

Vliv MW ohřevu gumárenské směsi na fyzikální a chemické vlastnosti vulkanizátu

Bc. Libuše Cejpková

Diplomová práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta Technologická

Vložit oficiální zadání diplomové/bakalářské práce

Děkuji vedoucímu své diplomové práce, panu Ing. Zdeňku Dvořákovi, CSc., za odborné vedení, cenné připomínky a rady, které mi poskytoval v průběhu vypracování diplomové práce. Dále děkuji vedení a pracovníkům společnosti Barum Continental, spol. s r. o., Otrokovice a Mitas, a. s., Zlín za poskytnutí surovin, strojů a odborné konzultace.

Prohlašuji, že jsem na celé diplomové práci pracovala samostatně a použitou literaturu jsem citovala.

Ve Zlíně, 24. 05. 2005

.....

jméno diplomanta

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá zpracováním gumárenských směsí. Úkolem je zjistit vliv předehřevu kaučuků a gumárenských směsí mikrovlnnou (MW) technologií na fyzikální vlastnosti vulkanizátu.

Experiment byl prováděn na laboratorním zařízení i v provozu a byla použita gumárenská směs, která se používá na výrobu pneumatik. Na základě provedených experimentů bylo dokázáno, že MW předehřev gumárenské směsi nemá prokazatelný vliv na fyzikální vlastnosti vulkanizátu.

Abstract

The diploma thesis is focused on issue of rubber compounds processing. The aim is to identify the influence of preheating of rubber and rubber compounds through the microwave technology (MW) on the physical properties of vulcanised rubber.

The experiment is realized on the laboratory equipment and also in real operation conditions. The rubber blends used in experiment is routinely used for tyres processing. On the basis of realised experiments is argued that MW preheating of rubber compounds does not have any principal influence on physical properties of vulcanised rubber.

OBSAH

ÚVOD.....	8
I. TEORETICKÁ ČÁST.....	9
1 SKLADBA SMĚSI.....	10
1.1 KAUČUK	10
1.2 SKLADBA KAUČUKOVÝCH SMĚSÍ.....	10
1.3 ZÁKLADY SKLADBY SMĚSÍ.....	11
1.3.1 Volba elastomeru	11
1.3.2 Regeneráty	11
1.3.3 Vulkanizační činidla	12
1.3.4 Urychlovače.....	12
1.3.5 Aktivátory.....	12
1.3.6 Prostředky proti stárnutí	13
1.3.7 Změkčovadla	13
1.3.8 Plniva.....	14
2 MÍCHÁNÍ SMĚSÍ	15
2.1 PROBLÉMY DISPERZE	15
2.2 ZPŮSOBY MÍCHÁNÍ KAUČUKOVÝCH SMĚSÍ.....	16
2.2.1 Míchání směsi na dvouválci	16
2.2.2 Míchání směsi v hnětiči.....	17
2.2.3 Kontinuální míchání kaučukových směsí.....	18
3 ZPRACOVÁNÍ KAUČUKOVÝCH SMĚSÍ	19
3.1 VÁLCOVÁNÍ.....	19
3.2 VYTLAČOVÁNÍ.....	20
4 ZÁKLADY VULKANIZACE.....	23
4.1 OBECNĚ	23
4.2 MOŽNOSTI VULKANIZACE	23
4.3 PRŮBĚH VULKANIZACE.....	24
5 VLASTNOSTI PRYŽE	25
5.1 ROZDĚLENÍ VLASTNOSTÍ PRYŽE	25
5.1.1 Tvrdost pryže.....	25
5.1.2 Vlastnosti tahové	26
5.1.3 Dynamické vlastnosti	28
5.1.4 Odolnost proti působení tekutin	29
5.1.5 Odolnost proti změnám teploty	29
5.1.6 Odolnost proti stárnutí.....	30
6 DIELEKTRICKÝ (DE) OHŘEV	31
6.1 MIKROVLNNÝ (MW) OHŘEV.....	31
6.1.1 Podstata MW ohřevu	31
6.1.2 Fyzikální princip.....	32
6.1.3 MW předeřev.....	33
6.1.4 Hlavní přednosti	33
6.1.5 Ilustrační graf.....	33
6.1.6 Chování látek v elektromagnetickém poli	34
6.1.7 Používané kmitočty	35
6.1.8 Mikrovlnný MW ohřev.....	35
6.1.9 Dielektrické ztráty kaučuků.....	36
II. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	38
7 CÍL EXPERIMENTU	39

8	POSTUP EXPERIMENTU	40
8.1	MW OHŘEV	40
8.2	ROZMRAZOVÁNÍ POMOCÍ MW TECHNOLOGIE	45
8.3	MÍCHÁNÍ SMĚSI V LABORATORNÍCH PODMÍNKÁCH.....	46
8.4	VYTLAČOVÁNÍ.....	51
8.4.1	Rozměrové hodnocení vlastností při vytlačování.....	54
8.4.2	Vizuální hodnocení vytlačeného profilu.....	58
8.5	MÍCHÁNÍ SMĚSI V PROVOZU	63
8.6	STANOVENÍ DIELEKTRICKÉ KONSTANTY	66
8.7	HODNOCENÍ DISPERZE	68
8.8	FYZIKÁLNÍ VLASTNOSTI.....	70
8.8.1	Pevnost, tažnost	70
8.8.2	Tvrdost Shore A	74
8.8.3	Elasticita	75
8.8.4	Hustota.....	77
8.8.5	Vulkametrie	78
9	VYHODNOCENÍ EXPERIMENTU.....	83
	ZÁVĚR.....	85
	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	86
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	87
	SEZNAM OBRÁZKŮ	88
	SEZNAM TABULEK	89
	SEZNAM PŘÍLOH.....	90

ÚVOD

Gumárenská výroba je energeticky náročná. Hlavní část spotřeby energie, zejména elektrické, je v provozech přípravy gumárenských směsí a dalších materiálů a proto se hledají cesty a nové směry pro snížení energetické spotřeby v přípravě gumárenských směsí a polotovarů.

Mikrovlnný (dielektrický) ohřev představuje progresivní technologii se stále širším spektrem průmyslových aplikací. Uplatňuje se buďto jako efektivnější technologie nahrazující konvenční ohřevná zařízení nebo, a to častěji, se pořizuje proto, že umožňuje zcela novou kvalitu zpracování.

Kromě zvýšení kvality a tím i prodejnosti konkurenceschopných výrobků, nedosažitelných jinými technologiemi umožňuje MW (mikrovlnný) ohřev rovněž zkrácení výrobní doby a snížení výrobních nákladů. Energetická náročnost nejvýznamněji ovlivní úsporu celkových přímých provozních nákladů.

Výhodou mikrovln oproti konvenčnímu ohřevu je současný ohřev materiálu v celém objemu a tím dosažení lepších vlastností. Vyšší kvalita výrobků umožňuje konkurenceschopnost a tím nárůst prodeje; možnost nových výrobků, nedosažitelných jinými metodami. Zpracování na novou jakost neznamena jen vyšší tržby, ale i úsporu nákladů snížením zmetkovitosti a ztrát při výrobě.

Předmětem úsilí diplomové práce je vyšetřit vliv mikrovlnného ohřevu gumárenské směsi na fyzikální a chemické vlastnosti vulkanizátu. Na základě experimentů je vyhodnocen vliv mikrovlnného ohřevu gumárenské směsi na fyzikální vlastnosti vulkanizátu.

Experimenty byly provedeny s gumárenskou směsí pro výrobu pneumatik a vzhledem k rozsahu práce a využitelnosti MW ohřevu v podnicích s výrobou pneumatik nebyly studovány vlivy MW ohřevu na chemické vlastnosti. Pokud teploty ohřevu nepřekročí zpracovatelské teploty, nepředpokládá se změna chemických vlastností.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 SKLADBA SMĚSÍ

1.1 Kaučuk

Kaučuk jako surovina je charakterizován neobvyklou kombinací fyzikálních vlastností: vysoká elasticita při nepatrné tvrdosti a mimořádně velkou tažností. Pod pojmem kaučukovitý stav bývá chápána schopnost hmoty vracet se po uvolnění síly působící deformaci tahem, tlakem nebo torzní rychle do původního geometrického tvaru. Látky, které vykazují kaučukovité vlastnosti při normální teplotě, se označují jako elastomery.

Podle jiné definice jsou kaučuky makromolekulární látky schopné přecházet vulkanizací ze stavu převážně plastického do stavu převážně elastického (1).

Kaučuky jsou nejdůležitější složkou gumárenských směsí. V rámci každého typu kaučuku často existuje řada druhů s poněkud odlišnými vlastnostmi. Některé vlastnosti kaučuků můžeme ovlivnit použitím přísad. Přísady ovlivňují řadu vlastností současně. Vlastnosti uváděné pro různé typy kaučuků a přísad jsou cenným vodítkem, musí se však používat s velkou opatrností a vždy prověřit pro danou aplikaci. V podmínkách dané aplikace se mohou různé vlivy navzájem kombinovat (3).

1.2 Skladba kaučukových směsí

Pryž se získává vulkanizací kaučukové směsi. Sestavit správně kaučukovou směs pro daný účel předpokládá mít dobrý přehled o gumárenských surovinách a vědět, jak tyto materiály ovlivňují vlastnosti směsí a pryže. Správné vyvážení jednotlivých vlivů vyžaduje jak teoretické znalosti, tak i dostatek zkušeností (2).

Při skladbě směsí je cílem vypracovat směsi, které lze zpracovávat na dosavadních zařízeních a které vulkanizací dávají pryž požadovaných vlastností; přitom je nutné mít na zřeteli i ekonomii výroby (2).

Gumárenské výrobky jsou vulkanizované směsi kaučuků, různých chemikálií a přísad. Základní složkou směsi je kaučuk, který dává směsi i pryži základní charakteristické vlastnosti. Dále se snažíme modifikovat vlastnosti kaučuku tak, aby výsledný produkt co nejlépe vyhovoval jak aplikaci, tak i požadavkům na zpracování (1).

V gumárenských směsích se koncentrace přísad označuje *dsk* (díly na sto dílů kaučuku) nebo *phr* (z anglického parts per hundred rubber) (3).

1.3 Základy skladby směsí

Kaučuková směs obsahuje zpravidla tyto složky:

1. eleastomer – kaučuk přírodní, syntetický nebo jejich smě, popř. doplněné regenerátem,
2. vulkanizační činidlo – nejčastěji síru,
3. urychlovač (nebo směs urychlovačů) vulkanizace,
4. aktivátor vulkanizace,
5. ochranné látky proti stárnutí a únavě (antioxidanty),
6. plniva – neaktivní nebo aktivní,
7. změkčovadla.

Dále může obsahovat

8. pigmenty a
9. zvláštní přísady (2).

1.3.1 Volba elastomeru

Základní složkou směsi je kaučuk, který dává směsi i pryži základní charakteristické vlastnosti. Správná volba elastomeru je založena na srovnání požadavků specifikovaných zákazníkem, aplikačních podmínkách výrobku a vlastnostech kaučuku. Při volbě kaučuku je nutno věnovat pozornost rozsahu teplot použití, odhadnout i zpracovatelnost směsi ve vztahu ke konstrukci výrobku. Pokud není k dispozici kaučuk s požadovanými zpracovatelskými vlastnosti, může být upraven(např. mastikací), nebo se použije směs různých molekulových hmotností. Kaučuk jako základní složka směsi se někdy doplňuje regenerátem (1).

1.3.2 Regeneráty

Regenerát ve směsích často doplňuje eleastomer, zřídka se ho používá samotného jako základu směsí. Kvalitní regenerát je cennou surovinou a je nesprávné dívat se na regenerátové směsi jako na směsi podřadné. Přídavek regenerátu také urychluje vulkanizaci, usnadňuje vytlačování a válcování. Zkušenosti ukazují, že směsi s regenerátem pomaleji stárnou(2).

