabile;
- Biodegradabil pe bază de pe petrol.

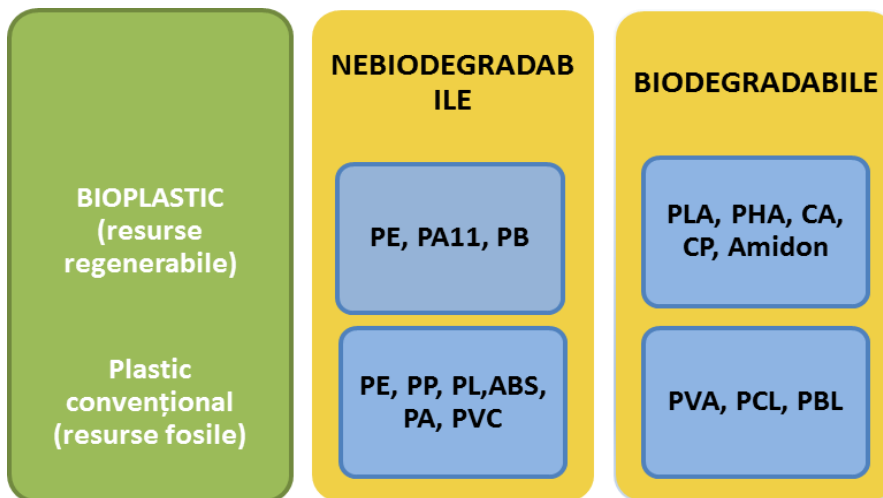


Figura 2.3.1 Categorii de materiale plastice

Daca înțelegem materialele bioplastice ca fiind biopolimeri din resurse regenerabile, atunci putem să le diferențiem în funcție de originea lor:

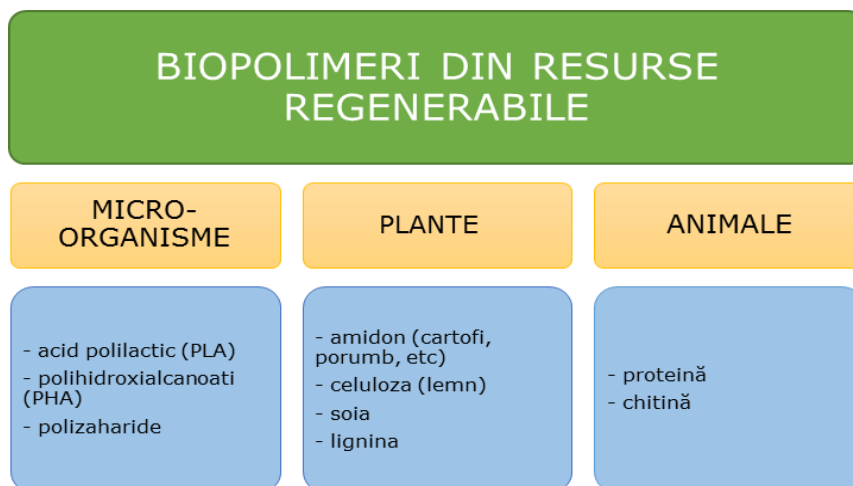


Figura 2.3.2 Biopolimeri în funcție de originea lor

În funcție de modul în care sunt obținuți acești biopolimeri, clasificarea se prezintă în figura 2.3.3.

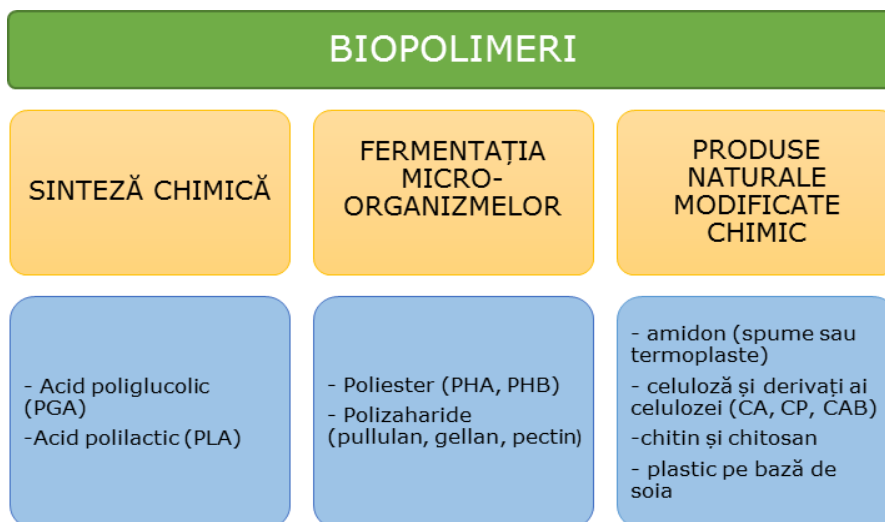


Figura 2.3.3 Clasificare după modul de obținere

2.4. Proprietățile celor mai importante materiale bioplastice

Pentru producerea Biopolimeriilor există diferite abordări.

Biopolimeri ne-degradabili pot fi obținuți, de exemplu, prin modificarea chimică a materiilor prime regenerabile. Dintre aceștia fac parte celuloza și latexul natural.

Biopolimerii degradabili sunt compuși în cea mai mare parte din zaharuri, amidon, celuloză, grăsimi/uleiuri, proteine și lignină. Ca metode de fabricare a unor astfel de materiale plastice pot fi amintite, printre altele, biosinteza directă sau sinteza chimică a materialelor biotehnologice. Biopolimerii pe bază de produse petrochimice, precum petrolul sau gazele naturale sunt modificați în timpul procesului de fabricare, pentru ca aceștia să nu fie deosebit de rezistenți la factorii externi ai mediului și să se degradeze sau să se descompună.

În ciuda defavorizării prin utilizarea plasticelor convenționale, utilizarea biopolimerilor oferă o serie de avantaje [17]. Acestea includ, printre altele:

- neutralitate CO₂,
- menajarea resurselor fosile limitate,
- disponibilitatea pe scară largă,
- cercetările în domeniul biopolimerilor sunt finanțate de către stat,
- prelucrarea lor este posibilă utilizând procesele tehnologice folosite și pentru plasticele convenționale.

Pe de altă parte, prezintă și următoarele dezavantaje:

- proprietățile mecanice ale biopolimerilor nu sunt întotdeauna suficiente,

22 Stadiul actual, clasificare și tendințe ale materialelor bioplastice - 2

- e nevoie de cercetări mai ample/costisitoare,
- riscul apariției concurenței față de piața produselor alimentare și totodată creșterea prețurilor la alimente odată cu utilizarea de zaharuri sau amidon pentru producerea biopolimerilor,
- producție costisitoare.

Tabelul 2.4.1 prezintă o selecție a celor mai importanți biopolimeri și unele aplicații ale acestora.

Grupa	Polimeri	Aplicații
Nedegradabili, pe bază de materii prime regenerabile.	PLA (Polylactide) Derivați din amidon Derivați din celuloză (CA, CP)	→ Ambalaje → Pahare de iaurt, ghivece de flori → Tastaturi
Biodegradabili, pe bază de materii prime regenerabile.	PHB (Polyhydroxybutyrat) PHA (Polyhydroxyalkonat)	→ Capsule pentru medicamente → Ambalaje, Implanturi
Biodegradabili, pe bază de petrol.	- PVAL (Polyvinylalkohol) - PVB (Polyvinylbutyral) - PCL (Polycaprolacton)	→ Film de mulci → Folii → Ambalaje

Tabelul 2.4.1 Compilație a celor mai comuni biopolimeri [13, 18]

Tabelul 2.4.2 prezintă o comparație a caracteristicilor unora din cele mai comune materiale plastice convenționale și ale biopolimerilor.

Polimeri	Densitate [g/cm ³]	Modulul Young [Mpa]	Rezistență la tracțiune [Mpa]	Preț [€/kg]
PP (Polipropilenă)	0,9 - 0,92	1300 - 1800	25 - 40	1
PE-HD (Polietilenă)	0,94 - 0,96	600 - 1400	18 - 30	0,8
PA 6 (Poliamidă 6)	1,12 - 1,14	1500 - 3200	70 - 90	2
PLA (Polilactidă)	1,25 - 1,3	2500 - 7800	10 - 60	3-5
CAB (acetobutirat de celuloză)	1,16 - 1,22	800 - 2300	20 - 55	3-5
CA (acetat de celuloză)	1,26 - 1,32	1000 - 3000	25 - 55	3-5
CP (Propionat de celuloză)	1,17 - 1,24	1000 - 2400	20 - 50	3-5

Tabelul 2.4.2 Comparație între materialele plastice convenționale și biopolimeri [13, 17, 18]

2.4.1. Derivați ai celulozei

Celuloza este unul din cei mai abundenți biopolimeri de pe pământ. Este constituenul major al pereților celulelor de plante, mai mult de jumătate din carbonul organic de pe pământ se găsește în celuloză. Celuloza a fost descoperită pentru prima dată în 1838 de către chimistul francez Anselme Payen care a izolat-o

din starea sa cristalină în microfibrile prin extracție chimică [19]. Sursele de celuloză cele mai răspândite sunt lemnul, cânepa și bumbacul. Se pot distinge două grupe principale de materiale pe bază de celuloză: compozite celulozice- potrivite numai pentru armare și derivați de celuloză- procesabili termoplastic care pot fi utilizați pentru extrudare și turnare. Prima dintre aplicațiile sale a fost pentru producerea foliilor de celofan, ajungându-se ca utilizarea cea mai comună de celuloză să fie pentru folii flexibile. Datorită permeabilității sale reduse la aer, uleiuri, unsori, bacterii și apă, este foarte utilă pentru ambalarea produselor alimentare. Compușii de celuloză termoplastă sunt foarte importanți datorită unor seturi de calități unice pe care le dețin. În general aceștia posedă o rezistență mecanică foarte mare împreună cu o rezistență bună la impact. Printre acești derivați ai celulozei care sunt termoplastici se numără CA, CP, CB, CN, CAB sau CAP. Este un material rezistent la razele UV, transparent, translucenț și disponibil într-o gama largă de culori cu o suprafață foarte lucioasă.

Nivelul de esterificare determină solubilitatea și compatibilitatea cu plastifianți având în final și impact asupra proprietăților mecanice. În general, ponderea plastifianților este 5-35%, cu cât procentul e mai mare și calitățile termoplaste cresc, însă scade rata de biodegradare. Datorită naturii lor hidrofile, derivații de celuloză trebuie să fie uscați apriori. În altă ordine de idei, plastifianții au un impact mare și asupra temperaturii de topire.

Datorită calităților apropiate de ale materialele convenționale și a bunei procesări prin turnare prin injecție, pentru studiul din prezenta teză a fost ales propionatul de celuloză (CP).

2.4.2. Amidon

După prezența în natură, amidonul este al doilea material ca abundență, după celuloză.

Amidonul face parte din grupul polizaharidelor și este un amestec de 20-30% amiloză și 70-80% amilopectină.

La începuturile biopolimerilor, în anii '80, foarte multe materiale se bazau pe amidon.

Pentru a putea fi folosit, amidonul este de regulă amestecat, deoarece altfel nu este un material viabil. Amidonul termoplast are un grad foarte mare de absorbție a apei, practic este solubil în apă, proprietățile mecanice se schimbă în timp și are o rată mare de contracție după procesarea prin injecție [20]. De aceea este cel mai des folosit în amestec cu alte materiale, pentru a-i întări rezistența, a reduce costurile, sau a-i crește rata de biodegradabilitate.

Datorită naturii higroscopice a acestui material, nu e folosit în aplicații care impun o durată lungă de viață. De aceea majoritatea aplicațiilor se regăsesc în agricultură, pentru folii sau plase.

În funcție de conținutul de amidon sau de aditivi și de proporțiile din fiecare material, proprietățile unui termoplast pe bază de amidon pot varia foarte mult, iar acestea se împart pe 3 grupe [21]:

- Amestec cu un conținut scăzut de amidon ($\approx 10-20\%$)
- Amestec cu un conținut mediu de amidon ($\approx 40-60\%$)
- Amestec cu un conținut mare de amidon (foarte rar) ($\approx 90\%$)

2.4.3. Acid polilactic (PLA)

Acidul polilactic este unul din materialele cu un potențial foarte mare. Este un polyester care se obține prin sinterizare chimică din resurse naturale, cum ar fi amidon din porumb, tapioca sau trestie de zahăr. Datorită procesabilității și biodegradabilității foarte bune a devenit un material foarte popular în industria ambalajelor acoperind 40% din materialele bioplastice folosite pentru ambalaje [22].

Este un material cu multe calități, printre care: modulul de elasticitate ridicat, este compostabil, este rezistent la alcool, apă, grăsime și ulei, are un grad mic de cristalinitate, este aprobat pentru contactul direct cu alimentele. În ciuda multiplelor calități, are și anumite defecte: este destul de problematică folosirea în matrițe de injecție – deși posibilă, este foarte hidrofil, permite trecerea vaporilor prin material și este foarte casant dacă nu sunt adăugați aditivi.

Cel mai cunoscut producător de PLA, care a început producția în 2001 și momentan aproape deține monopolul, este NatureWorks LLC și producea 140,000 de tone pe an în 2011 [16][21].

2.4.4. Bio-Poliesteri (PHA și PHB)

Poliesterii ca Polihidroxiclcanoți sau Polihidroxi-butirați pot fi atât materiale termoplaste cât și elastomeri. Sunt produși în natură prin fermentația bacterilor. Se deosebesc prin rezistență la tracțiune de 40 MPa, similară cu a polipropilenei și temperaturi de topire cuprinse între 40°C și 180 °C. Totuși, un PHA în stare pură, este foarte dur și casant, de aceea, pentru a-i reduce cristalinitatea, acesta este sintetizat chimic cu acid valerianic. Prin adăugare de acid valerianic scade modulul de elasticitate, temperatura de topire și temperatura de tranziție în stare vitroasă, în timp ce rezistența la rupere crește [23].

Datorită prețului foarte mare, aceste materiale bioplastice nu ocupă o cotă foarte mare din piața de biopolimeri. Metabolix, cu produsul sau Mirel, este una dintre cele mai mari firme producătoare de PHA.

2.4.5. Bio-PE, Bio-PA, Bio-PUR

Aceste materiale fac parte din a treia generație de biopolimeri și majoritatea lor se află încă în cercetare.

Încă nu sunt disponibile caracteristicile exacte ale materialului, dar putem presupune că bio-poli-etilena, bio-poli-propilena, bio-poli-amidele sau bio-poli-uretanele sunt foarte apropiate de plasticele convenționale cărora le și poartă numele conținând în plus prefixul „bio”.

2.5. Materiale bio-compozite armate cu fibre naturale

Biocompozitele sunt o clasă nouă de materiale care, de cele mai multe ori, sunt incluse în categoria WPC (wood plastic composite – compozit lemn plastic) sau NFC (natural fibre composite – compozit cu fibre naturale).

De fapt, biocompozitele sunt un derivat al materialelor bioplastice, având la bază o matrice dintr-un material bioplastic, fibre naturale de armare și aditivi (uneori), care se preferă să fie obținuți tot din biomasă.

Folosirea materialelor plastice armate cu fibre naturale în industrie, este limitată în momentul de față [24], dar până în 2020 această cantitate ar putea fi mai mult decât dublată. De fapt, părțile interioare ale automobilelor sunt deja fabricate din materiale bio-compozite armate cu fibre naturale în proporție de 30-80%, mai ales cu scopul de a reduce masa vehiculului. Un alt avantaj este o reducere semnificativă a emisiilor de CO₂, de ordinul a 30 % sau mai mult, odată cu înlocuirea materialelor plastice și a fibrei de sticlă cu aceste bio-compozite. Fibrele naturale pot îmbunătăți matricea de plastic ecologic, la costuri reduse și cu beneficii suplimentare pentru mediu. Asociația pentru Cânepă Industrială Europeană (EIHA) va prezenta în curând un ciclu de evaluare specific Meta-Life pentru bio-compozitele cu fibre de cânepă pentru a demonstra avantajele de mediu. Mai mult decât atât, Comisia Europeană sprijină deja dezvoltarea de bio-compozite prin finanțarea cercetării și dezvoltării în acest domeniu [25].

Cele mai importante întrebări în momentul de față sunt pentru pânze sau pâsle din fibre naturale, cu matricea termoplastică sau termorigidă din materiale plastice convenționale.

Cel mai utilizat proces de fabricație pentru componentele mai sus menționate este formarea prin compresiune. Aplicații se găsesc în principal în industria de automobile. Astfel, podeaua de la un Mercedes A-Class este produsă din polipropilena (PP) armată cu fibre de cânepă și este fabricată prin procesul de extrudare prin impact [26]. De asemenea, există deja unele utilizări folosind procese de injecție pentru materiale plastice armate cu fibre naturale. Cu toate acestea, materialul matricei în cazul procesului de injecție, este limitat în foarte mare măsură la PP [27]. Acest lucru se datorează sensibilității termice a fibrei naturale care permite doar o temperatură scăzută de procesare. PP este prelucrat prin turnare prin injecție, la o temperatură de aproximativ 200 ° C [28], care este sub temperatura de descompunere a multor fibre naturale [29, 30]. Exemple de componente turnate prin injecție sunt, printre altele, rotoarele de ventilator, carcasele de CD-uri sau piesele de mici dimensiuni.

Un alt mod de a produce materiale plastice armate cu fibre naturale este reprezentat de așa-numitele "compozite lemn-plastic" (WPC). Proporția de fibre în WPC este semnificativ mai mare decât la alte materiale plastice armate cu fibre naturale, acestea pot ajunge până la 80% din masa totală [26].

Principalul procedeu tehnologic de obținere a WPC este extrudarea. Astfel, se obțin, de exemplu, podele pentru terase, lambriuri sau rafturi.

Cu toate acestea, biopolimerii armați cu fibre naturale nu sunt foarte des întâlniți în aplicații practice. Excepții sunt, de exemplu carcasele pentru dispozitivele mobile din PLA cu un conținut de 20% fibre de Kenaf (*hibiscus cannabinus*) sau casete de bijuterii realizate din PLA cu un conținut de 50% fibre de cânepă. Motivul pentru această utilizare limitată, pe lângă prețul ridicat și absorbția mare de apă, îl reprezintă și experiența limitată a industriei cu privire la caracteristicile de performanță și de fabricație.

Totuși, numeroasele studii și cercetări vizează îmbunătățirea proprietăților acestor materiale și, pe cât posibil, să aibă o componentă bazată pe resurse regenerabile cât mai mare. Una din direcțiile de cercetare are ca obiect fibrele naturale: lungimea optimă a fibrelor, tratamentele la care sunt supuse, etc. În plus, noi aditivi pe bază de biomasă, care să le confere proprietăți ignifuge și biocide, sunt

în curs de dezvoltare la nivel global. În paralel, și componența matricei din bioplastic, este crucială pentru viitorul materialelor biocompozite.

Materialul pe care dorim sa-l folosim pentru matrice trebuie să îndeplinească câteva criterii pentru a fi potrivit cu experimentele noastre. În primul rând trebuie să fie termoplast pentru a putea fi procesat prin turnare prin injecție. Domeniul de temperatură de prelucrare, la rândul lui, trebuie să fie adaptat la pragul de deteriorare termică a fibrelor naturale. Temperatura de procesare trebuie, prin urmare, să fie de maximum 210 ° C, materialul trebuie să aibă o vâscozitate de topire scăzută. Pentru a îndeplini și misiunea ecologică pe care ne-am asumat-o, materialul plastic trebuie să fie obținut din resurse regenerabile, deci un bioplastic. Propionatul de celuloză (CP) îndeplinește aceste caracteristici și chiar are anumite proprietăți foarte similare cu plasticele convenționale.

2.6. Fibre naturale de armare

Pe lângă biopolimeri, ca o alternativă ecologică la materialele plastice convenționale, în ultimii ani sunt aduse în prim-plan fibre de armare pentru compozite din resursele naturale.

Fibrele produse industrial sunt foarte căutate datorită avantajelor lor, cum ar fi capacitățile de producție și rigiditatea, respectiv rezistența mecanică mare. De aceea, există încă o mare cerere în multe domenii. Totuși, ele prezintă și câteva aspecte negative. Printre acestea se numără costul ridicat de producție, dar și câteva dezavantaje ce țin de sănătatea și siguranța în muncă, cum ar fi iritarea pielii sau boli pulmonare [29].

Din aceste cauze, fibrele naturale obținute din plante devin din ce în ce mai căutate pentru aplicații tehnice:

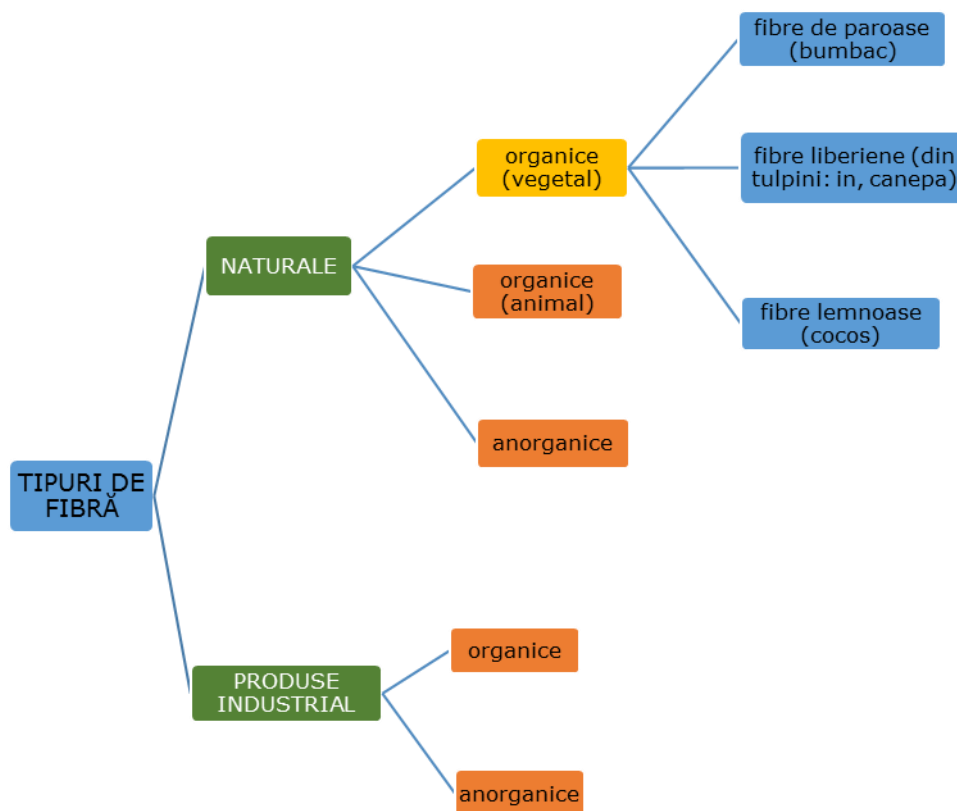


Figura 2.6.1 Tipurile de fibre naturale de armare existente [31, 32]

Fibrele liberiene și fibrele de lemn de esență tare, având o rezistență ridicată sunt, prin urmare, foarte potrivite ca fibre de armare. În zona Europei Centrale, cele mai utilizate fibre din grupul de fibre liberiene sunt cele obținute din in și cânepă deoarece acestea sunt cele mai răspândite culturi. Fibrele de origine animală nu sunt potrivite ca fibre de armare [32]. Azbestul, deși este o fibră minerală din familia silicaților, nu este indicat, ba chiar folosirea lui este interzisă în unele țări și în întreaga Uniune Europeană datorită efectelor negative și anume a efectului cancerigen al fibrelor de azbest. Ar trebui să subliniem că, în prezent, în domeniul fibrelor naturale, există proiecte importante cu privire la modificarea fibrei naturale cu enzime (biotehnologie) sau tratamente cu ultrasunete ori cu plasmă pentru a realiza o mai bună compatibilitate cu materialele bioplastice .

Fibrele naturale aduc următoarele avantaje [17, 33]:

- Disponibile din abundență fiind resurse regenerabile,
- Producție ecologică și consum redus de energie,
- Rezistență electrică bună și proprietăți mecanice bune,

- Densitate joasă,
- Acțiune abrazivă scăzută și, prin urmare, prelucrabilitate bună și uzură scăzută a sculelor,
- Fiziologic inofensive,
- Rezistență specifică mare,
- Izolator bun,
- Preț redus.

Ca dezavantaje, menționăm următoarele puncte [29, 30, 32]:

- Rezistență structurală slabă,
- Variații ale proprietăților și a calității,
- Absorbție mare de apă, astfel apărând posibilitatea micro-fisurilor în material,
- Relativ ușor inflamabile,
- Datorită degradării termice, temperaturile și durata de prelucrare sunt limitate,
- Prețul depinde de recolta anuală.

Fibrele de in reprezintă o alternativă foarte des întâlnită pentru a înlocui fibra de sticlă. Tabelul 2.6.1 ilustrează acest lucru. În plus, sunt specificate și alte proprietăți la o selecție de fibre naturale.

Fibră de armare	Densitate [g/cm ³]	Consum energetic [GJ/t]	Modulul Young [Gpa]	Rezistență la tracțiune [Mpa]	Pret [€/kg]
Fibră de sticlă	2,6	30	73	2000-3500	1-1,6
Fibră de carbon	1,4	286	230-240	4000	4-4,5
Fibră de in	1,4	4	60-80	600-1500	0,5-0,6
Fibră de canepă	1,48	-	70	500-900	0,55-0,6
Fibră de iută	1,46	-	10-30	400-800	0,55-0,65
Fibră de sisal	1,33	-	38	600-700	0,6-0,7

Tabelul 2.6.1 Comparația dintre fibre naturale și fibre sintetice [30, 34, 35, 36, 37]

2.7. Cadrul normativ

Luând în considerare toate problemele de mediu, emisiile de gaze cu efect de seră, dar și plasticul care poluează păduri și oceane, corelate cu epuizarea resurselor fosile și fluctuația prețurilor petrolului și gazelor naturale, este lesne de înțeles că la nivel european și global se încurajează înlocuirea materiilor prime convenționale cu resurse regenerabile. Având în vedere cadrul legislativ, directivele

de reglementare și caracterizare a proprietăților, dar în special de gestionare a deșeurilor, este necesar să se adapteze standardelor existente și / sau să se dezvolte noi reglementări / standarde pentru biopolimeri ca un nou grup de materiale.

În Uniunea Europeană de exemplu, prin Directiva 77/2001 [EC/77/2001] și Directiva 30/2003 privind promovarea utilizării energiei din surse regenerabile, se încurajează înlocuirea resurselor convenționale prin utilizarea resurselor regenerabile.

În primă fază, legislația care cuprindea biopolimeri, era orientată doar înspre ambalaje, ele fiind considerate inițial sursa principală pentru deșeurile generate, lucru care s-a dovedit mai târziu doar parțial adevărat. Această imagine proastă a ambalajelor a dus la trendul de produse „bio-degradabile” care pot fi produse și din materii prime petro-chimice. De asemenea, folosirea excesivă a prefixului „bio” de către producători, este de cele mai multe ori greșită –singurul scop fiind comercial, de a câștiga un anume segment pe piață - a dus către nevoia de reglementare prin legislație a acestor termeni și a etichetării corecte a produselor pentru a nu se mai crea această confuzie. Ca o urmare a faptului că legislația era axată doar pe agricultură și ambalaje, deci în special pe pungii, folii sau alte produse similare, majoritatea produselor volumetrice sau solide nu reușesc de cele mai multe ori să îndeplinească standardele.

Limitarea resurselor naturale însă ne-a făcut să realizăm că e mult mai important ca un produs să fie fabricat din surse regenerabile iar abia mai apoi să fie biodegradabil. Desigur, în domeniul ambalajelor, ambele sunt importante. Există mai multe standarde, la nivel național, european și internațional, care definesc compostabilitatea, biodegradabilitatea sau, în cazul special al ambalajelor, produsele realizate din aceste materiale.

În Europa, unul din cele mai cunoscute standarde este EN 13432, care a fost preluat după norma germană DIN V 54900. Norma germană de la care s-a pornit, încă reprezintă un punct de reper pentru alte standarde deoarece reușește să descrie succint și la obiect toate testele, procedurile și criteriile de evaluare. DIN EN 13432 a fost conceput ca un standard anume pentru ambalaje, în special pentru metodele de reciclare a ambalajelor prin compostare sau biodegradare. Această normă este completată de alte două norme subordonate care se referă tot la ambalaje, și anume: DIN EN 13193 și DIN EN 13427. Un alt standard european important este DIN EN 14995. Și acesta oferă un cadru pentru compostabilitate, cu scheme de test și specificații, însă spre deosebire de standardul precedent, acesta definește cerințele pentru materialele plastice în general.

În America, Societatea Americană pentru Testare și Materiale (ASTM) definește cele mai importante trei standarde în ceea ce privește materialele biodegradabile și compostabile astfel: ASTM D6400, ASTM D6868, și ASTM D7081 - 05 care se ocupă de materialele plastice biodegradabile din mediul marin [38]. Standardul ASTM D6400 se referă la specificații pentru materiale plastice compostabile sau produse realizate din aceste materiale. Acesta este un standard general care definește concepte, cerințe sau metode de validare, iar în privința execuției, face referiri la subordonatul său ASTM D6002. ASTM D6868 acoperă toată aria de materiale plastice biodegradabile sau a produselor derivate din acestea, inclusiv ambalaje, folii sau produse laminate. Conform acestor standarde, un plastic biodegradabil este un material plastic care se degradează din cauza acțiunii naturale a microorganismelor cum ar fi bacterii, ciuperci și alge. Un material plastic compostabil este un material plastic, care în timpul compostării este supus degradării prin procese biologice pentru a produce dioxid de carbon, apă, compuși

anorganici și biomasă, la o rată comparabilă cu alte materiale compostabile cunoscute. Astfel nu toate materialele biodegradabile sunt compostabile. Standardul ASTM D7081 se referă și reglementează poluarea din mediul marin. Un alt standard american renumit este ASTM D6866 (¹⁴C Method), care folosește metoda de radiocarbon pentru a determina conținutul bio din orice obiect solid, lichid sau gazos.

În 2008 apare standardul internațional ISO 17088 care este denumit „Definiție a plasticelor compostabile”. Și acesta descrie același principiu de testare ca și ASTM 6400 sau DIN EN 13432, însă el nu se referă exclusiv la materialele plastice pentru ambalaje, ci la materialele plastice în general.

Și în Australia există un standard care definește ambalajele din materiale plastice biodegradabile, AS 4736. Acesta este denumit „Plastice biodegradabile – plastice biodegradabile potrivite pentru compostare și alte tratamente microbiene”. Și în Japonia există standardul GreenPLA, care este foarte asemănător cu DIN EN 13432.

La nivel global există o încercare a tuturor laboratoarelor de certificare de a uniformiza metodele de standardizare și certificare. Acest lucru este extrem de util pentru mediul industrial deoarece se economisește timp și bani. Astfel în 2002 DIN CERTCO (Germania), Japan Bioplastics Association și Biodegradable Products Institute (USA) au semnat o înțelegere prin care își împărtășesc și respectă rezultatele testelor de laborator. Astfel un produs certificat deja în Japonia este recunoscut în Germania de către DIN CERTCO prin simplul fapt că primește rezultatele testelor de laborator din Japonia și doar le verifică. Se scutește timp și mulți bani care s-ar fi irosit altfel pe o nouă testare a aceluiași produs. Acest lucru ajută în special producătorii și mediul industrial.

CAPITOLUL 3. Modelele matematice necesare simulării procesului de injecție. Planificarea experimentelor.

3.1. Modelele matematice necesare simulării procesului de injecție

Turnarea prin injecție este cea mai importantă metodă folosită pentru producerea pe scară largă de componente din plastic. Dacă sunt realizate în matrițe de înaltă precizie, se pot produce forme complexe și piese de calitate ridicată, cu un minim de postprocesare și la un preț scăzut. Prelucrarea prin injecție reprezintă procesul tehnologic prin care materialul plastic, adus în stare de curgere prin acțiunea căldurii, este introdus, sub presiune, în cavitatea unei matrițe (cuib) unde are loc răcirea și solidificarea lui. Odată cu încetarea forței de presare, materialul răcit păstrează forma cavității interioare a matriței în care a fost injectat și din care, după un anumit timp poate fi îndepărtat. Procesul de turnare prin injecție constă în patru etape [39]. În prima etapă, așa-numita fază de umplere, materialul plastic topit este injectat prin mișcarea de avans a șurubului melcat în cavitatea sculei. Urmează apoi faza de presiune ulterioară, adică presiunea exercitată de melc asupra materialului din cavitatea matriței, după umplerea matriței cu material. Această presiune compensează contracția rezultată în urma răcirii materialului topit. A treia etapă, numită fază de răcire, este cea în care topitura de plastic se solidifică complet. Acest lucru este necesar pentru a putea scoate piesa formată din matriță. În ultima fază a procesului de turnare prin injecție matrița se deschide și sistemul de aruncare elimină piesa injectată din matriță. Aplicații se găsesc în toate industriile: variază de la piese mari, cum sunt cele folosite în industria automobilelor (spoilere, borduri de interior), la obiecte mult mai mici, cum sunt carcasa de telefon sau componentele electromecanice (comutatoare electrice sau întrerupătoare).

Simularea celor patru etape descrise mai sus este actualmente o componentă integrantă în proiectare folosind ca instrument pentru modelarea cavității modelului, optimizarea procesului, cât și pentru îmbunătățirea matriței [40]. Simularea proceselor de injecție are ca scop eliminarea rebuturilor, creșterea calității pieselor injectate și diminuarea timpilor și costurilor de fabricație. Acest fapt poate, printre altele, să simuleze umplerea, stabilind numărul și poziția digurilor, dimensionarea culeei și rețelei de alimentare, optimizarea temperaturii sculei, poate determina orientarea fibrei indusă de flux sau poate determina deformările sau contracțiile în timpul fazei de răcire. Pentru simulare este însă nevoie de anumiți parametri de material. Cum materialul nostru nu există deci nu se află în nici o bază de date, trebuie determinați de noi toți parametrii necesari. Determinarea proprietăților bioplasticului este dezvoltată în capitolul 4.

Pentru o mai bună înțelegere, vom parcurge pe scurt în acest capitol calculele de bază care se află în spatele simulării. Din acestea se vor deriva parametri de material necesari pentru simulare. O descriere a soluțiilor numerice ale ecuațiilor prezentate este omisă. Mai multe detalii se găsesc în Zheng et.al. [41]. Ulterior, sunt prezentate metodele experimentale pentru determinarea proprietăților

dorite și acestea sunt apoi aplicate materialului compozit dezvoltat „Propionat de celuloză-fibră de in”.

3.1.1. Faza de umplere și compactizare

Fluxul de material plastic topit, în faza de umplere și compactizare este descris utilizând legi de conservare din mecanică și termodinamică [42]. Printre acestea se numara legea conservării masei substanțelor, legea conservării energiei legea impulsului. Derivațiile lor pot fi găsite în Adams [43].

În simularea turnării prin injecție, se presupune că procesul de curgere este laminar. Următoarele ecuații sunt stabilite în spațiu tridimensional.

Legea conservării masei în forma generală:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot \rho \underline{v} = 0 \quad (3.1)$$

afirmă că masa nu se poate schimba într-o curgere, nici chiar printr-o modificare a densității. Aici $\rho = \rho(x, t)$ este densitatea, supranumită și densitatea topiturii. Debitul este reprezentat de $v = v(x, t)$.

În timpul fazei de umplere, se neglijează schimbarea temporară a densității [41]:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} = 0 \quad (3.2)$$

În faza de umplere, materialul plastic topit este considerat a fi incompresibil. Astfel se aplică ecuația (4.1):

$$\nabla \underline{v} = 0 \quad (3.3)$$

În faza de compactizare se va lua în considerare schimbarea densității [41].

O altă ecuație pentru a descrie fluxul unei topituri este legea conservării impulsului. Aceasta înseamnă că modificarea în timp a impulsului este egală cu rezultanta tuturor forțelor care acționează asupra fluxului. La simularea turnării prin injecție, acestor forțe li se adaugă forțele influențate de volum și de suprafață.

Astfel, legea de conservare a impulsului devine [45]:

$$\frac{d(\rho v)}{dt} + \nabla \cdot \rho v \underline{v} = \nabla \cdot \sigma + \rho g \quad (3.4)$$

Unde $\underline{g} = \underline{g}(x, t)$ este vectorul accelerației gravitaționale. σ este tensorul de tensiune.

În mecanica fluidelor, este obișnuit să se descompună tensorul de tensiune în presiunea hidrostatică și într-un tensor al supratensiunii [43].

Se aplică următoarele:

$$\underline{\sigma} = -p \cdot \underline{I} + \underline{\tau} = \begin{bmatrix} -p + \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{21} & -p + \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{31} & \tau_{32} & -p + \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (3.5)$$

Tensorul \underline{I} este așa numitul tensor unitar, p este presiunea și τ este tensorul de supratensiune. Ecuația (3.5) introdusă în ecuația (3.4) ne dă rezultatul:

$$\frac{\partial(\rho \underline{v})}{\partial t} + \nabla \rho \cdot \underline{v} \underline{v} = -\nabla p + \nabla \underline{\tau} + \rho \underline{g} \quad (3.6)$$

Ecuația (3.6) reprezintă cea mai comună formă a conservării impulsului în simularea pentru turnare prin injecție [44].

Ultima lege de conservare este conservarea energiei. Aceasta afirmă că energia totală nu se modifică într-un sistem închis. Are loc doar o conversie a energiei în diferite forme de energie, cum ar fi transformarea energiei cinetice în energie termică, dar nu se produce și nici nu se pierde energie.

Matematic, conservarea energiei arată în felul următor [46]:

$$\rho \frac{d}{dt} \left(e + \frac{v^2}{2} \right) = \underline{v} \cdot \rho \underline{g} - \nabla p \cdot \underline{v} + \underline{\tau} \cdot \underline{v} - \nabla \underline{q} \quad (3.7)$$

Unde q este densitatea fluxului de căldură. Aceasta se calculează astfel:

$$\underline{q} = -\lambda \nabla T \quad (3.8)$$

unde λ este conductivitatea termică [44]. Energia internă este simbolizată cu e și temperatura T .

Dupa Kennedy [45], în partea stângă a ecuației (3.7) se poate scrie relația:

$$\rho \frac{d}{dt} \left(e + \frac{v^2}{2} \right) = \rho \cdot c_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \underline{v} \cdot \nabla T \right) \quad (3.9)$$

Ecuațiile (3.8) și (3.9) introduse în ecuația (3.7) duc la rândul lor la:

$$\rho \cdot c_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \underline{v} \cdot \nabla T \right) = \underline{v} \cdot \rho \underline{g} - \nabla p \cdot \underline{v} + \nabla \underline{\tau} \cdot \underline{v} + \nabla(\lambda \nabla T) \quad (3.10)$$

După cum s-a menționat mai sus, în faza de umplere, topitura este considerată a fi incompresibilă. Astfel, densitatea topiturii rămâne constantă. În faza de compactizare, această ipoteză nu mai este valabilă și modificarea densității ca rezultat al presiunii și temperaturii sunt efecte ce trebuiesc luate în considerare în calculul de simulare.

Pentru a descrie relația dintre densitate, presiune și temperatură, s-a realizat diagrama $p-v$. Cu ajutorul acesteia și așa-numita ecuație TAIT este posibilă o descriere matematică.

După Zheng et.al. [41] ecuația TAIT este:

$$v(T,p) = v_0(T) \cdot \left[1 - C \cdot \ln \left(1 + \frac{p}{B(T)} \right) \right] + v_t(T,p) \quad (3.11)$$

Unde v este volumul specific, care este calculat ca inversul densității. Coeficientul C este constant, având o valoare de 0,0894.

Temperatura se notează cu T și presiunea p , $v_0(T)$ și este dată de:

$$v_0(T) = b_{1,s} + b_{2,s} \cdot (T - b_5) \quad \text{dacă } T \leq T_{\text{trans}}$$

respectiv (3.12)

$$v_0(T) = b_{1,m} + b_{2,m} \cdot (T - b_5) \quad \text{dacă } T > T_{\text{trans}}$$

Indicele m indică o topitură și indicele s starea solidă a unui material plastic. Pentru $B(T)$ funcția este:

$$B(T) = b_{3,s} \cdot \exp[-b_{4,s} \cdot (T - b_5)] \quad \text{dacă } T \leq T_{\text{trans}}$$

respectiv (3.13)

$$B(T) = b_{3,m} \cdot \exp[-b_{4,m} \cdot (T - b_5)] \quad \text{dacă } T > T_{\text{trans}}$$

Pentru polimerii amorfi funcția $v_t(t, p)$ este zero.

Pentru materiale plastice semi-cristaline, se aplică următoarele relații:

$$v_t(T,p) = b_7 \cdot \exp[b_8 \cdot (T - b_5) - b_9 \cdot p] \quad \text{dacă } T \leq T_{\text{trans}}$$

respectiv (3.14)

$$v_t(T,p) = 0 \quad \text{dacă } T > T_{\text{trans}}$$

Variabila T_{trans} se numește temperatură de tranziție vitrosă.

Acest lucru se aplică în ecuația TAIT:

$$T_{\text{trans}} = b_5 + b_6 \cdot p \quad (3.15)$$

Semnificația coeficienților b_i ($i = 1, 2, 5$) este prezentată în figura 3.1.1.

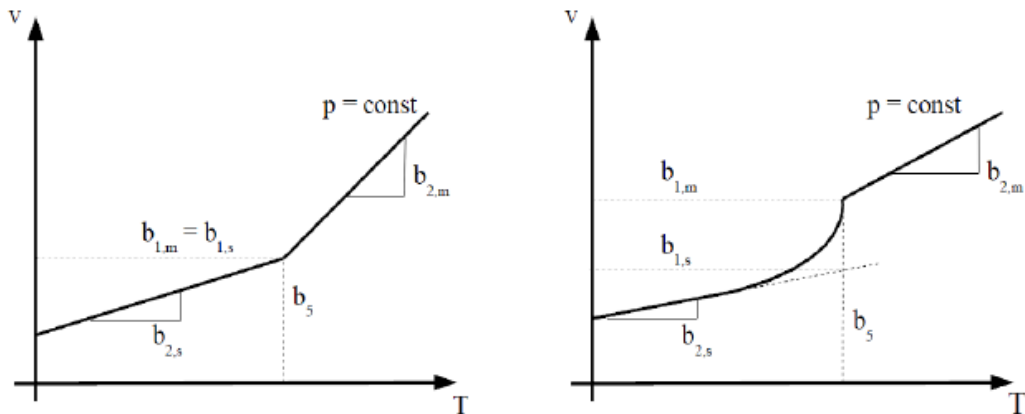


Figura 3.1.1 Diagrama $p-v-T$ pentru materiale plastice amorfe (st.) sau parțial cristaline (dr.)

Coeficientul b_5 desemnează temperatura de tranziție vitroasă la presiunea ambiantă și b_6 descrie creșterea lineară a temperaturii de tranziție vitroasă sub creșterea presiunii. În general, curbele $T(v)$ cresc odată cu presiunea, după cum arată și diagrama. Acest decalaj este descris matematic de funcția $B(t)$ și coeficienții B_3 și B_4 .

Pentru a descrie tensorul de stres introdus în ecuația (3.5) este necesară o lege a materialului prin care pot fi legate tensiunile și deplasările. Pentru a obține acest lucru considerăm figura 3.1.2 cu care putem să explicăm forfecarea unui debit care apare, în principal, la prelucrarea materialelor plastice.

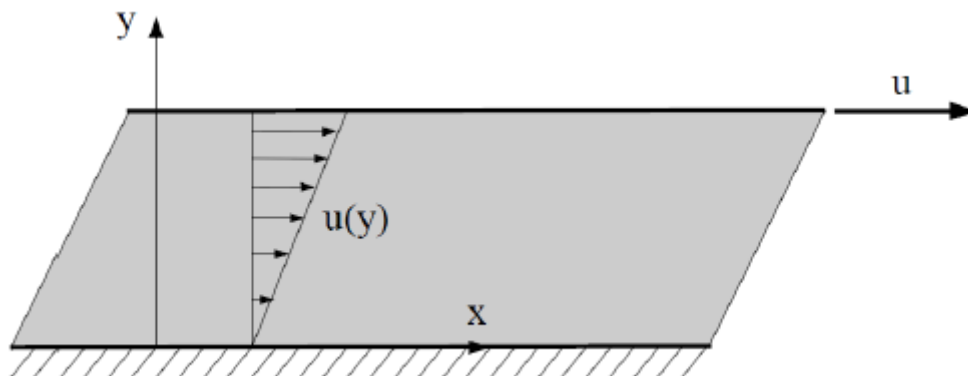


Figura 3.1.2 Modelul de forfecare la curgerea fluidului

Între cele două plăci se afla fluidul. Placa inferioară este fixată în timp ce placa superioară se mișcă cu o viteză u . Forfecării cauzate de deplasarea care implică un flux paralel în direcția x i se opune o rezistență a tensiunii de forfecare fluidă. Aceasta este dependentă de viteza de forfecare:

$$\dot{\gamma} = \frac{du}{dy} \quad (3.16)$$

și se calculează cu

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (3.17)$$

Ecuția (3.17) reprezintă legea de material exprimată ca o dependență liniară dintre viteza de forfecare și vâscozitate [47]. Constanta de proporționalitate η se numește vâscozitate, respectiv vâscozitate la forfecare și este o măsură pentru frecarea internă și implicit o măsură pentru capacitatea de curgere a unui fluid. Pentru fluide newtoniene (de exemplu apa) aceasta este constantă. Plasticul topit nu are un comportament newtonian. Vâscozitatea nu este constantă, ci depinde de viteza de forfecare, de presiune, de temperatură și de tipul de topitură [42]. Efectul presiunii este neglijat [45]. Cu cât este mai mare, cu atât e mai vâscos fluidul.

Pentru descrierea matematică a acestei dependențe, se utilizează așa-numitul model CROSS-WLF.

Cu ajutorul acestui model pot fi obținute, prin experimente, diagrama tensiunii de forfecare și rata de forfecare, care sunt de asemenea descrise matematic ca și curbe de vâscozitate.

Folosind exemplul din figura 3.1.3, modelul CROSS-WLF este explicat în continuare.

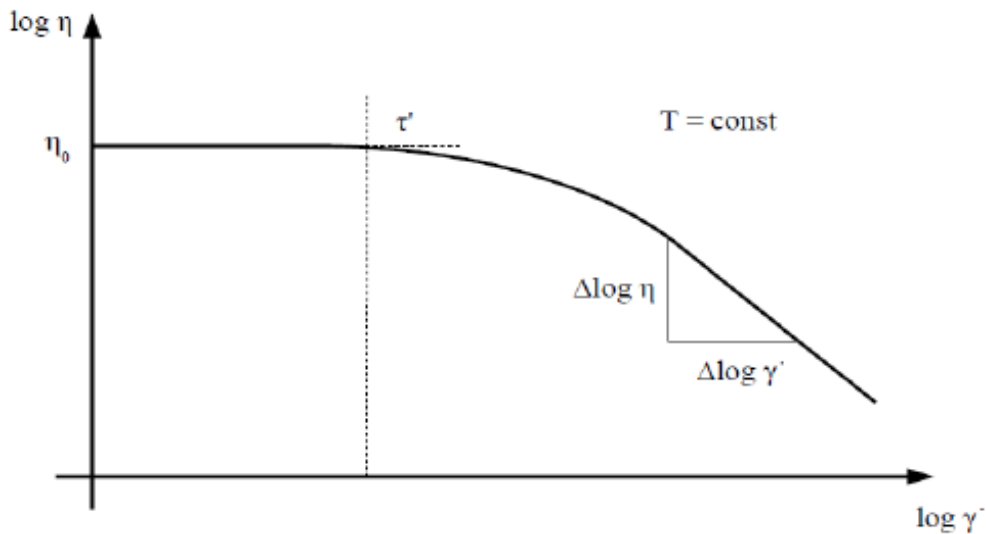


Figura 3.1.3 Curba tipică a vâscozității unui polimer topit [48]

Se dă ca model o curbă de vâscozitate a unei topituri de plastic la o temperatură constantă. Trebuie remarcat faptul că, în mod obișnuit, curba de vâscozitate se trasează într-un sistem de coordonate dublu logaritmic. Curba este construită din două linii drepte și o regiune de tranziție neliniară.

Pentru a descrie curba, este utilizată următoarea ipoteză:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_0 \cdot \alpha_T}{1 + \left(\frac{\eta_0 \cdot \dot{\gamma} \cdot \alpha_T}{\tau'}\right)^{(1-n)}} \quad (3.18)$$

unde η_0 reprezintă vâscozitate zero. Coeficientul τ' corespunde tensiunii de forfecare la intersecția celor două drepte. Pentru a descrie dependența de temperatură, se pleacă de la premisa că la temperaturi diferite curbele de vâscozitate se modifică, dar forma curbelor rămâne aceeași [48].

După Zheng et.al. [41] factorul de schimbare a temperaturii nu depinde de presiune și se calculează după cum urmează:

$$\alpha_T = \exp \left[\frac{-A_1 \cdot (T - T')}{A_2 + T - T'} \right] \quad (3.19)$$

Astfel, curba de vâscozitate se deplasează în jos la temperaturi mai ridicate, iar la temperaturi mai scăzute în sus. În ecuația (3.19) T' este o temperatură de referință și variabilele, punctele A_1 și A_2 , sunt constantele de model.

Din ecuațiile (3.1), (3.6) și (3.10), folosind relația pVT conform ecuației (3.11) și a legii de material conform ecuației (3.17), se pot determina pentru un flux tri-dimensional: densitatea ρ , vectorul de viteză \underline{v} , presiunea și temperatura.

În final, parametrii de material necesari pentru faza de umplere și compactizare sunt:

- Densitatea topiturii ρ
- Capacitatea de căldură specifică c_p
- Vâscozitatea η
- Diagrama pVT

3.1.2. Faza de răcire

Ecuația de bază pentru calcularea temperaturii topiturii este dată de relația (3.10). Pentru a rezolva această ecuație, se consideră [41, 42, 45], că în timpul fazei de umplere topitura de plastic are contact cu aerul ambiant la capătul de curgere.

Astfel se presupune că densitatea fluxului de căldură este egală cu zero conform ecuației (3.8)

$$\underline{q} = -\lambda \nabla T = 0 \quad (3.20)$$

Această presupunere nu corespunde realității. În timpul procesului de răcire, materialul, atât în stare lichidă, cât și solidă, are contact cu suprafața matriței. Pentru calcularea câmpului de temperatură, se dă fluxul de căldură din matriță, care este cunoscut:

$$\lambda \nabla T = \alpha \cdot (T_{\text{perete}} - T) \quad (3.21)$$

Astfel, T_{perete} este temperatura la suprafață a instrumentului. Factorul de proporționalitate a fluxului de căldură și diferența temperaturii de topire și a temperaturii peretelui sunt date de coeficientul de transfer termic α între matriță și

topitură. În modelele de calcul pentru simulare, se presupune a fi un transfer de căldură ideal. De aceea este fixat un coeficient de transfer de căldură cu o valoare foarte mare, de 25.000 W/(m²*K) [40]. Nici această presupunere nu reflectă realitatea. După Brunotte [40] valorile cuprinse între 200 și 10.000 W/(m²*K) sunt mai adecvate. După ejecția din matriță, piesa este răcită în continuare sub influența aerului ambiant. Și în acest caz, este utilizată ecuația (3.21), cu un coeficient de transfer termic modificat. Ca o alternativă la ecuația (3.21) se poate presupune că topitura de plastic preia temperatura peretelui matriței.

Temperatura de tranziție vitroasă T_{trans} joacă un rol important pe parcursul calculului procesului de răcire. În simulare, se presupune că atunci când temperatura de topire atinge temperatura de tranziție vitroasă, topitura se solidifică. Acest lucru are o influență mare asupra grosimii stratului de suprafață solidificat. De exemplu, dacă este aleasă o temperatură de tranziție vitroasă care este mai mică decât temperatura reală, se calculează un strat de suprafață excesiv de gros. Acesta va opune o rezistență mai mare la curgere și poate denatura calculul presiunii.

Prin urmare, parametrii de material necesari în faza de răcire sunt:

- conductivitatea termică λ
- temperatura de tranziție vitroasă T_{trans}

3.1.3. Calculele de contracție și deformare

În timpul proceselor de injecție, compactizare și răcire pot apărea tensiuni în piesă, care duc la deformare și contracție [42]. Aceste tensiuni sunt cauzate de o răcire neomogenă a piesei turnate în corelare cu presiunea de compactizare a materialului.

Pentru a calcula tensiunile, este utilizat un model de material vâscoelastic [45]. În acest caz, se presupune că tensiunile de mai sus apar doar sub temperatura de tranziție vitroasă.

După Zheng et.al. [41] modelul de material vâscoelastic, adică dependent de timp, temperatură și viteză, arată astfel:

$$\underline{\sigma}(t) = \int_0^t \underline{D}(t-t') \cdot \left(\frac{\partial \underline{\varepsilon}}{\partial t'} - \alpha \cdot \frac{\partial T}{\partial t'} \right) dt' \quad \text{dacă } T < T_{trans}, \text{ în rest } \underline{\sigma}(t) = 0 \quad (3.22)$$

unde $\underline{\sigma}$ este tensorul de stres, \underline{D} este tensorul de relaxare și $\underline{\varepsilon}$ tensorul coeficientului de dilatare termică. $\underline{\varepsilon}$ este tensorul de întindere, t este timpul curent și t' reprezintă un punct arbitrar în timp. Determinarea modulului de relaxare este în general laborioasă [49]. De aceea se folosesc modelele de genul modelului Maxwell, pentru a descrie comportamentul materialelor vâscoelastice. Acesta nu va fi aprofundat aici. Mai multe detalii, pot fi găsite în Hegemann [49] sau Hufenbach [50]. Ecuația (3.22) permite astfel calculul tensiunilor care apar în faza de răcire.

După ejectarea piesei din matrița de injecție, apar distorsiuni care conduc la deformare și contracție.

Pentru a determina distorsiunea, folosim legea liniară de material [51]:

$$\underline{\sigma} = \underline{E} \cdot \underline{\varepsilon} \quad (3.23)$$

Fiindcă temperatura în zona aruncătorului este mai mare decât temperatura mediului ambiant, și astfel piesa se contractă în continuare, trebuie să fie luată în

considerare tensiunea din ecuația (3.23). În plus se adaugă și tensiunile din ecuația (4.22) deoarece piesa nu poate să modifice geometria cavității matriței. Prin urmare avem ecuația (4.23):

$$\sigma = E \cdot (\varepsilon - \varepsilon^{th}) + \sigma^I \quad (3.24)$$

Tensorul de întindere ε^{th} reprezintă surplusul de întindere cauzat de răcire. Tensorul σ^I este o tensiune inițială și corespunde tensiunii calculate de ecuația (3.22). Ecuația (3.24) determină în cele din urmă întinderile. Astfel, pot fi calculate distorsiunile.

La simularea de turnare prin injecție, de obicei, materialul este considerat transversal izotrop (monotrop). Asta înseamnă în cazul nostru că nu se ține cont de direcția fibrelor din materialul compozit. În schimb, direcția de orientare este dată de direcția de curgere. Astfel, se distinge direcția de curgere și direcția transversală față de direcția de curgere. Acest lucru se aplică pentru tensorul de elasticitate din ecuația (3.24) în cazul tridimensional:

$$E = \begin{bmatrix} 1/E_1 & -v_{21})/E_2 & -v_{21})/E_2 & 0 & 0 & 0 \\ -v_{21})/E_2 & 1/E_2 & -v_{32})/E_2 & 0 & 0 & 0 \\ -v_{21})/E_2 & -v_{23})/E_2 & 1/E_2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(1 + v_{23})/E_2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/G_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/G_{12} \end{bmatrix} \quad (3.25)$$

Același lucru se aplică și pentru tensorul termic de dilatare introdus în ecuația (3.22):

$$\alpha = \begin{bmatrix} \alpha_1 & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_2 & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_2 \end{bmatrix} \quad (3.26)$$

Unde direcția de curgere este marcată cu indexul 1 și direcție transversală față de aceasta cu index 2.

Pentru a calcula contracția se recurge la diagrama pvT explicată.

Figura 3.1.4 prezintă o relație între presiune, volum specific și temperatură pentru un plastic amorf.

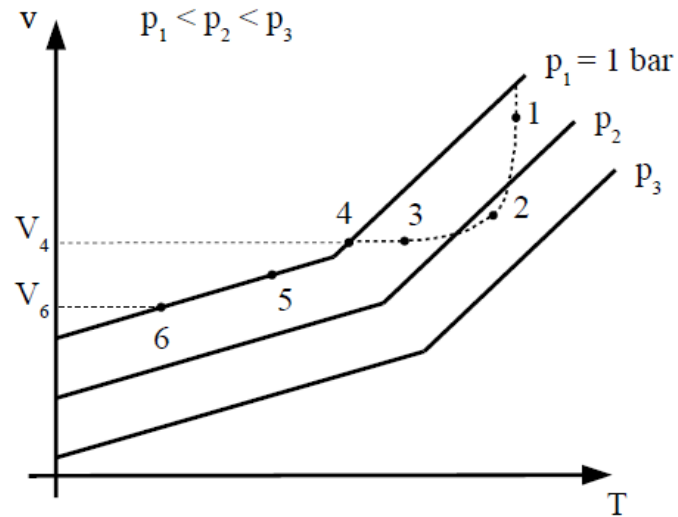


Figura 3.1.4 Con tracția în timpul răcirii [52]

Punctele 1 și 2 reprezintă faza de injecție, în care presiunea ambiantă (P_1) crește la presiunea de injecție. La punctul 2 se trece la presiunea de compactizare care continuă până la punctul 3. În acest moment matrița este închisă, iar în faza de răcire are loc o reducere a presiunii până la punctul 4. Linia dintre 4 și 5 indică răcirea piesei turnate până ajunge la temperatura de demulare. Punctul 6 reprezintă volumul la temperatura ambiantă.

Folosind diferența de volum care apare între punctele 4 și 6, se poate calcula contracția volumetrică:

$$s_V = \frac{V_4 - V_6}{V_4} \quad (3.27)$$

În concluzie, parametrii necesari pentru simularea distorsiunii și contracției sunt:

- coeficientul de dilatare termică a_i (cu $i = 1,2$)
- modulul de elasticitate E_i
- modulul de deformare la forfecare G_{12}
- raporturile Poisson ν_{12} și ν_{23}

CAPITOLUL 4. Cercetări experimentale privind realizarea unui material compozit realizat din resurse naturale

4.1. Obiectivele cercetărilor experimentale

Obiectivele cercetărilor experimentale sunt de a demonstra că se pot realiza materiale din resurse naturale care să reprezinte un substitut bun pentru plasticile convenționale, în încercarea de a proiecta materiale biocompozite care nu dăunează mediul înconjurător. Astfel, scopul experimentului este de a arăta pas cu pas cum se realizează, caracterizează, testează și în final procesează aceste materiale la regimuri optime determinate cu această ocazie. Se argumentează alegerea materialului matrice și a fibrei de armare. Se continuă cu procesul de realizare a biocompozitului prin extrudare și alegerea procentului optim de fibre de armare și descrierea criteriilor care au dus la alegerea noastră. Obiectivul este de a obține un material care să conțină cât mai multe fibre de in, care îmbunătățesc caracteristicile mecanice ale biocompozitului și, per total, scad prețul acestuia. După obținerea materialului biocompozit se realizează toate testele mecanice necesare pentru caracterizarea completă a materialului biocompozit realizat. Aceste date sunt necesare pentru introducerea în programul de simulare Moldflow. Astfel se poate realiza simularea procesului de injecție pentru ca mai apoi să realizăm efectiv piese prin turnare prin injecție.

În final obținem un biocompozit nou, complet caracterizat, care poate fi folosit în continuare pentru viitoare aplicații și cercetări.

4.2. Materialul compozit produs din resurse regenerabile

4.2.1. Matricea. Propionat de celuloză

Pentru dezvoltarea unui compozit din resurse regenerabile, materialul folosit ca matrice în această lucrare este propionatul de celuloză CP. Este un ester organic care se obține cu ajutorul unui reagent, în acest caz acidul propionic. Este un material termoplast, amorf și transparent. Din păcate, CP-ul nu se poate folosi dacă nu sunt folosiți și plastifianți, caz în care s-ar dezintegra înainte să ajungă la temperatura de topire. Ca și plastifianți se folosesc ftalații, care scad drastic temperatura de topire în stare vitrioasă și reduc proporția regiunilor cristaline [53]. Din păcate acești plastifianți nu sunt naturali, fapt ce scade proporția de materii prime regenerabile per ansamblu [54]. Ca exemplu, acetatul de celuloză CA conține aproximativ 40% plastifianți, și deși este un material foarte utilizat, acest lucru a reprezentat unul din principalele motive pentru care l-am eliminat. În contrast, CP-ul conține între 9% și 20% plastifiant, 13% în cazul celui ales de noi.

Primul motiv în alegerea acestui material este faptul că e un material termoplast bun, comparabil cu materialele plastice convenționale. Astfel, putem realiza un material care să poată fi folosit cu ajutorul tehnologiilor uzuale, în cazul nostru injecția în matrice. În același timp, acest proces trebuie să fie adaptat la temperatura de lucru a fibrei, pentru a nu o arde. Astfel temperatura de 210°C a

însemnat limita superioară de lucru a materialului ales. Un alt motiv care întărește această alegere se datorează proprietăților mecanice relativ bune care se situează cam la același nivel cu alte plastice convenționale folosite în mod uzual, cum ar fi polietilena PE sau polipropilena PP – vezi Tabelul 2.4.2. Un alt factor care a determinat alegerea propionatului de celuloză, îl constituie faptul că celuloza nu este un concurent al produselor alimentare, cum se întâmplă în cazul acidului polilactic (PLA) care este obținut din glucoză [11].

După cum se poate recunoaște din titlu, materia primă pentru CP este celuloza, care se găsește în natură; alături de lignină și pectină formează pereții celulelor vegetale și conferă plantei rezistență mecanică și elasticitate [18]. Propionatul de celuloză este obținut prin esterificarea celulozei cu acidul propionic [28] (a se vedea figura 4.2.1). Astfel se obține un material termoplast vâscos, amorf.

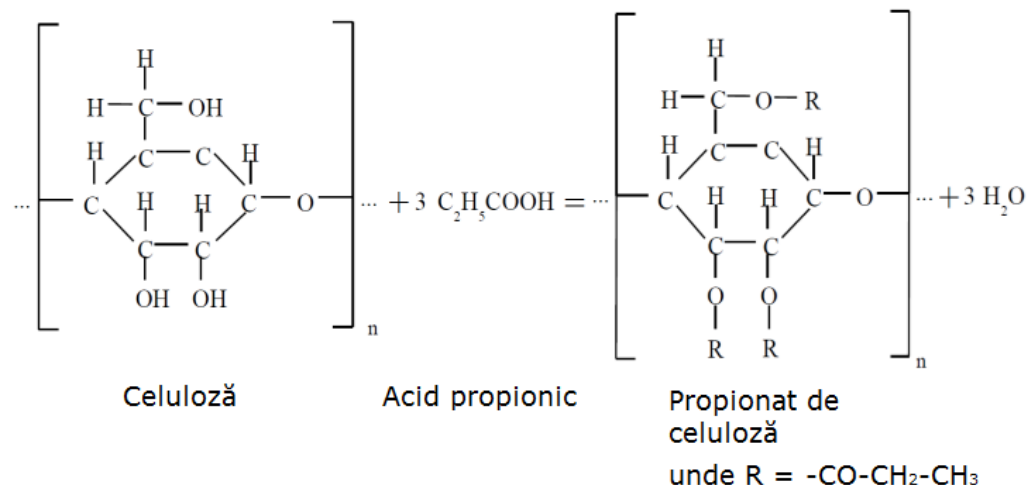


Figura 4.2.1 Obținerea de propionat de celuloză din celuloză și acid propionic [13]

Acestea sunt materiale termoplaste amorse, ale căror proprietăți sunt influențate de natura substituenților și a plastifianților utilizați. Fără adăugarea de plastifianți, esterul de celuloză nu poate fi procesat, deoarece punctul său de topire este mai mare decât temperatura de descompunere a fibrelor. Plastifianți adecvați sunt esteri ai acidului ftalic și esteri ai acizilor dicarboxilici aromatici și alifatici [54], care însă sunt de natură sintetică. Proporția de materii prime regenerabile scade astfel odată cu creșterea conținutului de plastifiant, lucru care în cazul de față nu poate fi evitat [55].

În practică, plastifiantul încorporat în acetatul de celuloză este de până la 40%, pentru propionatul de celuloză însă, conținutul de plastifiant este, de obicei, între 9% din masă și 20% din masă. În lucrarea de față, propionatul de celuloză utilizat este "Cellidor CP 300-13" obținut de la compania Albis Plastic GmbH (figura 4.2.2), care este furnizat sub formă de granule. Polimerul are un conținut de plastifiant de 13% și este adecvat pentru extrudare și turnare prin injecție [56].

Esterii de celuloză se caracterizează prin următoarele proprietăți interesante:

- rezistență mare și rezistență la impact,
- suprafață lucioasă, aderență bună, confortabili la atingere,

- sensibilitate redusă la zgârieturi din cauza elasticității mari a suprafeței, efect de auto-lustruire,
- transparență,
- încărcare electrostatică scăzută -> praful nu aderă la suprafață,
- capacitate ridicată de amortizare acustică,
- fluiditate bună,
- nu se fisurează ușor.

Cel mai mare dezavantaj al acestor materiale este absorbția apei. De aceea, esterii de celuloză nu joacă un rol important în industria de automotive. Aplicații în care sunt folosite ar fi, de exemplu, mânere de unelte, rame de ochelari, pixuri sau articole cosmetice. Temperatura joasă de procesare a esterilor celulozei este adecvată pentru procesarea alături de fibre naturale. Un alt dezavantaj al CP-ului este prețul relativ ridicat .



Figura 4.2.2 Propionatul de celuloză "Cellidor CP 300-13" de la compania Albis Plastic GmbH

Deși în general mult mai utilizat este acetatul de celuloză, în comparație cu acesta, propionatul de celuloză are o densitate mai mică , valori de rezistență mai mari, o duritate și rezistență la zgârieturi mai mare, rezistență la temperaturi ridicate și absorbție a apei mai scăzută.

4.2.2. Armătura - fibre de in

Pentru a consolida CP vor fi utilizate ca armătură fibre de in. Fibrele de in se extrag din tulpina plantei cu același nume. Grosimea optimă a tulpinii de in este de 1,3 - 1,7 mm în porțiunea sa mijlocie. Tulpina inului pentru fibre, cu un conținut total de fibre de 22 - 23 %, este mai înaltă și se ramifică puțin la vârș.

După recoltare, uscare, marunțire și selecție, se vor alege fibrele mai lungi care sunt folosite în industria textilă, iar resturile vor fi folosite ca și armături în diferite materiale compozite.

Fibrele utilizate în lucrarea de față au fost furnizate de către Institutul pentru tehnologia lemnului și a hârtiei (Institut für Holz- und Papiertechnik) de la Universitatea Tehnică din Dresda și sunt exemplificate în figura 4.2.3.:

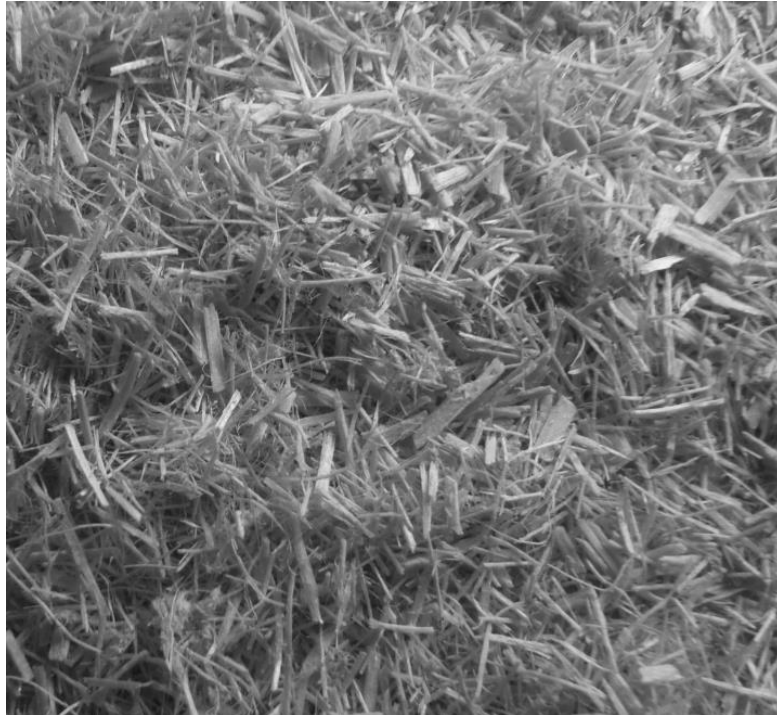


Figura 4.2.3 Fibre de in

Fibrele utilizate au o lungime medie de 3-4 mm. Totuși, diametrul fibrei variază foarte mult (circa 20 microni la 1 mm), iar fiecare fibră individuală are un efect diferit de armare.

4.2.3. Agentul adeziv.

Se renunță la folosirea unui agent adeziv care să lege matricea de armătură. Schäfer [27] a arătat că la armarea propionatului de celuloză cu fibre de in nu este necesar nici un agent de cuplare pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice. Acest lucru este evident în figura 4.2.4, care prezintă suprafața de fracturare a unei probe de tracțiune.

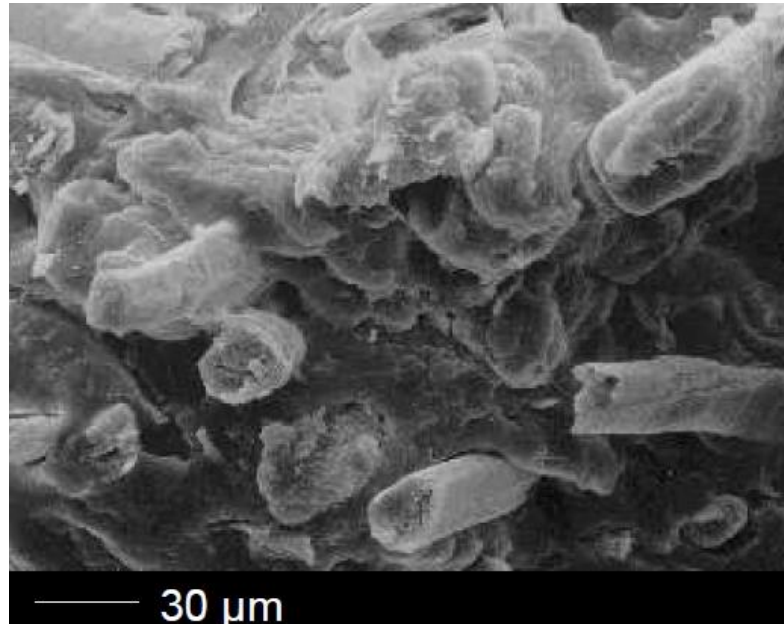


Figura 4.2.4 Proba microscopică a suprafeței de fracturare a unui test de tracțiune [27]

Se observă că există o legătură foarte puternică fibre-matrice. Doar în câteva zone se pot vedea extrageri de fibră din material (Fiber-Pull-Outs). Prin urmare, se presupune că, nici în cazul de față, folosirea unui agent adeziv nu este necesară.

4.3. Procesul de fabricare a materialului compozit

4.3.1. Linia de extrudare

Pentru fabricarea unui biopolimer armat cu fibre naturale de in se utilizează un extruder cu două șuruburi melcate așezate în paralel. Acest procedeu nu este folosit doar în producția de amestecuri de polimeri dar și pentru producerea armăturilor cu fibre scurte, cum ar fi poliamidă armată cu fibră de sticlă [57]. În lucrarea de față, a fost folosit un extruder cu ax melcat dublu "Eurolab 16" de la Thermo PRISM. Acesta are două axe melcate cu un diametru de 16 mm, paralele, întrepătrunse, este construit modular și astfel poate fi adaptat la cerințele specifice.

Dozarea granulelor de CP și fibrele naturale în extruder se realizează prin sisteme de alimentare gravimetrice cu turație reglabilă, de la firma Barbender. Conform Erdmann și Ganster, [58] fibrele se scurtează și mai mult în cursul procesului de extrudare. Prin urmare, am ales să nu introducem fibrele la începutul extruderului împreună cu granulele de CP, ci la mijloc. Astfel, se reduce la minimum timpul de retenție a fibrelor în extruder, minimizând alterarea lungimii fibrelor [59]. Același principiu este folosit și în timpul armării materialelor plastice cu fibră de sticlă [57].

Din acest motiv, axele melcate ale extruderului trebuie să fie adaptate la sistemul de dozare al fibrelor.

Figura 4.3.1 prezintă configurația corpului folosit pentru mixarea celor două componente, respectiv zonele de proces ale extruderului.

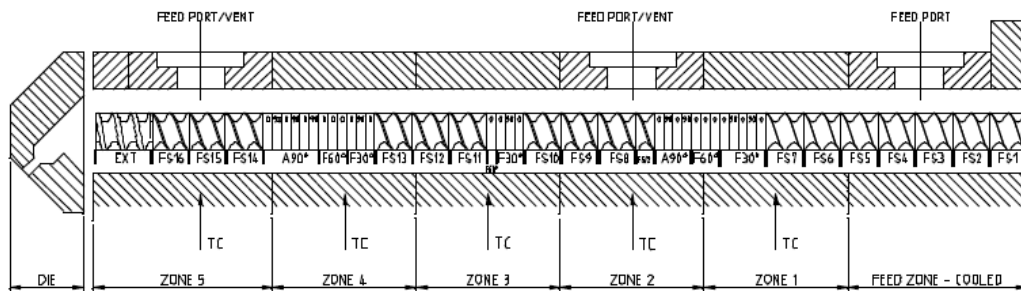


Figura 4.3.1 Configurația șurubului și zonele de proces utilizate [60]

În zona de alimentare a granulelor și a fibrelor, precum și în zona de descărcare, pe axul melcat sunt aranjate elemente de transmitere ca la procesul de injecție. Pe lângă căldura introdusă în cilindrul de plastifiere prin benzile de încălzire atașate, adițional, granulele din plastic se topesc și datorită forfecării prin elementele de frământare [61]. Aceste elemente sunt realizate din discuri prismatice care sunt decalate una față de cealaltă. Pentru amestecarea topiturii cu fibrele inserate, și omogenizarea finală a materialului compozit sunt utilizate așa-numitele elemente de amestecare [60]. Acestea sunt formate tot din discuri prismatice decalate. Mai multe detalii despre elementele cu șurub, structura lor și efectul lor se găsesc în Giles et al. [61]. Figura 4.3.2 prezintă extruderul și alimentatorul.



Figura 4.3.2 Extruderul și ordinea de alimentare

Pentru răcirea firului de extrudat, acesta este trecut printr-o baie de apă de răcire. La capăt, acesta este transferat către un granulator unde este tăiat la rece și transformat în granulele necesare procesului de injecție (vezi Figura 4.3.3).