1.3.3 Vulkanizační činidla

Teprve zesíťováním – vulkanizací – se stává z kaučuku resp. z kaučukové směsi technicky použitelný materiál – pryž (2).

Vulkanizační činidla jsou látky schopné vytvářet chemickou reakcí příčné vazby mezi řetězcí kaučukového uhlovodíku, čímž dojde v nepříliš dlouhém čase k *sesíťování*. S nástupem nových syntetických kaučuků se objevují i nové vulkanizační systémy, a tedy i nová vulkanizační činidla. Nejznámější vulkanizační činidlo je síra, oxidy kovů, reaktivní pryskyřice (1).

1.3.4 Urychlovače

Další složkou vulkanizačního systému je urychlovač. Vulkanizační činidlo vulkanizaci umožňuje, urychlovač a aktivátor upravují její průběh a stupeň a do značné míry i mechanické vlastnosti vulkanizátu (2).

Urychlovače lze přidávat samostatně jako primární nebo častěji v kombinacích. Kombinují se pomalé urychlovače s rychlými, čímž lze upravovat podmínky vulkanizace podle požadavků výroby. Kombinace běžných urychlovačů má zpravidla větší účinek (3).

1.3.5 Aktivátory

K plnému využití síry a urychlovače je nutná přítomnost aktivátorů, které jsou součástí vulkanizačního systému.

Aktivátory vulkanizace zvyšují účinnost síťování, tj. za stejných podmínek vulkanizace zvyšují koncentraci příčných vazeb. Jako aktivátoru se používá téměř ve všech směsích oxidu zinečnatého. Protože přírodní kaučuk obsahuje kolísavé množství mastných kyselin, je třeba přidávat některou organickou kyselinu, nejčastěji stearovou, aby byl převáděn zinek na formu rozpustnou v kaučuku. Obsah organických kyselin je třeba upravovat i u kaučuků syntetických (2).

1.3.6 Prostředky proti stárnutí

Podle povahy výrobků a způsobu použití je třeba pryž chránit proti přirozenému stárnutí nebo i proti destrukci způsobené vnějšími vlivy, např. světlem, teplem, opakovaným mechanickým namáháním apod. (2).

a) antidegradanty

V průběhu stárnutí mění vulkanizáty vlastnosti obvykle v důsledku oxidačních procesů urychlovaných teplem. Odolnost vulkanizátů proti degradaci je dána především chemickou strukturou použitého kaučuku. Např. dienové kaučuky jsou (vzhledem ke své vysoké reaktivitě dvojných vazeb) napadány kyslíkem a ozonem rychleji než nasycené kaučuky. Na stárnutí mají vliv i vlastnosti sítě. Sirné systémy s nižším obsahem síry nebo produkty peroxidické vulkanizace dávají obvykle lepší odolnost proti stárnutí a zvýšeným teplotám než konvenční vulkanizační systémy. Při daném složení směsi můžeme průběh stárnutí zpomalit použitím tzv. antidegradantů (3).

b) antioxidanty

Antioxidanty zpomalují stárnutí tím, že se samy oxidují na bezbarvé (u nezbarvujících) nebo na barevné (u zbarvujících) produkty, které jsou obvykle relativně stálé. Antioxidanty přerušující kinetický řetězec blokuji peroxidické radikály, zatímco tzv. preventivní antioxidanty reagují již s primárně vznikajícími hydroperoxidy (3).

c) antiozonanty

Antiozonanty difundují na povrch vulkanizátu, kde reagují s ozonem (ozon do hloubky neproniká). K fyzikální ochraně proti ozonu se používají vosky, které vykvétají na povrch. Pro dynamicky namáhané výrobky se vosky kombinují s chemickými antiozonanty.

Ozonuvzdornost kaučuků roste s jejich rostoucí nasyceností. Ozonuvzdornost vulkanizátů zvyšuje i přídavek ozonuvzdorného kaučuku do směsi (3).

1.3.7 Změkčovadla

Změkčovadla jsou kapaliny nebo nízkomolekulární pryskyřice, které se rozpouštějí v daném kaučuku, snižují mezimolekulární síly mezi jeho řetězci a zvyšují jeho deformovatelnost. Při nízkých koncentracích urychlují změkčovadla dispergaci plniv ve směsi. Při vyšším dávkování snižují změkčovadla viskozitu a elasticitu směsi a tím snižují spotřebu energie při zpracování (3).

Změkčovadla ovlivňují v různé míře jak zpracovatelnost směsí, tak vlastnosti vulkanizátu. Pro volbu změkčovadel jsou důležité dva faktory: chemická povaha (mísitelnost či snášenlivost s polymery) a molekulová hmotnost (2).

1.3.8 Plniva

Základní vlastnosti směsí se upravují plněním a tím se činí vhodnými k použití. Přítomnost plniv má významný vliv na vlastnosti vulkanizátu. Např. modul pružnosti se proti neplněným vulkanizátům obvykle zvýší cca desetinásobně. U většiny vulkanizátů zlepšují plniva také odolnost proti oděru. Zlepšení vlastností vulkanizátů přidavkem plniv se nazývá ztužení (1).

a) aktivní plniva

Aktivní plniva jsou ztužovala, která přechodně zlepšují pevnost. Velikost ztužení závisí na struktuře a velikosti částic plniva a na aktivitě jeho povrchu. Ztužující plniva zlepšují fyzikálně mechanické vlastnosti, pevnost, pružnost, tvrdost, odolnost proti opotřebení. Nejznámější jsou saze, které se vyrábějí z organických látek chemickými reakcemi za vysokých teplot (1).

b) neaktivní plniva

Neztužující plniva zpravidla zvětšují objem, zlevňují výrobek. V praxi se nejvíce používají minerální plniva (např. kaolin, křída), která představují skupinu gumárenských plniv různého chemického složení a s různou aktivitou (1).

1.3.8.1 Pigmenty

Použití pigmentů na vybarvení pryží je pro všechny elastomery stejné. U pryží bílých nebo světlých se musí používat eleastomerů a antioxidantů na světle nebarvících. K vybarvování se používá nejčastěji vulkánových barviv (2).

2 MÍCHÁNÍ SMĚSÍ

Vlastnosti vulkanizátů určují nejen složky směsi, ale i podmínky zpracování. Míchání musí zajistit stejnoměrné rozložení složek směsi v celém objemu (dobrou distribuci složek). Míchání se provádí na různých zařízeních. Vždy se však požaduje správná distribuce složek směsi, přesné řízení teploty a co nejkratší míchací časy. Problém míchání gumárenských směsí je komplikován skutečností, že jednotlivé složky směsi mají velmi rozdílné vlastnosti. Během míchání se musí aglomeráty tvořené částicemi plniva rozpadnout (tzv. dispergace). Vzniklé částice musí být zapracovány do kaučuku a rovnoměrně rozděleny ve směsi. (3)

Míchání gumárenských směsí je možno rozdělit do čtyř nejdůležitějších kroků:

1. Rozpracování a ohřev kaučuku.
2. Vmíchání plniv a změkčovadel
3. Odbourání aglomerátů plniva (dispergace).
4. Rozmíchání a homogenizace přísad v kaučuku (4).

2.1 Problémy disperze

Závažným problémem při míchání je disperze ztužujících sazí. Musí být dokonalá, protože saze mají podstatný vliv zejména na pevnost v tahu, strukturní pevnost a odolnost proti opotřeбенí vulkanizátu. Obecně lze konstatovat, že čím jsou saze jemnější, tím hůře dispergují, protože mají větší sklon k aglomeraci částecek. S poklesem velikosti částic vzrůstají soudržné síly, částčky se shlukují a tvoří se aglomeráty různé velikosti a tvarů, jež ztěžují dispergaci těchto ztužujících typů sazí (1).

Během míchání se musí aglomeráty tvořené částicemi plniva rozpadnout (tzv. dispergace). Vzniklé částice musí být zapracovány do kaučuku a rovnoměrně rozděleny ve směsi (tzv. distribuce) (4).

Na kvalitu směsi má velký vliv geometrie míchacího zařízení. Např. při míchání na dvouválci nebo ve vnitřním hnětači s navzájem se překrývajícím pohybem rotorů se dosahuje lepší dispergace než ve vnitřním hnětači s tangenciálním uspořádáním rotorů (4).

Dispergace plniva je závislá především na:

- morfologii a aktivitě plniva,

- koncentraci plniva,
- makro- a mikrostrukturu kaučuku,
- množství a druhu zpracovatelských přísad (změkčovadel, pryskyřic, ...),
- postupu míchání,
- podmínkách (teplota, otáčky rotoru, stupeň zaplnění komory, ...) (4).

Dalším faktorem, který ovlivňuje dispergaci jednotlivých složek směsi, je pořadí přidávání přísad neboli postup míchání (4).

Důsledkem nedostatečné dispergace a distribuce mohou být:

- problémy při dalším zpracování a výkyvy v kvalitě jak mezi jednotlivými šaržemi směsi, tak i uvnitř šarží,
- snížený výkon a horší stabilita při zpracování směsí,
- zvýšená spotřeba energie,
- větší procento odpadu (4).

I když neexistuje univerzální předpis, neboť se zde projevuje značná závislost na složení směsi, na druhu kaučuku a na strojním zařízení, vedou praktické zkušenosti k některým obecným poznatkům:

- ztužující druhy sazí se přidávají v prvním stádiu míchání,
- změkčovadla se v tomto případě přidávají až po sazích nebo s poslední dávkou sazí: neztužující druhy plniv se vesměs přidávají v kombinacích se změkčovadly,
- oxid zinečnatý, kyselina stearová (podporuje dispergaci), parafín, kalafuna a prostředky proti stárnutí se do kaučuku přidávají nejdříve,
- vulkanizační činidla, event. retardéry, se přidávají v konečném stadiu míchání, přičemž je nutno brát v úvahu teplotu směsi (4).

2.2 Způsoby míchání kaučukových směsí

Směsi se míchají buď na dvouválcích, nebo v hnětacích strojích, dále pak v kontinuálních zařízeních (2).

2.2.1 Míchání směsi na dvouválcích

Používá se jen výjimečně, především pro laboratorní, poloprovozní a speciální účely. Není vhodné míchat směsi vysoce plněné, zejména sazemi z hlediska znečišťování

pracovního prostředí. Míchání směsí na dvouválci je navíc značně neekonomické, zdlouhavé, zvyšuje riziko úrazu a znečišťuje více životní prostředí.

Dvouválce sestávají ze dvou horizontálních válců rotujících proti sobě. Vzdálenost mezi povrchy válců, teploty válců a někdy i rychlosti válců je možno nastavit. (4)

2.2.2 Míchání směsi v hnětiči

Pro přípravu polotovarů se směsi míchají výhradně v hnětiči. Jejich výhodou je, že se mohou zařadit do výrobních míchacích linek a částečně nebo úplně automatizovat celý výrobní cyklus míchání. Hnětiče zvyšují bezpečnost práce, produktivitu a minimalizují negativní vlivy na životní prostředí. Hnětací stroje jsou nejužívanějším strojním zařízením pro přípravu kaučukových směsí. Míchání u moderně řízených strojů počítačem je zcela automatické (4).

V gumárenském průmyslu se využívá hnětacích strojů k těmto operacím.

- k míchání směsí,
- k plastikaci přírodního a syntetického kaučuku,
- k regeneraci pryžového odpadu (2).

Další využití hnětacích strojů je v průmyslu zpracování plastů.

Hlavní hnětení nastává mezi rotory a stěnou komory, kde v důsledku sbíhavé šterbiny mezi rotorem a stěnou komory dochází k největšímu stříhovému účinku. Šířka této šterbiny se pohybuje kolem 6-7 mm. Rozdílná rychlost obou rotorů a jejich profil umožňuje neustále převracení míchané směsi uvnitř pracovního prostoru ve všech směrech.

Hlavní části hnětacího stroje

- hnětací komora se zařízením pro vstřikování tekutých přísad
- hnětadla (rotory), uložena v hnětací komoře
- hnací motor s převodovou skříní
- násypka
- horní přitlačný klín
- spodní uzávěr
- chladič systém
- váhový dopravník
- řídicí a ovládací zařízení

2.2.3 Kontinuální míchání kaučukových směsí

Kontinuální míchání kaučukových směsí pomocí různých zařízení je dosud používáno jen málo. Velký problém představuje kontinuální dávkování plniv a chemikálií. Pro malý počet složek směsi a omezený sortiment (např. směsi na kabely a podlahoviny) může však být kontinuální míchání výhodné (2).

Principy kontinuálního míchání:

Kaučuk zplastikovaný v hnětacím stroji padá do peletizéru nebo do šnekového vytlačovacího stroje granulačního s čištěním, v němž se převádí do formy pelet nebo se plastikuje v plastikátoru s peletizační hlavou. Vysušené a ochlazené pelety se mechanicky nebo pneumaticky dopravují do centrálního zásobníku u hnětacího stroje. Míchání směsi se řídí automaticky. Zamíchaný základ směsi se zpracovává rovněž přes peletizér, pelety se dopravují automaticky do zásobníku umístěného u hnětacího stroje pro pomíchávání směsi. Kompletní směs se pak zpracovává na dvouválci, na šnekovém vytlačovacím stroji pásů nebo automatizovaném rychlostním dvouválci (2).

Jiný způsob kontinuálního míchání směsi využívá stroje, který se podobá vytlačovacímu stroji, avšak šnek je zde nahrazen dutým profilovým tělesem (rotorem), na jehož obvodu jsou drážky spirálně vedené pod určitým úhlem k ose rotoru. Objem těchto drážek nesmí být míchanou směsí zcela naplněn, jinak by nastávalo nedostatečné přepouštění směsi z jedné drážky do druhé přes štěrbinu mezi výstupky rotoru a pláštěm stroje. Šířka štěrbin, rychlost otáčení rotoru a teplota jsou ovladatelné parametry. Protože plášť i rotor lze velmi účinně chladit, nedosahuje teplota směsi kritických hodnot, takže je možno provádět i komplexní míchání v jednom cyklu (2).

Kaučuk musí být ve formě pelet pro plynulé vážení, práškové přísady je třeba předem smíchat a dávkovat plynule a postupně. Plnicí otvory jsou minimálně dva, první pro kaučuk, druhý pro plnivo. Stroj je vhodný i pro plastikaci přírodního kaučuku nebo pro ohřívání směsí plynule zpracovávaných na jiném stroji (2).

3 ZPRACOVÁNÍ KAUČUKOVÝCH SMĚSÍ

Zamíchaných kaučukových směsí se používá buď přímo k lisování, nebo se zpracovávají některým ze základních gumárenských pochodů na polotovary, které se pak přímo vulkanizují nebo se konfekcí připravují pro konečnou vulkanizaci složitějších výrobků.

Základní způsoby zpracování kaučukových směsí jsou:

- zpracování na víceválcích,
- vytlačování,
- natírání,
- máčení (2).

Každou směs nelze zpracovávat všemi uvedenými způsoby; o zpracování je třeba uvažovat již při skladbě směsi a složení mu přizpůsobit. Reologie gumárenských směsí je stále zkoumána (2).

Před dalším zpracováním gumárenských směsí je třeba zkoušet nejen jejich mechanické vlastnosti, které nakonec zaručují kvalitu výrobku, ale také vhodnost pro zamýšlenou technologii, tedy např. plasticitu a elastický podíl (narůstání a srážení), navulkanizování apod. (2).

3.1 Válcování

Na víceválcích se zpracovávají gumárenské směsi buď válcováním na pláсты nebo kaučukové fólie pravidelné tloušťky, šířky a libovolné délky, nebo se kombinují – vtíráním či nánosováním - textilem. Při válcování na pláсты či fólie se kladou značné požadavky co do přesnosti, pravidelnosti, vzhledu a hutnosti (bez pórovitosti), je velmi časté při výrobě pryžové obuvi, podlahoviny, těsnění, dopravních pásů, sportovních výrobků apod. (2).

Válcování je tváření, při kterém se zplastikovaná směs zavádí do štěrbin vytvořené dvojicí proti sobě se otáčejících válců; směs se postupně stoupajícím tlakem formuje na plást o tloušťce kontrolované štěrbinou. Po opuštění formovací štěrbin se plást chladí a vhodným způsobem odebírá. Tloušťka kaučukové fólie neodpovídá rozměru štěrbin, protože podobně jako při vytlačování působením elastického podílu dochází k narůstání a tím ke zmenšování plošného rozměru, tj. srážení(2) .

Válce jsou duté nebo vrtané pod povrchem, aby se mohly temperovat. Při větších rychlostech by mohlo vznikající teplo ovlivňovat viskozitu a tím i tlak a je tedy třeba teplo intenzivně odvádět. Víceválce používané k přípravě kaučukové fólie mohou mít různý počet válců v různém uspořádání. Nejběžnější jsou stroje s třemi nebo čtyřmi válci; pětiválce jsou již speciální zařízení. Válce jsou ocelové s hladce broušeným a tvrzeným povrchem (2).

Zpracovávané směsi vyvozují na válcích značné tlaky, které válce prohýbají (ve středu jde o setiny až desetiny milimetru); vyválcovaná fólie je pak ve středu poněkud tlustší. Tento jev lze různě korigovat. Vyrovnání pohybů lze kompenzovat zakřiveným broušením válců, dále pak křížením nebo průhybem válců (na prodloužené čepě se působí protitlakem) (2).

Uspořádání válců může být různé; u tříválců je to buď uspořádání nad sebou nebo v podobě velkého písmene V, u čtyřválců bývají válce uspořádány někdy ve tvaru L nebo F; dále pak se ukládají do tvaru Z, což je pro konstrukci a ovládání nejvýhodnější. Válce jsou uloženy v masivních rámech, které nesou ložiska a pomocná zařízení. Vzájemná rychlost válců se dá v určitých mezích měnit. U tříválců je pravidelně poháněn střední válec a z něho se pohyb převádí – buď stejně rychlý, nebo s převodem do pomala – na válce krajní (2).

Víceválce nepracují nikdy samostatně, ale stavějí se do linek skládajících se z ohřívací soupravy, z víceválců a z chladicího a odbíracího zařízení; linky pro kombinované směsi s textilem mají některá další příslušenství (2).

3.2 Vytlačování

Vytlačování je tváření kaučukových směsí, při němž plastický materiál procházející hubicí vytváří provil určitého průřezu a libovolné délky. Tlak lze přerušovaně vyvozovat pístem nebo kontinuálně šnekem; prakticky se uplatňuje jen případ druhý. Vytlačování se používá buď přímo k výrobě profilovaného zboží, jako jsou hadičky, šňůry, těsnění atd., nebo se vytlačených profilů používá k další konfekci, např. pro duše jízdních kol a automobilů, běhouny pláště pneumatik, obuv, zboží vyráběné rukodělnou prací, nebo se profilů používá při přípravě součástí pro lisování (v tom případě se nepožaduje zvlášť kvalitní povrch). Vytlačováním se opatřují obalem nebo pláštěm vodiče nebo hadice. Podstatnou částí vytlačovacího stroje je šnek, který se otáčí ve válcovém plášti; šnek

zachycuje dodávanou směs, plastikuje ji, dopravuje k hlavě a rovnoměrně v plastickém stavu dávkuje pod tlakem do hubice. Plášť, v němž se šnek otáčí, je dvojité; plnicí otvor, jímž se přivádí materiál, bývá umístěn tangenciálně. Plášť je ukončen hlavou se zařízením pro upínání hubic (2).

Šnek je nejdůležitější částí vtačovacího stroje; je charakterizován průměrem, poměrem délky k průměru D (u běžných strojů je $5D$) a hloubkou drážky; vytlačovací šneky pro kaučukové směsi jsou jednochodé nebo dvouchodé, zřídka vícechodé. Závit může mít stejnou nebo proměnnou hloubku drážky. Šneky, u nichž se mění stoupání nebo hloubka drážky (méně časté řešení), se nazývají diferenciální. U diferenciálních šneků je objem závitové drážky u plnicí části větší než na konci šneku u hubice, čímž se zvyšuje tlak směrem k hlavě; poměr objemů závitové drážky na začátku a na konci udává tzv. kompresní poměr; u gumárenských vtačovacích strojů bývá tento poměr 5 i více. Šnek zachycuje otáčením materiál u plnicího otvoru, hněte jej a dopravuje k hubici; odporem k drážkovému šneku a především odporem v hlavě vytlačovacího stroje vzniká v drážce, resp. v hlavě stroje tlak, který má významný vliv na výkon stroje a kvalitu vytlačovaného profilu. Tlak, který stoupá od plnění k hlavě, klesá při výstupu materiálu z hubice na nulu (2).

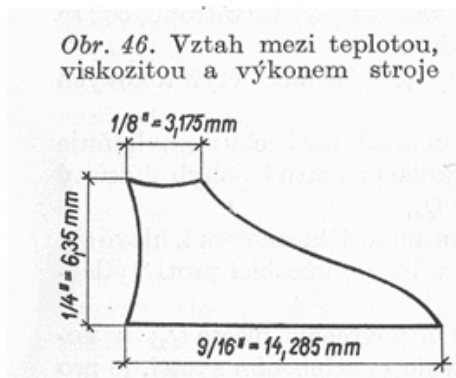
Hlavy vtačovacích strojů jsou řešeny tak, aby se mohla snadno vyměňovat a adjustovat hubice. Kromě hlav přímých, z nichž vychází profil ve směru osy šneku, se používá též hlav oplášťovacích, kde profil vychází kolmo (příčně) nebo od určitým úhlem k ose (šikmá hlava). Těchto hlav se používá hlavně k oplášťování kabelů a hadic. Do hlavy se upínají hubice, které dávají směsi žádaný průřez. Tvar a rozměry vycházejícího profilu neodpovídají výřezu hubice, protože profil po opuštění hubice (tlak poklesl na nulu) především vlivem elastického podílu směsi narůstá. Narůstání je s výjimkou kruhových průřezů nepravidelné a nelze je předem přesně určit. Tak např. čtvercovým průřezem se nezíská profil čtvercového, ale soudkového průřezu, a hubici je třeba upravit, aby měl vytlačený profil čtvercový průřez. Proto se hubice, zvláště pro složité profily (např. na okenní těsnění automobilů), stále zhotovují zkusmo a je třeba je dodatečně upravovat, aby profil měl požadovaný tvar a rozměry. Definitivně vypracované hubice se někdy chromují. Jakýmkoliv způsobem vypracovanou hubici lze použít jen pro směsi s určitými reologickými vlastnostmi. Změní-li se podstatněji povaha směsi, např. změnou eleastomeru, kaučukovitosti nebo plněním, je třeba hubici upravit. Některé hubice musí být dosti dlouhé, aby se proudnicovým způsobem přešlo k žádanému tvaru. Takovým případem je např. vytlačování běhounů, kde od kruhového průřezu nutno přejít na

podélný profil nestejně tloušťky. Tento přechod je vzhledem k velké viskozitě směsi spojen s tlakovými ztrátami, a protože směs procházející hubicí má největší rychlost v průřezu s nejmenším odporem, dochází v krajních zeslabených částech k brzdění a zpomalování toku, takže materiál je v průřezu nehomogenní, okraje se zatrhávají a jsou zvlněné. Proto je třeba, aby v krajích byly odlehčovací otvory, umožňující rychlejší a pravidelnější průchod směsi celým průřezem. Odlehčující otvory zaručují pravidelný a dostatečný průchod materiálu a umísťují se i mimo průřez profilu v blízkosti zeslabeného místa; odlehčovacích otvorů nebo oplášťovat profily značně rozdílných průřezů; zkracuje se tak také čas, kdy je směs ve stroji, a zmenšuje se tím i nebezpečí navulkanizování. Vytlačený profil se od hubice odebírá různým způsobem. Profilové zboží, např. těsnění, šňůry nebo hadičky, se navinují nejčastěji na kruhové plechy buď volně, nebo do klouzku, je-li směs lepivá nebo je-li nebezpečí deformace profilu během vulkanizace. Profily větších rozměrů (běhouny plášťů pneumatik nebo duše) se odebírají dopravníky. Každou kaučukovou směs nelze vytlačovat, již její složení musí být k tomu zaměřeno. Vytlačovací stroje se někdy začleňují do komplexních pracovních linek (2).