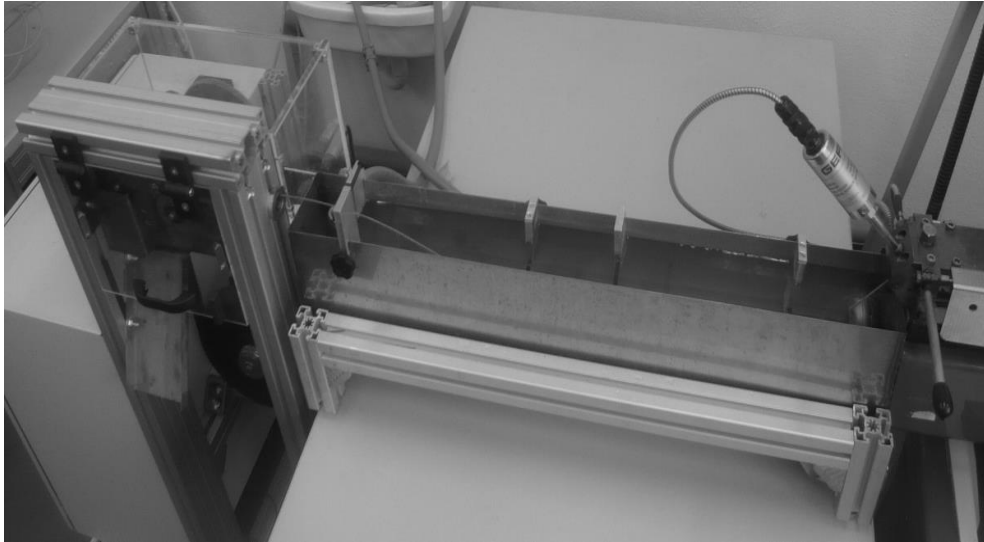


Figura 4.3.3 Baia de răcire și granulatorul de tăiat

4.3.2. Metoda determinării cantității de fibră

Efectul de consolidarea a unui compozit depinde, în general, de proporția fibrelor în matrice.

Pentru a identifica procentul de fibre scurte din materialul plastic armat se folosește așa-numita fracțiune de masă de fibre care se notează în felul următor:

$$\psi = \frac{m_{fibră}}{m_{compozit}} \quad \text{unde } m_{compozit} = m_{fibră} + m_{mat.plastic} \quad (4.1)$$

Determinarea fracțiunii de masă de fibre în lucrarea de față este realizată prin determinarea dozării alimentatorului respectiv. Trebuie remarcat faptul că fracțiunea de masă de fibre este realizată prin calcul cu ajutorul unui indicator procentual. Astfel, când este specificată o alimentare de 10% înseamnă că se execută o viteză de 10% din viteza maximă capabilă și, prin urmare, o anumită cantitate a materialelor este introdusă în extruder. De aceea, a fost necesară în primul rând determinarea cantităților introduse de alimentator în extruder pentru a putea calcula procentul de fibre și cel de CP. Pentru asta s-a cântărit debitul alimentatorului cu viteze de rulare diferite și în funcție de timp.

În tabelul 4.3.1, sunt rezumate valorile măsurate.

Alimentator 1 (CP)	Masa [g]	Alimentator 2 (Fibre de in)	Masa [g]
1%	5,14	10%	0,48
2%	7,35	20%	0,97
5%	12,87	30%	1,48
		40%	1,74
		50%	2,16
		60%	2,47
		70%	2,93
		80%	3,24
		90%	3,79
		100%	4,03

Tabelul 4.3.1 Valoarea măsurată la ieșirea din alimentator la 1 minut de funcționare

Cu ajutorul dimensiunilor astfel obținute se poate determina acum, conform ecuației (4.1), fracția masică de fibre în funcție de setările de viteză ale alimentatorului.

Figura 4.3.4 prezintă un grafic al diferitelor posibilități de conținut masic de fibre de in al materialului compozit. Se va observa că materialele compozite pot fi preparate cu un conținut de fibre între 4% și 45% în masă – orice depășește 45% devine casant și nu se mai poate utiliza pentru turnare prin injecție.

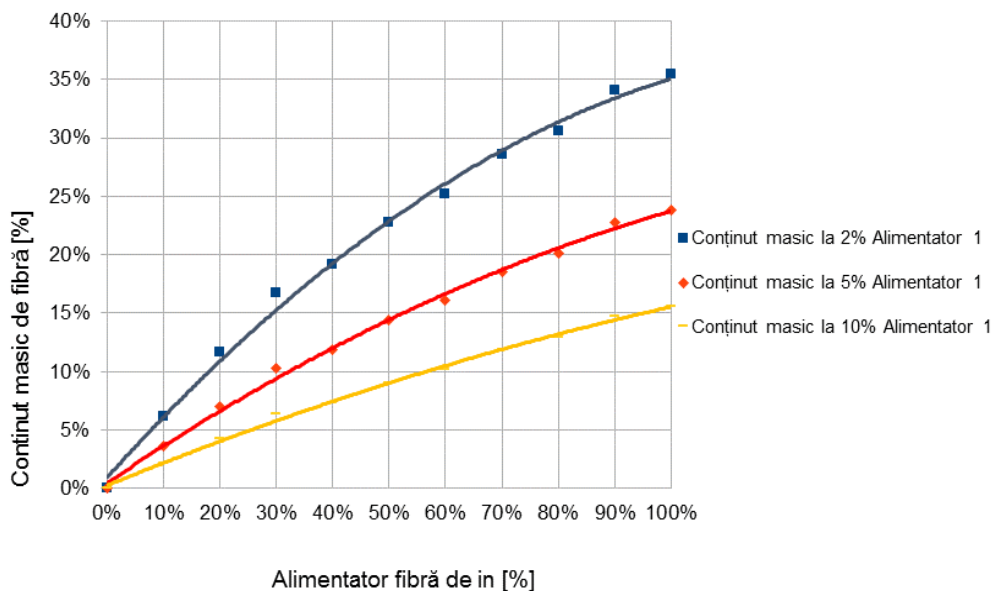


Figura 4.3.4 Variante de conținut masic de fibre de in

4.3.3. Influența factorilor de producție

Cu linia de extrudare disponibilă au fost realizate, după cum s-a arătat în capitolul anterior, materiale plastice armate cu fibre de in cu un conținut al armăturii de 4% până la 45% fracțiune de masă. Acest interval mare ridică problema modului în care este determinat compozitul optim din această plajă de rezultate. Pentru aceasta două criterii au fost decisive în alegerea compozitului, ținând cont de aplicabilitatea dorită, și anume turnarea prin injecție.

Aceste criterii sunt lungimea fibrei și fluiditatea materialului. În același timp, conținutul de fibre trebuie să fie cât mai mare pentru a obține un efect bun de armare.

În plus, în afară de timpul de staționare în extruder a fibrei, discutat anterior, viteza de rotație are și ea o influență mare asupra lungimii fibrei [57, 61]. În general, cu cât crește viteza de rotație a șurubului, fibrele sunt mai deteriorate și pierd în lungime, având un efect de consolidare mult mai slab.

Prin urmare, primul criteriu de decizie pentru selectarea unei proporții adecvate este lungimea fibrei. Armătura din fibre este cea mai eficientă atunci când matricea și fibrele cedează la aceeași tensiune [62]. Acest lucru se întâmplă doar atunci când fibrele au o anumită lungime. Aceasta este numită lungimea critică a fibrei. Dacă lungimea fibrei este mai mare decât lungimea critică, atunci crește și rezistența de rupere la întindere. Acest lucru garantează o armare foarte bună. Fibrele care sunt mai mici decât lungimea critică nu preiau din tensiune și de aceea au un efect de ranforsare scăzut. Lungimea critică se calculează cu formula [63]:

$$l_c = \frac{\sigma_{f,max} \cdot d_f}{2 \cdot \tau_m} \text{ unde } \tau_m = 0,577 \cdot \sigma_{m,max} \quad (4.2)$$

Unde $\sigma_{f,max}$ este rezistența la rupere a fibrei, în cazul acesta 600 MPa (a se vedea tabelul 2.4.2). Ca diametrul al fibrei este ales $d_f = 30 \mu\text{m}$. Trebuie să se menționeze totuși că diametrul fibrelor variază foarte mult (a se vedea figura 4.2.3).

Fibrele cu un diametru mare au un rol foarte scăzut de consolidare, și prin urmare sunt neglijate în calcul. Coeficientul τ_m reprezintă rezistența la forfecare a matricei. Aceasta poate fi calculată din rezistența la tracțiune a matricei $\sigma_{m,max}$, derivată din ecuația (4.2). Rezistența la tracțiune a matricei este determinată de Baur [18] la 37 MPa. Din calcule reiese o lungime critică de aproximativ 420 μm . Deoarece celuloza este un material plastic amorf și transparent, lungimea fibrei poate fi pur și simplu determinată cu ajutorul unui microscop optic. Un alt factor care influențează materialul compozit pe care îl dezvoltăm este cantitatea de fibre de in adăugată. Cu cât avem mai multe fibre în compozitul final, cu atât mai mult scade fluiditatea [61]. Dat fiind faptul că materialul rezultat trebuie să fie optimizat pentru turnarea prin injecție folosind aceeași tehnologie ca și la masele plastice convenționale, al doilea criteriu de decizie important este fluiditatea. Pentru a caracteriza fluiditatea este necesar să stabilim rata de curgere a masei topiturii în volum MVR (Melt Volume Rate) care se realizează conform DIN EN ISO 1133. Aceasta indică cât de mult dintr-un material termoplast, topit la o temperatură definită, într-o anumită perioadă de timp, sub o anumită sarcină (greutate standard) curge printr-o duza standardizată. MVR este calculat în $\text{cm}^3/10 \text{ min}$ [63]. Stabilirea indicelui MVR este realizată în prezenta lucrare cu aparatul pentru determinarea indicelui de curgere a topiturii MP-B Gottfert care este prezentat în figura 4.3.5 Mai jos avem reprezentarea schematică și principiul de bază.

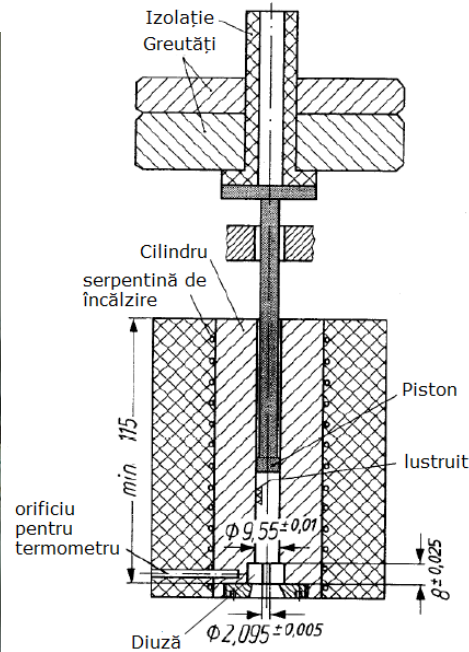


Figura 4.3.5 Aparat pentru determinarea indicelui de curgere a topiturii (st.) și schema bloc (dr.)

Metoda de testare se desfășoară după cum urmează: proba obținută deja sub formă granulară este introdusă în cilindru și încălzită prin intermediul unor bobine de încălzire la temperatura la care dorim să folosim materialul testat. Inițial ea este în mod repetat comprimată manual pentru a se asigura omogenitatea materialului. După atingerea temperaturii reglate și o perioadă de așteptare de 4 minute, pistonul este acționat și apasă asupra topiturii sub presiunea greutății atașate acestuia. Sub exercitarea greutății asupra topiturii se aplică o forță, ceea ce împinge topitura prin duza (capilară) aflată la capatul de jos al cilindrului de testare. Aceasta are un diametru standard de 2.095 mm. Cu ajutorul unui senzor de poziție este măsurată poziția greutății la anumite intervale de timp. Cunoscând geometria cilindrului și distanța parcursă, este calculat în mod automat volumul topiturii care iese prin duză.

În literatura de specialitate valorile minime acceptate ale MVR pentru procesele de turnare prin injecție nu sunt clar definite. Sunt indicate valori cuprinse între $1 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ și $3,5 \text{ min cm}^3/10 \text{ min}$ [65, 66]. În lucrarea de față valoare de $3 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$ este aleasă ca limită inferioară. Trebuie menționat faptul că geometria piesei care urmează să fie turnată prin injecție are și ea o influență importantă asupra capacității de curgere a materialului. Dacă pereții sunt foarte mici, atunci avem nevoie de o fluiditate mai mare a materialului injectat pentru a umple matricea, iar pentru componentele cu pereți groși, fluiditatea poate avea valori MVR chiar mai mici de $3 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$.

4.4. Factorii de decizie în alegerea materialului realizat

Atât propionatul de celuloză, cât și fibrele de in sunt higroscopice și ambele trebuie să fie uscate într-un cuptor înainte de prelucrare. Dacă prelucram materialul umed ar fi putut apărea, printre altele, următoarele probleme [61]:

- variații ale proprietăților mecanice,
- calitate slabă a suprafeței (dungi),
- incluziuni de aer.

În special fibrele de in trebuie să fie pre-uscate pentru că altfel, la procesare, se pot forma bule cu vapori de apă în jurul fibrelor, care slăbesc adeziunea fibră-matrice și astfel reduce drastic efectul de armare [61].

Pentru a usca propionatul de celuloză, este utilizat un cuptor de uscare prin convecție. În acest caz, materialul este așezat pe o tavă, la o distanță de 3cm pentru a realiza uscarea uniformă [67]. Conform recomandărilor producătorului, granulele sunt pre-uscate la o temperatură de 80 ° C pe o durată de patru ore.

Similar, uscarea fibrelor de in se va face într-un cuptor. La fel, se vor așeza pe o tavă la o înălțime de 2 cm pentru o uscare uniformă. Conform indicațiilor Institutului pentru tehnologia lemnului și a hârtiei, timpul de uscare este de 30 de minute la o temperatură de 140 ° C.

Pentru a găsi compozitul care îndeplinește criteriile descrise o serie de încercări experimentale s-au realizat în avans, cu diferite setări ale parametrilor de funcționare ale extruderului. Temperatura de procesare am crescut-o progresiv de la 190 ° C în zona de alimentare până la 210 ° C în zona de descărcare. Astfel, deteriorarea termică a fibrelor de in este evitată [68] . Au fost încercate viteze diferite ale șurubului melcat, de 50, 100, 150, 200, 250 și 300 rpm pentru a determina influența vitezei șurubului asupra lungimii fibrei. Alimentarea cu CP și fibre de in, și de fapt proporția acestora, este relaționată cu viteza șurubului și depinde astfel de aceasta. De exemplu, numai la viteze mari ale șurubului s-au putut produce compozite care au un conținut masic ridicat de fibre. Motivul pentru aceasta este faptul că la viteze mici se alimentează mai puține fibre de in în extruder, decât la viteze mai mari. După obținerea diferitelor compoziții de granulat, sunt determinate valorile MVR și lungimile de fibre.

Tablelul 4.4.1 prezintă parametrii folosiți pentru obținerea granulelor de testare.

Viteza de rotație [rpm]	Alimentator 1 (CP)	Alimentator 2 (fibre de in)	Fracția masică [%]
50	5 %	10 %	3,59
50	5 %	20 %	6,98
50	2 %	15 %	8,96
50	2 %	30 %	16,77
100	5 %	40 %	11,93
100	5 %	60 %	16,1
100	2 %	40 %	19,18
100	2 %	60 %	25,16

150	5 %	90 %	22,76
150	5 %	100 %	23,86
150	2 %	80 %	30,6
150	2 %	100 %	35,44
200	1 %	40 %	25,33
200	1 %	50 %	29,59
200	1 %	70 %	36,33
200	1 %	80 %	38,66
250	1 %	50 %	29,59
250	1 %	70 %	36,33
250	1 %	80 %	38,66
250	1 %	100 %	43,97
300	1 %	50 %	29,59
300	1 %	80 %	38,66

Tabelul 4.4.1 Parametrii de încercare pentru obținerea granulatului**4.4.1. Indicele de topire (MVR – Melt volume Rate)**

Deoarece răcirea firului de extrudare are loc într-o baie de apă, probele trebuie să fie pre-uscate pentru a exclude influența umidității asupra valorii MVR [64]. Probele sunt uscate la 80°C timp de cinci ore. Pentru ca măsurătorile MVR să fie relevante, trebuie să asigurăm aceleași condiții de testare pentru toate probele de testare.

Temperatura de lucru aleasă este 210°C, aceasta fiind și temperatura de funcționare la turnarea prin injecție. Greutatea care acționează asupra masei topite este de 2,16 kg. În figura 4.4.1 sunt prezentate rezultatele experimentale.

În Anexa A sunt listate toate rezultatele măsurătorilor. Pentru comparație, am determinat valoarea MVR și pentru o probă de propionat de celuloză nearmat cu fibră de in.

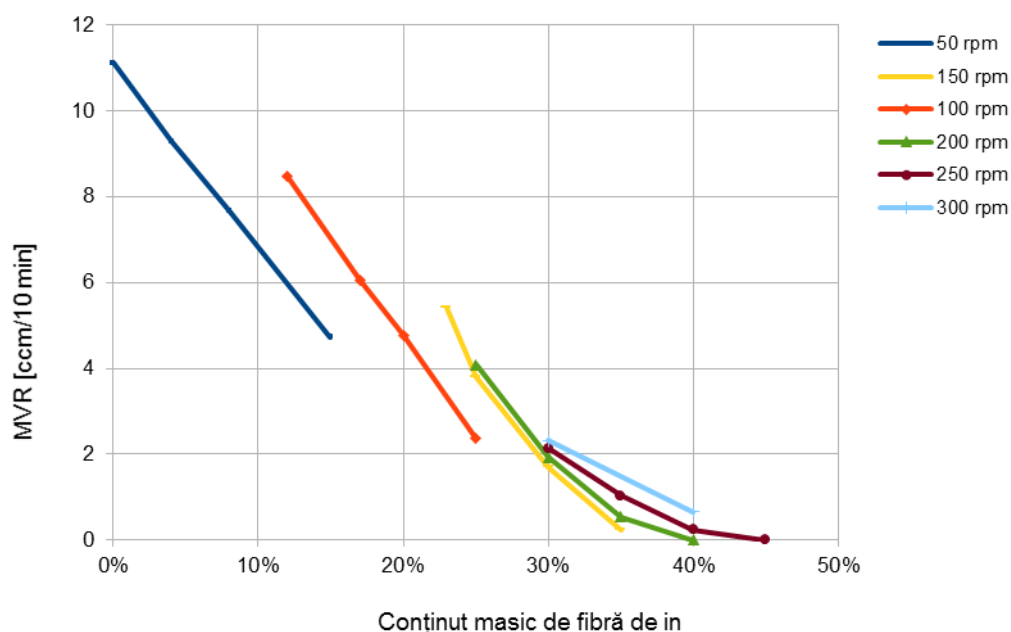


Figura 4.4.1 Valori MVR ale probelor testate în funcție de viteza șurubului

Trebuie observat faptul că, indiferent de viteza șurubului melcat valoarea MVR scade odată cu creșterea conținutului de celuloză și astfel, indică o fluiditate mai scăzută. Motivul este conținutul de fibre de in din topitura de plastic care se lovesc sau se împiedică în momentul curgerii. Când această aglomerare de fibre de in este forțată să treacă prin duza capilara alături de materialul plastic, ele opun o rezistență la curgere. Acest efect crește odată cu creșterea fracțiunii de masă de fibre de in.

Urmarea este o scădere a ratei de curgere a topiturii exprimată în volum.

Se poate observa din figura 4.4.1, cum pentru aceeași cantitate de fibră, creșterea vitezei șurubului produce o îmbunătățire a capacității de curgere. De exemplu, la un procent de 25% masă de fibre de in și cu o viteză de 100 rpm valoarea MVR cuprinde aproximativ $2,2 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$. La aceeași cantitate de fibre dar o viteză de 200 rpm valoarea MVR aproape s-a dublat, atingând aproximativ $4,1 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$. O explicație pentru acest efect este că, după cum am menționat și anterior, la viteze mai mari, fibrele se vor micșora prin frecare. Acest lucru determină interferența scăzută a fibrelor una cu alta, și totodată o rezistență la curgere mai mică.

La viteze foarte mari, cuprinse în intervalul dintre 200 și 300 rpm, deteriorarea sau micșorarea fibrei este foarte mare încât între cele două rotații nu se simte nici o diferență semnificativă. Acest lucru înseamnă că diferențele între valorile MVR sunt foarte mici la același conținut al masei de fibră și diferite viteze

ale șurubului melcat. Totuși, se poate observa că la viteze de 250 și 300 rpm ale șurubului, valorile de curgere sunt sub valorile limită selectate în secțiunea 3.2.3 de $3 \text{ cm}^3/10 \text{ min}$.

4.4.2. Dimensiunea fibrei de in

Pentru a determina lungimea fibrelor de in s-au efectuat măsurători cu un microscop optic al firelor obținute prin extrudare. Asupra fiecărei probe prelevate au fost efectuate 20 de măsurători. Probele măsurate sunt prezentate pe scurt în Tabelul 4.4.2.

Viteza de rotație [rpm]	Procent masic al fibrelor [%]	Media lungimii de fibră [mm]
50	8	0.9565
50	15	0.8837
100	17	0.7542
100	20	0.7208
150	23	0.5535
150	25	0.2389
150	30	0.5288
200	25	0.4670
200	30	0.4585
250	30	0.4240
300	40	0.4035

Tabelul 4.4.2. Măsurarea lungimi fibrelor de in din probele testate

Pentru exemplificare, în figura 4.4.2 se prezintă un exemplu de trei microfotografii.

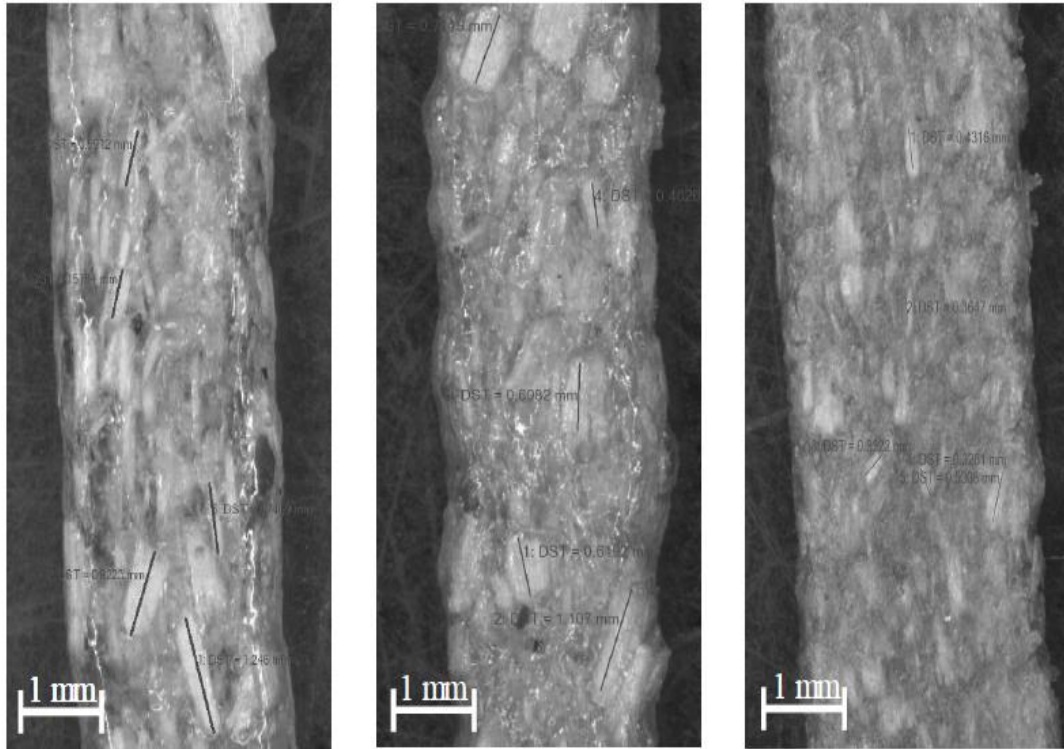


Figura 4.4.2 Microfotografiile ale probelor la 50 rpm (st.), 100 rpm (mijloc) și 300 rpm(dr.)

Este evident că o dată cu creșterea vitezei de rotație, se produce o scurtare semnificativă a fibrelor. În Figura 4.4.3 sunt prezentate rezultatele măsurate și lungimile critice calculate. Valorile complete a tuturor eşantioanelor sunt prezentate în Anexa B.

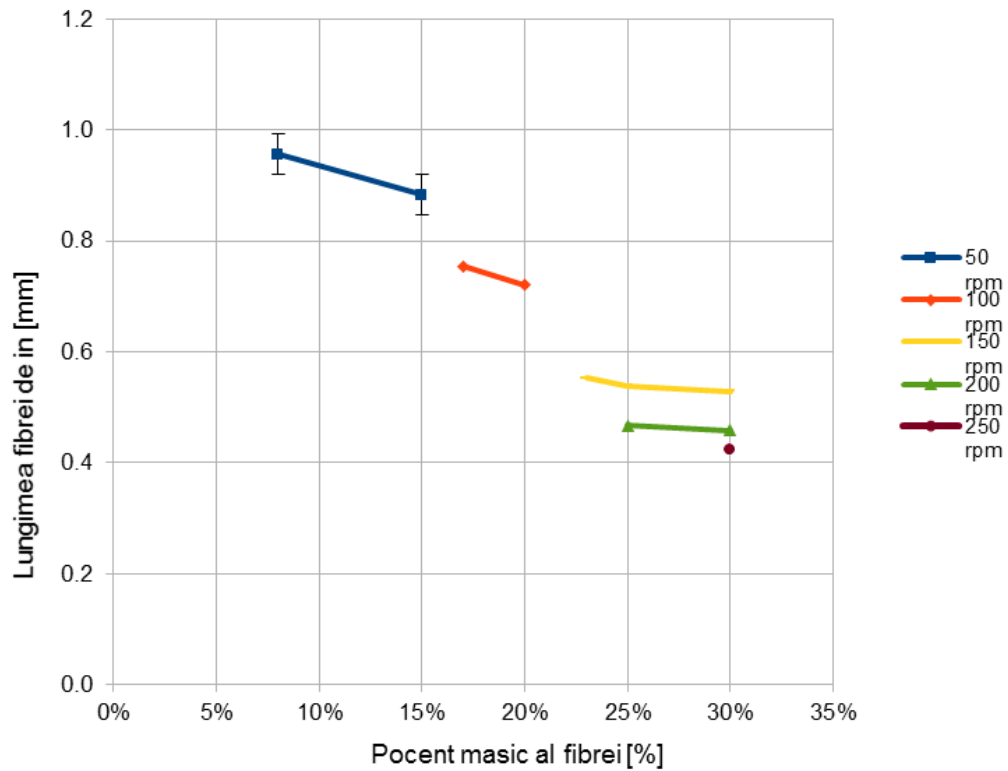


Figura 4.4.3 Lungimea fibrei în funcție de viteza de rotație și procentul masică de fibre

4.4.3. Discuții asupra materialului compozit adecvat/optim

Pentru o vedere de ansamblu mai bună valorile MVR și valorile lungimii de fibră sunt comparate în tabelul 4.4.2 Valorile din paranteză indică faptul că acestea sunt sub valorile minime acceptate.

Viteza de rotație [rpm]	Fracția masică de fibre [%]	Valoarea MVR [cm ³ /10min]	Lungimea fibrelor [mm]
50	8,96	7,46	0,9565
	16,77	4,72	0,8837
100	16,1	6,05	0,7542
	19,18	4,77	0,7208
	22,76	5,41	0,5535

150	23,86	3,8	0,5389
	30,06	(1,7)	0,5288
200	25,33	4,09	0,467
	29,59	(1,93)	0,4585
250	29,59	(2,14)	0,4240
300	38,66	(0,66)	(0,4035)

Tabelul 4.4.2 Vedere de ansamblu între valorile decisive pentru alegerea compozitului

Din tabel se observă că materialele compozite produse la viteze de 250 rpm și 300 rpm sunt necorespunzătoare deoarece fie valoarea MVR, fie lungimea fibrei sunt mai mici decât limitele selectate. Nici probele care sunt realizate la o viteză de 200 rpm nu sunt potrivite deoarece lungimea fibrelor nu se situează în limitele cerute. Acestea se situează la limita inferioară față de lungimea critică calculată a fibrei. Deoarece metoda de calcul utilizând ecuația (4.2) furnizează doar o estimare, care presupune o aderență ideală fibră-matrice, precum și o geometrie ideală, cilindrică a fibrei, am vrut să evităm posibilitatea ca armătura de fibre în acest compozit să nu fie suficientă. Probele, care sunt prelucrate la 50 și 100 rpm conțin un procent prea scăzut de fibre, cu aproximativ 9%, până la 20% și, prin urmare, a fost considerate nepotrivite. Materialul compozit care a fost amestecat la o viteză de 150 rpm s-a considerat optim. Acest material a fost ales în prezenta lucrare deoarece conține o fracțiune de masă de fibre de aproximativ 24% (protocol de fabricație în Anexa C). Totodată, atât lungimea fibrei, cât și valoarea MVR se află peste valorile limită selectate. În plus, am obținut aici o fracțiune maximă de material fibros și astfel, efectul optim de armare.



Figura 4.4.4 Materialul biocompozit realizat sub formă de granule

4.5. Analiza caracteristicilor materialului realizat necesare procesului de injecție

4.5.1. Obiectivele determinărilor experimentale

În cele ce urmează, sunt prezentate metodele experimentale utilizate pentru determinarea parametrilor enumerați în capitolul 4.2.

Se folosește materialul biocompozit „CP-Fibra de in” prezentat în capitolul 3.

În Tabelul 4.4 sunt listați toți parametrii de material necesari, care urmează să fie stabiliți.

Trebuie remarcat faptul că înainte de efectuarea tuturor experimentelor materialul trebuie să fie uscat, deoarece și granulatul pentru injecția în forma matriței se face tot în stare uscată, și atunci așa vor fi și simulate. Temperatura maximă de testare aleasă pentru determinarea proprietăților termice este de 210 ° C, pentru a preîntâmpina o degradare termică a fibrelor de in [68]. Această temperatură este stabilă ca temperatură maximă admisă de prelucrare prin injecție.

Parametrii de determinat
Densitatea topiturii ρ
Capacitatea de căldură specifică c_p
Vâscozitatea η
Diagrama $p-v-T$
Conductivitatea termică λ
Temperatura de tranziție vitroasă T_{trans}
Coeficientul de dilatare termică α_i (cu $i = 1,2$)
Modulul de elasticitate E_i
Modulul de deformare la forfecare G_{12}
Raporturile Poisson ν_{12} și ν_{23}

Tabelul 4.5.1 Parametrii materialului necesari pentru injecție de mase plastice

4.6. Determinarea experimentală a parametrilor necesari procesului de injecție

4.6.1. Densitatea [g/cm^3]

Densitatea topiturii este densitatea materialului plastic la temperatura medie de lucru și la o presiune egală sau aproape de valoarea zero [69].

Pentru determinarea experimentală se folosește aparatul de determinare a indicelui de topire care a fost explicat în secțiunea 4.6.1.

Metoda de încercare pentru determinarea densității topiturii este similară cu cea pentru determinarea ratei de curgere a debitului și este prezentată în figura 4.6.1.

Densitatea topiturii se calculează cu ajutorul firului care iese din duza cilindrului.

Similar examinării MVR, materialul granulat este introdus în canalul de testare și comprimat manual, după care cilindrul este încălzit la temperatura de testare de 210°C . După acționarea pistonului și a greutateii (2,16 kg), plasticul topit iese din duză ca un fir de extrudare. În momentul în care pistonul este la înălțimea de 50 mm deasupra duzei, senzorul trimite semnalul ca firul să fie tăiat cu ajutorul unui aparat de separare. În continuare, se formează un fir nou care iese din capătul duzei. Odată ce pistonul ajunge la 30 mm deasupra duzei de extrudare, firul se taie din nou. La a doua probă astfel obținută, putem determina volumul cunoscând geometria cilindrului și distanța parcursă de piston.

Prin cântărirea firului extrudat, poate fi calculată densitatea topiturii:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \text{mit} \quad V = \frac{\pi \cdot (9,55 \text{ mm})^2}{4} \cdot (50 \text{ mm} - 30 \text{ mm}) \quad (4.27)$$

Măsurarea se repetă de trei ori și se calculează valoarea medie, pentru a putea fi utilizată ulterior în procesul de simulare.

Tabelul 4.6.1 prezintă rezultatele măsurătorilor.

Nr.crt.	Masa [g]	Densitatea topiturii [g/cm^3]
1	1,5	1,02
2	1,56	1,08
3	1,53	1,04
Media	-	1,05

Tabelul 4.6.1 Rezultate obținute la măsurarea densității topiturii

4.6.2. Căldura specifică, [cal/g°C]

În general, prin capacitatea calorică se înțelege cantitatea de căldură care este necesară pentru a încălzi un corp cu 1 K. În cazul în care capacitatea de încălzire se exprimă în funcție de masă, se numește capacitatea de căldură specifică. Aceasta este dependentă de temperatură și presiune [70]. În simulare, presiunea nu este luată în considerare [69], astfel încât căldura specifică este raportată la temperatură.

Măsurătorile experimentale s-au realizat cu așa-numitul calorimetru cu scanare diferențială (DSC=differential scanning calorimetry) conform DIN EN ISO 53765 [71]. În plus, cu ajutorul DSC, se mai poate determina temperatura de tranziție vitrosă, tranziția de fază sau formarea cristalelor.

În prezenta lucrare, este folosit un calorimetru de la Mettler Toledo, care este prezentat în figura 4.6.2.

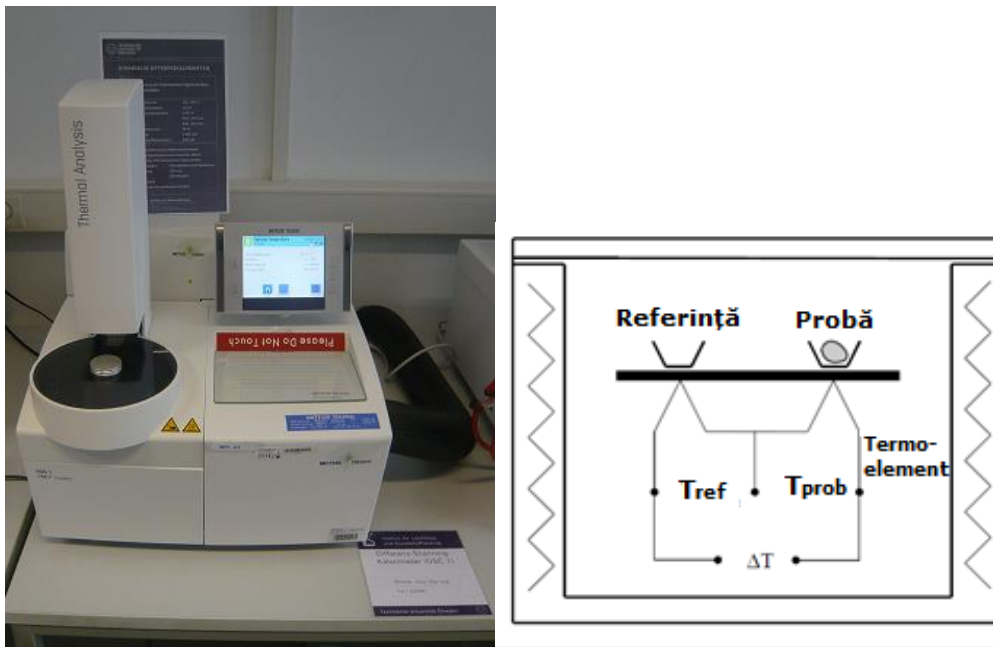


Figura 4.6.2 Calorimetru (stânga) și schema bloc a celulei de măsurare [72]

Calorimetrul constă dintr-o celulă de măsurare care trece un gaz inert și se încălzește. Azotul este utilizat ca gaz de purjare. În celulă există două creuzete de aluminiu. Pe primul este un eșantion din materialul analizat. Al doilea este de obicei gol și servește ca probă de referință. Sub suporturile creuzetelor sunt montate termocuple, cu care este posibilă o măsurare a temperaturilor $T_{\text{probă}}$ și $T_{\text{referință}}$.

Pentru măsurarea căldurii specifice, creștem liniar, cu o viteză de încălzire specificată, temperatura celulei de măsurare. Eșantionul analizat și proba de referință se încălzesc, dar se vor încălzi la rate diferite datorită capacității de căldură diferite. Se dă naștere unui flux de căldură între eșantion și proba de referință.

Diferența de temperatură ΔT măsurată prin termocuplu permite calcularea fluxului de căldură [73]

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R_{\text{therm}}} \quad (4.28)$$

Unde R_{therm} este o rezistență termică specifică dispozitivului.

Cu fluxul de căldură calculat și rata de încălzire specificată κ , putem determina capacitatea de căldură specifică:

$$c_p = \frac{\dot{Q}}{\kappa \cdot m} \quad (4.29)$$

Unde m este masa probei care trebuie să fie stabilită în prealabil.

Pentru determinarea căldurii specifice, care este folosită în turnarea prin injecție, este nevoie de o rată de încălzire de 20 K / min conform MoldFlow [70]. În plus, este nevoie să determinăm căldura specifică la cel puțin 15 temperaturi diferite, începând cu 50°C și continuând până la temperatura maximă de procesare, care în cazul nostru este de 210°C. Aceste setări vor fi folosite pentru materialul examinat. Măsurarea se repetă de trei ori și, în simulare, se utilizează valoarea medie rezultată. Figura 4.6.3 prezintă rezultatele măsurătorilor.

În anexa D, sunt redată rezultatele măsurătorilor.