Při hodnocení směsí pro vytlačování se posuzuje:

- výkon (objem nebo délka profilu za stanovených podmínek),
- povrch,
- hrany,
- narůstání,
- sklon k deformaci,
- odolnost proti navulkanizování (2).

Používá se k tomu převážně empirických metod, např. vytlačování Garveyovou hubicí (obr.1), na vytlačeném profilu se hodnotí povrch a hrany pomocí empiricky připravené stupnice a narůstání skutečným povrchem plochy (2).



Obr. 1. Garveyova hubice

4 ZÁKLADY VULKANIZACE

4.1 Obecně

Začátky gumárenského průmyslu úzce souvisí s objevem vulkanizace. Podařil se americkému badateli Ch. Goodyearovi v roce 1839. Objev vulkanizace a jeho poměrně rychlé uplatnění v praxi položily už v polovině minulého století základy současné technologie kaučuku.

Vulkanizace se projevuje změnou typických vlastností kaučuku:

Tab. 1. Změna typických vlastností kaučuků vulkanizací

Nevulkanizovaný kaučuk	Pryž
lepivý	nelepivá
ohřátím měkne, ochlazením tvrdne	malé změny při ohřátí a ochlazení
rozpuštěný v organických rozpouštědlech	nerozpustná v org. rozpouštědlech, pouze botná

Při vulkanizaci dochází k přechodu částečně plastické nevulkanizované směsi v rozměrově stálý elastický materiál (vulkanizát). Nestejné teploty v různých místech materiálu v průběhu vulkanizace působí anizotropii hotových výrobků.

Pro první odhad platí, že rychlost vulkanizace se při zvýšení teploty o 10°C zvýší přibližně na dvojnásobek.

Vulkanizační podmínky lze zvolit i na základě výpočtů. Při výpočtech se používá Arrheniova rovnice (1).

4.2 Možnosti vulkanizace

Kaučuky se mohou zpracovávat různými způsoby. Technicky nejvýznamnější je vulkanizace za tepla ve formách. V praxi jsou zavedeny tyto hlavní způsoby provozní vulkanizace:

- vulkanizace v přímé páře, dává kratší vulkanizační časy. Vzhledem k nepřítomnosti kyslíku můžeme použít vyšší vulkanizační teploty. Nejlepší přestup tepla je v nasycené páře. Nevýhodou je závislost teploty na tlaku páry a vznik velkého množství kondenzátu.
- vulkanizace v horkém vzduchu, může probíhat za tlaku v autoklávu, nebo beztlakově v horkovzdušných sušárnách. Nevýhodou volné vulkanizace je přítomnost kyslíku, který může způsobit degradaci vulkanizátu.
- vulkanizace ve vodě má vysoké přestupy tepla a může být použita i pro velké dílce. Vyšší teploty můžeme dosáhnout zvýšením tlaku.
- vulkanizace chloridem sirným je možné využít u tenkých výrobků. Vulkanizovat lze i za pokojové teploty. Vlastnosti takto vulkanizovaných výrobků však nejsou dobré (1).

4.3 Průběh vulkanizace

Konkrétní vliv urychlovačů a jejich kombinací lze sledovat a studovat na vulkanizačních křivkách, které vyjadřují změnu některé snadno měřitelné vlastnosti s časem. Z chemických změn to může být např. obsah volné síry, které postupně s vulkanizací ubývá, z mechanických pevnost, modul, trvalá deformace apod. Vulkanizační křivky se sestavují z dílčích výsledků postupné vulkanizace zkoušené směsi při teplotě odpovídající použitému urychlovači. V poslední době se nejvíce uplatňují přístroje zvané vulkametry (1).

5 VLASTNOSTI PRYŽE

V praxi se často žádá, aby některá vlastnost pryže převládala nebo měla určitou hodnotu; jindy je třeba ovlivnit skladbou několik vlastností, takže je nutné skladbu směsi na tyto požadavky zvlášť zaměřit. Je samozřejmé, že nelze dosáhnout jakýchkoliv hodnot, že jsou pro dané materiály meze, které nelze překročit, a dále že není možno dosáhnout libovolné kombinace vlastností. Úprava jedné vlastnosti ovlivňuje i vlastnosti další, často však negativně, tj. neexistuje slučitelnost vlastností a je třeba volit vždy vhodný kompromis. Některé vlastnosti mohou být omezeny i zpracovatelností směsi (2).

5.1 Rozdělení vlastností pryže

Nejdůležitější vlastnosti užívané při hodnocení po fyzikální a chemické stránce jsou tyto:

- tvrdost pryže,
- vlastnosti tahové (pevnost v tahu, tažnost, modul, strukturní pevnost),
- odolnosti proti opotřebení oděrem,
- dynamické vlastnosti,
- odolnost proti působení tekutin
- odolnosti proti změnám teploty (odolnosti proti nízkým teplotám, odolnost proti zvýšeným teplotám)
- odolnost proti stárnutí
- odolnost proti ozónu a povětrnosti (2).

5.1.1 Tvrdost pryže

Hodnota tvrdosti se velmi často předpisuje. Dosáhnout jí při zachování ostatních požadovaných vlastností není vždy snadné, stejně jako není snadné udržet ji vždy během provozu v požadovaných tolerancích, a to proto, že závisí do jisté míry i na podmínkách zpracování.

Tvrdost pryže lze upravovat:

- a) typem plniva a plněním,
- b) dávkováním síry,
- c) urychlením a

d) změkčovadly.

V malých mezích se mění tvrdost i způsobem vulkanizace. Největší vliv na hodnotu tvrdosti má plnivo a jeho dávkování. Protože různá plniva mají různou hodnotu, musíme srovnávat jejich vliv při stejném objemovém plnění. Z běžných plniv propůjčí pryži největší tvrdost aktivní saze. Plněním lze obtížně dosáhnout tvrdostí větších než 85°Sh. Vysokých tvrdostí lze dosáhnout přidavkem fenolformaldehydové pryskyřice. Směsi obsahují normální vulkanizační systém. Zvětšováním dávek síry lze upravovat tvrdost ve značném rozsahu až do hodnot tvrdé pryže. Tvrdost základní neplněné směsi je podle povahy eleastomeru 37 až 42°Sh (2).

5.1.2 Vlastnosti tahové

5.1.2.1 Pevnost v tahu

Pevnost pryže bývá velmi často předpisována, ne však jako hodnota využívaná při použití, ale jako hodnota kontrolní, zaručující ještě s jinými vlastnostmi kvalitu výrobku.

Pevnost lze upravovat:

- a) volbou eleastomeru,
- b) plnivem a dávkováním a
- c) vulkanizačním systémem.

V neplněných směsích má na pevnost v tahu rozhodující vliv volba elastomeru. Dalším faktorem, který nejvíce ovlivňuje konečnou pevnost, je povaha a objem plnění, přičemž se ovšem uplatňuje i vliv eleastomeru, tak např. pevnost přírodního kaučuku lze zlepšit jen některými plnivy a jen v omezeném rozsahu. Optimální dávkování závisí na zvoleném elastomeru. Hodnotu pevnosti ovlivňují, ovšem ve značně menší míře, urychlovače. Podobně jako u tvrdosti, tak i zde a u většiny dalších vlastností má na konečnou hodnotu vliv i stupeň změkčení eleastomeru, kvalita zamíchání – disperze, způsob a stupeň vulkanizace (2).

5.1.2.2 Tažnost

Tažnost měkké pryže se pohybuje ve velmi značném rozmezí, a to od 150 do 900%. Podobně jako pevnost je i tažnost ovlivňována základním použitým kaučukem. Kaučuky krystalizující mají, a to hlavně v neplněném nebo málo plněném stavu, tažnost podstatně

větší než např. kaučuk butadienstyrenový, který při malé pevnosti nemůže mít ani větší tažnost. S plněním zásadně tažnost klesá (2).

5.1.2.3 Modul

Na rozdíl od pevnosti a tažnosti není (s výjimkou butylkaučuk) modul při nižších protaženích tak nápadně charakterizován elastomerem. Přirozeně při vyšších modulech blížících se tažnosti vystupuje vliv jednotlivých kaučuků nápadněji. Se stoupajícím dávkováním síry stoupá i modul, ale stejně tak jako u tvrdosti lze se zřetelem na změny ostatních vlastností tohoto vlivu využít jen v malém rozmezí dávkování pro měkkou pryž. Větší možnosti jsou ve volbě dávkování a kombinaci urychlovačů. Typicky nízkomodulové urychlovače dodávají pryži nižší modul než vysokomodulové urychlovače. Značného zvýšení modulu lze dosáhnout i přidavkem sekundárního urychlovače. Největší vliv na hodnotu modulu má opět plnění (2).

5.1.2.4 Strukturní pevnost

Vzhledem k tomu, že metody hodnocení strukturní pevnosti jsou ještě stále velmi nespolehlivé, je k dispozici málo průkazného materiálu o faktorech ovlivňujících tuto důležitou vlastnost.

Hodnoty strukturní pevnosti lze ovlivnit:

- a) volbou elastomeru,
- b) plněním a
- c) vulkanizačním systémem.

Některé z těchto faktorů mají menší vliv na hodnotu strukturní pevnosti než stupeň vulkanizace, který hodnotu strukturní pevnosti značně ovlivňuje; optimum strukturní pevnosti se projevuje dříve než např. optimum pevnosti v tahu. Kaučuky, které mají schopnost při deformaci krystalizovat, mají větší strukturní pevnost než kaučuky nekystalizující. Strukturní pevnost lze značně ovlivnit plněním. Při velkém plnění strukturní pevnost klesá. Se stoupajícím obsahem vázané síry strukturní pevnost rovněž ubývá. Nejlepších hodnot se dosahuje s urychlovači s plochou vulkanizační křivkou a menšími dávkami síry. Malou strukturní pevnost za vyšších teplot lze zlepšit přidavkem přírodního kaučuku (2).

5.1.2.5 Odolnost proti opotřebení oděrem

Odolnost proti opotřebení je vlastnost velmi komplikovaná, při laboratorním zkoušení zcela závislá na zkušební metodě, v praxi ovlivňovaná mnoha faktory a způsobem aplikace vůbec. Kromě na složení směsi závisí hodnota odolnosti i na dokonalosti disperze apod. Požadavek na dobrou odolnost proti opotřebení je často kombinován s požadavkem na dobrou odolnost proti prolamování, dynamickému namáhání apod.

Odolnost proti opotřebení lze ovlivnit především:

- a) elastomerem,
- b) plněním
- a v menší míře
- c) vulkanizačním systémem a
- d) změkčovadly.

Vysoké odolnosti proti opotřebení běhounových směsí se dosahuje přidavkem aktivních sazí. Plniva a jejich dávkování jsou hlavními faktory ovlivňujícími odolnost proti opotřebení. Často se spojuje s požadavkem na odolnost proti praskání, růstu trhlin, odolnosti proti praskání vlivem ozónu, a je tedy třeba používat vhodné antioxidanty nebo jiné ochranné prostředky (2).

5.1.3 Dynamické vlastnosti

Přýž není ideálně elastická hmota a část deformační energie se mění v teplo. Množství absorbované energie – hysterezní ztráty lze v určitém rozmezí upravovat skladbou směsi. V praxi se požaduje pryž jak s malou hysterezí, tak pryž s velkou absorpcí energie (tlumiče vibrací a rázů). Pro posuzování pryže dynamicky namáhané je důležité, zda probíhá deformace za konstantního napětí, za konstantní deformace, záleží i na velikosti amplitudy, na frekvenci, děje-li se deformace za běžné nebo za zvýšené teploty. Pro udržení dobrých dynamických vlastností je důležitá stabilita sítě, tj. vytvoření sítě s malým obsahem síry v příčných vazbách. S plněním elasticita pryže klesá. Se zvětšujícím se měrným povrchem plniv se dynamické vlastnosti zhoršují. Změkčovadla se do pryže s vysokými požadavky na dynamické vlastnosti přidávají jen v nejnútnejší míře (2).

5.1.4 Odolnost proti působení tekutin

Přez ve styku s některými tekutinami podléhá objemovým změnám, změnám mechanických vlastností, popř. se na povrchu koroduje. Vzájemné působení přez a tekutin je selektivní povahy, tj. závisí jak na složení přez, tak na povaze tekutiny. Nejčastějším případem je požadavek na dobrou odolnost přez v nepolárních tekutinách, olejích a tucích; taková přez bývala nazývána olejovzdorná, nyní se o ní mluví jako o přez odolné proti bobtnání. Objemové bobtnání různých přez se pohybuje ve značném rozsahu a je třeba na základě způsobu aplikace uvážit, jaká je ještě únosná hranice použitelnosti.

Při volbě přez je třeba uvážit, jakým způsobem je přez vystavena účinkům tekutiny:

- a) Přez je ve stálém styku s tekutinou.
- b) Přez přichází do styku s tekutinou jen přechodně na krátkou dobu (2).

5.1.5 Odolnost proti změnám teploty

5.1.5.1 Odolnost proti nízkým teplotám

Přez se často používá při nízkých teplotách; při tm dochází ke změnám mnoha jejích vlastností. Rozhodující vliv na chování při nízkých teplotách má elastomer, odolnost lze dále a v dosti značném rozsahu příznivě upravit změkčovadly; plnivo a plnění ovlivňuje odolnost nepříznivě, ale ve značně menší míře. Důležitý je stupeň vulkanizace; přez podvulkanizovaná má vždy horší odolnost. Změkčovadla všeobecně zlepšují odolnost proti nízkým teplotám. Plniva ovlivňují teplotu tuhnutí poměrně málo a až při větších plněních (2).

5.1.5.2 Odolnost proti zvýšeným teplotám

Na rozdíl od chování při nízkých teplotách dochází u přez při vyšších teplotách k hlubším nevratným změnám, které podstatně zkracují její životnost. Hodnotí se nejčastěji změna různých vlastností důležitých pro dané použití za zvolených tepelných podmínek.

Přez odolávající zvýšeným teplotám lze z praktického hlediska rozdělit do dvou skupin:

- a) Přez pro běžné použití za zvýšené teploty.
- b) Přez, které mají delší dobu odolávat teplotě 100°C a vyšší.

Hlavními faktory, které ovlivňují odolnost pryže proti zvýšeným teplotám jsou: elastomer, vulkanizační systém a antioxidanty (2).

5.1.6 Odolnost proti stárnutí

Stárnutí pryže nutno rozdělit do dvou skupin:

- a) stárnutí normální,
- b) stárnutí způsobené vnějšími vlivy.

Při volbě elastomeru se řídíme pravidlem, že čím bude nenasycenější, tím snáze a hlouběji bude podléhat oxidačním změnám, které jsou hlavní příčinou stárnutí. Menší dávky síry společně s volbou urychlovačů příznivě ovlivňují stabilitu pryže.

V poslední době se dostává stále více do popředí otázka odolnosti proti ozónu a povětrnosti. Pryž v napjatém stavu je napadána ozónem, což se projevuje rovnoběžným popraskáním kolmým ke směru působení napětí (2).

6 DIELEKTRICKÝ (DE) OHŘEV

Zahrnuje jak ohřev na radiových frekvencích (RF), tak mikrovlnný (MW) ohřev. Elastomery se vyznačují nízkou tepelnou vodivostí. Při konvenčním ohřevu se od vnějšího zdroje tepla nejdříve ohřeje povrch a vzniká tepelný gradient, který ztěžuje rychlé prohřátí celého objemu materiálu a může negativně ovlivnit jeho vlastnosti. Naproti tomu DE ohřev působí současně do celé hloubky materiálu. Různé druhy přírodní i syntetické gumy a používaná plnidla mají odlišné DE vlastnosti a tím různě reagují na vysokofrekvenční (vf) elektromagnetické pole (5).

6.1 Mikrovlnný (MW) ohřev

Mikrovlnný (MW) ohřev představuje progresivní technologii se stále širším spektrem průmyslových a potravinářských aplikací.

Výrobou zařízení pro průmyslové účely se zabývají desítky firem v USA, Japonsku, Velké Británii, Německu, Francii, Itálii, Švédsku a v dalších zemích.

Ve světovém průmyslu prakticky již neexistuje zpracovatelský obor, kde by se mikrovlny neprosadily. Uplatňují se buďto jako efektivnější technologie nahrazující konvenční ohřevná zařízení nebo, a to častěji, se pořízují proto, že umožňují zcela novou kvalitu zpracování.

Přestože ve vyspělých zemích se technologie MW ohřevu používá v širokém spektru aplikací, úroveň informovanosti o jejich možnostech a výhodách je u potenciálních zákazníků ve střední Evropě prozatím nízká. Přesto informace o aplikacích MW technologie se zájmem posuzuje již značný počet představitelů významných zpracovatelských podniků. Kromě zvýšení kvality a tím i prodejnosti konkurenceschopných výrobků, nedosažitelných jinými technologiemi umožňuje MW ohřev rovněž zkrácení výrobní doby a snížení výrobních nákladů (5).

6.1.1 Podstata MW ohřevu

Podstatou mikrovlnného (MW) ohřevu, podobně jako v komerčních MW troubách v domácnostech, je přeměna energie střídavého elektromagnetického pole na tepelnou energii působením na polární molekuly materiálu.

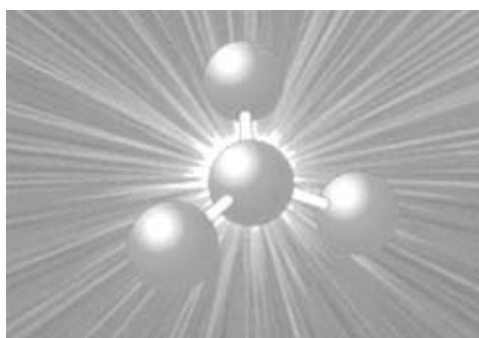
Výhodou mikrovln oproti konvenčnímu ohřevu je současný ohřev materiálu v celém objemu. Ze všech druhů ohřevu lze pouze dielektrickým ohřevem (tj. ohřevem na vysokých kmitočtech včetně mikrovln) vyvolat vyšší teplotu uvnitř produktu než na povrchu.

Dalšími podstatnými výhodami jsou rovněž rychlost a dokonalost prohřátí a absorpce téměř veškeré MW energie v ohřívaném materiálu. Vysoká homogenita rozložení tepla, rychlý náběh na potřebnou teplotu v celém objemu, přesná regulace teploty a vysoká energetická účinnost, typická pro MW ohřev, zpravidla není současně dosažitelná jinými způsoby ohřevu.

Pro MW ohřev jsou nejvhodnější materiály s pokud možno vysokou hodnotou tzv. ztrátového činitele, jaký má např. voda nebo jiné polární molekuly, např. soli, uhlík apod., přítomné i v malých množstvích. Materiály bez bipolárního elektrického náboje, jako např. některé plastické hmoty, na mikrovlny nereagují (5).

6.1.2 Fyzikální princip

Dielektrický (DE) ohřev, jenž zahrnuje jednak mikrovlnný (MW) ohřev, jednak ohřev na radiových frekvencích (RF), je založen na transformaci energie střídavého elektromagnetického pole na tepelnou energii v materiálech s nerovnoměrným rozložením elektrických nábojů v molekulách tzv. polárních materiálů - dielektrik.



Obr. 2. Molekuly při MW ohřevu

Ve střídavém elektromagnetickém poli o velmi vysokém kmitočtu se dipóly polárních molekul natáčí tak, aby jejich póly sledovaly okamžitý směr pole (mění se až několik miliardkrát za vteřinu). Uplatňují se přitom dva jevy: mezimolekulární tření při překonávání mezimolekulárních přitažlivých sil a hystereze mezi působícím polem a indukovanou elektrickou odezvou vlivem setrvačnosti, jež závisí na elektrickém náboji, hmotě a tvaru molekul. Tak se produkt zdánlivě ohřívá sám. Výsledkem je velmi rychlý

ohřev materiálu, často během několika sekund nebo minut. Je běžné, že mikrovlny působí i řádově rychleji než konvenční ohřev (5).

6.1.3 MW předeřev

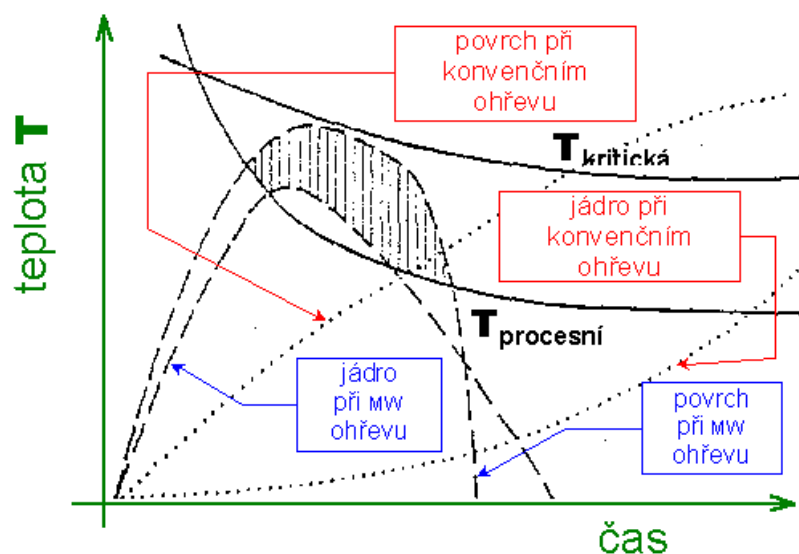
Procesy vulkanizace i devulkanizace, nejčastěji při dávkovém zpracování sortimentu tvarovaného lisováním pod tlakem, lze urychlit předeřátím na vhodnou teplotu (5).

6.1.4 Hlavní přednosti

- zkrácení doby zpracování, často až o 70-85 % i více,
- zvýšení kvality výrobků možnost nových výrobků, nedosažitelných jinými metodami,
- zvýšení výrobní kapacity,
- snížení podlahové plochy až o 50-90 % velikosti, potřebné u jiných metod,
- zlepšení hygieny pracovního prostředí,
- usnadnění a zkrácení doby údržby,
- snížení provozních nákladů, zejména úspora energie,
- eliminace odpadů a snížení spotřeby fosilních paliv, což představuje snížení zátěže pro životní prostředí (5).