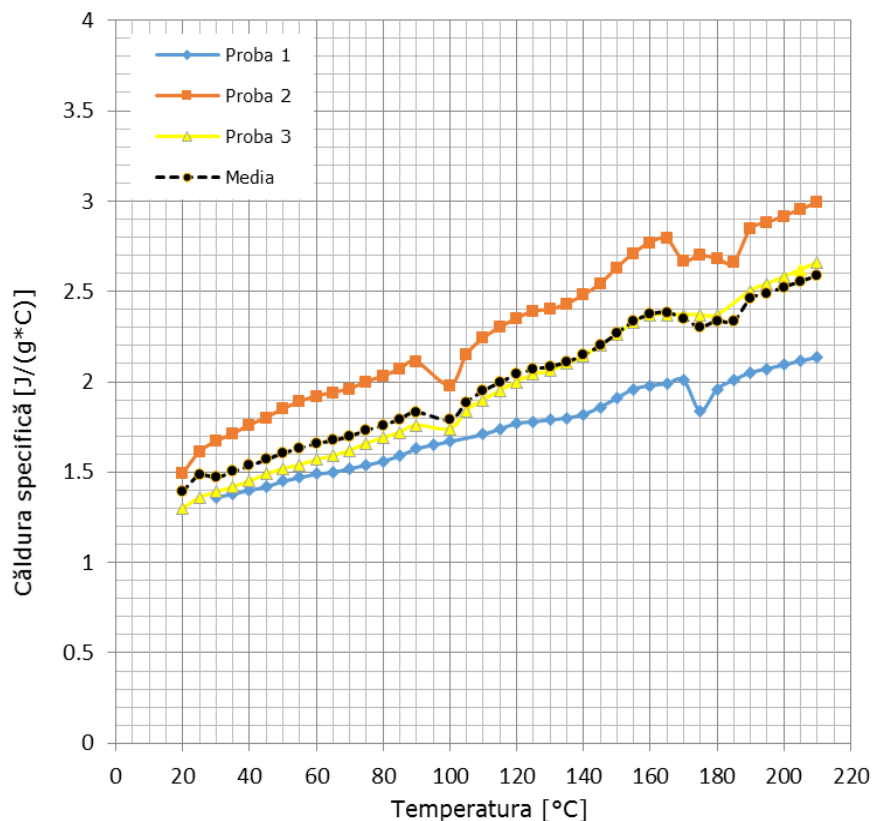


Figura 4.6.3 Capacitatea specifică de căldură măsurată în corelație cu temperatura

Trebuie remarcat faptul că în intervalul de temperatură 50°C și 100°C, nu există o variație mare a celor trei măsurători testate.

Atunci când temperatura depășește 100°C rezultatele măsurătorilor se îndepartează unul de celălalt. O posibilă explicație pentru aceasta este o determinare inexactă a masei probei.

O altă sursă de eroare se poate afla în zona de contact dintre creuzet și elementul termic. Astfel, dacă contactul creuzetului este incomplet, rezultatele măsurării temperaturii eșantionului și a referinței pot alterate.

Valorile măsurate pentru „CP-fibră” în stare amorfă arată un parcurs obișnuit pentru acest tip de material termoplastic [51]. Capacitatea de căldură specifică crește, în general, odată cu creșterea temperaturii, fără discontinuități mari.

Valorile (0,5 J/(g*K) la 4 J/(K*g) la 50°C) sunt într-un interval obișnuit pentru materialele plastice [51].

Valorile capacității de căldură specifică se schimbă semnificativ în regiunea de 100°C și 180°C. Aceasta se explică prin faptul că în acest interval are loc transformarea de fază a materialului plastic, care modifică fluxul de căldură între probă și referință. Tranziția în stare vitrioasă se întâmplă undeva în intervalul de 100 ° C și punctul de topire de 180 ° C. După cum s-a enunțat în capitolul 4.5, este necesar să aflăm temperatura de tranziție în stare vitrioasă pentru simularea prin injecție.

4.6.3. Conductivitatea termică, [Kcal/m * h * °C]

Conductivitatea termică a unei substanțe indică cât de multă căldură este transportată într-o secundă de un corp cu o suprafață de 1 mp și o grosime de 1 m, la o diferență de temperatură de 1K [9]. În conformitate cu DIN EN ISO 22007, conductivitatea termică este determinată la propionatul de celuloză armat cu fibre de in cu metoda de sursă liniară [74].

La această metodă, un ac de măsurare, respectiv un senzor de conductivitate termică sunt imersate în topitură. Senzorul de conductivitate termică constă dintr-o sursă de căldură și un senzor termic.

Temperatura senzorului corespunde temperaturii topiturii de plastic. Pentru a determina conductivitatea termică a bioplasticului nostru va fi utilizat aparatul Rheograph 75.

Modelul de încercare este prezentat în figura 4.6.4.

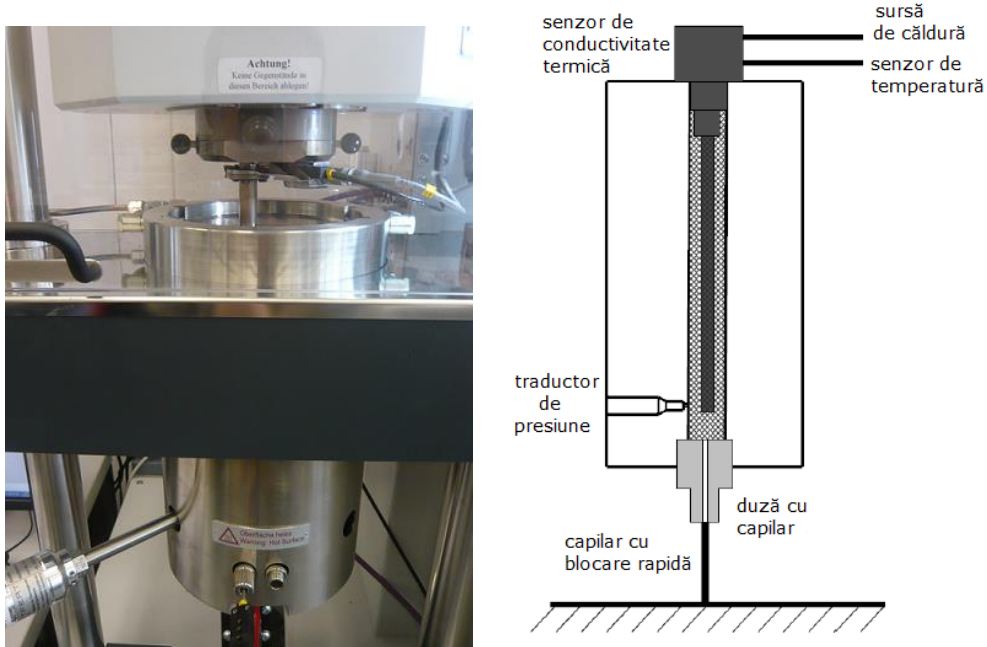


Figura 4.6.4 Aparatul Rheograph 75 (stânga) și principiul de funcționare (dreapta) [75]

Procedura de testare este organizată după cum urmează. Sursa de căldură produce o cantitate cunoscută de căldură. Aceasta se disipează radial în materialul topit. Senzorul termic, localizat în interiorul acului de măsurare, măsoară creșterea temperaturii.

Figura 4.6.5. ilustrează o astfel de creștere a temperaturii.

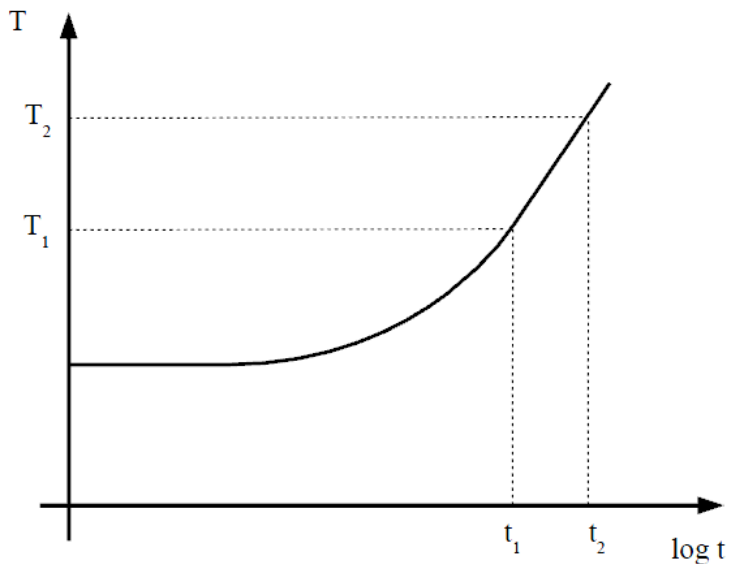


Figura 4.6.5 Variația temperaturii la determinarea conductivității termice [75]

Porțiunea neliniară de la început, care rezultă din stabilirea unui echilibru termic între probă și senzorul de conductivitate termică, nu este relevantă pentru determinarea conductivității termice.

Din zona liniară, conductivitatea termică poate fi calculată conform Moldflow [70]:

$$\lambda = \frac{Q \cdot C \cot \ln(t_2/t_1)}{4 \cdot \pi \cdot (T_2 - T_1)} \quad (4.43)$$

unde Q este cantitatea cunoscută de căldură. Temperaturile T_1 și T_2 pot fi luate din figura 4.6.3.2. Conductivitatea termică în lucrarea de față este aleasă între timpii $t_1 = 60s$ și $t_2 = 120s$. Coeficientul C este o constantă specifică aparatului [75].

După Kuster [76], conductivitatea termică depinde, printre altele, de presiune și temperatură. Efectul presiunii nu este luat în considerare în calculele de simulare [70] și conductivitatea termică este determinată la presiunea mediului ambiant.

Pentru determinarea dependenței de temperatură, reducem temperatura reografului, în intervale definite, pornind de la starea de topire, iar la fiecare interval este determinată de conductivitatea termică.

În studiul de față au fost efectuate două astfel de experimente.

Intervalul de temperatură analizat este 45°C și 210°C , temperatura maximă de procesare [70]. Figura 4.6.6 prezintă rezultatele măsurătorilor.

În anexa I se găsesc toate valorile măsurate.

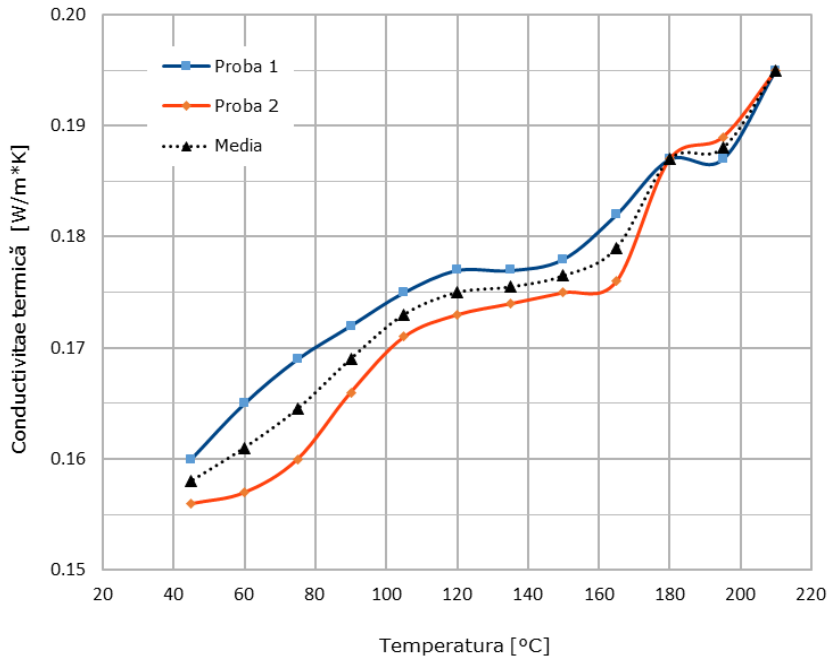


Figura 4.6.6 Conductivitatea termică în funcție de temperatură la presiunea ambiantă

Diferențele de măsurare în cazul celor două încercări sunt minime. La materialele termoplastice amorse, conductivitatea termică crește, în general, odată cu temperatura [76]. Acest comportament tipic poate fi observat în figura 4.6.6.

Potrivit Hirschberg [77], conductivitatea termică a propionatului de celuloză la temperatura camerei și presiunea ambiantă este de 0.2-0.21 W/(m*K). Conductivitatea termică a inului este de 0,038 W/(m*K) [78]. Aceste valori confirmă valoarea măsurată a bioplasticului nostru de propionat de celuloză cu fibre de in de aproximativ 0,155 W/ (m*K).

4.6.4. Temperatura de tranziție în stare vitroasă, (T_g)

Temperatura de tranziție vitroasă este temperatura la care un material plastic trece din starea solidă în starea topită. Acest proces este asociat cu o schimbare drastică a proprietăților mecanice (de exemplu, modulul de elasticitate).

În prezenta lucrare, determinarea experimentală a temperaturii de tranziție vitroasă, așa-numitul analizor mecanico-dinamic (DMA), se realizează conform DIN EN ISO 6721 [79]. Această metodă este cea mai precisă metodă de determinare a temperaturii de tranziție în stare vitroasă. Este folosit aparatul de măsură DMA Q800 TA Instruments.

Figura 4.6.7 prezintă aparatul și principiul de funcționare.

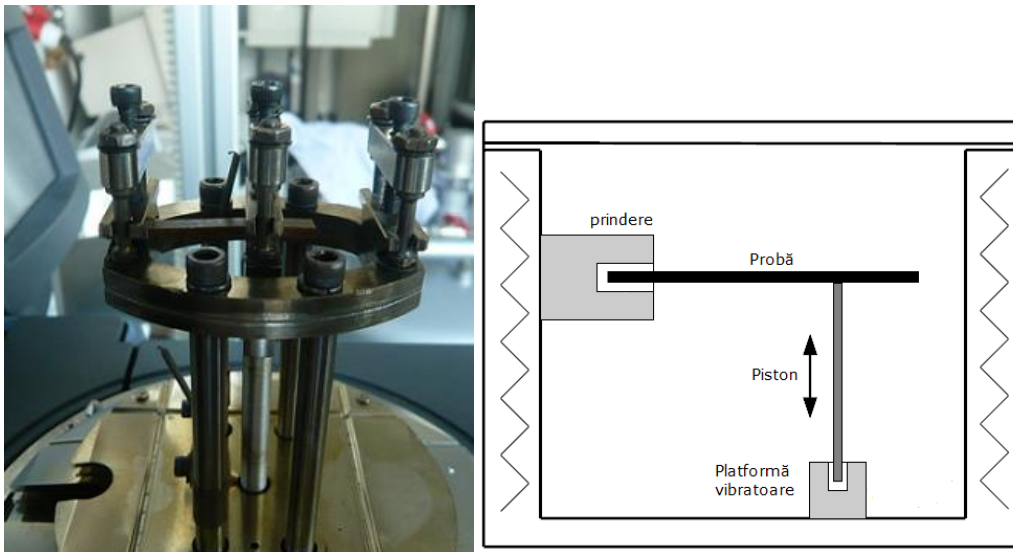


Figura 4.6.7 Zona de testare DMA (stânga) și principiul de funcționare (dreapta)

În aparatul de măsură DMA, eșantionul este supus la o mișcare sinusoidală de către o platformă vibratoare, acționată prin intermediul unui piston [80]. Cu ajutorul unui dispozitiv de încălzire, poate fi examinată și o dependență de temperatură.

Alte rezultate care reies din testele DMA, pot fi amplitudinea de deformare și amplitudinea puterii. În plus, sunt măsurate schimbările de fază care au loc între amplitudinea deformației și a forței.

Motivul pentru această schimbare de fază este comportamentul vâscoelastic al materialelor plastice. Pentru explicații detaliate este necesară o altă perspectivă a modului de elasticitate cunoscut deja (a se vedea figura 4.6.8).

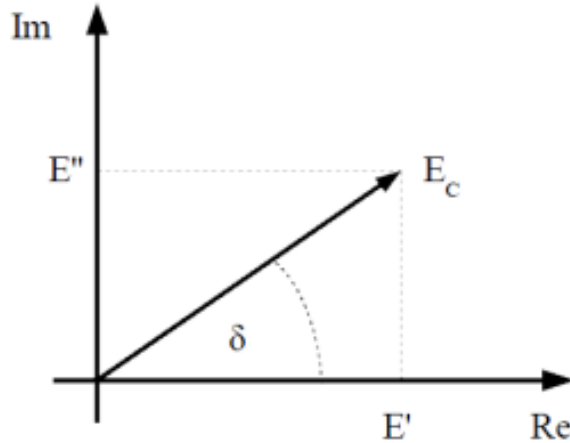


Figura 4.6.8 Descompunerea modului de elasticitate în modulul de acumulare și modulul de pierdere

După cum s-a arătat, la materialele plastice modulul de elasticitate poate fi divizat într-o componentă elastică și una vâscoasă. Componenta elastică \$E'\$ se numește modulul acumulării și este o măsură a energiei stocate prin deformarea elastică. Modulul de pierdere \$E''\$ este o măsură a energiei unei solicitări mecanice, care este transformată prin deformare plastică în căldură. Acestea reprezintă componenta vâscoasă. Modulul de elasticitate va fi înlocuit cu modulul dezvoltat \$E_c\$ [81]:

$$E_c = E' + i \cdot E'' \quad (4.30)$$

Valoarea \$E_c\$ este modulul de elasticitate măsurat și poate fi calculat din raportul dintre amplitudinea deformației și a forței măsurate:

$$E_c = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (4.31)$$

Raportul dintre modulul de pierdere și modulul de acumulare se numește factorul de pierdere:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (4.32)$$

Unghiul de fază \$\delta\$ reprezintă defazajul menționat mai sus. Cu ajutorul DMA obținem modulul acumulării și pierderii și factorul de pierdere. De la schimbarea măsurată din modulul \$E_c\$, de la amplitudinea de deformare și de la forța și decalajul de timp între sarcină și timpul de reacție al sistemului \$\Delta t\$ și cu frecvența unghiulară \$\omega\$ se poate determina unghiul de faza astfel:

$$\delta = \Delta t \cdot \omega \quad (4.33)$$

Modulul E_c calculat cu ecuația (4.31) poate fi acum divizat, folosind ecuația (4.30), ecuația (4.33), și cantitatea de E_c în modulul de pierdere și de memorie. Pentru a determina temperatura de tranziție vitroasă poate fi utilizat fie modulul de acumulare sau pierdere, fie factorul de pierdere. În acest scop, valorile de mai sus sunt măsurate la anumite intervale, odată cu creșterea temperaturii.

În lucrarea de față, este utilizat modulul pierderii pentru determinarea tranziției vitroase, deoarece acest lucru este relativ ușor de determinat ca fiind maximul curbei modulului de pierdere în funcție de temperatură [81]. Motivul alegerii maximului este energia necesară care duce la excitarea mișcării moleculare, și astfel la topire. Valoarea acestei energii este mai mare în tranziția vitroasă, deoarece mai multă energie cinetică este transformată în căldură prin frecare.

Pentru a determina temperatura de tranziție în stare vitroasă a materialului nostru compozit, propionat de celuloză armat cu fibre de in, am injectat în matrice probe pătrate cu o lungime de 80 mm și o grosime de 2 mm (protocol de fabricație Anexa E). Din acestea sunt tăiate probe dreptunghiulare cu o lungime de 40 mm, o lățime de 5 mm și o grosime de 2 mm.

Determinarea DMA are loc cu o amplitudine de 30 microni.

Sunt investigate trei probe.

Curba modulului de pierdere este prezentată în figura 4.6.9 cu două din cele 3 încercări. Cea de-a treia poate fi găsită în Anexa F.

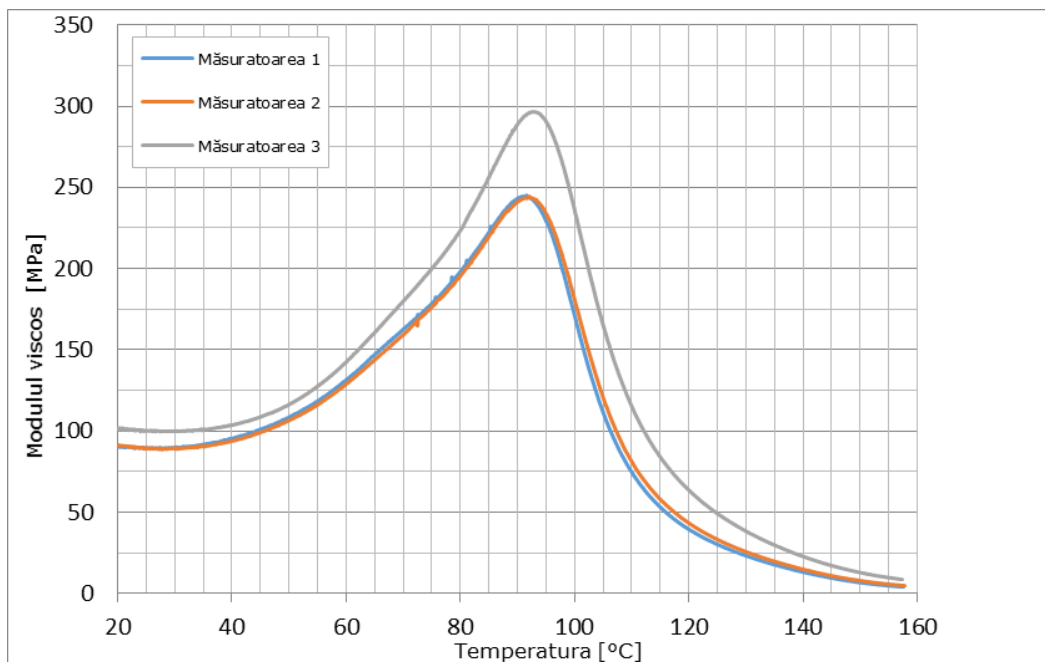


Figura 4.6.9 Modulul vâscos în corelație cu temperatura

Desfășurarea curbelor arată un traseu similar.

Și rezultatele calculate (a se vedea tabelul 4.6.2) ale temperaturii de tranziție vitroasă sunt aproape identice.

Pentru simularea în Moldflow a injectării este utilizată media dintre cele trei măsurători. După Gieler et. al. [82], valorile uzuale pentru temperatura de tranziție vitroasă a propionatului de celuloza CP care se afla între 55°C și 105°C, ne confirmă astfel rezultatele obținute de aproximativ 87°C.

Măsurătoare	Temperatura de tranziție vitroasă T_{trans} [°C]
1	85,6
2	87,7
3	86,7
Media	86,67

Tabelul 4.6.2 Rezultatele pentru determinarea temperaturii de tranziție vitroasă

4.6.5. Vâscozitatea la forfecare (shear viscosity)

După cum se explică în secțiunea 3.1.1, vâscozitatea dinamică este frecarea internă a topiturii de plastic. Dacă vâscozitatea dinamică este cunoscută, conform ecuației (4.17) se poate obține o relație între tensiunea de forfecare și viteza de forfecare.

Determinarea vâscozității dinamice s-a realizat în lucrarea de față cu ajutorul reometrului capilar Rheograph 75 Gottfert în conformitate cu DIN 54811 [83].

Figura 4.6.10 prezintă procedura de încercare.

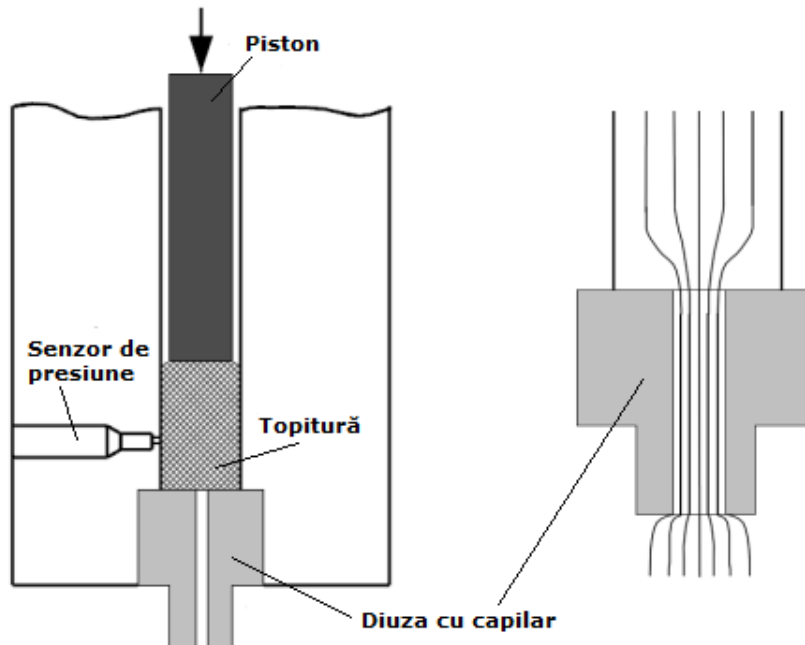


Figura 4.6.10 Principiul de funcționare principal (stânga) și curgerea în capilar (dreapta)

Principiul de măsurare pentru determinarea vâscozității dinamice este similar cu cel al determinării indicelui de topire (a se vedea figura 4.3.3).

Materialul examinat, sub formă de granulat, este topit în canalul de testare al reometrului capilar. Topitura este apoi presată cu un poanson printr-o duză, respectiv un capilar cu secțiunea transversală circulară. În timpul acesta, sunt măsurate viteza variabilă și presiunea, prin intermediul unui traductor de presiune Δp .

Presiunea ambiantă p_0 este utilizată ca punct de referință [84]. Lungimea L și raza R a capilarului sunt cunoscute.

Acest lucru permite calculul debitului din capilar [85]:

$$V = \pi \cdot R^2 \cdot v_s \quad (4.34)$$

Variabila v_s reprezintă viteza poansonului.

Presupunând un flux laminar și constant, se poate calcula tensiunea de forfecare și viteza de forfecare la peretele capilar cu ajutorul legii lui Hagen și Poiseuille [84] din presiunea și debitul măsurat:

$$\tau_{ap} = \frac{\Delta p \cdot R}{2 \cdot L} \quad \text{respectiv} \quad \gamma_{ap} = \frac{4 \cdot V}{\pi \cdot R^3} \quad (4.35)$$

Cu ajutorul ecuației (4.17), se poate calcula vâscozitatea:

$$\eta_{ap} = \frac{\tau_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}} \quad (4.36)$$

Prin schimbarea vitezei poansonului și prin urmare a debitului și a vitezei de forfecare, poate fi determinată curba de vâscozitate.

Formulele specificate în ecuațiile (4.35) și (4.36) se aplică strict numai pentru fluidele newtoniene cu vâscozitate constantă [84]. Pentru topituri de materiale plastice, acest lucru nu este valabil deoarece vâscozitatea depinde de viteza de forfecare.

Prin urmare, ecuațiile oferă doar valorile aparente și trebuie corectate. Figura 4.6.11 ilustrează acest fapt.

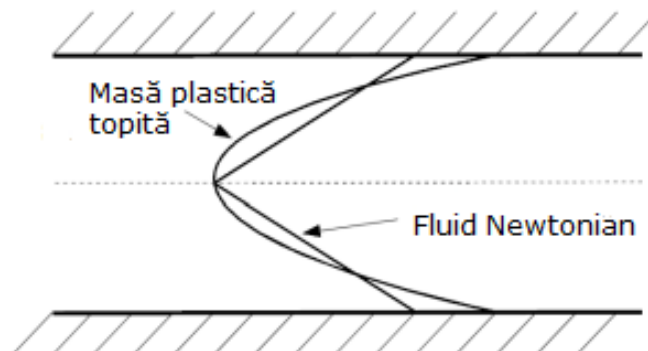


Figura 4.6.11 Profilul vitezei de forfecare a unei topituri și a unui fluid newtonian [84]

Topiturile plastice, în comparație cu fluidele newtoniene, au, în special în zona peretelui capilar, un gradient de viteză mult mai mare și viteze de forfecare mai mari. Ratele aparente de forfecare calculate sunt astfel mai mici decât valorile reale.

Pentru a determina viteza de forfecare reală, se recurge la metoda de corecție conform Rabinovich și Weissenberg [85].

Ipoteza de corecție pentru determinarea valorii reale a ratei de forfecare $\dot{\gamma}_w$ este:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{3 \cdot n + 1}{4 \cdot n} \cdot \dot{\gamma}_{ap} \quad (4.37)$$

Coeficientul n este panta tangentă a funcției $\lg \tau_{ap} = f(\lg \dot{\gamma}_{ap})$ până în acel punct în care viteza de forfecare aparentă trebuie să fie corectată:

$$n = \frac{d \log_{10}(\tau_{ap})}{d \log_{10}(\dot{\gamma}_{ap})} \quad (4.38)$$

Referitor la traseul de curgere a topiturii în capilar prezentat în figura 4.10, se pare că topitura se blochează în regiunea de intrare în capilar. În această zonă, particulele de topire sunt întinse în direcția de curgere. Acest proces necesită energie elastică, care este stocată în topitură, transportată prin capilare și este eliberată la final. Eliberarea acestei energii se face remarcată la ieșire, prin dilatarea firului. Introducerea de energie elastică necesară pentru corectarea acestei dilatări este nevoie de o presiune suplimentară, care este măsurată de către senzorul de presiune, și denaturează calculul tensiunii de forfecare din ecuația (4.35). Și aceasta trebuie să fie corectată. În prezenta lucrare, metoda de corecție utilizată este ipoteza de lucru a lui Bagley [85]. La această metodă de corecție, presiunea este măsurată cu aceeași viteză de forfecare și diferite raporturi L / D ale capilarului (L variază și D rămâne constantă). Valorile măsurate sunt apoi introduse într-o diagrama Δp - L/D . Punctele astfel obținute formează o linie dreaptă.

În cazul în care acest lucru este extrapolat la axa Δp , obținem pierderea de presiune Δp_e independent de lungime. Astfel, pierderea de presiune reală poate fi calculată prin

$$\Delta p = \Delta p_{mas} - \Delta p_e \quad (4.39)$$

Folosind ecuația (4.35), obținem adevărata valoare a tensiunii de forfecare τ_w .

Acest proces este foarte laborios, deoarece pentru fiecare rată de forfecare examinată, trebuie creată o diagrama Δp - L/D . De aceea, se utilizează o metodă experimentală care facilitează determinarea Δp_e .

Figurile 4.6.12 arată acest principiu și procedeul de măsurare al aparatului Rheograph 75 (figura 4.6.13).

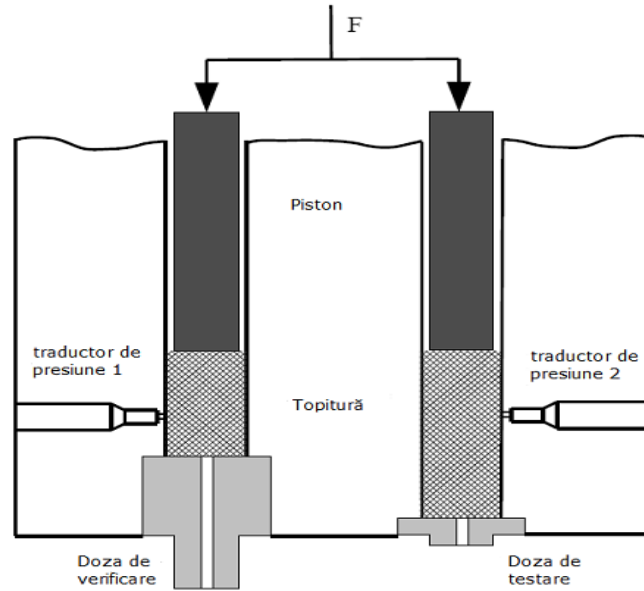


Figura 4.6.12 Schema de corecție experimentală Bagley



Figura 4.6.13 Standul de măsurare Rheograph 75

Acest reograf conține două canale de lucru. Astfel, se pot realiza două serii de experimente cu o viteză a pompanului și o viteză de forfecare selectată, folosind un al doilea senzor de presiune. Pentru determinarea experimentală a căderii de presiune nesubordonată lungimii, este folosit un al doilea canal de testare cu așa-

zisa „duză zero”. Acesta are o lungime foarte scurtă și, astfel, un raport L/D care tinde la zero. Acesta ilustrează punctul extrapolat în diagrama -L/D cu axa Δp . Cu ajutorul celui de-al doilea senzor de presiune, este măsurată presiunea Δp_e și comparată cu ecuația (4.35) și (4.39) de unde se poate găsi tensiunea de forfecare reală.

Este acum posibilă și calcularea vâscozității reale prin utilizarea ecuației (04.36):

$$\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \quad (4.40)$$

Pentru determinarea vâscozității în funcție de temperatură a biopolimerului, este utilizată o duză cu o lungime de 20 mm și un diametru de 1 mm. Duza de referință are o lungime de 0,2 mm și un diametru de 1 mm. La turnare prin injecție, valori ale ratei de forfecare între 100 1/s și 10000 1/s sunt comune [86]. Prin urmare, acest interval de forfecare este luat în considerare în cadrul testării vâscozității.

Tabelul 4.6.5.3 conține rata de forfecare (aparentă) și vitezele pistonului.

Viteza pistonului v_s [mm/s]	Rata de forfecare (aparentă) $\dot{\gamma}_{ap}$ [S^{-1}]
0,0064	11,52
0,0128	23,04
0,032	57,6
0,064	115,2
0,128	230,4
0,32	576
0,64	1152
0,96	1728
1,28	2304
1,6	2880
1,96	3528
2,28	4104
3,5	6300
6	10800
8	14400

Tabelul 4.6.3 Rate de forfecare investigate pentru a determina vâscozitatea la forfecare

S-au efectuat două experimente pentru fiecare rată de forfecare. Mai mult decât atât, sunt măsurate trei intervale de temperatură, pentru a determina dependența de temperatură a vâscozității (vezi capitolul 3.1.1). Ca și temperatură de lucru am selectat 190°C, 200°C și 210°C fiind și temperatura maximă recomandată de firma producătoare ALBIS pentru CP [56].

Valorile reale ale tensiunii și vitezei de forfecare sunt determinate în mod automat din valorile măsurate utilizând software-ul "WinRHEO".

În Anexa G sunt listate valori atât aparent cât și reale.

Figura 4.6.5.14 prezintă curbele de vâscozitate măsurate.

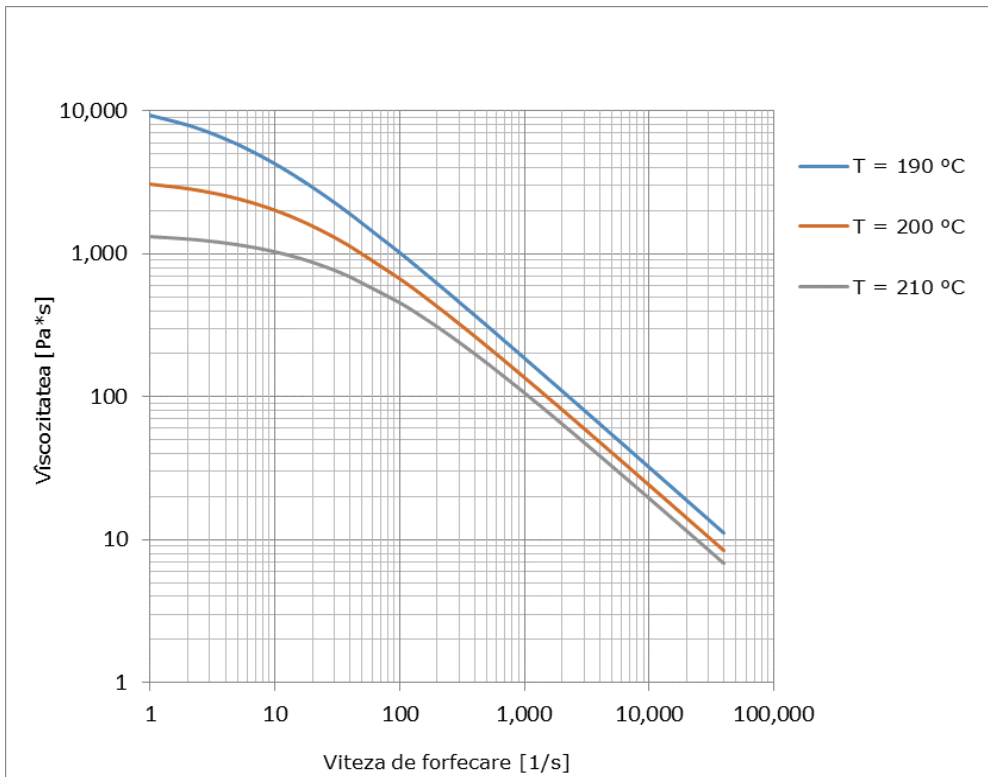


Figura 4.6.14 Valorile de vâscozitate măsurate și curbele de vâscozitate calculate

În plus, în această figură, sunt trasate și curbele de vâscozitate calculate după modelul CROSS-WLF (a se vedea ecuația (4.18)).

Determinarea vâscozității zero η_0 , indicele de putere reciprocă n , coeficientul τ' și constantele A_1 și A_2 pentru factorul de schimbare a temperaturii α_T se face prin utilizarea unui algoritm de montaj, folosind tot software-ul mai sus menționat "WinRHEO". Ca temperatură de referință pentru deplasare este selectată o temperatură de 200 ° C.

În Tabelul 4.6.5.2 sunt rezumate valorile calculate.

Coeficient	Valoare
Vascozitatea zero η_0	2450 Pa*s
Exponent de curgere n	0,23
Constanta τ'	54300 Pa
A_1	6,076
A_2	57,79 K

Tabelul 4.6.4 Coeficienții calculați pentru modelul CROSS-WLF

Profilul de vâscozitate, astfel calculat ca o funcție a ratei de forfecare este în concordanță cu valorile măsurate. Abaterile de măsurare pot fi cauzate de bule de aer apărute în topitură în timpul comprimării manuale a topiturii din cilindrul de extrudare. O altă sursă de eroare, deși mai puțin probabilă, o pot constitui resturile de material de pe capilar.

După Baur [18] și Michaeli [84] curbele de vâscozitate sunt corespunzătoare cu cele ale altor materiale plastice, astfel încât acestea sunt considerate ca fiind realiste.

4.6.6. Diagrama pVT

Pentru a ține cont de variația densității din cauza fluctuațiilor de presiune și temperatură, precum și pentru a calcula contracțiile, sunt folosite așa-numitele diagrame pVT.

Dintre acestea, densitatea poate fi calculată din reciproca volumului specific în funcție de presiune și temperatură:

$$\rho = \frac{1}{v} \quad (4.41)$$

Discuția următoare se limitează la materialele termoplastice amorse, având în vedere că materialul nostru examinat este un material plastic amorf.

În figura 4.6.6.1 se poate observa o diagramă pVT tipică pentru acest grup de materiale plastice.