6.1.5 Ilustrační graf

Současné působení mikrovln do celé hloubky materiálu podstatně zkracuje zpracovatelské procesy, zlepšuje kvalitu zpracování a přináší úspory. Graf znázorňuje teplotní homogenitu, šetrnost a rychlejší průběh mikrovln. Srovnání s klasickým ohřevem ukazuje, že mikrovlnný (MW) proces je již zcela ukončen v době, kdy teplota v jádře materiálu při konvenčním ohřevu teprve dosáhla potřebné hodnoty, zatímco povrch se již nachází v oblasti nežádoucího přehřevu (5).



Obr. 3. Ilustrační graf

6.1.6 Chování látek v elektromagnetickém poli

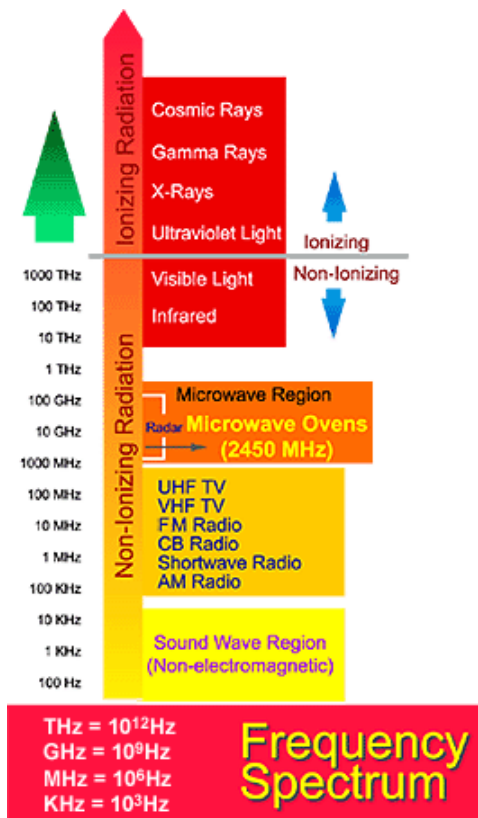
Absorpce: jde o materiály, obsahující polární molekuly, schopné absorbovat mikrovlny. Přitom jejich ztrátový činitel ovlivňuje hloubku vniku. Mikrovlny procházejí nekovovými materiály podobně jako světlo různě tmavým barevným sklem.

Odraz: například kovy zůstávají v mikrovlnném (MW) poli studené.

Transparence (průsvitnost): vzduch, některé druhy skla, polyetylén, teflon, polystyrén, aj. Tyto vlastnosti jsou často silně teplotně závislé. Tak se může stát, že materiál zdánlivě transparentní při pokojové teplotě může dobře absorbovat mikrovlny při teplotách nad 1000°C . To je typické pro oxid hliníku, oxid křemíku, skleněnou keramiku a některé bornitridy. Navíc jsou tyto vlastnosti závislé na kmitočtu - např. suchá porcelánová hmota se může chovat na frekvenci 2,45 GHz jako téměř ideálně transparentní, zatímco na kmitočtu kolem 30 GHz se během minuty může ohřát na spékací teplotu. Hloubka vniku závisí na dielektrických parametrech zpracovávaného materiálu a je přímo úměrná vlnové délce. Mikrovlny jsou při vstupu do materiálu tímto absorbovány, takže ohřevný účinek směrem dovnitř materiálu postupně klesá. Mírou ztrát energie pole při postupu dovnitř materiálu je hloubka vniku, definovaná jako kolmá vzdálenost od povrchu materiálu, v níž dojde k útlumu energie pole přibližně na jednu třetinu (5).

6.1.7 Používané kmitočty

Mikrovlny představují stejný druh energie, jaká se používá k přenosu televizních a rádiových signálů. Je to druh elektromagnetických vln v pásmu mezi rádiovými a infračervenými vlnami (o frekvenci asi 300 MHz - 300 GHz; to odpovídá vlnovým délkám v rozmezí 1 m - 1 mm) (5).



Obr. 4. Používané kmitočty

6.1.8 Mikrovlnný MW ohřev

Zařízení pro průmyslové aplikace se zejména v Evropě, podobně jako komerční MW trouby pro domácnosti, konstruují většinou na celosvětově nejvíce využívané frekvenci 2450 MHz. Na kmitočtech kolem 915 MHz se hloubka vniku zvětšuje oproti kmitočtu 2,45 GHz přibližně dvaapůlkrát. To umožňuje zpracovávat materiály odpovídajících větších rozměrů. U mikrovln je hloubka vniku zpravidla v řádu jednotek až desítek centimetrů (5).

6.1.8.1 Ohřev na radiových frekvencích (RF)

Na RF pásmech 13,56; 27,12 a 40,68 MHz je hloubka vniku v řádu metrů. To umožňuje zpracování rozměrnějších produktů (případně většího množství produktů současně) ve srovnání s MW ohřevem. RF systémy mají zpravidla výkony od desítek kW až přes 1500 kW (5).

6.1.8.2 Srovnání MW a RF ohřevu

Mikrovlny jsou vhodnější pro kusový produkt přiměřené tloušťky se ztrátovým činitelem menším než 0,05, skládající se z volně ložených částí menších rozměrů či vrstvy sypkého až pastovitého materiálu odpovídajícího výškového profilu. Rovněž, je-li požadavek na hustotu výkonu velmi vysoký, jsou mikrovlny výhodnější než radiové frekvence, protože mají menší sklon ke vzniku elektrického oblouku a spálení materiálu. Naproti tomu je RF zařízení obvykle při výkonech nad 50 kW ekonomičtější než MW zařízení. RF ohřev se uplatňuje u aplikací vyžadujících velkou hloubku vniku a u materiálů s vysokým ztrátovým činitelem (kupříkladu s vysokým obsahem vody) (5).

6.1.9 Dielektrické ztráty kaučuků

Přírodní kaučuk (NR) a butadien-styrenový kaučuk (SBR) se vyznačují velmi nízkými ztrátami a tím slabou reakcí na DE ohřev. Ke zlepšení mechanických vlastností a dosažení požadovaných fyzikálně-chemických parametrů se proto používají některé jemné substance - vhodná plnidla, např. uhlík. Slouží i ke zvýšení polárního efektu a usnadňují DE ohřev. Mezi nízkoztrátové elastomery patří etylén-propylénový kaučuk (EPDM) a tzv. polynorbornen (PNB), oba z nich jsou bílé, a také butylový kaučuk (BR). Naproti tomu některé přírodní elastomery mají vysoké dielektrické ztráty, jako je chlorobutadienový kaučuk (CR) a nitrilo-butadienový kaučuk (NBR).

Není-li struktura makromolekuly zcela symetrická, vyznačuje se tato permanentním dipólovým momentem. Při uvedení molekul do pohybu, např. působením tepla nebo elektromagnetického pole, se uplatňují dvě různé tzv. relaxační frekvence, s rozdílnými mechanismy:

relaxace α na nízkých kmitočtech, způsobovaná mikrobrownovým pohybem uvnitř řetězce,

relaxace β na vyšších frekvencích, způsobovaná změnami orientace dipólů a torzním pohybem řetězců.

Při zvýšení teploty se zvyšuje relaxační frekvence α . Dielektrické ztráty rostou, vzniká nebezpečí lavinového tepelného efektu. Současně se zvyšuje relaxační frekvence α , a přibližuje se frekvenci β . Proces proto vyžaduje přesné řízení, jež zařízení na principu DE ohřevu umožňují v potřebné míře zabezpečit (5).

Tab. 2. Dielektrické ztráty některých kaučuků

dielektrické ztráty	
CR	$1363,0 \times 10^{-4}$
NBR	$441,5 \times 10^{-4}$
NR	$64,5 \times 10^{-4}$
SBR	$107,0 \times 10^{-4}$
BR	$53,8 \times 10^{-4}$
IR	$21,0 \times 10^{-4}$

II. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

7 CÍL EXPERIMENTU

Cílem experimentu bylo zhodnotit vliv ohřevu gumárenské směsi pomocí MW technologie na fyzikální vlastnosti vulkanizátu. Mikrovlnný ohřev představuje progresivní technologii se stále širším spektrem průmyslových aplikací. Uplatňuje se jako efektivnější technologie nahrazující konvenční ohřevná zařízení a umožňuje zcela novou kvalitu zpracování. Na základě literární studie a experimentů je vyhodnocen vliv mikrovlnného ohřevu gumárenské směsi na fyzikální vlastnosti vulkanizátu.

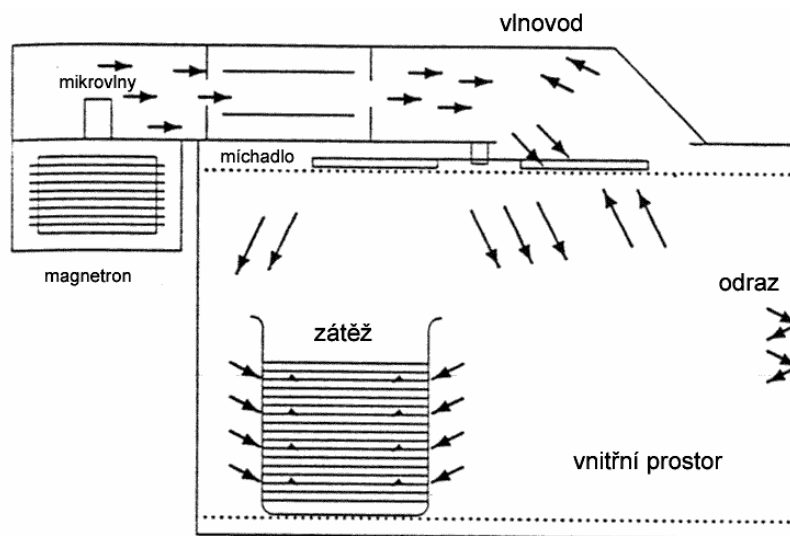
8 POSTUP EXPERIMENTU

8.1 MW ohřev

Mikrovlny podobně jako světelné nebo rozhlasové vlny zaujímají část elektromagnetického spektra. Vyprodukované mikrovlnné záření působí na molekuly ohřívaného produktu.

Mikrovlnné zařízení

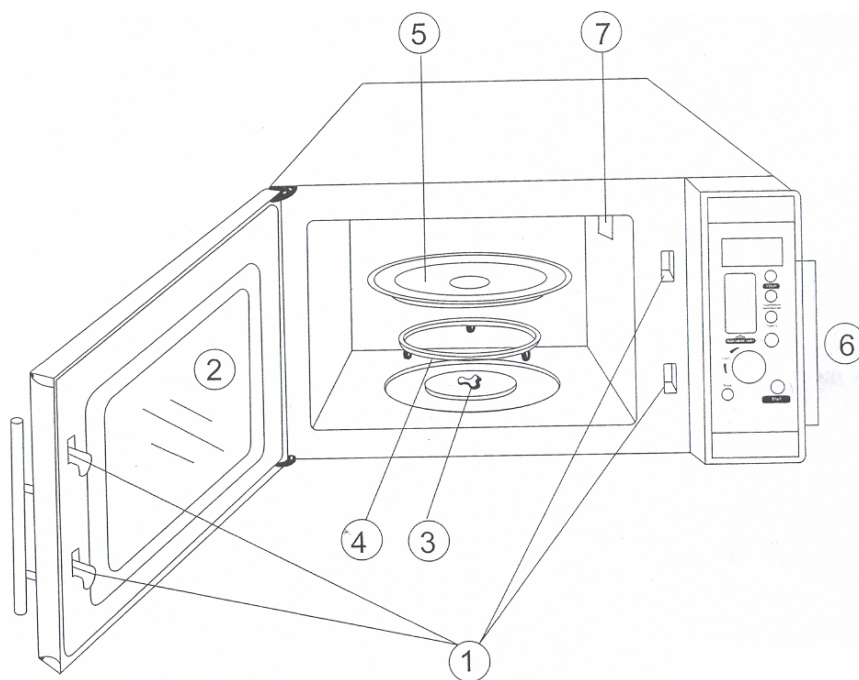
Každé mikrovlnné zařízení obsahuje takzvaný magnetron, speciální elektronku, v níž magnetická a elektrická pole působí na elektrony tak, aby produkovala záření v mikrovlnném spektru okolo 2450 megahertzů (MHz). Takto vyprodukované mikrovlnné záření působí na molekuly ohřívaného produktu. Všechny energetické vlny mění svou polaritu z pozitivní na negativní, a to při každém cyklu vlny. U mikrovln k těmto změnám dochází nesčetněkrát za sekundu. Násilím vyvolané molekulární tření ovšem současně značně poškozuje strukturu všech okolních molekul; nezřídka je úplně roztrhá nebo přinejmenším značně deformuje. Ke zlepšení mechanických vlastností a dosažení požadovaných fyzikálně-chemických parametrů se proto používají některé jemné substance - vhodná plnidla, např. uhlík. Slouží i ke zvýšení polárního efektu a usnadňují DE ohřev.