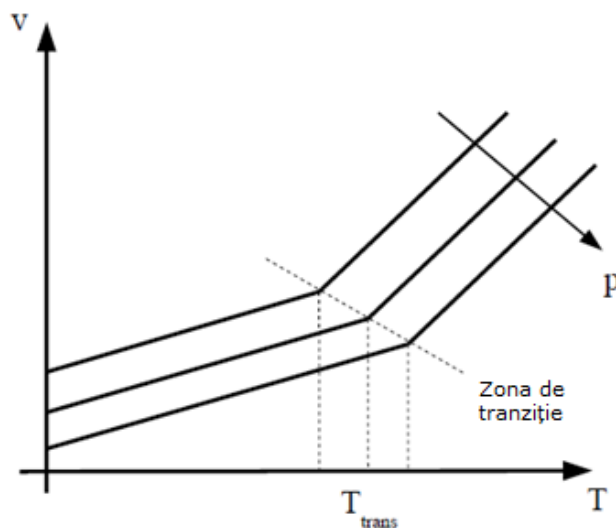


Figura 4.6.15 Diagrama pVT tipică pentru un termoplastic amorf [86]

Se poate observa că materialele plastice amorse sunt compresibile atât în stare solidă, cât și în stare topită.

4.6 - Determinarea experimentală a parametrilor necesari procesului de injecție 75

Acest lucru este ușor de recunoscut prin faptul că atunci când presiunea crește și temperatura e constantă, scade volumul specific. Intersecția reflectă temperatura de tranziție vitrioasă explicată în capitolul 4.6.4. Aceasta crește liniar, odata cu presiunea tot mai mare [47].

Dacă un material plastic amorf este răcit sub temperatura de topire, scade și mișcarea moleculară browniană. Astfel, topitura pierde volum. Dacă temperatura de rigidizare este depășită, topitura se solidifică. În această stare, mobilitatea lanțului de molecule este foarte redusă în comparație cu starea lichidă [47, 86]. Acest lucru împiedică mișcarea browniană, iar la o răcire suplimentară volumul scade și mai mult.

Pentru determinarea experimentală a diagramei pV-T care este descrisă în capitolul 4.6.5 este utilizat același reometru capilar Rheograph 75.

În figura 4.6.6.2 poate fi văzută configurarea de măsurare.

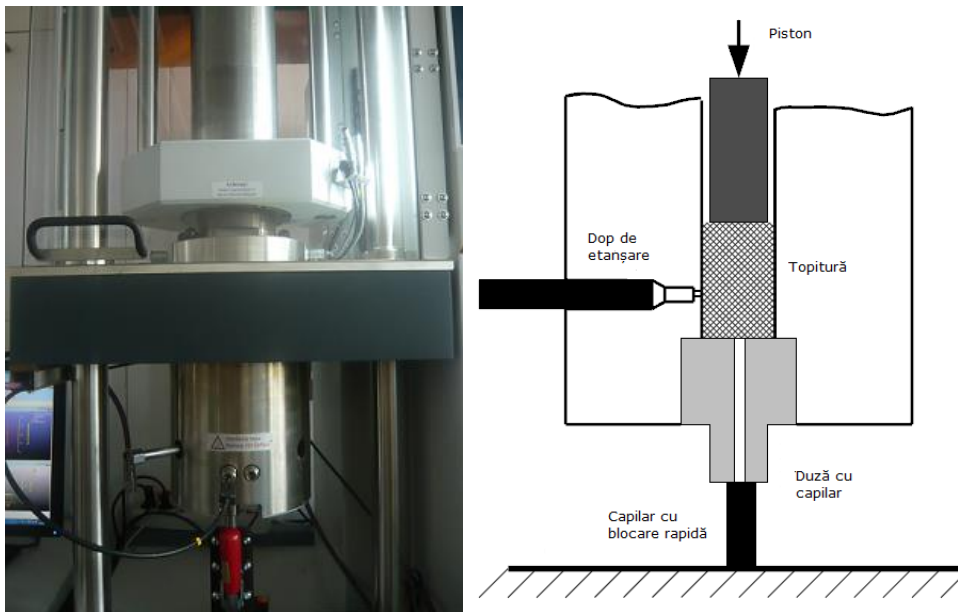


Figura 4.6.16 Procesul de lucru pentru determinarea diagramei pV-T

În cilindrul de testare se introduce o masă definită din materialul compozit analizat. Punctul de măsurare a presiunii este sigilat cu un dop și duza este de asemenea închisă. La deplasarea pistonului în geometria cunoscută a cilindrului de testare, poate fi determinat volumul la temperaturi diferite, respectiv folosind masa cunoscută a materialului de testat pentru a calcula volumul specific. Prin aplicarea unei forțe pistonului, se creează o presiune în material.

Presiunea este cunoscută ca fiind raportul dintre forța pistonului F și geometria dată a cilindrului de testare:

$$P = \frac{F}{A} \quad (4.42)$$

După aplicarea forței, este măsurată lungimea cursei parcurse de piston, și astfel se determină volumului specific la presiuni cunoscute. În acest fel este determinată dependența de presiune a volumului.

Pentru a determina dependența de temperatură, este examinat profilul de forță sau de presiune aplicat la un câmp de temperatură definit.

Etapele de testare sunt împărțite după cum urmează. După încălzirea cilindrului de testare, acesta este umplut cu granulele de bioplastic și compactat (manual).

Capilarul de închidere rapidă este eliberat și prin intermediul poansonului presează plasticul topit până la o înălțime de aproximativ 20-30 cm deasupra duzei. Apoi capilarul este închis din nou, astfel încât un volum definit al materialului bioplastic se afla în cilindru.

În lucrarea de față, determinarea diagramei pVT este realizată izoterm [87], de exemplu, la un nivel de temperatură constantă, sunt testate diferite presiuni. În acest caz, pornim de la cea mai scăzută temperatură, iar apoi aceasta este crescută treptat.

Înainte de efectuarea măsurătorilor trebuie să fie determinată densitatea materialului la temperatura camerei. Acest lucru este folosit pentru măsurătorile ulterioare, ca punct de referință [70]. Determinarea densității se efectuează în lucrarea de față în conformitate cu principiul lui Arhimede. Principiul afirmă că forța dinamică a unui corp scufundat într-un lichid este la fel de mare ca și greutatea volumului de fluid dislocat din lichidul respectiv. Ca lichid de referință folosim apă distilată, a cărei densitate ($\rho_w = 0.99744 \text{ g/cm}^3$) o cunoaștem. Astfel, din masa probei și din masa probei imersate poate fi calculată densitatea.

Densitatea este determinată în lucrarea de față folosind cântarul „AG-Waage 204” de la Mettler Toledo (a se vedea figura 4.6.6.3).

Măsurarea se repetă de trei ori, și se ia în considerare valoarea medie rezultată pentru măsurarea PVT.



Figura 4.6.17 Cântarul pentru determinarea densității

În tabelul 4.6.6.1 sunt afișate valorile măsurate și media lor:

Nr.crt.	Densitatea [g/cm ³]
1	1,237
2	1,238
3	1,237
Media:	1,237

Tabelul 4.6.5 Valorile densității măsurate

Conform calculelor din Moldflow, sunt posibile presiuni de până la 200 MPa la injecție. Din păcate suntem limitați la aparatul Rheograph 75 care ne permite presiuni numai până la 175 MPa. Prin urmare, 50 MPa, 100 MPa, 150 MPa și 175 MPa sunt valorile alese pentru investigația presiunii. Aceste intervale reflectă corect presiunile posibile de injecție. Pentru intervalul de temperatură investigat, este ales pragul maxim de prelucrare de 210 ° C și minim de 40 ° C.

În figura 4.6.6.4 sunt afișate valorile măsurate în diagrama pV T.

Valorile pot fi găsite în Anexa H.

Măsurarea se efectuează de două ori pentru presiune și temperatură. Este prezentată doar o serie de măsurători, cea mai relevantă.

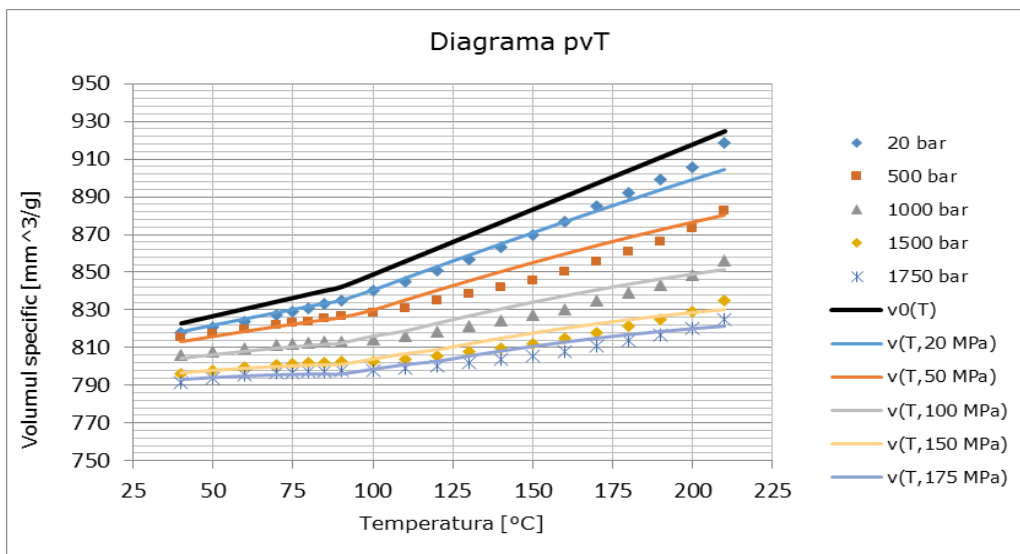


Figura 4.6.18 Valorile pV T măsurate și diagrama pV T calculată

Coeficient	Valoare
b_{1m}	0,000845 m ³ /kg
b_{2m}	0,0000007 m ³ /(kg*K)
b_{3m}	153426000 Pa
b_{4m}	0,007134 1/K
b_{1s}	0,0008409 m ³ /kg
b_{2s}	0,0000003847 m ³ /(kg*K)
b_{3s}	199484000 Pa
b_{4s}	0,01373 1/K
b_5	363,45 K
b_6	0,00005 K/Pa

Tabelul 4.6.6 Coeficienții calculați pentru ecuația TAIT

Rezultatele curbei calculate sunt conform ipotezei TAIT a ecuației (4.11) prezentată în capitolul 3.1.1. Coeficienții necesari sunt preluați din datele măsurate și introduși într-un algoritm al software-ului "WinRHEO", care a fost folosit de asemenea pentru calculul vâscozității (a se vedea secțiunea 4.6.5).

Tabelul 4.6.6.2 prezintă coeficienții calculați.

Pentru că propionatul de celuloză este un termoplast amorf, coeficienții B_7 , B_8 și B_9 sunt considerați egali cu zero în conformitate cu ecuația (4.14). Se poate observa că valorile măsurate nu cresc liniar la temperaturi mai mari decât temperatura de tranziție vitroasă, așa cum este descris în figura 4.6.6.4. În schimb, poate fi observată o ușoară curbă exponențială.

Abordarea TAIT care presupune o creștere liniară, nu poate fi observată. Motivul pentru această neliniaritate sunt fibrele de in conținute în propionatul de celuloză. Acestea par a se dilata și mai puternic decât celuloza odată cu creșterea neliniara a temperaturii după depășirea nivelului de temperatură de 100°C - de aceea apare curba exponențială. Acest lucru este mai puțin pronunțat la presiuni mai mari, deoarece dilatarea fibrelor de in este împiedicată de acestea. La presiuni joase, creșterea exponențială este mai pronunțată. Acest comportament necesită investigații suplimentare.

Valorile măsurate corespund, conform lui Baur [18], valorilor pentru materialele plastice. Prin urmare, coeficienții calculați sunt utilizați în calculul de simulare, conform tabelului 4.6.6.2 .

4.6.7. Coeficienții de dilatare liniară

Prin coeficientul de dilatare liniară termic se înțelege modificarea lungimii unui corp solid sub influența temperaturii [88]. Această valoare relativă indică modificarea în lungime, la o variație de temperatură de 1 K.

Coeficientul de dilatare liniară este calculat cu ecuația [89]:

$$\alpha = \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{1}{l_0} \quad (4.44)$$

unde L_0 denotă lungimea inițială și Δl lungimea în urma schimbării de temperatură ΔT . După cum se explică în capitolul 3.1.3 și în ecuația (4.26), în formarea prin injecție se distinge direcția de curgere și direcție transversală.

Pentru aceasta sunt necesari doi coeficienți de dilatare termică liniară, în funcție de variația lungimii în direcția de curgere și perpendicular pe acesta Δl_1 Δl_2 , conform cu ecuația (4.44):

$$\alpha_1 = \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{1}{l_{1,0}} \quad \text{respectiv} \quad \alpha_2 = \frac{1}{\Delta T} \cdot \frac{1}{l_{2,0}} \quad (4.44)$$

Pentru determinarea experimentală, a fost folosit un dilatometru de la firma Linseis în conformitate cu DIN 51045 [90].

Figura 4.6.7.1 prezintă modelul de încercare și principiul de funcționare a dilatometrului.

Proba este situat între tijă și contra-opritor. Pentru a asigura un contact constant al probei cu tija, o forță minimă este aplicată. Cuptorul crește temperatura dilatometrului, și astfel proba se extinde. Un termometru determină temperatura eșantionului. Modificările lungimii probei sunt transferate tijei și măsurate de un senzor de poziție. Având măsurată dilatarea probei și a temperaturii eșantionului, și totodată valorile probei măsurate în avans la temperatura camerei, putem calcula coeficientul de dilatare liniară în conformitate cu ecuația (4.44).

Pentru a determina coeficientul termic de dilatare liniară dezvoltat în lucrarea de față, avem nevoie să realizăm, prin injecție, anumite probe din materialul bioplastic. Se realizează astfel niște plăci pătrate cu latura de de 80 mm și o grosime de 4 mm (protocol de producție în Anexa J). Din acestea, se taie probele necesare dilatometrului de 20 mm lungime, 4 mm lățime și 4 mm grosime. Datorită plăcilor pătrate turnate prin injecție, este posibil să tăiem eșantioane atât pe direcția de curgere, cât și pe direcție transversală. Figura 4.6.7.2 prezintă coeficientul de dilatare termică măsurat în funcție de temperatură.

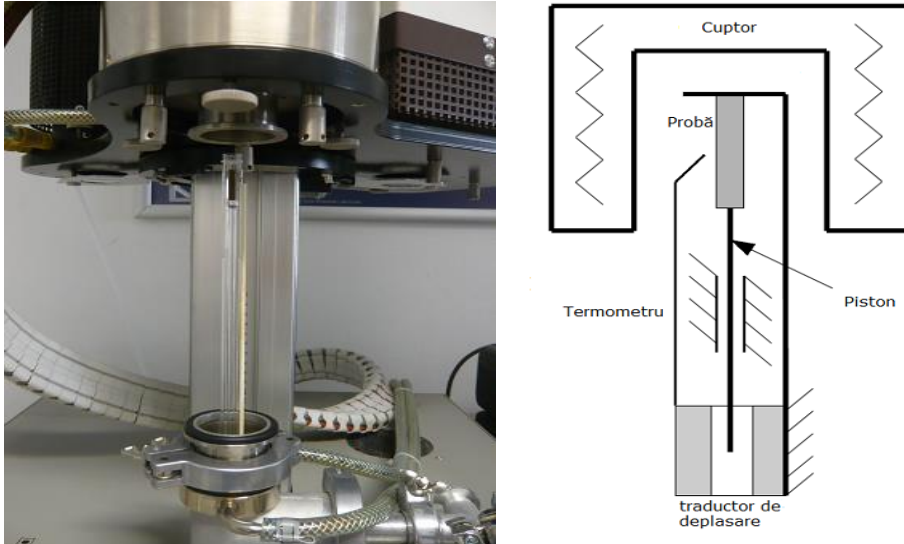


Figura 4.6.19 Dilatometru (stânga) și principiul de funcționare (dreapta)

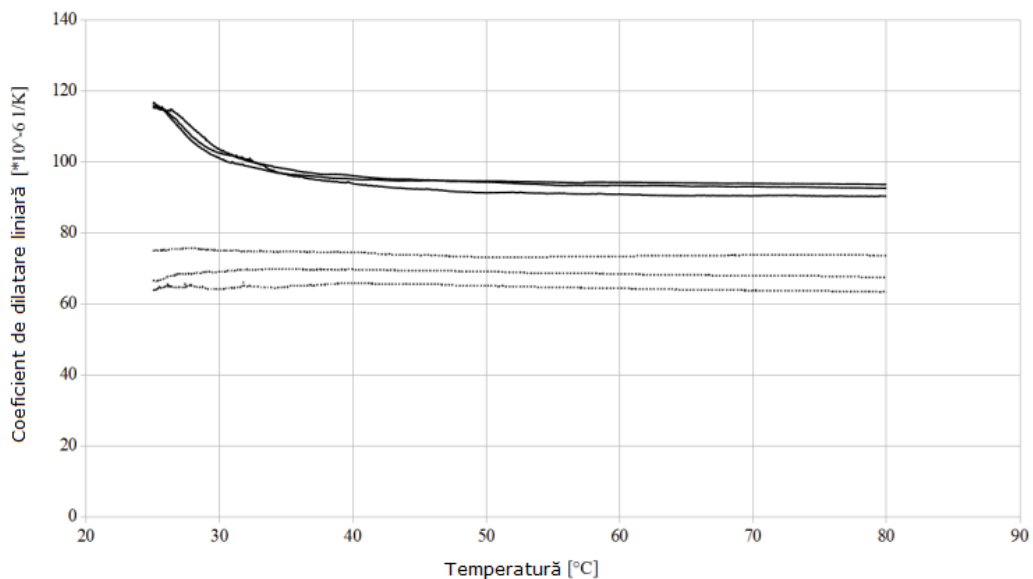


Figura 4.6.20 Coeficientul de dilatare liniară în funcție de temperatură

Rezultatele măsurătorilor individuale au valori apropiate, ceea ce ne confirmă validitatea lor. Abaterile pot fi explicate prin erori ale ansamblului de testare. La o introducere defectuoasă a probei între tijă și contra-opritor, aceasta se poate înclina și generează măsurători eronate.

În tabelul 4.6.7.3 sunt listați coeficienții de deformare liniară determinați. Pentru utilizare în simularea turnării prin injecție, se folosesc valorile medii.

Nr.crt.	Coeficientul de deformare liniară în direcția de curgere [$\cdot 10^{-6}$ 1/K]	Coeficientul de deformare liniară în direcția transversală [$\cdot 10^{-6}$ 1/K]
1	68,74	93,9
2	73,3	91,1
3	64,7	94,29
Media:	68,91	93,09

Figura 4.6.21 Coeficientul termic de dilatare liniară măsurat

Se poate observa anizotropia coeficientului de dilatare liniară care este mai mare pe direcția transversală de curgere decât pe direcția de curgere. Cauza acestei diferențe sunt fibrele de in din compozit. Ele au un coeficient mult mai mic de dilatare liniară decât celuloza, care este după Hirschberg [77] între $110 \cdot 10^{-6}$ 1/K și $120 \cdot 10^{-6}$ 1/K.

Pentru fibrele de in nu s-au găsit coeficienți de dilatare în literatura de specialitate. După Wagenfuhr et al. [91] acest coeficient este aproximativ $70 \cdot 10^{-6}$ 1/K pentru lemn în general. Se presupune că coeficientul de dilatare termică al fibrei de in este mult sub cel al celulozei.

La injectarea plăcilor din care sunt decupate probele utilizate, fibrele de in sunt orientate în principal în direcția de curgere [50]. La încălzire, acestea se dilată mai puțin decât propionatul de celuloză și împiedică astfel dilatarea compozitului. Prin urmare, coeficientul de dilatare liniară determinat experimental al materialului compozit este mai mic decât cel a celulozei nearmate. Probele la care fibrele sunt orientate în direcția de curgere au un impact mult mai mare asupra dilatării decât probele în care fibrele de in sunt orientate pe direcție transversală față de direcția de curgere.

Valorile din tabelul 4.6.7.3 menționat mai sus, confirmă afirmațiile noastre.

4.6.8. Modulul de elasticitate longitudinală, coeficientul de contracție transversală (Modulul lui Young și coeficientul lui Poisson)

Modulul lui Young (de elasticitate) este un parametru de material care stabilește o relație între tensiune și întindere într-o deformare elastică liniară a unui corp.

Coeficientul Poisson este raportul între subțierea unitară pe direcția perpendiculară direcției efortului și alungirea unitară în direcția efortului. În turnarea prin injecție, așa cum este prezentat în ecuația (4.25), se deosebește între direcția de curgere (prima - direcție) și direcția transversală pe aceasta (a doua-direcție).

Pentru o descriere completă a comportamentului mecanic, sunt necesari cinci parametri de material în spațiul tri-dimensional. Aceștia includ modulele E_1 și E_2 , raporturile Poisson ν_{12} și ν_{23} , precum și modulul de forfecare G_{12} . Acest lucru este explicat în capitolul următor. Modulul lui Young se obține prin teste de tracțiune în direcția de curgere și în direcție transversală.

Folosind un aparat de tracțiune și timbre tensometrice, pot fi calculate valorile dorite:

$$E_i = \frac{\sigma_i}{\epsilon_i} \quad \text{cu} \quad \sigma_i = \frac{F_i}{A} \quad (i=1,2) \quad (4.45)$$

$$\nu_{12} = \frac{\epsilon_2}{\epsilon_1} \quad \text{cu} \quad \nu_{23} = \frac{\epsilon_3}{\epsilon_2} \quad (4.46)$$

Zona A a corpului de probă este cunoscută. Indexul 3 indică direcția în sistemul de coordonate carteziene, care este perpendiculara la axa 1 și 2.

Din ecuațiile (4.45) și (4.46) rezultă că trebuie să efectuăm în total două teste de tracțiune.

În primul caz probele sunt testate la tracțiune în direcția de curgere. Aici se determină modulul de elasticitate E_1 și raportul ν_{12} Poisson după o măsurare a întinderii în direcția longitudinală și transversală (direcția 1 și 2).

În al doilea caz sunt testate la tracțiune, perpendicular pe direcția de curgere, fiind determinat modulul de elasticitate E_2 . Prin măsurarea întinderii în direcția transversală și pe direcția grosimii probei (direcția 2 și 3), putem calcula contracția transversală ν_{23} [70].

Pentru a studia proprietățile mecanice ale bioplasticului nostru sunt necesare probe de tracțiune în direcția de curgere și transversal pe direcția de curgere.

Pentru a studia direcția de curgere conform DIN EN ISO 527 [92] eșantioane de tip ganteră 1A, cu o lungime de 170 mm, sunt injectate (protocol de producție în Anexa K). Pentru a determina proprietățile mecanice perpendiculare pe direcția de curgere s-au realizat specimene mici de tipul ganteră 1BA.

În lucrarea de față, o mașină de testare Zwick 1475 este utilizată cu o sarcină de 10 kN. Întinderile sunt determinate fără contact, cu extensiometre laser și indicatori lipiți ca markeri.

Trebuie remarcat faptul că determinarea raportului Poisson ν_{23} se dovedește dificilă. Prin urmare, se presupune că se aplică $\nu_{12} \approx \nu_{23}$.

După Moldflow [70], viteza de încercare este de 2 mm/min.

În figura 4.6.8.1 poate fi văzut aparatul de testare.



Figura 4.6.22 Configurația de testare pentru determinarea modului Young și raporturile lui Poisson

Pentru determinarea modului de elasticitate sunt efectuate câte 5 teste pentru fiecare direcție.

Diagramele de tensiune-deformație pentru tensiunea în direcția de curgere sunt prezentate în figura 4.6.8.2.

Rapoartele de măsurare sunt compilate în anexa L.

Tabelul 4.6.8.1 prezintă modulele de elasticitate rezultate din curbe, și rezultatele măsurătorilor raporturilor lui Poisson.

Nr.crt.	Modulul Young in directia de curgere [Mpa]	Raportul lui Poisson ν_{12}
1	3237	0,42
2	3356	0,44
3	3358	0,41
4	3441	0,45
5	3422	0,43
Media	3370	0,43

Tabelul 4.6.7 Modulul Young măsurat și raportul Poisson

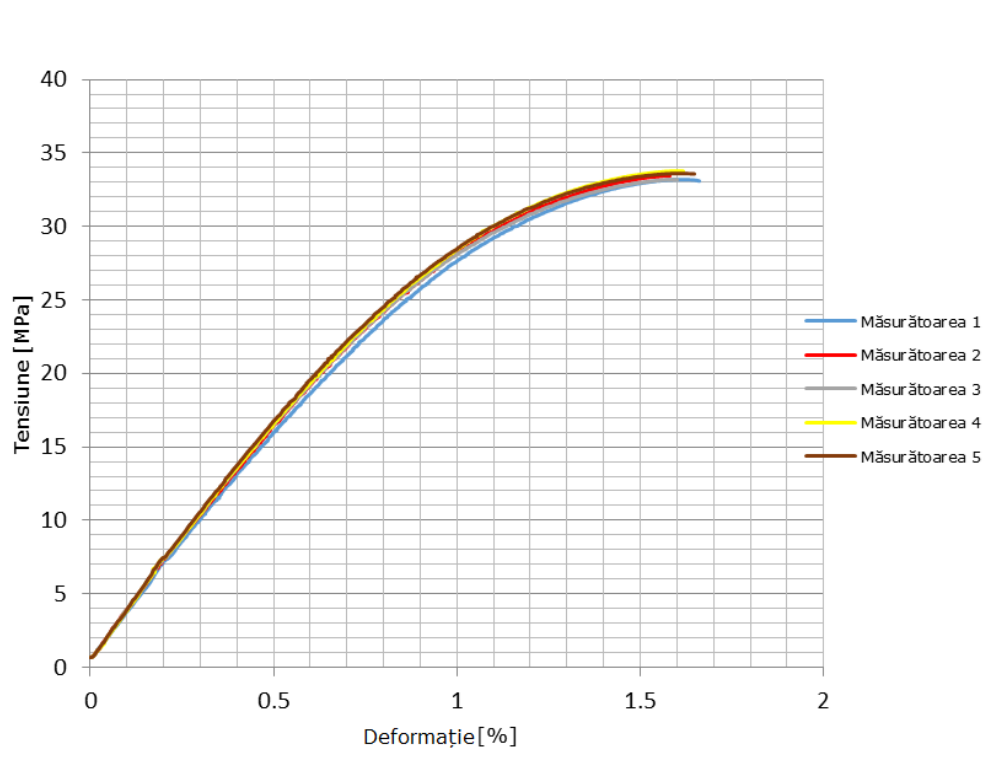


Figura 4.6.23 Curbele de tensiune-deformație în direcția de curgere (Tip 1A)

Valorile măsurate sunt relevante. Propionatul de celuloză nearmat are un modul Young de aproximativ 1400 MPa [ILK], astfel că modulul lui Young la materialul nostru armat cu fibre de in este mai mult decât dublu. Tensiunea de rupere a CP armat cu fibre de in este de aproximativ 32 MPa. Acest lucru indică faptul că fibrele de in se desprind din matricea de plastic și un agent de legătură între fibre și matrice pentru a crește adeziunea ar putea fi necesar. Astfel se constată că ipoteza de la punctul 4.2.3 este respinsă.

Figura 4.6.8.3 arată curbele tensiune-deformație în direcția transversală pe direcția de curgere, măsurate cu ajutorul eșantioanelor mici, de Tip 1BA.

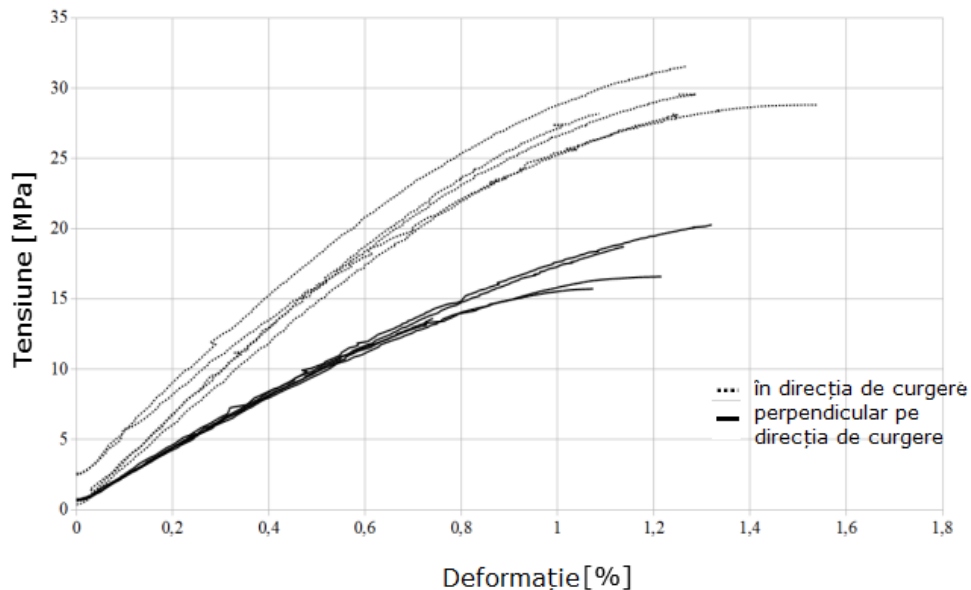


Figura 4.6.24 Curbele tensiune-deformație în direcția transversală pe direcția de curgere

Din nou, aceste valori măsurate sunt suprapuse foarte bine. De asemenea se observă o diferență semnificativă între direcțiile 1 și 2.

În tabelul 4.6.8.2 sunt listate rezultatele modulului de elasticitate obținute cu speciamele mici de tracțiune.

Nr.crt.	Modulul Young in direcția de curgere [Mpa]	Modulul Young in direcția transversala [Mpa]
1	3366	1994
2	3225	2020
3	3019	2094
4	3334	2071
5	3107	2008
Media	3210	2037

Tabelul 4.6.8 Modulele de elasticitate calculate folosind speciamele de de tracțiune Tip 1BA

O comparație cu rezultatele prezentate în tabelul 4.6.8.1 a modulului de elasticitate în direcția de curgere indică faptul că rezultatele sunt doar ușor influențate de mărimea eșantionului. Așadar considerăm modulul de elasticitate transversal față de direcția de curgere ca fiind 2037 MPa.

4.6.9. Modulul de forfecare

Modulul de forfecare este un parametru de material care se exprimă ca fiind relația dintre tensiunea de forfecare τ și unghiul de forfecare γ . Acesta se calculează după următoarea formulă:

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \quad (4.47)$$

Determinarea modului la forfecare G_{12} este efectuat în prezenta lucrare, cu așa-numita "V-Notched Rail Shear Test" conform ASTM D7078/D 7078M [93]. Dintr-o placă cu o lungime de 76 mm, o lățime de 56 mm și o grosime de 4 mm sunt tăiate speciamele conform stas-ului. Și pentru aceste speciame de probă se folosesc plăcile realizate și folosite în capitolul 4.6.7.

Probele realizate sunt apoi prinse într-un dispozitiv special de tensiune, care este prezentat în figura 4.6.9.1.

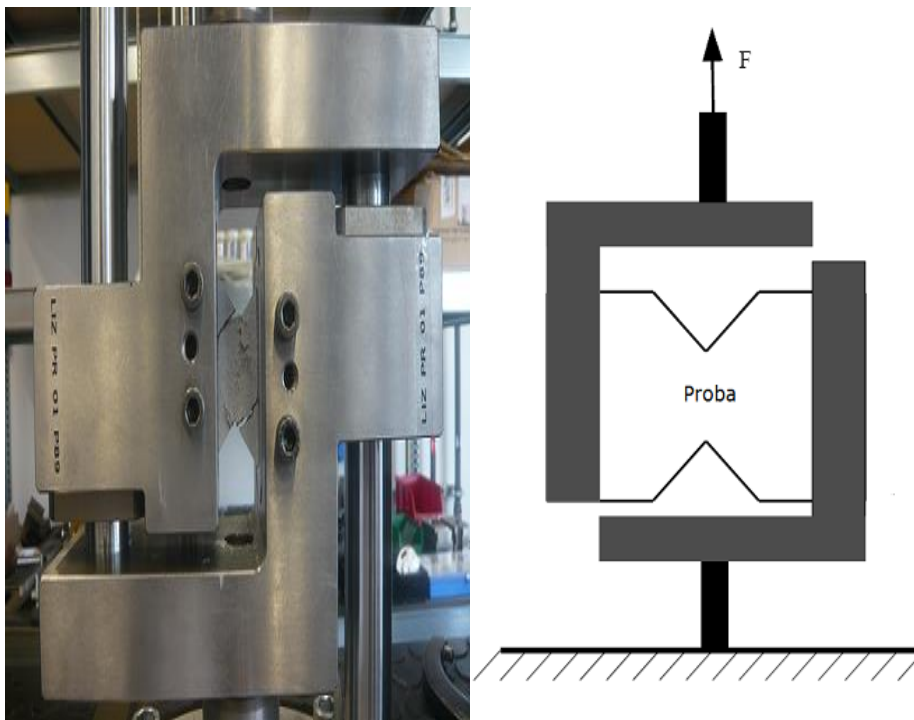


Figura 4.6.25 Principiul de testare pentru obținerea modului de forfecare

Prin aplicarea unei forțe de tragere, este generată în creștătură o tensiune de forfecare. Prin măsurarea dilatării la $\pm 45^\circ$ în direcția câmpului probei poate, fi definit modulul de forfecare:

$$G_{12} = \frac{\Delta\tau}{\Delta\gamma} = \frac{\Delta F}{w \cdot d \cdot (\epsilon_{45^\circ} - \epsilon_{-45^\circ})} \quad \text{cu } \tau_{12} = \frac{F}{w \cdot d} \quad (4.48)$$

Unde w este distanța dintre cele două creștături, iar d este grosimea eșantionului. Pentru a determina întinderile se recurge în lucrarea de față, la sistemul optic de măsurare a întinderii ARAMIS (vezi Figura 4.6.9.2).



Figura 4.6.26 Măsuratori de întindere pentru determinarea modului de forfecare cu ajutorul ARAMIS

Sunt efectuate 5 teste pentru determinarea modului de forfecare, cu o viteză de testare de 2mm/min [70].

Rapoartele de măsurare sunt detaliate în Anexa M.

Rezultatele sunt compilate în Tabelul 4.6.9.1.

Valoarea medie obținută va fi folosită pentru simulare.

Nr.crt.	Modulul de forfecare [MPa]
1	962
2	946
3	927
4	994
5	967
Media	959

Tabelul 4.6.9 Valorile măsurate ale modului de forfecare

După Carlowitz [94], modulul de forfecare al propionatului de celuloză nearmat este de aproximativ 750 MPa.

Prin armarea cu fibre de in, modulul de forfecare a crescut cu aproximativ 200 MPa.

CAPITOLUL 5. Contribuții personale și soluții complete privind injecția materialelor biocompozite

Pentru justificarea tehnologică a parametrilor de material stabiliți experimental în capitolul 4 se va forma prin injecție o componentă cu biocompozitul dezvoltat și apoi vor fi efectuate cu, ajutorul unui model CAD o simulare de turnare prin injecție.

O comparație a studiului de umplere a matricei concomitent cu rezultatele simulării acesteia este utilă pentru validarea rezultatelor.

5.1. Procesul de umplere al matricei prin injecție

Este ales un model cu nervuri semifinite de diferite grosimi pentru a studia procesul de injecție. Acesta este ales deoarece constă în patru nervuri de dimensiuni diferite. Datorită geometriilor diferite ale nervurilor, are rate diferite umplere, astfel încât componenta este foarte potrivită pentru o analiză de umplere și de simulare. Figura 5.1.1 prezintă modelul CAD al benzilor cu diverse geometrii.

Analiza de umplere este efectuată utilizând o mașină de turnare prin injecție Allrounder 270 C 500-200 Arburg. Înainte de efectuarea turnării, granulele sunt uscate la 80°C timp de 6 ore. Apoi, primul pas este umplerea completă a piesei (protocol de producție în Anexa M). După o umplere completă se renunță la presiunea ulterioară pentru a surprinde umplerea în diferite stadii.

Se aleg 6 momente în timp cu parametri diferiți pentru a obține procesul de umplere.

O compilație a celor mai importanți parametri de prelucrare ale acestor șase timpi aleși, precum și umplerea completă a componentei pot fi găsite în Tabelul 5.1.1. Temperaturile sunt între 190°C în zona cilindrului și 210 ° C în zona de duză, pentru a evita degradarea fibrelor de in din compozit [68]. Temperatura matricei este setată la 70° C.

În figura 5.1.2, este prezentat studiul de umplere efectuat pe mașina de injectat.