Obr.4 Schéma mikrovlnného zařízení

Měření bylo provedeno v digitálním mikrovlnném zařízení PROFESSOR MTE – 235BX. Základní parametry tohoto zařízení:

- objem 23 litrů,
- výkon 900W (5 výkonových stupňů),
- příkon 1400W,
- frekvence mikrovln 2450 MHz.



Obr. 5. Mikrovlnné zařízení Profesor MTE – 235BX

Popis zařízení:

1. bezpečnostní zamykací systém dveří,
2. dvevní sklo s kovovou mřížkou,
3. unašeč otočného talíře,
4. kruhový unašeč,
5. skleněný otočný talíř,
6. kontrolní panel,
7. výstup mikrovln.



Obr. 6. Vkládání vzorku do mikrovlnného zařízení

Vzorky ve tvaru destičky byly vkládány do mikrovlnného zařízení na dobu 10, 20 a 30 s a ohřívány při výkonu mikrovlnného zařízení 20, 40, 60, 80 a 100%, tj. 180, 360, 540, 720 a 900 W. Poté byly vyjmuty a změřena teplota ve třech bodech (ze třech stran a, b, c) vpichovacím teploměrem.

Při měření byla používána směs A, která se používá na bočnice při výrobě pneumatik.

Tab. 3. Navažovací předpis

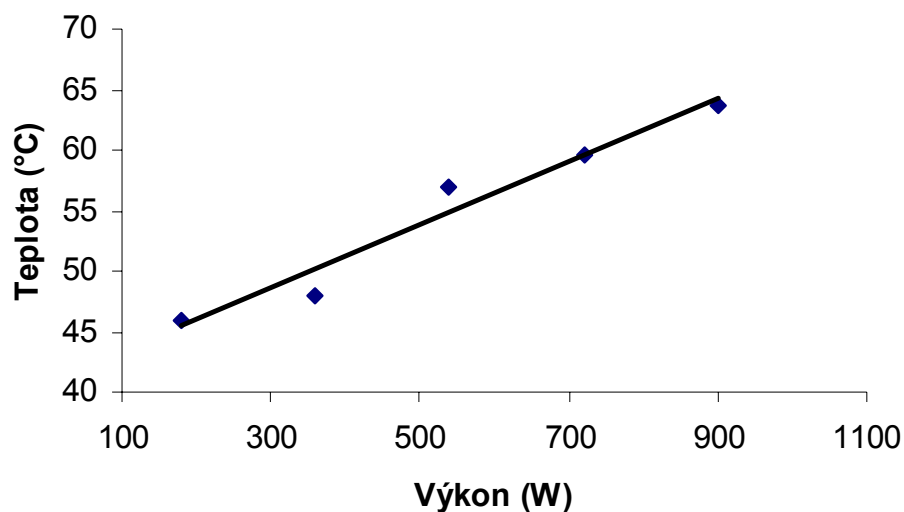
FINÁLOVÁ SMĚS A	DSK	kg
ZÁKLAD SMĚSI A	157,5	2,182
W1 A	10	0,139
ACTIVE SILICA GRAN	1	0,014
6PPD	1	0,014
SOLUBLE SULFUR OT1	1,68	0,023
INSOL. SULFUR OT 33		
AS	1,08	0,015
CTP	0,1	0,001
TBBS	0,9	0,012
SOUČET	173,26	2,400

PŘEPOČÍTÁVACÍ KOEF.	0,013852
---------------------	----------

Tab. 4. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (10 s)

vzorek č.	čas (s)	výkon (W)	výkon (%)	teplota (°C)			teplota (°C) (průměr)
				a	b	c	
1	10	180	20	36	45	57	46
2	10	360	40	47	47	50	48
3	10	540	60	53	65	53	57,0
4	10	720	80	57	64	58	59,7
5	10	900	100	68	63	60	63,7

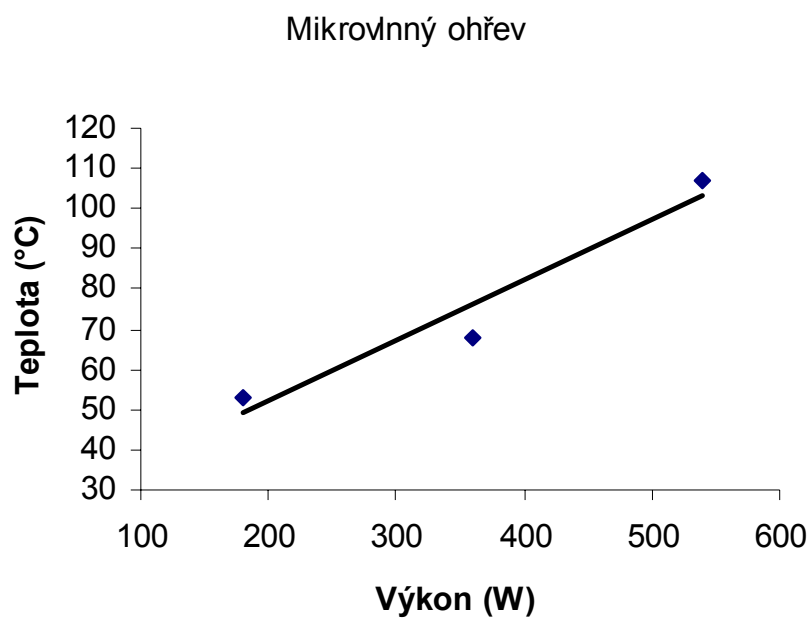
Mikrovlnný ohřev



Obr. 7. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (10 s)

Tab. 5. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (20 s)

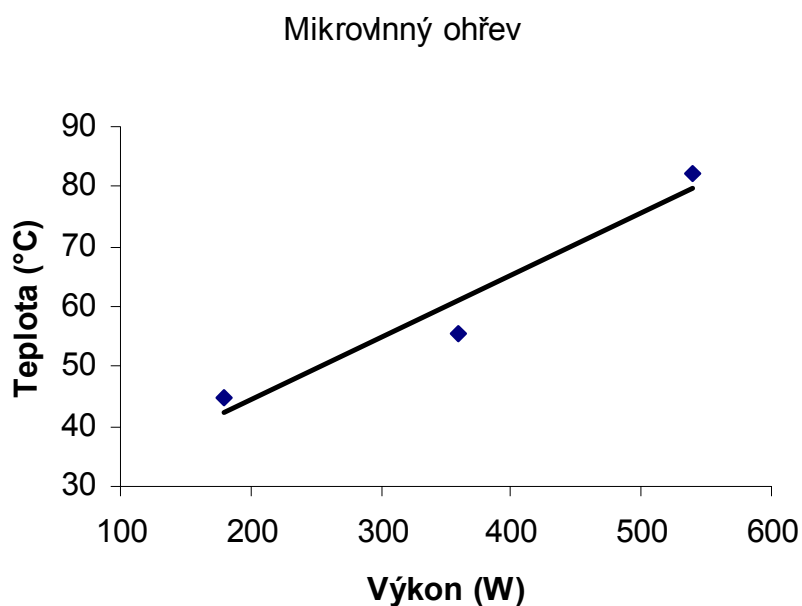
vzorek č.	čas (s)	výkon (W)	výkon (%)	teplota (°C)			teplota (°C) (průměr)
				a	b	c	
1	20	180	20	50	49	60	53
2	20	360	40	68	60	76	68
3	20	540	60	101	102	118	107



Obr. 8. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (20 s)

Tab. 6. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (30 s)

vzorek č.	čas (s)	výkon (W)	výkon (%)	teplota (°C)			teplota (°C) (průměr)
				a	b	c	
1	30	180	20	47	39	49	45
2	30	360	40	50	53	63	55,3
3	30	540	60	109	76	62	82



Obr. 9. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií

Z experimentu je patrné, že při ohřevu směsi v mikrovlnném zařízení dochází k téměř lineárnímu průběhu závislosti teploty na výkonu mikrovlnného zařízení, a to jak při ohřevu po dobu 10 s, tak i 20 s a 30 s. Při delším čase měření již nebylo prováděno, neboť teplota byla příliš vysoká a docházelo v některých místech k vulkanizaci finálové směsi.

8.2 Rozmrazování pomocí MW technologie

Rozmrazování kaučukových směsí je důležité z hlediska simulace podmínek při zpracování kaučukových směsí, kdy kaučuky i jejich směsi jsou dováženy k výrobci ve zmrzlém stavu (doprava železnicí, kamiony atd.).

Vzorky byly uloženy v mrazícím boxu Liebherr po dostatečně dlouhou dobu. Teplota vzorků se pohybovala okolo -7°C . Rozmrazování bylo provedeno opět v mikrovlnném zařízení Profesor MTE – 235BX a to po dobu 10 s a poté změřena teplota ve třech místech (a, b a c).

Základní parametry mrazícího boxu Liebherr:

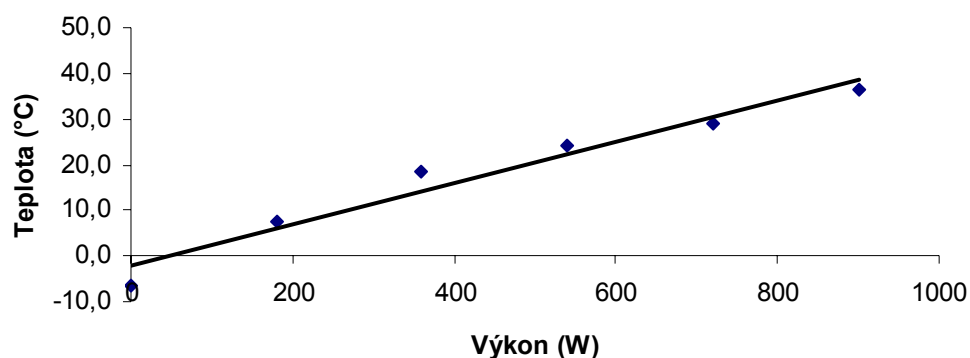
- objem 57,2 l
- výkon 0,79 kWh
- příkon 0,94 kWh

K rozmrazování byla opět použita směs A.

Tab. 7. Závislost teploty na výkonu při rozmrazování MW technologií (10 s)

vzorek č.	čas (s)	výkon (W)	výkon (%)	teplota (°C)			
				a	b	c	průměr
1	0	0	0	-7	-6	-7	-6,7
2	10	180	20	9	7	6	7,3
3	10	360	40	20	17	18	18,3
4	10	540	60	27	24	22	24,3
5	10	720	80	26	27	34	29,0
6	10	900	100	37	37	35	36,3

Závislost teploty na výkonu při rozmrazování vzorků v MW zařízení



Obr. 10. Závislost teploty na výkonu při rozmrazování MW technologií (10 s)

Při rozmrazování směsi v mikrovlnném zařízení dochází opět k téměř lineárnímu průběhu závislosti teploty na výkonu mikrovlnného zařízení.