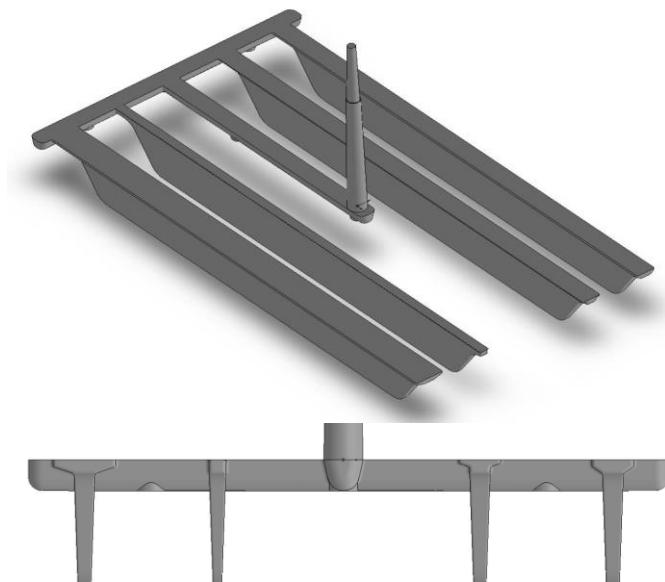


Figura 5.1.1 Componenta în vedere isometrică (sus) și geometria diferită (jos)

Parametrul	Umplere completă	Momentul I	Momentul I II	Momentul III	Momentul IV	Momentul V	Momentul VI
Timpii de umplere [s]	2,34	0,87	1,19	1,49	1,81	2,13	2,34
Presiunea de injecție [bar]	1000	690	780	830	880	935	1000
Punctul de comutare [cm ³]	12	35	30	25	20	15	12
Presiunea de compactizare	750(0,5 s) 500(1,5 s) 400(2,5 s)	-	-	-	-	-	-

Tabelul 5.1.1 Privire de ansamblu asupra celor mai importanți parametri de procesare în timpul studiului de umplere

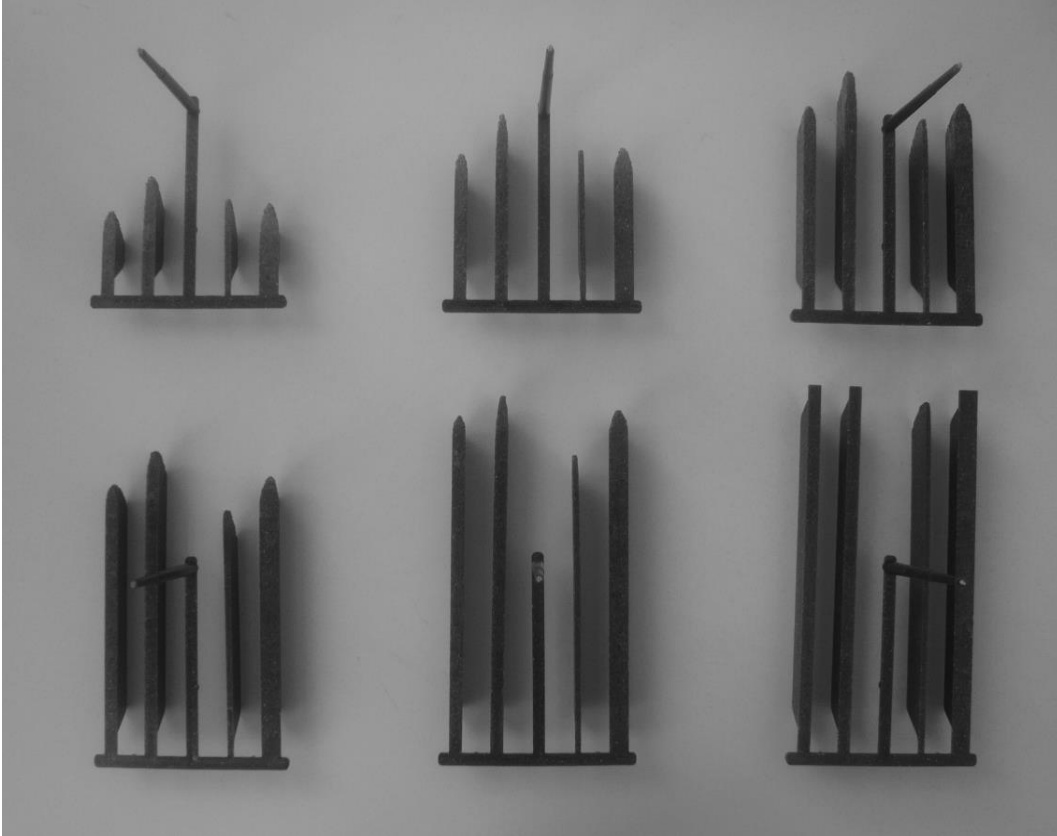


Figura 5.1.2 Studiu de umplere (nervurile 1,2,3,4 începând de la stânga la dreapta)

Se poate observa clar că nervurile sunt umplute în mod diferit datorită diferitelor geometrii. Nervura 2 este umplută cel mai rapid, urmată de nervurile 1 și 4.

Nervura 2 are o grosime a peretelui semnificativ mai mică (a se vedea și figura 5.1.1 jos).

O comparație a vederilor laterale ale benzilor arată, de asemenea, diferențele dintre benzi.

În figura 5.1.2, de exemplu, la punctul II (a se vedea tabelul 5.1.1) este prezentată o vedere laterală a nervurilor individuale.

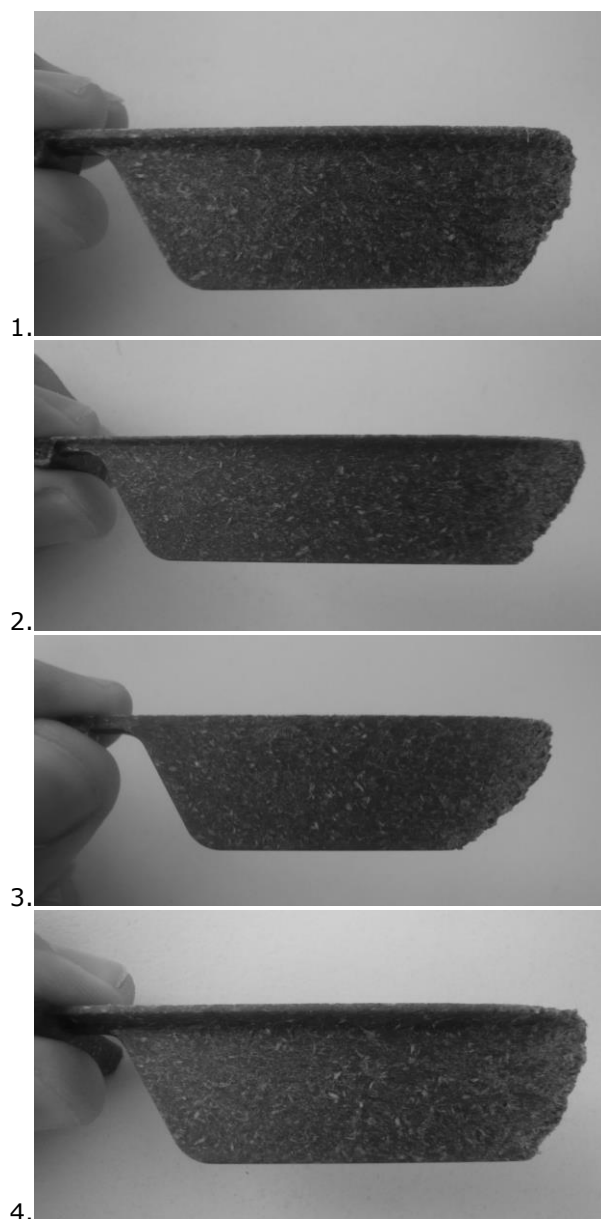


Figura 5.1.3 Diferențe la umplere

Se poate observa că marginea superioară a benzilor s-a umplut înainte de marginea inferioară.

Modelele de umplere a nervurilor 1, 2 și 4 sunt foarte asemănătoare.

Nervura 3 se umple mai lent decât celelalte nervuri datorită marginii inferioare.

Acest lucru se datorează faptului că, așa cum s-a menționat mai sus, grosimea peretelui este mai mică.

5.2. Simularea procesului de injecție și analiza elementului finit FEA cu ajutorul programului Moldflow

În lucrarea de față s-a folosit software-ul de simulare Moldflow de la firma Autodesk. Cu acest software pot fi defalcate toate etapele de turnare prin injecție pentru a obține o calitate mai bună a produselor în procesul de fabricație.

Punctul de pornire este modelul 3D prezentat anterior, care este exportat dintr-un program CAD și importat în Moldflow.

Apoi, este creată o rețea de noduri și elemente triunghiulare. Am ales o rețea care utilizează elemente triunghiulare pentru că este suficient de precisă pentru componentele cu pereți subțiri.

Se iau în considerare ipoteze specifice, cum ar fi neglijarea fluxului în direcția grosimii pentru a reduce din solicitările de calcul [40].

Un calcul mai precis, asociat în mod corespunzător cu un timp de calcul mai mare, oferă o simulare cu o rețea de elemente din volume tetraedre. Pentru rezultate cât mai exacte, am selectat o rețea cu tetraedre pentru investigarea materialului biocompozit dezvoltat.

Figura 5.2.1 prezintă rețeaua de elemente finite a nervurilor modelate.

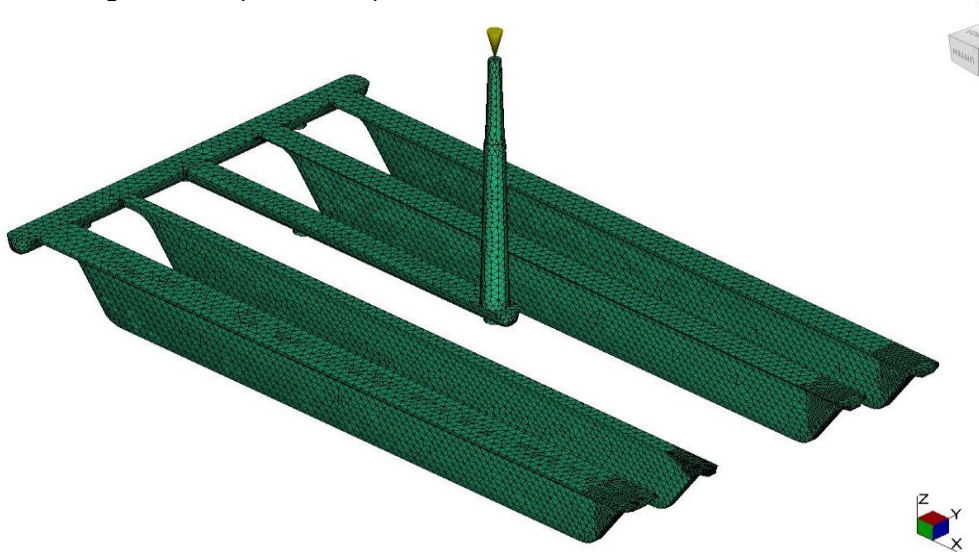


Figura 5.2.1 Rețeaua FE cu elemente tetraedrice și rețeaua de injecție

Cum poate fi observat în figurile anterioare, este modelată și rețeaua de turnare pentru a mări acuratețea rezultatului calculat.

După generarea rețelei, este determinat punctul de injecție. Acest lucru este de asemenea prezentat în Figura 5.1.2.

Ulterior, se face caracterizarea materialului. Deoarece este un material nou acesta trebuie introdus în baza de date MoldFlow.

Parametrii de material ai biocompozitului care au fost calculați în capitolul 4 sunt introduși acum în software.

După definirea setărilor de proces tehnologic, care sunt luate din studiul de umplere prezentat în capitolul 4 din prezenta lucrare, se realizează simularea (a se vedea protocolul de producție anexat N).

Figura 5.2.2 prezintă, în analogie cu figura 5.1.3, simularea de umplere a piesei. Se pot observa foarte ușor similitudinile. O comparație mai atentă se face în capitolul următor.

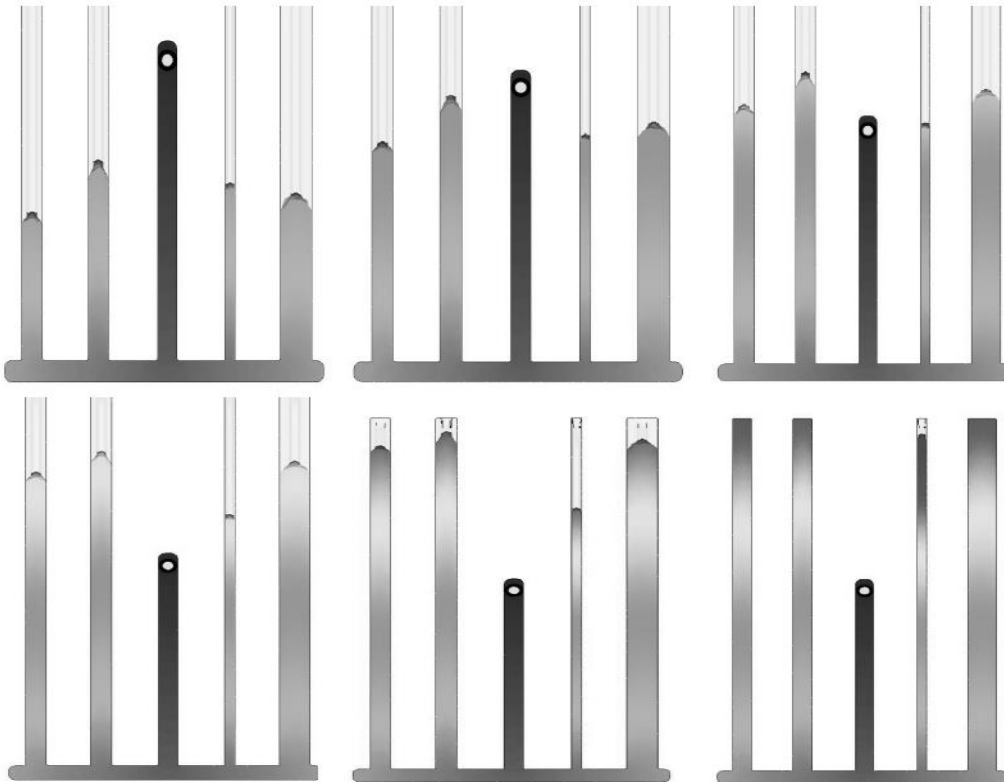


Figura 5.2.2 Simularea studiului de umplere a nervurilor

Timpul de injecție realizat (simulat) este de 2,14 s la o presiune de injecție de circa 600 bari. O comparație cu exemplul din figura 5.1.3 cu vederea laterală a nervurilor în momentul II arată o suprapunere bună (a se vedea figura 5.2.3). O analiză mai detaliată poate fi, de asemenea, găsită în următorul capitol.

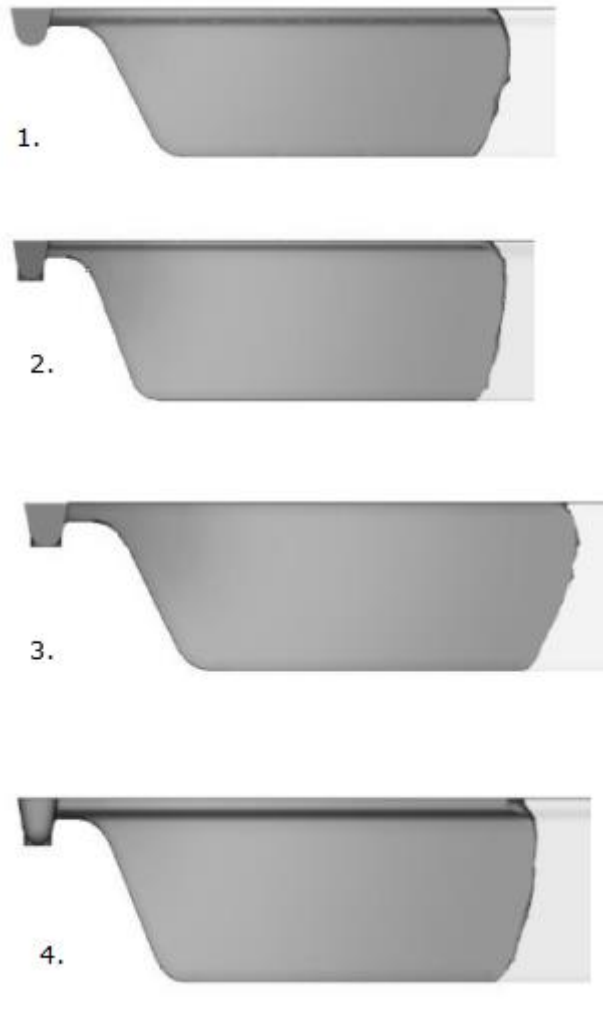


Figura 5.2.3 Vedere laterală a benzilor simulate la momentul II

5.3. Comparație între studiul de umplere și simulare

După cum s-a menționat în capitolul 5.1 presiunea de injecție măsurată este de aproximativ 1000 de bari iar cea calculată de 600 de bari. Această diferență se explică prin faptul că, în simulare, se presupune diametrul duzei de aceeași mărime ca și partea finală a sistemului de injecție. În realitate, diametrul duzei este mult mai mic, ceea ce determină o presiune de injecție mai mare, necesară pentru a umple cavitatea.

Și între valoarea măsurată (2,34 sec.) și cea calculată (2,14 sec.) a timpului de injecție este o diferență, care se datorează ipotezelor făcute în cadrul simulării. Astfel, se presupune că topitura are o temperatură de 210°C și peretele matriței

atinge 70°C. Dacă aceste temperaturi se regăsesc și în realitate este discutabil, deoarece de exemplu, topitura în matrița este răcită de temperatura ambiantă. Ca urmare a temperaturilor scăzute ale topiturii și peretelui matriței topitura are o capacitate de curgere scăzută, ceea ce duce la un timp mai lung de injecție.

Pentru a putea compara rezultatele din studiul de umplere în matriță cu rezultatele din simulare se face o comparație de umplere exprimată procentual, deoarece timpii de injecție sunt ușor diferiți. Acest lucru înseamnă că, de exemplu, în momentul de injecție 0,87 sec., măsurat și la un grad de umplere de 37,2%, bazat pe un timp de injecție total de 2,34s, în simulare este utilizat un timp de injecție de 0,79 sec., care corespunde unui grad de umplere de aproximativ 37,2% la un timp de injecție simulat de 2,14 s.

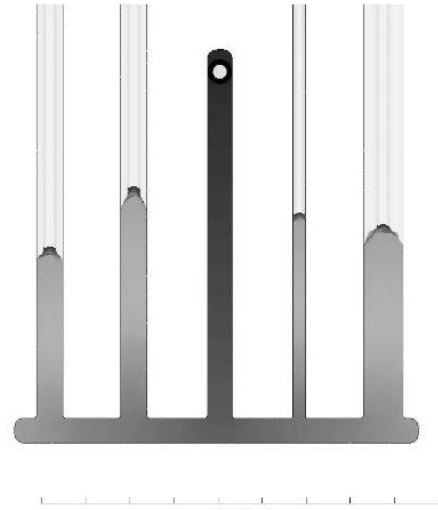
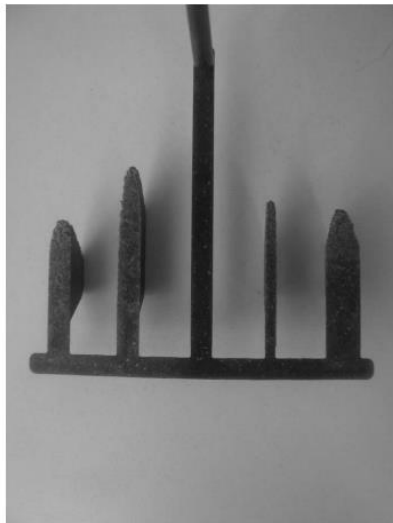
Tabelul 5.3.1 prezintă o sinteză a acestor rezultate.

În figura 5.3.1 este prezentată o comparație între rezultatele obținute în studiile de umplere și cele din simulare.

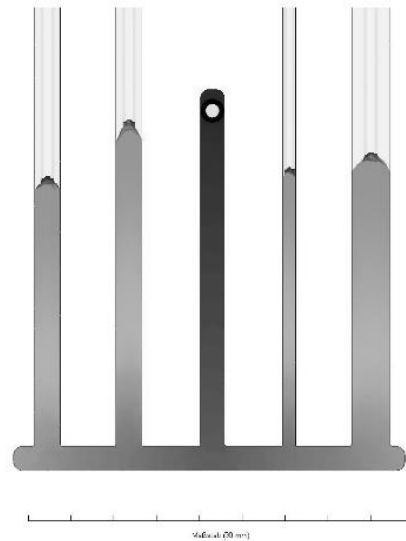
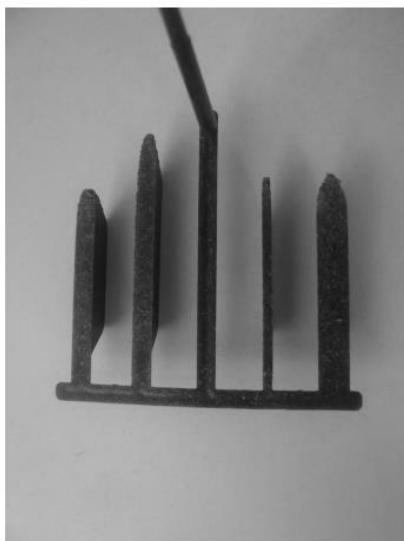
Nr.crt.	Timp măsurat [s]	Timp simulat [s]	Grad de umplere [%]
I	0,87	0,79	37,2
II	1,19	1,08	50,8
III	1,49	1,36	63,6
IV	1,81	1,66	77,3
V	2,13	1,95	91
VI	2,34	2,14	100

Tabelul 5.3.1 Comparație a timpilor de injecție măsurați și simulați

96 Contribuții personale și soluții complete privind injecția materialelor biocompozite - 5



Autodesk

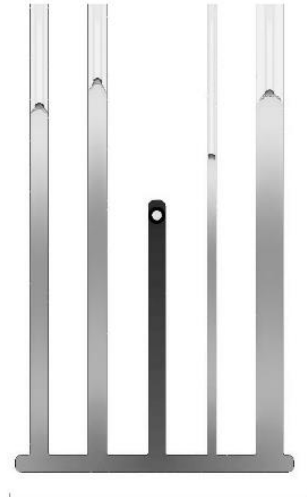


Autodesk



Autodesk

Moldex (30 sec)



Autodesk

Moldex (60 sec)

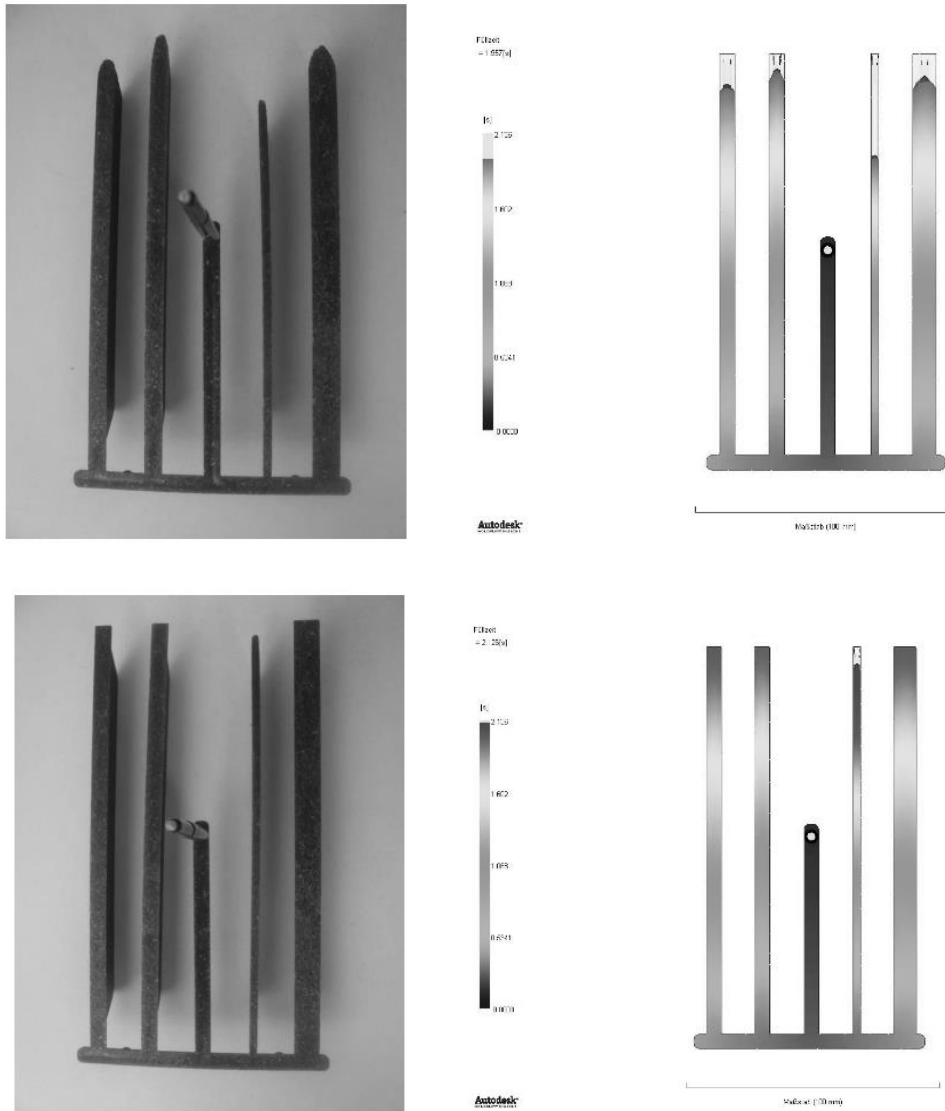


Figura 5.3.1 Comparație între rezultatele din studiul de umplere și simulare

Se poate observa un grad ridicat de suprapunere între rezultatele din studiul de umplere și simulare. Pentru o investigație mai detaliată, sunt prezentate aici aspecte privind marginea superioară și inferioară a fiecărei nervuri, care este măsurată și comparată cu simularea.

În figura 5.3.2, se prezintă modul de notare.

Rezultatele privind lungimile măsurate sunt sintetizate în tabelul 5.3.2.



Figura 5.3.2 Lungimi ale nervurilor la simulare și la studiul de umplere

Momentul	l_{1o}	l_{1u}	l_{2o}	l_{2u}	l_{3o}	l_{3u}	l_{4o}	l_{4u}
Masurat	40,3	11,7	54,6	26,2	45,4	14	43,5	14,8
Calculat	41,1	13,7	54	23,1	48,4	17	44,9	14,5
Masurat	65,1	37,4	82,5	52,1	68,1	35,8	68,9	40,2
Calculat	66,5	41	81,3	53,5	69,4	39,5	70,8	42
Masurat	91,4	67,28	106	77,1	88	56,1	94,9	66
Calculat	90,1	62,6	104,4	75,2	85,8	56,4	95,9	70
Masurat	118,1	89,6	131,6	103,7	108	76,2	120,8	90,2
Calculat	118	90,8	128,5	99,3	104,3	75	122,5	94,2
Masurat	144,4	116,3	152,3	124	129	97,1	147	118,2
Calculat	145,2	117,8	150,7	124,4	121,1	91,5	144,1	119,3
Masurat	plin	plin	plin	plin	153,3	120,6	plin	plin
Calculat					149,7	121,7		

Tabelul 5.3.2 Compararea lungimilor între studiul de umplerea și simulare

Din tabel rezultă că lungimile măsurate și calculate sunt în bună concordanță și prezintă abateri minore.

În final, se analizează deformarea componentei.

În acest scop, o formă umplută complet este depozitată o săptămână la temperatura ambiantă și apoi măsurată.

Contractia calculată la simulare în direcțiile y și z este prezentată în figura 5.3.3. Contractia în direcția x este neglijată în cele ce urmează, deoarece este dificil de măsurat și nerelevant.

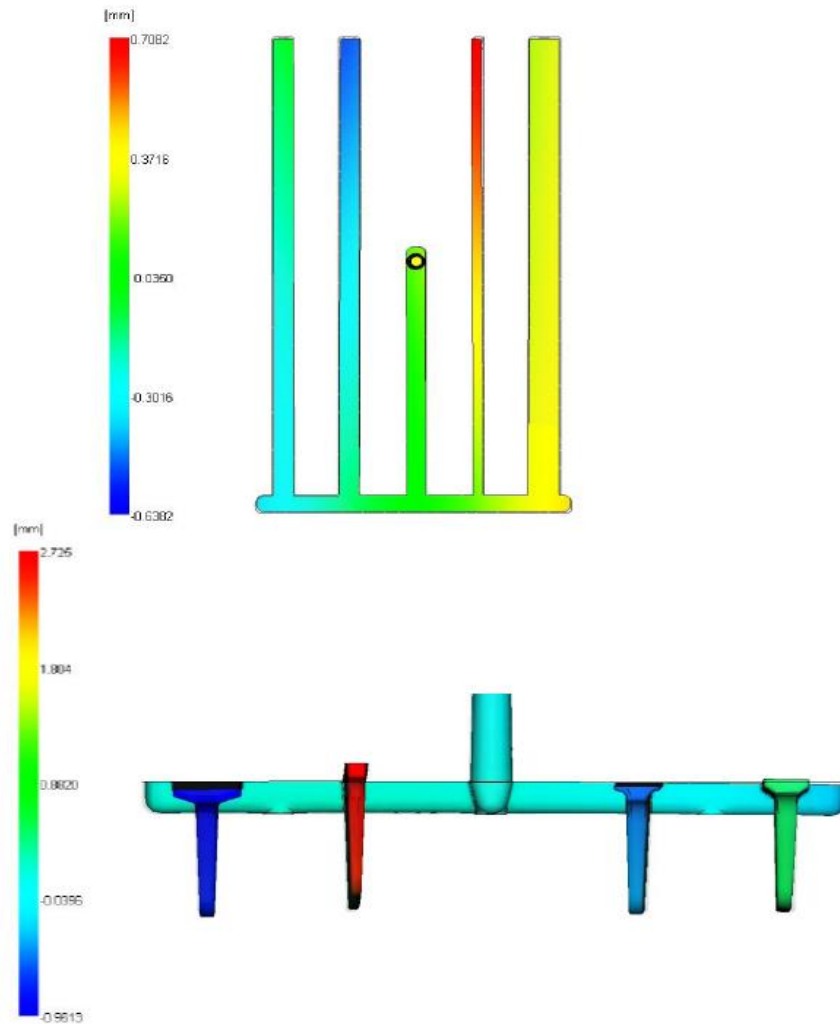


Figura 5.3.3 Contractia simulate în direcție y (sus) și direcția z (partea de jos)

Figura anterioară arată că banda a 3-a este afectată puternic (a doua din figură). Motivul este generat de grosimea redusă a nervurii, care fiind mai mică decât restul nervurilor, determină o acumulare pentru mult material la baza nervurii, astfel încât este materialul este deformat în sus.

Figura 5.3.4 prezintă deformația benzii din direcția y și z la piesa turnată. Si aici valorile sunt conforme cu cele simulate.

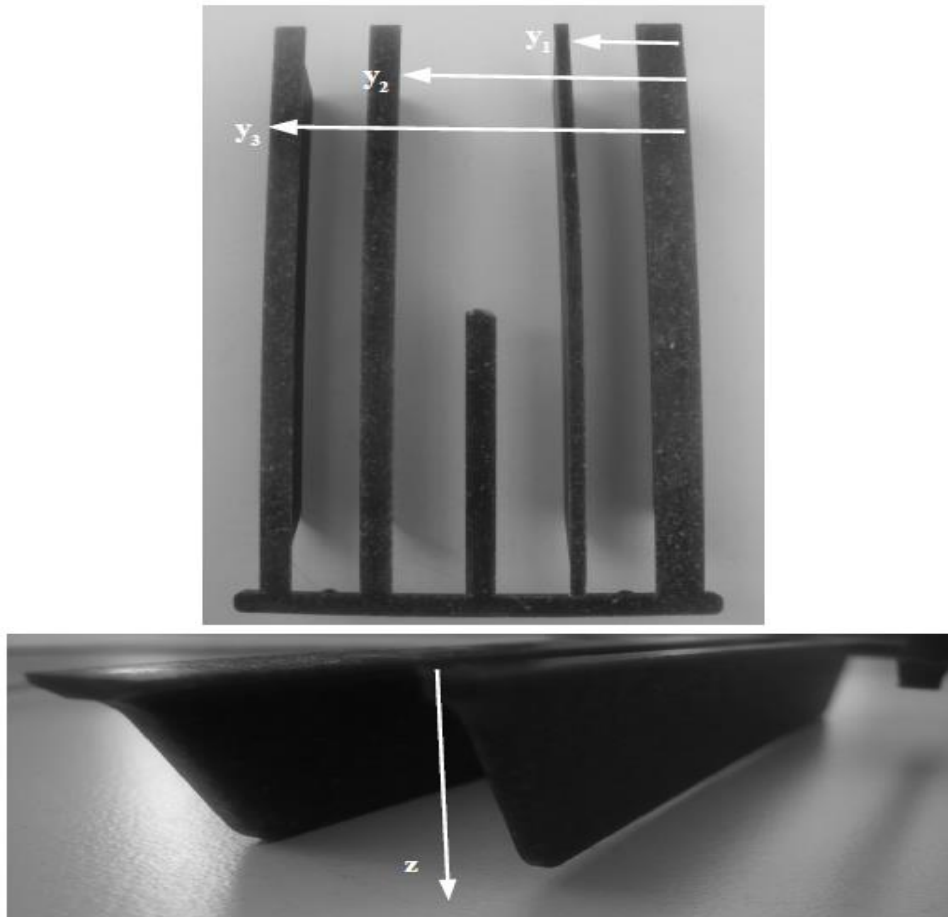


Figura 5.3.4 Contractia în direcția y (de sus) și direcția z (partea de jos)

În concluzie, se poate afirma că simularea și rezultatele studiului de umplere se confirmă reciproc. Se verifică și subliniază acuratețea parametrilor de material stabiliți în Capitolul 4 și absolut necesari atât pentru simulare cât și pentru procesul de injecție.

5.4. Evaluarea ciclului de viata (Life-cycle assessment, LCA)

Life cycle assessment (LCA) reprezintă o metodă pentru evaluarea unui potențial impact asupra mediului pe care îl poate avea un sistem de producție, în diferite stadii ale duratei sale de viață, care presupune întocmirea unui inventar ce cuprinde totalitatea input-urilor, output-urilor și fluxurilor de materie și energie ce apar în cursul unui proces – conform definiției dată în DIN ISO 14040:2009-11.

LCA analizează aspectele de mediu și potențialul impact asupra acestuia pe tot parcursul vieții unui produs de la achiziția de materii prime, la producție, utilizare și până la metode diferite de gestionare a încheierii ciclului de viață, cum ar fi reciclarea, incinerarea sau eliminarea acestuia [95].

Standarde ISO 14040 - 14043 tratează în detaliu această temă [96].

Unul dintre beneficiile majore ale utilizării bioplasticelor este reducerea dependenței de petrol, având în vedere că se estimează că în jur de 4% din cererea de petrol este pentru producția de material plastic. Astfel, utilizarea produselor din plastic fabricat din resurse regenerabile ar reduce utilizarea de combustibili fosili, iar ca efect secundar ar dispărea dependența costurilor acestora de prețul ridicat și volatil al petrolului. Totuși, trebuie luat în considerare și faptul că, într-o mare măsură, plasticele tradiționale sunt subproduse ale procesului de rafinare.

Un alt beneficiu al bioplasticelor ar fi reducerea cantității de deșeuri și a gradului de poluare, beneficiu ce poate fi maximizat printr-un management eficient al sfârșitului ciclului de viață al acestora.

Majoritatea bioplasticelor sunt biodegradabile ceea ce duce, pe de o parte la reducerea cantității de deșeuri, iar pe de altă parte, la reducerea costurilor de reciclare (aceasta nu mai e necesară având în vedere că materia primă este infinită). Gradul de poluare va scădea prin reducerea emisiilor de gaze cu efect de seră; se estimează că emisiile de CO₂ eliberate la sfârșitul duratei de viață a bioplasticelor (prin incinerare, descompunere etc.) sunt compensate de absorbția de CO₂ din perioada de creștere a plantelor.

Totuși, aceste potențiale beneficii trebuie atent analizate și evaluate. Rezultatele evaluărilor LCA existente variază semnificativ în funcție de metodele utilizate, limitele sistemului, tipul de impact luat în considerare sau de anul realizării lor (bazele de date sunt actualizate în mod constant). Totodată, termenul de "materiale bioplastice" are numeroase interpretări, acoperind o gamă variată de materiale cu proprietăți diferite (bazele pe resurse regenerabile sau nu, biodegradabile sau nu), și deși o evaluare de tip LCA ar fi de dorit pentru fiecare dintre acestea în parte, aceasta nu este tot timpul disponibilă.

Analiza ciclului de viață este deosebit de importantă în cazul materialelor plastice din resurse regenerabile, deoarece acestea ar putea avea un impact important asupra mediului prin prisma producției de materii prime: pierderea biodiversității, despăduriri, schimbarea destinației terenurilor agricole, modificarea caracteristicilor solului, plantarea de culturi cu randament mare, fie selecționate, fie modificate genetic, consum ridicat de apă pentru sistemele de irigații, utilizarea de îngrășăminte și pesticide etc.

Conform unui studiu [97], majoritatea evaluărilor LCA arată că materialele bioplastice prezintă avantaje față de plasticele pe bază de produse petroliere prin faptul că este redus consumul de combustibili fosili și sunt reduse emisiile de gaze cu efect de seră; acest fapt nu se aplică însă tot timpul, excepții făcând cazul eutrofizării și acidificării.

Pentru multe aplicații bioplasticele sunt considerate favorabile datorită: consumului redus de energie din timpul procesului de fabricație, sunt neutre din punct de vedere al CO₂ (presupunere bazată pe conținutul exclusiv de carbon organic) și, la sfârșitul ciclului de viață, pot fi compostate, reciclate sau incinerate.

Pe măsură ce se înregistrează o creștere a pieței materialelor bioplastice, se vor putea realiza economii considerabile atât financiare, cât și de mediu. Pe de altă parte, o mică parte din evaluările LCA indică faptul că produsele plastice pe bază de petrol ar putea avea un impact mai scăzut asupra mediului decât bioplasticele, luând în considerare numărul real de cicluri de reciclare posibile, energia consumată în

timpul procesului de fabricație și a procesului de eliminare la sfârșitul ciclului de viață (depozite de deșeurii generatoare de metan) [98].

Managementul sfârșitului ciclului de viață al bioplasticelor este un factor determinant în stabilirea impactului acestora asupra mediului. Dacă este abordată corect, biodegradabilitatea materialelor plastice poate face posibilă reintegrarea în ciclul natural a deșeurilor plastice cu un adaos minim de combustibili fosili. Există mai multe variante de management al sfârșitului ciclului de viață, cum ar fi: compostarea, reciclarea, transformarea deșeurilor în energie (descompunere anaerobă, incinerare etc.), precum și depozitarea acestora.

Descrierea bioplasticelor drept compostabile poate induce în eroare publicul larg deoarece nu toate bioplasticele sunt compostabile acasă cum sunt deșeurile alimentare organice, ci necesită de obicei un tratament special de compostare industrială [98]. Majoritatea opțiunilor disponibile în momentul de față necesită încă a fi dezvoltate și trebuie găsite metode de colectare adecvate care să poată fi implementate eficient de autoritățile locale. Spre exemplu, fără etichetare și fără scheme de colectare eficiente, bioplasticele pot contamina fluxurile de reciclare și pot scădea calitatea plasticelor convenționale reciclate.

Cunoștințele insuficiente legate de bioplastice, lipsa voinței de a colecta selectiv deșeurile și instrucțiunile de sortare inadecvate complică situația cu privire la sortarea la sursă (de exemplu în gospodării). În prezent există puține reglementări specifice cu privire la stadiul final de viață al bioplasticelor. Standardele UE în ceea ce privește materialele plastice, precum și Societatea pentru industria maselor plastice (Society of the Plastics Industry) din Statele Unite, clasifică masele plastice biodegradabile în categoria 7, ca "altele", fără a oferi detalii suplimentare.

Piața finală pentru produsele compostabile nu este încă suficient de mare pentru a atrage după sine o creștere semnificativă a interesului pentru această opțiune pentru ultimul stadiu de viață. Sortarea plasticului este o problemă critică pentru un management eficient care trebuie să asigure un nivel de calitate ridicat atât pentru compostare, cât și pentru alte opțiuni, proces ce poate fi complicat de existența unei varietăți de bioplastice, cu perioade de degradare diferite. Astfel, deșeurile plastice biodegradabile (indiferent de materia primă) trebuie să îndeplinească anumite condiții stabilite de stațiile de compostare (degradare aerobă) sau de digerare (degradare anaerobă) (EN 13432 pentru compostare).

Sticlele din PLA pot fi reciclate, dar trebuie să fie corect separate de sticlele PET pentru a evita contaminarea PET-urilor reciclate. Această etapă de separare este esențială pentru a evita trimiterea de materiale plastice pe bază de petrol către stațiile de compostare. Totodată adăugarea de materiale bioplastice în fluxurile de deșeurii plastice tradiționale ar putea crește costurile de separare, fiind necesare utilaje mai sofisticate. Sunt necesare investiții în stațiile de procesare astfel încât să facă față noilor tipuri și cantități de materiale bioplastice. De asemenea, producătorii de materiale plastice ar putea implementa programe de returnare pentru a gestiona singure operațiunile de reciclare – așa a procedat compania NatureWorks [99].

Descompunerea anaerobă ar putea fi o opțiune viabilă mai ales pentru ultimul stadiu de viață al ambalajelor din materiale bioplastice care conțin încă resturi de alimente, respectiv pentru deșeurile alimentare organice colectate în saci menajeri făcuți din bioplastic. Acest proces este mai puțin costisitor decât compostarea (nefiind necesare procese de aerisire), și totodată degajă metan ce poate fi utilizat pentru a produce energie și/sau căldură.

O dată cu creșterea pieței bioplasticelor, opțiunile menționate mai sus pentru sfârșitul ciclului de viață ar facilita scăderea cantității de materiale plastice

trimise către depozitele de deșeuri sau către incineratoare. Transformarea deșeurilor în energie pare de asemenea o opțiune foarte interesantă pentru materialele bioplastice. Un studiu realizat de mai multe organizații britanice a arătat că procesul de compostare este cea mai bună variantă pentru sfârșitul ciclului de viață al materialelor bioplastice, urmată apoi de reciclare și descompunerea anaerobă, cea mai neeficientă opțiune fiind trimiterea acestora către depozitele de deșeuri. [100]

Analizând toate evaluările ca fiind disponibile pentru bioplastice, nu este ușor de prezis impactul asupra mediului pe care îl va avea creșterea pieței produselor bioplastice. Managementul sfârșitului ciclului de viață al acestora este un element cheie extrem de important: spre exemplu, reciclarea bioplasticelor poate fi la fel de eficientă ca și compostare lor. Luând în considerare utilizarea la scară largă a bioplasticelor în contextul sistemelor de colectare actuale, aceasta ar putea afecta procesele curente de reciclare a plasticelor pe baza de petrol, ceea ce subliniază necesitatea dezvoltării unor sisteme eficiente de sortare și colectare a deșeurilor. Deși unele bioplastice sunt biodegradabile, pentru multe altele (cum ar fi PLA), procesele de compostare trebuie să aibă loc în stații speciale de compostare. Dacă bioplasticele ar fi depozitate aleator în mediul natural de către publicul larg, pe baza supoziției greșite că se vor biodegrada într-un timp scurt, acestea ar putea avea asupra mediului un efect asemănător cu cel pe care îl au plasticele tradiționale în momentul de față (un pericol pentru viața din mări și oceane, absorbția de substanțe poluante în sol ce pot ajunge apoi până în lanțul alimentar etc.).

CAPITOLUL 6. Contribuții personale și concluzii

6.1. Concluzii privind cercetările teoretice și experimentale

Datorită schimbărilor climatice majore și creșterii gradului de conștientizare a societății, dar și datorită situației incerte în ceea ce privește disponibilitatea și prețul combustibililor fosili, interesul pentru materiale plastice ecologice – din resurse regenerabile – este în continuă creștere. În acest trend intra și substituirea fibrelor de întărire convenționale cu fibre naturale regenerabile. Acestea oferă, printre altele, prin costurile și eforturile de producție reduse, o alternativă adecvată pentru fibrele de carbon sau de sticlă.

În prezenta lucrare, a fost dezvoltat, prin procesul de extrudare, un material biocompozit pe bază de propionat de celuloză și fibre de in, adecvat pentru turnarea prin injecție. Prin utilizarea de armătură de fibre naturale a fost obținută o creștere a rigidității care se situează la nivelul poliamidei 6. Pentru a asigura fluiditatea necesară, cantitatea de fibre de in adăugată joacă un rol important, deoarece odată cu creșterea acesteia scade fluiditatea. Prin ajustarea selectivă a procentului masic al fibrelor de in până la aproximativ 24% a fost atins pragul limită de fluiditate adecvat pentru formarea prin injecție. Pentru un efect optim de armare, este foarte importantă lungimea fibrei. Acest lucru a fost luat în considerare în dezvoltarea biocompozitului.

Viteza axului melcat la extrudare este crucială. S-a arătat în lucrarea de față faptul că odată cu creșterea vitezei scade lungimea fibrei. Prin stabilirea vitezei de 150 rpm, este atinsă o lungime critică a fibrelor.

În urma experimentelor efectuate s-a observat că rezistența la tracțiune nu este crescută foarte mult prin armarea cu fibre de in. Pentru a îmbunătăți aderența fibră - matrice și, prin urmare, rezistența la tracțiune sunt necesare investigații suplimentare. Prin utilizarea altor aditivi, compozitul poate fi îmbunătățit. Astfel, prin adăugarea de soluții, de exemplu un lubrifiant, fluiditatea compozitului poate fi mărită

Aceste probleme au nevoie de investigații suplimentare. Trebuie menționat faptul că prin modificările de mai sus se schimbă proprietățile reologice și mecanice ale compozitului. Drept consecință parametrii de material determinații pentru simularea pentru turnare prin injecție trebuie să fie redefiniți urmărind aceleași proceduri ca și cele pentru parametri definiți în lucrare.

În a doua parte a tezei au fost determinați parametrii de material necesari pentru simularea în programul Moldflow a procesului de injecție. Determinările au inclus densitatea topiturii, căldura specifică, temperatura de tranziție vitroasă, vâscozitatea de forfecare în funcție de temperatură și de viteza de forfecare, relația pVT și conductivitatea termică. Pentru a determina contracția și deformația liniară mai sunt necesare determinări pentru coeficientul de dilatare termică, modulul de elasticitate și modulul de forfecare. În aceste cazuri se face diferența între direcția de curgere transversală și direcția longitudinală.

La determinarea diagramei pVT s-a observat o curbă exponențială atipică pentru un material plastic. Utilizată pentru descrierea matematică a modelul TAIT în simulare, aceasta descrie o secțiune liniară în faza inițială, apoi urmând o creștere exponențială, așa cum este normal pentru materialele plastice. Ca și cauză pentru

acest parcurs neobișnuit au fost identificate fibrele de in și au fost excluse din calcul. Pentru o mai bună înțelegere ar trebui să aibă loc mai multe investigații.

Ultima secțiune a activității, simularea cu Modflow a unei componente turnate, arată un acord bun cu o analiza de umplere a aceleiași piese turnată prin injecție în matriță. Se observă doar abateri minime ale contracției față de studiul de umplere. Astfel, valorile determinate sunt validate cu succes. Pentru a îmbunătăți caracteristicile contracției în simulare, sunt necesare așa-numitele valori Crims. Astfel pot fi calculați coeficienții care, încorporați în simulare, oferă mai multă precizie.

6.2. Contribuții personale

Experimentele noastre folosind CP și fibre de in au arătat întreg procesul industrial de realizare a unui biocompozit. S-au realizat evaluări iterative a procesului de extrudare pentru optimizarea granulelor obținute. Pe parcursul cercetărilor am reușit să audcem anumite contribuții noi în acest domeniu, atât teoretice, cât și de natură practică.

Ca și **contribuții teoretice** esențială menționăm realizarea modelelor matematice de calcul al acțiunii și interacțiunii diferitelor elemente asupra materialului studiat, pe parcursul tuturor etapelor de prelucrare a acestuia, materializate într-o serie de grafice de dependență. Pentru realizarea acestora, s-au făcut numeroase studii comparative ale principalelor modele matematice necesare simulării diferitelor faze ale procesului de injecție (umplere, compactizare, răcire). Folosind toate acestea, s-a realizat simularea întregului proces, utilizând un model CAD de turnare prin injecție, cu ajutorul programului Moldflow.

Pe parcursul testărilor s-a descoperit că rezistența la tracțiune a compozitului este doar ușor crescută prin armare. Acest rezultat s-a obținut în absența unui agent adeziv pentru creșterea aderenței. Fibrele de in folosite au variat destul de mult în diametru. Ca urmare, efectul de armare a fost diferit, spre exemplu, slab prezent la fibrele foarte groase. Pentru o îmbunătățire, se recomandă înlăturarea fibrelor grosiere înainte de prelucrare pentru a obține un compozit mult mai uniform, bineînțeles dacă nu se dorește utilizarea de aditivi suplimentari.

În a doua parte a experimentelor, cea a determinării parametrilor materialului, s-a constatat că valorile obținute pentru aceștia se încadrează și corespund valorilor altor materiale plastice similare. S-a observat de asemenea că abaterile mari în cazul diagramei p_vT , sunt de fapt cauzate de fibrele de in, deci acestea nu trebuie luate în considerare atunci când se analizează acest parametru.

S-au realizat specimene turnate pentru testare mecanică și s-a caracterizat complet materialul biocompozit. În ultima fază, cea a simulării Moldflow propriuzise, s-a remarcat că toate valorile calculate anterior sunt validate de valorile reale rezultate în urma turnării unei componente în matriță.

În urma tuturor experimentelor, putem menționa o serie de **contribuții cu caracter aplicativ**, cea mai importantă fiind bineînțeles realizarea materialului biocompozit nou, format din propionat de celuloză armat cu fibră de in. Acest material este acum disponibil pentru cercetări și aplicații viitoare, cunoscându-se toate caracteristicile acestuia, și fiind analizate în detaliu cele care condiționează prelucrarea acestuia prin procesul de injecție (densitatea, căldura specifică, conductivitatea tehnică, temperatura de tranziție în stare vitroasă, vâscozitatea la forfecare, diagrama p_vT , coeficienții de dilatare liniară, modulul lui Young și coeficientul lui Poisson, modulul de forfecare).

Pe baza sintezei tuturor rezultatelor obținute, atât prin simulare cât și experimental, s-a constituit un set de indicații practice foarte utile pentru fabricarea produselor din acest material prin procesul de injecție în matrițe. Toate aceste rezultate pot fi aplicabile **la nivel industrial**, mai ales având în vedere numărul mare de companii ce simt nevoia de a-și crește gradul de implicare socială pentru a se menține pe o piață din ce în ce mai dornică de produse cât mai naturale. Tot în acest context al protecției mediului, s-a realizat și o analiză a ciclului de viață al materialelor plastice biodegradabile, ce include și opțiunile pentru sfârșitul ciclului de viață al acestora, care este etapa cea mai problematică.

Concluzionând, prin activitatea de cercetare proprie, s-a produs prin extrudare un material biocompozit din propionat de celuloză armat cu fibre de in de și s-au determinat toate proprietățile reologice și mecanice pentru a putea caracteriza materialul obținut pentru simularea și realizarea turnării prin injecție.

Sunt parcurși astfel toți pașii tehnologici pentru a putea dezvolta în continuare, în serie acest biocompozit și a se realiza piese folosind procesul de injecție.

6.3. Perspective și posibilități de cercetări ulterioare

Un impuls major pentru activitățile întreprinse în această lucrare este percepția că multe materiale bioplastice - similare, dar parțial diferite de plasticele cunoscute în prezent - deschid oportunități pentru produse noi, precum și pentru optimizarea unui ciclu de viață durabil, dincolo de simpla înlocuire a materialelor existente. Multe din oportunitățile potențiale trebuie încă să fie dezvoltate. Majoritatea aplicațiilor actuale ale biopolimerilor se reduc la folii, pungi, sticle, produse de unică folosință. Asta și din cauza legislației care e orientată în mare parte doar înspre ambalaje. Chiar dacă există deja materiale bioplastice care sunt folosite în procesul de injecție, nu s-a ajuns încă la potențialul maxim. Unul din motive ar fi faptul că turnarea prin injecție este adecvată volumelor mari de producție. Receptivitatea industriei către aceste materiale ar duce și la o creștere a disponibilității acestui material și implicit la reducerea prețului – acești doi factori reprezentând principalul motiv care frânează evoluția industrială a materialelor bioplastice. Inovațiile care se fac în rândul matrițelor de injectare tind să reducă volumul de producție, cerințele fiind pentru produse cât mai personalizabile – dovadă fiind popularitatea și accesibilitatea printerelor 3D.

O altă impresie este că majoritatea proiectanților, cercetătorilor și industriașilor nu colaborează suficient, de multe ori nu sunt la curent cu ultimele realizări ale experților care sunt direct implicați în dezvoltarea unui produs. Unul din motive este faptul că majoritatea privesc bioplasticele ca substitut pentru materialele deja existente, în loc să le privească ca pe niște materiale noi cu care să realizeze aplicații sau produse noi.

Pe tot parcursul experimentelor s-a ținut cont de obiectivul principal, și anume de a realiza un produs care să fie injectat în matrițe. A fost realizat astfel un biocompozit care atinge 24% fibre de in și care are fluiditatea necesară pentru turnarea prin injecție. S-a arătat că lungimea fibrei de in este un factor foarte important iar selecția acesteia trebuie să fie atent supervizată. De asemenea am realizat un produs fără a recurge la nici un aditiv. Pe viitor se poate considera folosirea unui agent adeziv pentru o armare mai bună, astfel, fputându-se folosi fibre mai subțiri și mai lungi, se estimează că este posibil să se ajungă la un procent mai mare de fibre de in.

Pentru un efect optim de armare este foarte importantă lungimea fibrei. Acest lucru a fost luat în considerare în dezvoltarea de biocompozitului. Viteza de șurub melcat la extrudare este, de asemenea, crucială.

Toate caracteristicile materialului, rezultate atât din calcule cât și din experimente, au fost introduse în software-ul MoldFlow și astfel se pot realiza simulări viitoare. Toate rezultatele au urmat strict modelele matematice prevăzute iar în final au fost validate ca fiind corecte. S-a realizat astfel o linie de ghidare și de comparație pentru viitoare cercetări. În această etapă se întrezăresc oportunități ce vizează procesul de injecție. Pentru că se folosesc temperaturi scăzute la injecție pentru a nu afecta fibrele din compozit, fapt care duce și la o contracție termică scăzută, astfel de materiale pot fi privite ca o oportunitate de a realiza matrițe cu o geometrie diferită. Multe matrițe urmăresc cu strictețe anumite reguli datorate contracțiilor din materiale, astfel că dacă un material se comportă în mod diferit poate schimba înclinația pereților dintr-un sistem de extracție.

Nu în ultimul rând, trebuie analizat materialul și în condițiile de producție a unui produs real, în loc de specimene de testare, pentru a cuantifica exact consecințele practice ale diferitelor detalii geometrice sau de suprafață.

Perspectivile viitoare de proiectare a produselor trebuie să țină cont, în fiecare etapă, de evaluarea ciclului de viață. În această viziune, conceptul de regenerabilitate se va aplica nu numai la materiale, ca bioplasticul, ci la toate fluxurile de materiale din societate.

Prin rezultatele obținute sperăm că am lărgit aria materialelor bioplastice și că am încurajat viitoare aplicații, anticipând un viitor durabil, în care beneficiile materialelor bioplastice – din resurse regenerabile - vor fi recunoscute și utilizate pe scară largă.

BIBLIOGRAFIE

1. Cha, D.S., Chinnan, M.S., *Biopolymer-based antimicrobial packaging: a review*. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, Vol.14, No. 44, October 2004
2. Global Status Report, Renewable 2011, available online: http://www.ren21.net/Portals/97/documents/GSR/GSR2011_Master18.pdf
3. Lakshmi S. Nair, Cato T. Laurencin, *Biodegradable polymers as biomaterials*, Prog. Polym. Sci. 32 (2007) 762-798
4. Cheruvu, P., Kapa, S., & Mahalik, N. P. (2008). Recent advances in food processing and packaging technology. International Journal of Automation and Control, Inderscience, 2(4).
5. Shen L, Haufe J., Patel M.K., Product overview and market projection of emerging biobased plastics (PROBIP 2009), Utrecht University, Utrecht, Junie 2009, Report No. NWS-E-2009-32
6. (Source:PlasticEurope(PEMRG)/Consultic Available online at: <http://www.plasticseurope.org/Document/plastics-the-facts-2013.aspx?FolID=2>)
7. Frost, Sullivan, 2007 European Markets for Bioplastics, Mi 86-39, December).
8. Werner Hufenbach, Frank Adam: *Grundzüge des Leichtbaus I*. Skriptum zur Vorlesung. Technische Universität Dresden, Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, 2009
9. Balsler K., Hoppe L., Eicher T., Wandel M., Astheimer H-J, Steinmeier H et al, Cellulose esters. Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry 2007. 7th ed. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim (2004).
10. Hunter E., Paulin C.G., Richards G.B., Improvements in or relating to the manufacture of ethylene. GB Patent 587378 (1946)
11. Westermann K., Verpackung aus nachwachsenden Rohstoffen. Vogel Buchverlag, Würzburg, 1994.
12. Endres, H-J, Siebert A., Kaneva Y., Overview of the current biopolymers market situation. Bioplastics Magazine 03/07 (2007)
13. Endres, H-J, Siebert A., Engineering Biopolymers: markets, manufacturing, properties and applications, Carl Hanser Verlag, 2011
14. Moore, C.J., Moore, S.L., Leecaster, M.K., Weisberg, S.B. (2001) A Comparison of Plastic and Plankton in the North Pacific Central Gyre. *Marine Pollution Bulletin* 42: 12 1297-1300
<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6V6N-44KKSGD-9/2/f2289e270a17eb0c89f5d16278f5a0c6>
15. European Commission, Joint Research Centre (DG JRC) (Ed.) Technoeconomic Feasibility of Largescale Production of Bio-Based Polymers in Europe. Institute for Prospective Technological Studies, Luxembourg, 2005
16. Johanna Lampinen, Trends in bioplastics and biocomposites, *VTT Technical Research Centre of Finland, 2010*
17. Michael Dorner: Biopolymere: Polymere aus der Natur: 1 Auflage. Norderstedt: GRIN Verlag, 2001
18. Baur, Brinkmann, Osswald, Schmachtenberg: Saechtling Kunststoff Taschenbuch. 30 Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 2007
19. Cellulose. (2008). In *Encyclopædia Britannica*. Accessed 11-06-2010, from Encyclopædia Britannica Online.

20. Tabi T., *The analysis of processing and usage of injection moulded biodegradable polymers made of starch and poly(lactic acid)*, PhD thesis booklet, 2010 .Available online: http://www.omikk.bme.hu/collections/phd/Gepeszmerenoki_Kar/2011/Tabi_Tamas/tezis_eng.pdf
21. M.Flieger, M.Kantorova, A.Prell, T.Rezanka, J. Votruba, Biodegradeable Plastics from Reneable Resources, *Folia Microbiologica* (1), 27-44, 2003
22. <http://www.plastemart.com/Plastic-Technical-Article.asp?LiteratureID=1554&Paper=traditional-bioplasic-packaging-technologies-forecast-to-show-decline-in-market-share-to-2020> Accessed on 03-11-2010
23. European Comission, joint Research Centre (DG JRC) (Ed.). Technoeconomic Feasability Production of Bio-based Polymers in Europe, Institute for Prospective Technological Studies, Luxembourg 2005] [Fakirov, S and Bhattacharyya, D. Handbook of Engineering Biopolymers. Homopolymers, Blends and Composites. Hanser Publications, Munich, Cincinnati, 2007
24. Michael Carus, Jorg Mussig: *Markt für Nawaro-Werkstoffe: Biopolymere und naturfaserverstärkte Kunststoffe*. Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V., 2006
25. ELV Directive: an opportunity to increase the use of bio-based products
26. Michael Carus, Jorg Mussig, Christian Gahle: *Naturfaserverstärkte Kunststoffe*. 2. Auflage. Hurth: Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V., 2008
27. Dirk Schafer: *Werkstoff- und Verfahrensentwicklung für Kunststoffbauteile aus naturfaserverstärkten Thermoplasten*. Dissertation Universität Stuttgart, Fakultat für Energie-, Verfahrens- und Biotechnik, August 2009
28. Hans Dominghaus: *Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften*. 6. Auflage. Berlin: Springer Verlag, 2006
29. Thomas Lampke: Beitrag zur Charakterisierung naturfaserverstärkter Verbundwerkstoffe mit hochpolymerer Matrix. Dissertation Technische Universität Chemnitz. Fakultat Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Mai 2011
30. M. Thiruchitrabalam, A. Athijayamani, S. Sathiyamurthy, A. Syed Abu Thaheer: A Review on the Natural Fiber-Reinforced Polymer Composites for the Development of Roselle Fiber-Reinforced Polyester Composite. *Journal of Natural Fibers*, 7 (2010), S. 307-323
31. Werner Hufenbach, Albert Langkamp: *Faserverbundwerkstoffe*. Skriptum zur Vorlesung. Technische Universität Dresden, Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, 2011
32. Thomas Reusmann: *Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung von Langfasergranulat mit Naturfaserverstärkung*. Dissertation Technische Universität Chemnitz, Fakultat für Maschinenbau und Verfahrenstechnik, August 2008
33. M. Thiruchitrabalam, A. Athijayamani, S. Sathiyamurthy, A. Syed Abu Thaheer: A Review on the Natural Fiber-Reinforced Polymer Composites for the Development of Roselle Fiber-Reinforced Polyester Composite. *Journal of Natural Fibers*, 7 (2010), S. 307-323
34. S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, S. Arora: Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber. *Composites: Part A*, 5 (2004), S. 371-376
35. X. Li, L. G. Tabil, S. Panigrahi: Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *Journal of Polymers and the Enviroment*, 15 (2007), S. 25-33

36. M. P. Westman, S. G. Laddha, L. S. Fifield, T. A. Kafentzis, K. L. Simmons: *Natural Fiber Composites: A Review*. Pacific Northwest National Laboratory Richland, Washington, Marz 2010
37. Tetsuya Suzuki, Jun Takahashi: *Prediction of Energy Intensity of Carbon Fiber Reinforced Plastics for Mass-Produced Passenger Cars*. The Ninth Japan International SAMPE symposium, 2005
38. Smaranda, A. S., & Tucu, D. (2012). Biodegradable materials use in the agricultural production systems - applications and typology. *Actual Task on Agricultural Engineering*, (pp. 443-449). Opatija.
39. Tim Osswald, Lih-Sheng Turng, Paul Gramann: *Injection Molding Handbook*. 2. Auflage. Munchen: Carl Hanser Verlag, 2008
40. Rene Brunotte: *Die thermodynamischen und verfahrenstechnische Abläufe der in-situ-Oberflächenmodifizierung beim Spritzgießen*. Dissertation Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau, November 2005
41. Rong Zheng, Roger I. Tanner, Xi-Jun Fan: *Injection Molding: Integration of Theory and Modeling Methods*, 1. Auflage. New York: Springer Verlag, 2011
42. Leo Wilhelmus Caspers: *An integral approach to the simulation of injection moulding*. Dissertation Technische Universität Eindhoven, August 1995
43. N. A. Adams: *Fluidmechanik I: Einführung in die Dynamik der Fluide*. Skriptum zur Vorlesung. Technische Universität München, Lehrstuhl für Aerodynamik, 2010
44. Yung-Kang Shen, Chih-Wei Wu, Ya-Feng Yu, Hung-Wei Chung: Analysis for optimal gate design oh thin-walled injection molding. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 35 (2008), S. 728-734
45. Peter Kenneth Kennedy: *Practical ans Scientific Aspects of Injection Molding Simulation*. Dissertation Technische Universität Eindhoven, Juni 2008
46. David Garcia, Guy Courbebaisse, Michel Jourlin: Image Analysis Dedicated to Polymer Injection Molding. *Image Analysis & Stereology*, 20 (2001), S. 143-148
47. Heinz Schade, Ewald Kunz: *Strömungslehre*. 3. Auflage. Berlin: Walter de Gruyter GmbH & Co. KG, 2007
48. Matthias Worgull: *Analyse des Mikro-Heißprägeverfahrens*. Dissertation Universität Karlsruhe, Fakultät für Maschinenbau, Juli 2003
49. Bernhard Hegemann: *Deformationsverhalten von Kunststoffen beim Thermoformen*. Dissertation Universität Stuttgart, Fakultät für Maschinenbau, Dezember 2004
50. Werner Hufenbach, Klaus Kunze: *Kunststofftechnik I*. Skriptum zur Vorlesung. Technische Universität Dresden, Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, 2011
51. Du-Soon Choi, Yong-Taek Im: Prediction of shrinkage and warpage on consideration of residual stress in integrated simulation of injection molding. *Composite Structures*, 47 (1999), S.655-665
52. G. Menges, E. Haberstroh, W. Michaeli, E. Schmachtenberg: *Werkstoffkunde Kunststoffe*, 5. Auflage. Munchen: Carl Hanser Verlag, 2002
53. Becker, G. W. *Kunststoff-Handbuch Band 3/1: Braun, D. Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester* Carl Hanser Verlag, München 1992
54. Sinz, I. Herstellung und Verarbeitung eines biologisch nicht abbaubaren Verbundwerkstoffs aus nachwachsenden Rohstoffen Unveröffentlichte Diplomarbeit am Institut für Angewandte Forschung an der FH Reutlingen, Betreuer: Schäfer, D., Daimler-Benz AG 1996

55. Felix, J. M. The Effect of Compatibilizing Agents on the Interfacial Gatenholm, P. Strength in Cellulose-Polypropylene-Composites Proceed. Amer. Chem. Soc. Div. Polym. Mater. Sci. Engin.64, 1991S. 123
56. *Cellidor CP 300-13: Technische Merkblatt*. Berlin: Albis Plastic GmbH, 2007
57. Klemens Kohlgruber: *Co-Rotationg Twin-Screw Extruders: Fundamentals, Technology and Applications*. 1. Auflage. Munchen: Carl Hanser Verlag 2007
58. Jens Erdmann, Johannes Ganster: Einfluss des Faserdurchmessers auf die Struktur und Mechanik Cellulosefaser-Verstärkter PLA-Komposite. *Leinzinger Berichte*, 89 (2011), S. 91-102
59. BioStruct - 4th & Final training event: Compounding, TS & Planetary extruders, Valenzia, Mai 2012
60. *Thermo PRISM Eurolab 16 mm Twin Screw Extruder Instruction Manual*. Staffordshire: Thermo PRISM, 2001
61. H. F. Giles, J. Wagner, E. M. Mount: *Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook*. New York: William Andrew, Inc.
62. Katja Muller: *Beitrag zur Herstellung und Charakterisierung thermisch gespritzter kurzfaserverstärkter Kompositschichten*. Dissertation Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Mai 2002
63. Torsten Aurich: *Spritzgießen und resultierende Verbundeigenschaften von flachfaserverstärkten Polypropylen*. Dissertation Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Juni 2001
64. Norm DIN EN ISO 1133: Kunststoffe - Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten. Ausgabe 10. 2012. Berlin: Beuth Verlag
65. Karin Lutterbeck, Helmut Winkel: *Verhalten von Kunststoffen beim Erwärmen*. Fachhochschule Köln, 2009
66. *Injection Molding Simulation*. Oregon State University Materials and Manufacturing Process Lab, 2010
67. *Cellidor: Verarbeitung Extrudieren*. Hamburg: Albis Plastic GmbH, 2005
68. Jochen Gassan, Andrzej Bledzki: Thermal Degradation of Flax and Jute Fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 82 (2001), S. 1417-1422
69. Konrad Steible, Anne Gotz: *Grundpraktikum der Physik Versuch 11: Spezifische Wärme von Festkörpern und Flüssigkeiten*. Skriptum zum Praktikum. Universität Ulm, 2005
70. *Material Testing Overview (Thermoplastics)*. Moldflow Plastics Labs, 2005
71. Norm DIN EN ISO 53765: Kunststoffe - Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC). Ausgabe 4. 2010. Berlin: Beuth Verlag
72. Achim Frick, Claudia Stern: *DSC-Prüfung in der Anwendung*, 1. Auflage. Munchen: Carl Hanser Verlag, 2006
73. M. Dungen: *Praktikum GLW 4: Schmelzen und Erstarren von Kunststoffen*. Skriptum zum Praktikum. Technische Universität Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik, 2010
74. Norm DIN EN ISO 22007: Kunststoffe - Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit. Ausgabe 6. 2012. Berlin: Beuth Verlag
75. *The Thermal Conductivity Measurement: Operating Manual*, Gottfert, 2009

76. W. Kuster: Die Wärmeleitfähigkeit thermoplastischer Kunststoffe. *Wärme- und Stoffübertragung*, 1 (1968), S. 121-128
77. Hans Gunther Hirschberg: *Handbuch Verfahrenstechnik und Anlagenbau – Chemie, Technik und Wirtschaftlichkeit*, 1. Auflage. Berlin: Springer Verlag, 1999
78. R.-G. Weis, O. Paproth: *Leitfaden ökologische Dämmstoffe – Wärmedämmung für Wohngesundheit und Energieeinsparung*. Bonn: NABU Bundesverband Naturschutzbund Deutschland e.V., 2001
79. Norm DIN EN ISO 6721: Kunststoffe - Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften. Ausgabe 3. 2011. Berlin: Beuth Verlag
80. M. Koch, M. Dungen: *Praktikum GLW 19: Mechanische Eigenschaften von Kunststoffen*. Skriptum zum Praktikum. Technische Universität Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik, 2011
81. G. W. Ehrenstein, G. Riedel, P. Trawiel: *Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen*, 2. Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 2003
82. R. Gieler, A. Dimming-Osburg: *Kunststoffe für den Bautenschutz und die Betoninstandsetzung*, 1. Auflage. Basel: Birkhauser Verlag, 2006
83. Norm DIN 54811: Prüfung von Kunststoffen - Bestimmung des Fließverhaltens von Kunststoffschmelzen mit einem Kapillar-Rheometer. Ausgabe 3. 2009. Berlin: Beuth Verlag
84. Walter Michaeli: *Einführung in die Kunststoffverarbeitung*, 5. Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 2006
85. *Berechnungsgrundlagen für Kapillar-Rheometer*. Gottfert
86. F. Johannaber, W. Michaeli: *Handbuch Spritzgießen*, 2. Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 2004
87. *Die PVT-Messung mit LabRheo für Rheograph 25/75/120: Betriebsanleitung*, Gottfert
88. Marek Patschger: *Materialkundliches Praktikum Teil 1 – Thermische Analyse*. Skriptum zum Praktikum. Friedrich-Schiller-Universität Jena, Institut für Glaschemie
89. Karin Lutterbeck, Helmut Winkel: *Thermische Analyse*. Fachhochschule Köln, 2009
90. Norm DIN 51045: Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper. Ausgabe 3. 2005. Berlin: Beuth Verlag
91. A. Wagenfuhr, F. Scholz: *Taschenbuch der Holztechnik*, 1. Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 2008
92. Norm DIN EN ISO 527: Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften. Ausgabe 6. 2012. Berlin: Beuth Verlag
93. Norm ASTM D7078/D 7078/M: Standard Test Method for Shear Properties of Composites Materials by V-Notches Rail Shear Method. ASTM International
94. Bodo Carlowitz: *Kunststoff Tabellen*, 4. Auflage. München: Carl Hanser Verlag, 1995
95. S.V. Joshia, L.T. Drzalb, A.K. Mohanty, S. Arorac, Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?
96. International Organization for Standardization, ISO 14040: environmental Management—life cycle assessment—principles and framework. 1997
97. Murphy, R. and I. Bartle (2004) *Biodegradable Polymers and Sustainability: insights from Life Cycle Assessment*, on behalf of the National Non-Food Crops Centre

98. European Commission DG ENV, PLASTIC WASTE IN THE ENVIRONMENT, Specific contract 07.0307/2009/545281/ETU/G2 under Framework contract ENV.G.4/FRA/2008/0112, Revised final report, April 2011

99. Barker, M. and Safford, R. (2009) *Industrial uses for crops: markets for bioplastics*, HGCA

100. Murphy, R. and I. Bartle (2004) *Biodegradable Polymers and Sustainability: insights from Life Cycle Assessment*, on behalf of the National Non-Food Crops Centre.

ANEXE

Anexa A: Rezultate ale măsurătorii MVR

Nr. Crt.	Viteza	Alimentatorul 1	Alimentatorul 2	Conținut masic de fibră	Măsurare 1	Măsurare 2	Măsurare 3	Media
-	50 rpm	-	-	0.00%	10.76	10.75	11.80	11.10
1	50 rpm	5.00%	10.00%	4.00%	9.29	-	-	9.29
2	50 rpm	5.00%	20.00%	8.00%	7.31	8.45	-	7.67
3	50 rpm	2.00%	15.00%	8.00%	7.35	7.56	-	7.67
4	50 rpm	2.00%	30.00%	15.00%	4.58	4.44	5.14	4.72
5	100 rpm	5.00%	40.00%	12.00%	8.62	8.26	8.51	8.46
6	100 rpm	5.00%	60.00%	17.00%	6.14	5.66	6.36	6.05
7	100 rpm	2.00%	40.00%	20.00%	4.02	5.36	4.93	4.77
8	100 rpm	2.00%	60.00%	25.00%	2.83	1.90	-	2.37
9	150 rpm	5.00%	90.00%	23.00%	5.26	5.56	-	5.41
10	150 rpm	5.00%	100.00%	25.00%	4.15	3.45	-	3.80
11	150 rpm	2.00%	80.00%	30.00%	1.70	-	-	1.70
12	150 rpm	2.00%	100.00%	35.00%	0.24	-	-	0.24
13	200 rpm	1.00%	40.00%	25.00%	3.98	4.20	-	4.09
14	200 rpm	1.00%	50.00%	30.00%	1.88	1.97	-	1.93
15	200 rpm	1.00%	70.00%	35.00%	0.54	-	-	0.54
16	200 rpm	1.00%	80.00%	40.00%	-	nemăsurabil	-	0.00
17	250 rpm	1.00%	50.00%	30.00%	2.08	2.20	-	2.14
18	250 rpm	1.00%	70.00%	35.00%	1.07	0.98	-	1.03
19	250 rpm	1.00%	80.00%	40.00%	0.24	-	-	0.24
20	250 rpm	1.00%	100.00%	45.00%	-	nemăsurabil	-	0.00
21	300 rpm	1.00%	50.00%	30.00%	2.55	2.08	-	2.32
22	300 rpm	1.00%	80.00%	40.00%	0.66	0.65	-	0.66

Anexa B

Măsurare / Testare	8 %-masic și 50 rpm	15%-masic și 50 rpm	17%-masic și 100 rpm	20%-masic și 100 rpm	23%-masic și 150 rpm
1	0.9504	0.8214	0.5762	0.7224	0.6358
2	0.8294	1.1060	0.9341	0.9122	0.6396
3	0.7640	0.6720	1.0350	0.8334	0.4548
4	0.9797	1.1180	0.7277	0.6999	0.5960
5	0.6926	0.7191	0.4966	1.1000	0.5646
6	1.0380	0.8843	0.5017	0.7212	0.3764
7	1.2650	0.8643	0.6706	0.4291	0.5131
8	0.8376	0.8392	0.7044	0.5218	0.5255
9	0.7194	0.8949	0.6888	0.7310	0.6645
10	0.9962	10.6100	1.0040	0.7837	0.5180
11	0.8899	0.5912	0.4810	0.7449	0.5721
12	1.3330	0.5154	0.8686	0.4626	0.5466
13	1.0350	0.7469	0.8662	0.6982	0.5556
14	1.1380	0.9223	0.8022	0.6192	0.5349
15	0.9879	1.2460	0.6771	1.1070	0.5039
16	1.0540	0.8723	0.5414	0.4729	0.4422
17	0.5952	1.1120	0.8716	0.7661	0.6466
18	1.3830	0.6382	0.7824	0.5080	0.5323
19	0.8037	1.1660	1.0070	0.8876	0.5937
20	0.8388	0.8829	0.8469	0.6949	0.6543
Media	0.9565	1.3611	0.7542	0.7208	0.5535

25%-masic și 150 rpm	30%-masic și 150 rpm	25%-masic și 200 rpm	30%-masic și 200 rpm	30%-masic și 250 rpm	40%-masic și 300 rpm
0.6396	0.3563	0.3892	0.5381	0.3108	0.3659
0.3592	0.5497	0.4523	0.4975	0.3992	0.3168
0.7399	0.4052	0.2834	0.4689	0.4168	0.4626
0.5738	0.5028	0.4602	0.4689	0.4127	0.4706
0.6719	0.5172	0.5703	0.4810	0.4859	0.4479
0.6147	0.5027	0.5556	0.5525	0.3592	0.5308
0.4802	0.5986	0.4291	0.5341	0.3860	0.3261
0.4053	0.4523	0.3664	0.5442	0.3916	0.3322
0.5522	0.4316	0.3750	0.4985	0.3971	0.3647
0.5435	0.6771	0.4900	0.3647	0.3802	0.3316
0.6042	0.5466	0.8240	0.4168	0.3841	0.4594
0.6064	0.7484	0.4729	0.3860	0.3028	0.3841
0.4802	0.6152	0.6140	0.4602	0.7483	0.4395
0.4497	0.4900	0.4194	0.4075	0.5805	0.3820
0.5509	0.3658	0.3244	0.3802	0.5218	0.4831
0.4396	0.6771	0.3960	0.5027	0.3960	0.2860
0.4576	0.4724	0.3718	0.5079	0.5209	0.3683
0.6425	0.5999	0.5996	0.3820	0.3525	0.3646
0.4744	0.4914	0.2941	0.3470	0.2917	0.5466
0.4927	0.5762	0.6524	0.4316	0.4422	0.4063
0.5389	0.5288	0.4670	0.4585	0.4240	0.4035

Anexa C

Bearbeiter	Smaranda A.			
Fertigungsdatum	6/6/2012			
Prüfmuster				
Maschine	Thermo Scientific Eurolab 16			
Werkzeug				
Werkstoff	Cellulosepropionat mit Flachsschäben			
Werkstoffhersteller	Albis, Institut für Holz- und Papiertechnik			
Probenbezeichnung	Versuch 12 (23% Fasermassengehalt)			
Datensatzbezeichnung				
	Fertigungsparameter			
Vortrocknung (Granulat)	Zeit [h]	4		
	Temperatur [°C]	80		
Vortrocknung (Fasern)	Zeit [h]	0.5		
	Temperatur [°C]	140		
Einzugstemperatur [°C]	25			
Zylinderzonentemperaturen [°C]	1	190	6	200
	2	195	7	205
	3	200	8	205
	4	200	9	210
	5	200		
Dosierung Feeder 1 [%]	5			
Dosierung Feeder 2 [%]	90			
Schneckendrehzahl [rpm]	150			
Drehmoment [Nm]	12			
Düsendruck [bar]	13			
Drehzahl Granulierer [rpm]	1400			
Datum:				
Unterschrift:				

Anexa D

	Proba 1	Proba 2	Proba 3
Temperatură [°C]	Căldura specifică [J/(g°C)]	Căldura specifică [J/(g°C)]	Căldura specifică [J/(g°C)]
20	-	1.49	1.3
25	-	1.61	1.36
30	1.36	1.67	1.39
35	1.38	1.71	1.42
40	1.4	1.76	1.45
45	1.42	1.8	1.49
50	1.45	1.85	1.52
55	1.47	1.89	1.54
60	1.49	1.92	1.57
65	1.5	1.94	1.59
70	1.52	1.96	1.62
75	1.54	2	1.66
80	1.56	2.03	1.69
85	1.59	2.07	1.72
90	1.63	2.11	1.74
95	1.65	1.98	1.76
100	1.67	2.15	1.79
110	1.71	2.24	1.84
115	1.74	2.3	1.9
120	1.77	2.35	1.95
125	1.78	2.39	2
130	1.79	2.4	2.04
135	1.8	2.43	2.06
140	1.82	2.48	2.1
145	1.86	2.54	2.14
150	1.91	2.63	2.2
155	1.96	2.71	2.26
160	1.98	2.77	2.33
165	1.99	2.79	2.37
170	2.01	2.67	2.37

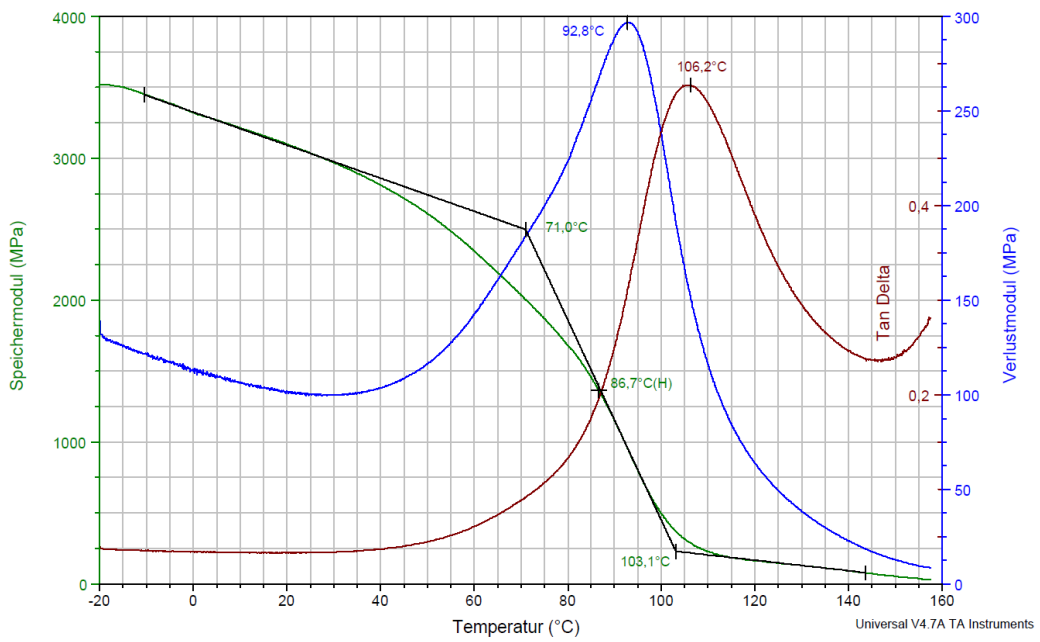
175	1.84	2.7	2.37
180	1.96	2.68	2.37
185	2.01	2.66	2.37
190	2.05	2.84	2.43
195	2.07	2.87	2.47
200	2.09	2.91	2.51
205	2.12	2.94	2.54
210	2.14	2.98	2.57
			* extrapolat

Anexa E

Bearbeiter	Smaranda A.						
Fertigungsdatum	19.06.2012						
Prüfmuster							
Maschine	Arburg 270 C						
Werkzeug	Prüfmuster (Platte 80 x 80 x 4 mm)						
Werkstoff	CP+ Flachsfaser (23,86% Fasermasseanteil)						
Werkstoffhersteller	ILK TU Dresden						
Probenanzahl (i)							
Probenbezeichnung							
Datensatzbezeichnung							
	Fertigungsparameter						
	Spritzinheit 1			Spritzinheit 2			
Gelegebezeichnung							
Gelegeausrichtung							
Vortrocknung	Zeit [h]		0				
	Temperatur[°C]		0				
Zylinderzonentemperaturen[°C]	1	190	6	1	6		
	2	200	7	2	7		
	3	205	8	3	8		
	4	205	9	4	9		
	5	210	10	5	10		
Heißkanalzoneneinstellung	[°C]	-					
Wz-Temperatur eingestellt	[°C]	70					
Wz-Temperatur auswerfseitig	[°C]	70					
Wz-Temperatur düsenseitig	[°C]	70					
Zuhaltekraft	[kN]	500					
	Dosieren / Evakuieren						
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	[m/min]	25					
Staudruck	[bar]	50					
Dosierung	[cm ³]	25					
Dekompressionshub	[cm ³]	3.5					
Dosierzeit	[s]	4.7					
Spritzinheit (abfahrend/anliegend)		anliegend					
	Einspritzen						
Einspritzverzögerung	[s]	0					
1. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	16					
1. Umschaltzeitpunkt	[cm ³]	10					
2. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	10					
2. Umschaltzeitpunkt	[cm ³]						
Umschaltzeitpunkt	[cm ³]	6					
Massepolster	[cm ³]	4.9					
Einspritzzeit	[s]	1.55					
Einspritzdruck	[bar]	1200					

			Nachdruck, Kühlen	
Nachdruckstrom	[cm ³ /s]	5		
Rampenzeit	[s]	0.1		
Startwert 1. Nachdruckstufe	[bar]	700		
Dauer 1. Nachdruckstufe	[s]	8		
Startwert 2. Nachdruckstufe	[bar]	600		
Dauer 2. Nachdruckstufe	[s]	6.5		
Startwert 3. Nachdruckstufe	[bar]	450		
Dauer 3. Nachdruckstufe	[s]	0.8		
Gesamtzeit Nachdruck	[s]			
Restkühlzeit	[s]	40		
Zykluszeit	[s]	54		

Anexa F



Anexa G

T [°C]	Nr.Crt.	v_s [mm/s]	Δp [bar]	γ_{ap} [1/s]	τ_{ap} [Pa]	γ_w [1/s]	τ_w [Pa]
190	1	0,0064	48,3	11,5	60400	15	55600
		0,0128	66,9	23	83600	32,7	78600
		0,032	92,8	57,6	116000	87	108000
		0,064	108	115	135000	173	123000
		0,128	134	230	167000	353	150000
		0,32	195	576	244000	946	213000
		0,64	262	1150	327000	1960	270000
		0,96	316	1730	395000	2990	309000
		1,28	373	2300	466000	4110	352000
		1,6	441	2880	551000	5210	382000
		1,96	384	3530	480000	5370	294000
		2,28	430	4100	538000	6360	316000
		3,5	482	6300	602000	-	-
		6	603	10800	754000	-	-
	8	630	14400	788000	-	-	
	2	0,0064	34,3	11,5	43000	13,2	38000
		0,0128	52,2	23	65200	27,6	59500
		0,032	79,9	57,6	99800	72,4	92200
		0,064	103	115	129000	151	117000
		0,128	122	230	152000	311	136000
		0,32	170	576	212000	905	185000
		0,64	235	1150	294000	2200	244000
		0,96	320	1730	401000	4120	322000
		1,28	369	2300	462000	5970	346000
		1,6	411	2880	513000	8090	371000
		1,96	379	3530	474000	8650	293000
2,28		544	4100	680000	11600	348000	
3,5	611	6300	763000	19700	360000		
6	564	10800	705000	31200	284000		
8	643	14400	804000	47900	318000		
200	1	0,0064	13,3	11,5	16600	12,2	11800
		0,0128	44,4	23	55600	29,1	50100

		0,032	65	57,6	81300	72,3	75200
		0,064	80,4	115	101000	146	90400
		0,128	97	230	121000	312	108000
		0,32	122	576	152000	940	133000
		0,64	148	1150	185000	2420	159000
		0,96	164	1730	204000	4320	172000
		1,28	184	2300	230000	6870	191000
		1,6	208	2880	259000	10000	209000
		1,96	215	3530	269000	13500	211000
		2,28	237	4100	296000	17600	225000
		3,5	345	6300	431000	47400	343000
		6	555	10800	694000	101000	323000
		8	370	14400	462000	65700	123000
	2	0,0064	21,7	11,5	27100	12,6	22500
		0,0128	36,4	23	45500	27,8	40500
		0,032	58,8	57,6	73500	74,7	62300
		0,064	76,7	115	95800	166	88300
		0,128	95,1	230	119000	351	108000
		0,32	118	576	148000	916	131000
		0,64	140	1150	175000	1890	152000
		0,96	160	1730	200000	2940	172000
		1,28	200	2300	250000	4370	216000
		1,6	212	2880	265000	5410	220000
		1,96	212	3530	265000	6340	211000
		2,28	228	4100	284000	7470	221000
		3,5	276	6300	345000	11600	245000
		6	365	10800	456000	21000	295000
		8	411	14400	513000	28000	310000
210	1	0,0064	8,73	11,5	10900	12	9540
		0,0128	27,4	23	34300	27,6	31000
		0,032	49,2	57,6	61500	74,6	57900
		0,064	62,4	115	78000	150	72900
		0,128	80,7	230	101000	316	94000
		0,32	106	576	133000	857	121000

		0,64	126	1150	157000	1830	141000
		0,96	138	1730	173000	2880	153000
		1,28	150	2300	188000	4000	165000
		1,6	161	2880	201000	5170	174000
		1,96	179	3530	223000	6530	184000
		2,28	198	4100	248000	8170	207000
		3,5	251	6300	313000	13900	244000
		6	309	10800	386000	25500	274000
		8	456	14400	570000	36200	303000
	2	0,0064	10,6	11,5	13300	12,2	7920
		0,0128	25,5	23	31900	26,9	26800
		0,032	48,1	57,6	60100	74,4	54900
		0,064	61,4	115	76800	149	70700
		0,128	81,4	230	102000	317	93700
		0,32	104	576	130000	850	118000
		0,64	120	1150	150000	1810	133000
		0,96	131	1730	164000	2850	145000
		1,28	142	2300	177000	3980	156000
		1,6	149	2880	187000	5120	162000
		1,96	165	3530	206000	6580	175000
		2,28	178	4100	223000	7850	181000
		3,5	245	6300	306000	14500	239000
		6	337	10800	421000	276200	276000
		8	558	14400	697000	38800	296000

Anexa H

T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
40	1	50	815	50	1	50	817	60	1	50	819
		100	806			100	808			100	810
		150	796			150	798			150	800
		175	791			175	794			175	795
	2	50	790		2	50	790		2	50	792
		100	781			100	781			100	783
		150	771			150	772			150	773
		175	767			175	768			175	769

T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
70	1	50	821.90	75	1	50	822.88	80	1	50	824.01
		100	811.25			100	811.74			100	812.33
		150	801.04			150	801.40			150	801.85
		175	796.40			175	796.66			175	797.16
	2	50	794		2	50	795		2	50	796
		100	784			100	785			100	785
		150	774			150	775			150	775
		175	770			175	770			175	770
T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
85	1	50	825.24	90	1	50	826.52	100	1	50	828.45
		100	813.02			100	813.40			100	814.20
		150	802.21			150	802.32			150	802.80
		175	797.40			175	797.59			175	797.84
	2	50	797		2	50	798		2	50	801
		100	786			100	786			100	787
		150	775			150	776			150	776
		175	771			175	771			175	771
T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
110	1	50	831.02	120	1	50	834.71	130	1	50	838.30
		100	816.03			100	818.45			100	821.27
		150	803.98			150	805.59			150	807.68
		175	798.76			175	800.07			175	801.80
	2	50	804		2	50	807		2	50	810
		100	789			100	791			100	794
		150	777			150	779			150	780
		175	772			175	773			175	775
T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
140	1	50	842.00	150	1	50	845.85	160	1	50	850.24
		100	824.16			100	827.11			100	830.48
		150	809.87			150	812.19			150	814.79
		175	803.67			175	805.67			175	807.98
	2	50	813		2	50	817		2	50	821
		100	796			100	799			100	802
		150	782			150	785			150	787
		175	777			175	779			175	781

T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]
170	1	50	855.76	180	1	50	860.95	190	1	50	866.25
		100	834.71			100	838.84			100	843.01
		150	818.07			150	821.44			150	824.76
		175	810.84			175	813.91			175	816.80
	2	50	827		2	50	831		2	50	837
		100	806			100	810			100	814
		150	790			150	794			150	797
		175	784			175	786			175	789
T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]	T [°C]	Nr.crt.	p [bar]	V[mm ³ /g]				
200	1	50	873.22	210	1	50	882.69				
		100	848.53			100	856.24				
		150	828.99			150	834.99				
		175	820.34			175	824.94				
	2	50	843		2	50	853				
		100	820			100	827				
		150	801			150	807				
		175	793			175	798				

Anexa I

Temperatura [°C]	Proba 1	Proba 2	Media
210	0.195	0.195	0.195
195	0.187	0.189	0.188
180	0.187	0.187	0.187
165	0.182	0.176	0.179
150	0.178	0.175	0.177
135	0.177	0.174	0.176
120	0.177	0.173	0.175
105	0.175	0.171	0.173
90	0.172	0.166	0.169
75	0.169	0.160	0.165
60	0.165	0.157	0.161
45	0.160	0.156	0.158
Conductivitatea termică CP (RT)	Conductivitatea termică fibră de in		
0,21 W/m*K	0,038 W/m*K		

Anexa J

Bearbeiter	Smaranda A.						
Fertigungsdatum	19.06.2012						
Prüfmuster							
Maschine	Arburg 270 C						
Werkzeug	Prüfmuster (Platte 80 x 80 x 4mm)						
Werkstoff	CP + Flachsfaser (24%)						
Werkstoffhersteller	ILK TU Dresden						
Probenanzahl (i)							
Probenbezeichnung							
Datensatzbezeichnung							
	Fertigungsparameter						
	Spritzeinheit 1			Spritzeinheit 2			
Gelegebezeichnung							
Gelegeausrichtung							
Vortrocknung	Zeit [h]		0				
	Temperatur[°C]		0				
Zylinderzonentemperaturen[°C]	1	190	6	1	6		
	2	200	7	2	7		
	3	205	8	3	8		
	4	205	9	4	9		
	5	210	10	5	10		
Heißkanalzoneneinstellung	[°C]	-					
Wz-Temperatur eingestellt	[°C]	70					
Wz-Temperatur auswerfseitig	[°C]	70					
Wz-Temperatur düsenseitig	[°C]	70					
Zuhaltekraft	[kN]	500					
	Dosieren / Evakuieren						
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	[m/min]	25					
Staudruck	[bar]	10					
Dosierung	[cm ³]	40					
Dekompressionshub	[cm ³]	3.5					
Dosierzeit	[s]	3					
Spritzeinheit (abfahrend/anliegend)	anliegend						
	Einspritzen						
Einspritzverzögerung	[s]	0					
1. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	14					
1. Umschaltpunkt	[cm ³]	8					
2. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	10					
2. Umschaltpunkt	[cm ³]						
Umschaltpunkt	[cm ³]	6.1					

Massepolster	[cm ³]	4.6	
Einspritzzeit	[s]	2.97	
Einspritzdruck	[bar]	650	
Nachdruck, Kühlen			
Nachdruckstrom	[cm ³ /s]	5	
Rampenzeit	[s]	0.1	
Startwert 1. Nachdruckstufe	[bar]	600	
Dauer 1. Nachdruckstufe	[s]	8	
Startwert 2. Nachdruckstufe	[bar]	500	
Dauer 2. Nachdruckstufe	[s]	6.5	
Startwert 3. Nachdruckstufe	[bar]	450	
Dauer 3. Nachdruckstufe	[s]	0.8	
Gesamtzeit Nachdruck	[s]		
Restkühlzeit	[s]	40	
Zykluszeit	[s]	65	

Datum:

Unterschrift:

Anexa K



Bearbeiter	Smaranda A.					
Fertigungsdatum	19.06.2012					
Prüfmuster						
Maschine	Arburg 270 C					
Werkzeug	Zugstabe Typ 1A DIN EN ISO 527					
Werkstoff	CP + Flachsfaser (24%)					
Werkstoffhersteller	ILK TU Dresden					
Probenanzahl (i)						
Probenbezeichnung						
Datensatzbezeichnung						
Fertigungsparameter						
	Spritzeinheit 1			Spritzeinheit 2		
Gelegebezeichnung						
Gelegeausrichtung						
Vortrocknung	Zeit [h]	0				
	Temperatur[°C]	0				
Zylinderzonentemperaturen[°C]	1	190	6	1	6	
	2	200	7	2	7	
	3	205	8	3	8	
	4	205	9	4	9	
	5	210	10	5	10	
Heißkanalzoneneinstellung	[°C]	-				
Wz-Temperatur eingestellt	[°C]	60				

Wz-Temperatur auswerfseitig	[°C]	60	
Wz-Temperatur düsenseitig	[°C]	60	
Zuhaltekraft	[kN]	400	
Dosieren / Evakuieren			
Schneckenumfangs- geschwindigkeit	[m/ min]	25	
Staudruck	[bar]	50	
Dosierung	[cm ³]	41	
Dekompressionshub	[cm ³]	3.5	
Dosierzeit	[s]	8.5	
Spritzeinheit (abfahrend/anliegend)		anliegend	
Einspritzen			
Einspritzverzögerung	[s]	0	
1. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	12	
1. Umschaltpunkt	[cm ³]	14	
2. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	8	
2. Umschaltpunkt	[cm ³]		
Umschaltpunkt	[cm ³]	10.5	
Massepolster	[cm ³]	9.7	
Einspritzzeit	[s]	2.94	
Einspritzdruck	[bar]	750	
Nachdruck, Kühlen			
Nachdruckstrom	[cm ³ /s]	5	
Rampenzeit	[s]	0.1	
Startwert 1. Nachdruckstufe	[bar]	650	
Dauer 1. Nachdruckstufe	[s]	7	
Startwert 2. Nachdruckstufe	[bar]	550	
Dauer 2. Nachdruckstufe	[s]	7	
Startwert 3. Nachdruckstufe	[bar]	550	
Dauer 3. Nachdruckstufe	[s]	0.8	
Gesamtzeit Nachdruck	[s]		
Restkühlzeit	[s]	40	
Zykluszeit	[s]	63	

Datum:

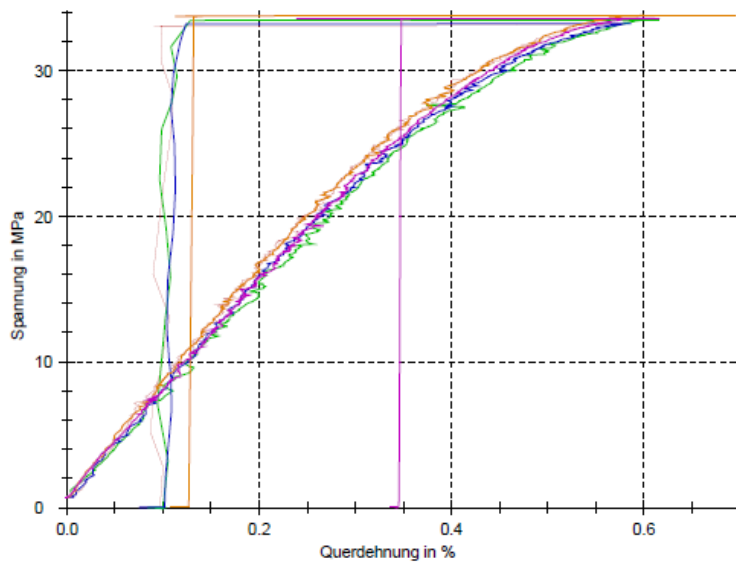
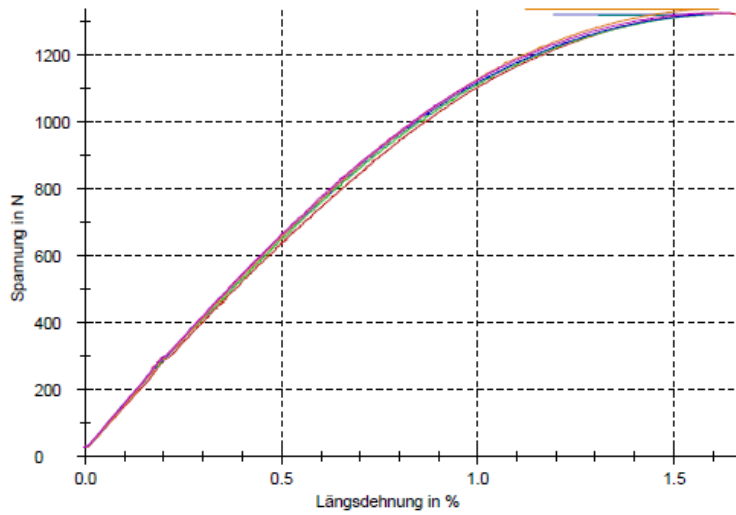
Unterschrift:

Anexa L

 TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN		Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik Prüflabor										
Prüfprotokoll												
Journal - Nr.	:	211 / 12										
Kunde	:	Fehse										
Versuchsart / Probenform	:	Zugversuch / Schulterstab										
Prüfnorm	:	DIN ISO EN 527										
Werkstoff	:	CP+25% Flachs										
Prüftechnik	:	ZWICK 1475, 10 kN-Dose, Laser longitudinal / lateral, Aramis										
Prüfer	:	Hill										
Vorkraft	:	20 N										
Geschwindigkeit E-Modul	:	2 mm/min										
Prüfgeschwindigkeit	:	2 mm/min										
Prüfergebnisse:												
Legende	Probe	E _{mod} GPa	F _{max} N	σ _M MPa	dL bei F _{max} mm	F _{Bruch} N	σ _B MPa	dL bei Bruch mm	μ	a ₀ mm	b ₀ mm	S ₀ mm ²
	02	3,273	1330	33,21	0,5	1320	33,11	0,5	0,32	3,959	10,08	39,90
	03	3,356	1320	33,47	0,5	1320	33,46	0,4	0,36	3,907	10,09	39,40
	05	3,358	1320	33,22	0,5	1320	33,21	0,4	0,33	3,95	10,07	39,76
	06	3,441	1340	33,79	0,5	1340	33,76	0,3	0,29	3,933	10,07	39,61
	07	3,422	1330	33,61	0,5	1330	33,58	0,5	0,30	3,92	10,07	39,46



Seriengrafik:




Statistik:

Serie	E_{mod}	F_{max}	σ_{L1}	dL bei F_{max}	F_{Bruch}	σ_B	dL bei Bruch	μ	a_0	b_0	S_0
n = 5	GPa	N	MPa	mm	N	MPa	mm		mm	mm	mm ²
\bar{x}	3,370	1330	33,46	0,5	1320	33,42	0,4	0,32	3,934	10,07	39,63
s	0,06623	7,61	0,25	0,0	7,46	0,26	0,1	0,03	0,02126	0,008274	0,21
v	1,97	0,57	0,74	1,22	0,56	0,79	18,34	8,40	0,54	0,08	0,52



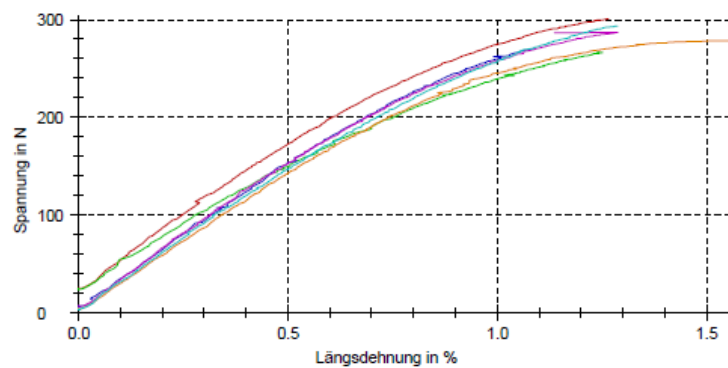
Prüfprotokoll

Journal - Nr. : 211 / 12
 Kunde : Fehse
 Versuchsart / Probenform : Zugversuch / Schulterstab
 Prüfnorm : DIN ISO EN 527
 Werkstoff : CP+25% Flachs
 Prüftechnik : ZWICK 1475, 10 kN-Dose, Laser longitudinal, Aramis
 Prüfer : Hill
 Vorkraft : 5 N
 Geschwindigkeit E-Modul : 2 mm/min
 Prüfgeschwindigkeit : 2 mm/min

Prüfergebnisse:

Legende	Probe	E_{mod} GPa	F_{max} N	σ_M MPa	dL bei F_{max} mm	F_{Bruch} N	σ_B MPa	dL bei Bruch mm	a_0 mm	b_0 mm	S_0 mm ²
01	01	3,366	301	31,57	0,1	301	31,57	0,1	1,893	5,037	9,54
02	02	2,869	267	28,16	0,1	267	28,16	0,1	1,88	5,038	9,47
03	03	3,225	270	28,21	0,1	270	28,21	0,1	1,907	5,02	9,57
04	04	3,019	278	28,82	0,2	278	28,81	0,2	1,923	5,017	9,65
05	05	3,334	287	29,56	0,1	286	29,54	0,1	1,93	5,023	9,70
06	06	3,107	293	30,61	0,1	293	30,61	0,1	1,917	5	9,58

Seriengrafik:



Statistik:

Serie	E_{mod} GPa	F_{max} N	σ_M MPa	dL bei F_{max} mm	F_{Bruch} N	σ_B MPa	dL bei Bruch mm	a_0 mm	b_0 mm	S_0 mm ²
n = 6										
\bar{x}	3,153	283	29,49	0,1	283	29,48	0,1	1,908	5,022	9,58
s	0,1921	13,4	1,37	0,0	13,4	1,37	0,0	0,01894	0,01398	0,08
v	6,09	4,76	4,66	11,47	4,76	4,66	13,08	0,99	0,28	0,83



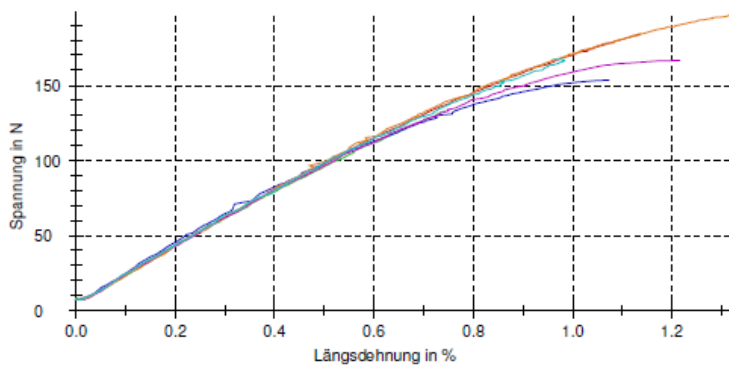
Prüfprotokoll

Journal - Nr. : 211 / 12
 Kunde : Fehse
 Versuchsart / Probenform : Zugversuch / Schulterstab
 Prüfnorm : DIN ISO EN 527
 Werkstoff : CP-25% Flachs
 Prüftechnik : ZWICK 1475, 10 kN-Dose, Laser longitudinal, Aramis
 Prüfer : Hill
 Vorkraft : 5 N
 Geschwindigkeit E-Modul : 2 mm/min
 Prüfgeschwindigkeit : 2 mm/min

Prüfergebnisse:

Legende	Probe	E _{mod} GPa	F _{max} N	σ _M MPa	dL bei F _{max} mm	F _{Bruch} N	σ _B MPa	dL bei Bruch mm	a ₀ mm	b ₀ mm	S ₀ mm ²
01	01	1,994	184	18,74	0,1	184	18,74	0,1	1,93	5,093	9,83
02	02	2,020	133	13,62	0,1	-	-	-	1,937	5,037	9,75
03	03	2,094	153	15,74	0,1	153	15,74	0,1	1,937	5,037	9,75
04	04	2,071	197	20,29	0,1	197	20,29	0,1	1,93	5,027	9,70
05	05	1,920	167	16,61	0,1	167	16,61	0,1	1,99	5,04	10,03
06	06	2,008	167	17,19	0,1	167	17,19	0,1	1,93	5,037	9,72









Seriengrafik:

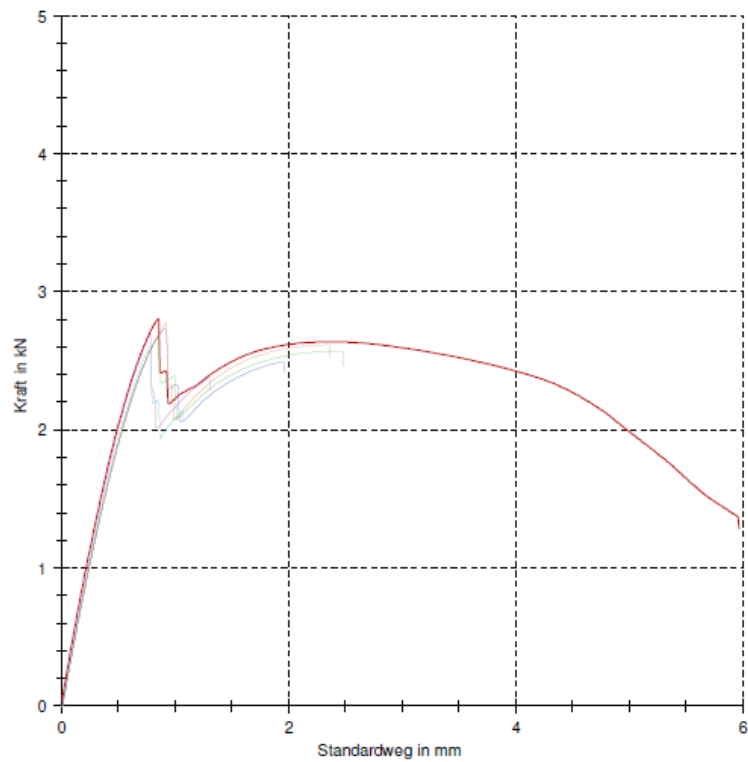


Statistik:

Serie	E _{mod} GPa	F _{max} N	σ _M MPa	dL bei F _{max} mm	F _{Bruch} N	σ _B MPa	dL bei Bruch mm	a ₀ mm	b ₀ mm	S ₀ mm ²
n = 6										
x	2,018	167	17,03	0,1	174	17,71	0,1	1,942	5,045	9,80
s	0,06148	22,5	2,33	0,0	16,9	1,81	0,0	0,02363	0,02411	0,12
v	3,05	13,49	13,65	18,96	9,76	10,22	12,16	1,22	0,48	1,24

Anexa M

 TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN		Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik Prüflabor 							
Überschrift	: Maschinenprotokoll								
Journal - Nr.	: 211 / 12								
Auftraggeber	: Fehse								
Prüfdatum	: 02.07.2012								
Versuchsart / Probenform	: V-Notched Rail Shear Method								
Prüfnorm	: ASTM D 7078/D 7078M-05								
Werkstoff	: CP-Flachs								
Prüftechnik	: 50 kN-Kraftmessdose, Traverse, Aramis								
Prüfer	: Barth								
Bemerkung	: Aramis								
Vorkraft	: 1 N								
Prüfgeschwindigkeit	: 2 mm/min								
Prüfergebnisse:									
Legende	Probenkennung	σ_M MPa	F_M kN	ϵ_M %	σ_B MPa	ϵ_B %	a mm	b mm	A_0 mm ²
	CP_Flachs_01	22,9	2,80	0,743	-	-	3,856	31,68	122,15
	CP_Flachs_02	22,1	2,67	1980	-	-	3,828	31,52	120,65
	CP_Flachs_03	22,4	2,73	2400	-	-	3,843	31,64	121,59
	CP_Flachs_04	22,8	2,77	2260	-	-	3,842	31,52	121,59
	CP_Flachs_05	22,2	2,69	2070	-	-	3,841	31,54	121,15
	CP_Flachs_06	21,5	2,61	2000	-	-	3,832	31,55	120,90
Statistik:									
Serie	σ_M MPa	F_M kN	ϵ_M %	σ_B MPa	ϵ_B %	a mm	b mm	A_0 mm ²	
n = 6									
\bar{x}	22,3	2,71	1790	-	-	3,84	31,57	121,34	
s	0,508	0,0723	889	-	-	0,009771	0,06762	0,55	
v	2,27	2,67	49,81	-	-	0,25	0,21	0,45	

**Seriengrafik:**

ARAMIS-Protokoll: Schubmodulauswertung

nach ASTM D 7078/D 7078M-05

Messreihenkennung: ARAMIS/Kupfer/AD0_5kN
 Datum : 02.07.2012
 Journal-Nr. :
 Material :
 Prüfmart :
 Temperatur : 23°C
 Prüfer : Barth

Parameter:

		X	Y
Facettengröße	[px]	15	15
	[mm]	0,369	0,366
Facettenabstand	[px]	10	10
	[mm]	0,246	0,244
Tensorgröße		5	
Gültigkeitsquote		55 %	
AD-Kanal zur Berechnung		ad channel 0 0 - 5000 N	

Ergebnisse der automatisierten Auswertung:

Lfd. Nr	Probenkennung	A [mm ²]	G [MPa]	F.max [N]
1	CP_Flachs_2	120,635	962,8	2666,02
2	CP_Flachs_3	121,58	946,8	2729,03
3	CP_Flachs_4	121,087	927,7	2772,83
4	CP_Flachs_5	121,135	994,2	2691,96
5	CP_Flachs_6	120,902	967,2	2604,68

Anexa N

Bearbeiter	Smaranda A.						
Fertigungsdatum	25.06.2012						
Prüfmuster	Zugprobe						
Maschine	Arburg 270 C						
Werkzeug	Rippenhalbzeug						
Werkstoff	Cellidor Flachsfaser (23,86% Fasermasseanteil)						
Werkstoffhersteller	ILK TU Dresden						
Probenanzahl (i)							
Probenbezeichnung							
Datensatzbezeichnung							
	Fertigungsparameter						
	Spritzeinheit 1			Spritzeinheit 2			
Gelegebezeichnung							
Gelegeausrichtung							
Vortrocknung	Zeit [h]	0					
	Temperatur[°C]	0					
Zylinderzonentemperaturen[°C]	1	190	6		1		6
	2	200	7		2		7
	3	205	8		3		8
	4	205	9		4		9
	5	210	10		5		10
Heißkanalzoneneinstellung	[°C]	-					
Wz-Temperatur eingestellt	[°C]	70					
Wz-Temperatur auswerfseitig	[°C]	70					
Wz-Temperatur düsenseitig	[°C]	70					
Zuhaltekraft	[kN]	300					
	Dosieren / Evakuieren						
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	[m/min]	10					
Staudruck	[bar]	15					
Dosierung	[cm ³]	45					
Dekompressionshub	[cm ³]	3.5					
Dosierzeit	[s]	8.7					
Spritzeinheit (abfahrend/anliegend)		anliegend					
	Einspritzen						
Einspritzverzögerung	[s]	0					
1. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	15					
1. Umschaltpunkt	[cm ³]	12					
2. Einspritzgeschwindigkeit	[cm ³ /s]	0					
2. Umschaltpunkt	[cm ³]	0					
Umschaltpunkt	[cm ³]	12					
Massepolster	[cm ³]	10.5					

Einspritzzeit	[s]	2.34	
Einspritzdruck	[bar]	1000	
Nachdruck, Kühlen			
Nachdruckstrom	[cm ³ /s]	5	
Rampenzeit	[s]	0.1	
Startwert 1. Nachdruckstufe	[bar]	750	
Dauer 1. Nachdruckstufe	[s]	0.5	
Startwert 2. Nachdruckstufe	[bar]	500	
Dauer 2. Nachdruckstufe	[s]	1.5	
Startwert 3. Nachdruckstufe	[bar]	400	
Dauer 3. Nachdruckstufe	[s]	2.5	
Gesamtzeit Nachdruck	[s]		
Restkühlzeit	[s]	40	
Zykluszeit	[s]	55	