8.3 Míchání směsi v laboratorních podmínkách

Míchání bylo prováděno s finálovou směsí č. 1. Směs byla předehřátá mikrovlnným zdrojem na vstupní teplotu $T_1 = 30, 60, 80^\circ\text{C}$. Finálová směs obsahovala základ této směsi, který byl před mícháním v prvním stupni předehříván mikrovlnou technologií na vstupní teploty. Výsledné označení vstupních teplot je kombinací teplot předehřevu MW zdrojem prvního a druhého stupně míchání. K míchání byl použit laboratorní hnětič Buzuluk Komárov s objemem 2,5 l.



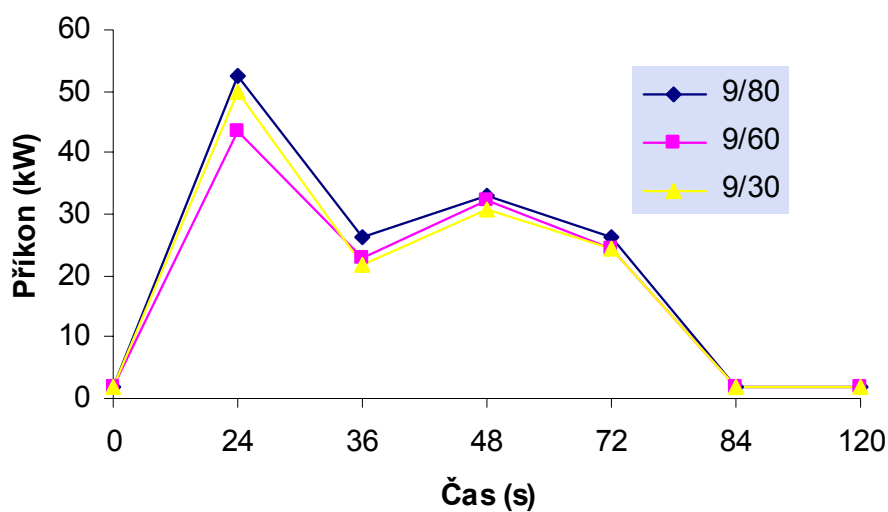
Obr. 11. Laboratorní hnětič Buzuluk Komárov

Tab. 8. Hodnoty získané z míchání směsi v hnětiči

Směs	T_1/T_2 (°C)	T_v (°C)	T_{vs} (°C)	t (s)	P (kW)	A (kJ)
1	9/80 ¹⁾	90 ²⁾	112 ³⁾	120	20,59	2737,42
2	9/60	90	110	120	18,43	2180,16
3	9/30	90	110	120	18,99	2252,96
4	20/60	90	117	120	18,90	2185,52
5	20/80	90	112	120	18,71	2125,23
6	20/30	90	103	120	18,71	2130,75
7	30/60	90	120	120	18,71	2055,95
8	30/80	90	111	120	18,81	2112,87
9	30/30	90	107	120	17,02	1981,75
10	40/60	90	116	120	16,55	1885,54
11	40/80	90	110	120	16,27	1831,68
12	40/30	90	105	120	16,08	1807,07
13	60/60	90	121	120	15,04	1503,67
14	60/80	90	111	120	15,80	1675,36
15	60/30	90	109	120	15,70	1567,31
16	80/60	90	120	120	15,98	1800,23
17	80/80	90	116	120	15,51	1754,91
18	80/30	90	103	120	15,51	1756,27

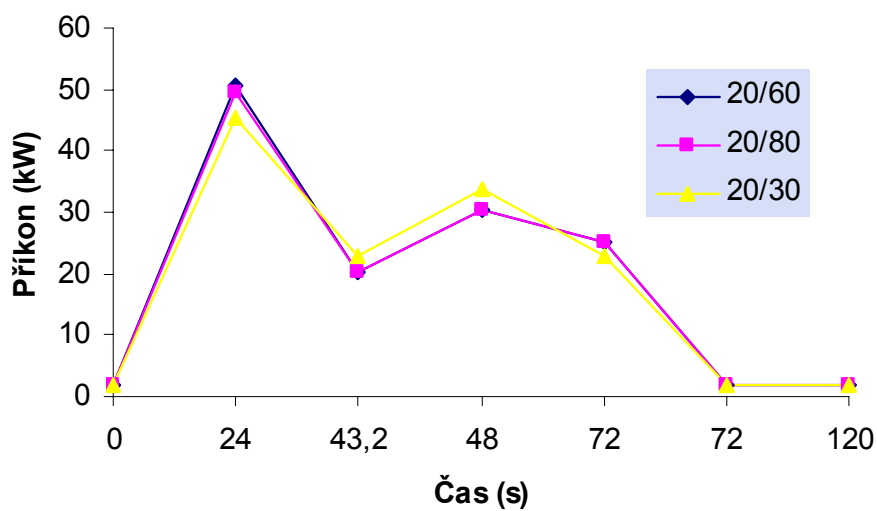
- 1) 9/80 – kombinace vstupních teplot, teplota předehřáté základové směsi / teplota předehřáté finálové směsi.
- 2) T_V – teplota hnětiče
- 3) T_{vs} – teplota zamíchané směsi

Závislost příkonu na čase

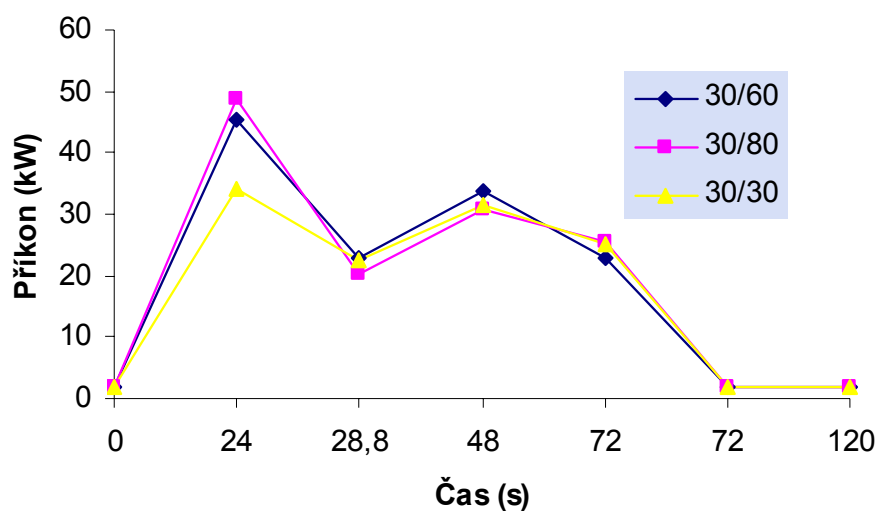


Obr. 12. Závislost příkonu na čase při MW předehřevu 9/80, 9/60, 9/30

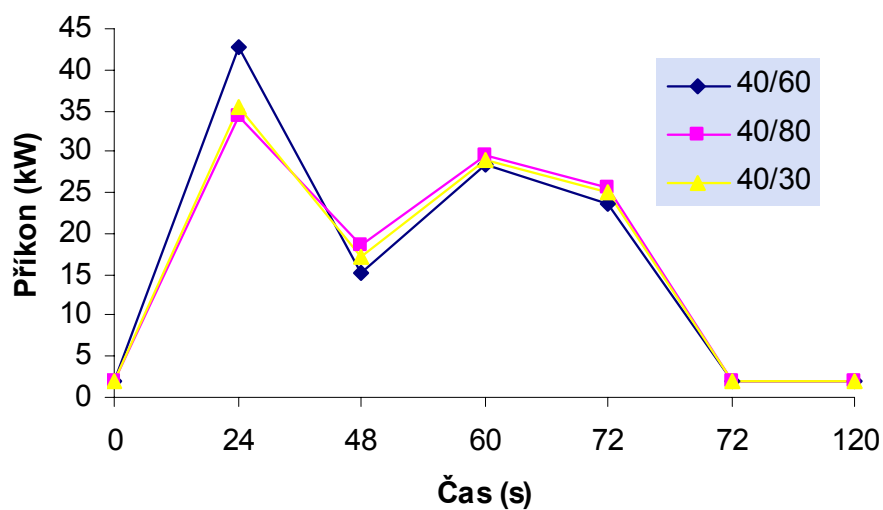
Závislost příkonu na čase



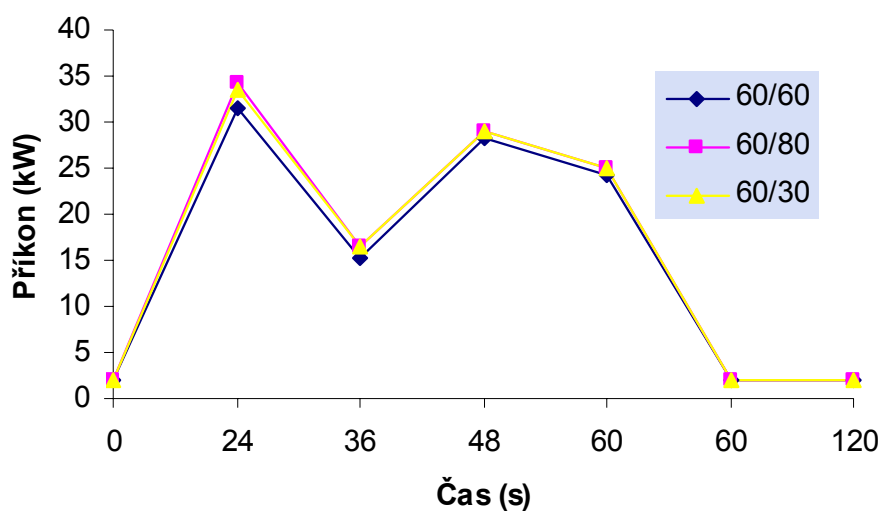
Obr. 13. Závislost příkonu na čase při MW předehřevu 20/80, 20/60, 20/30

Závislost příkonu na čase

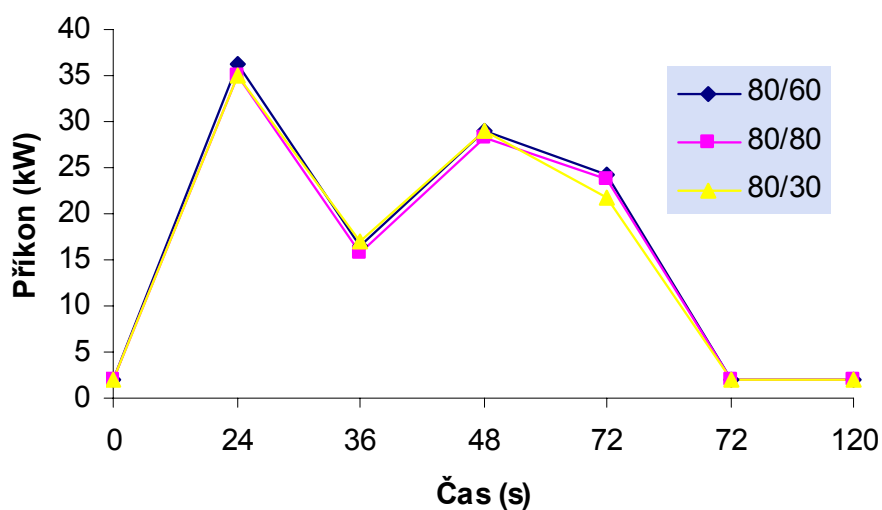
Obr. 14. Závislost příkonu na čase při MW předehevu 30/80, 30/60, 30/30

Závislost příkonu na čase

Obr. 15. Závislost příkonu na čase při MW předehevu 40/80, 40/60, 40/30

Závislost příkonu na čase

Obr. 16. Závislost příkonu na čase při MW předehřevu 60/80, 60/60, 60/30

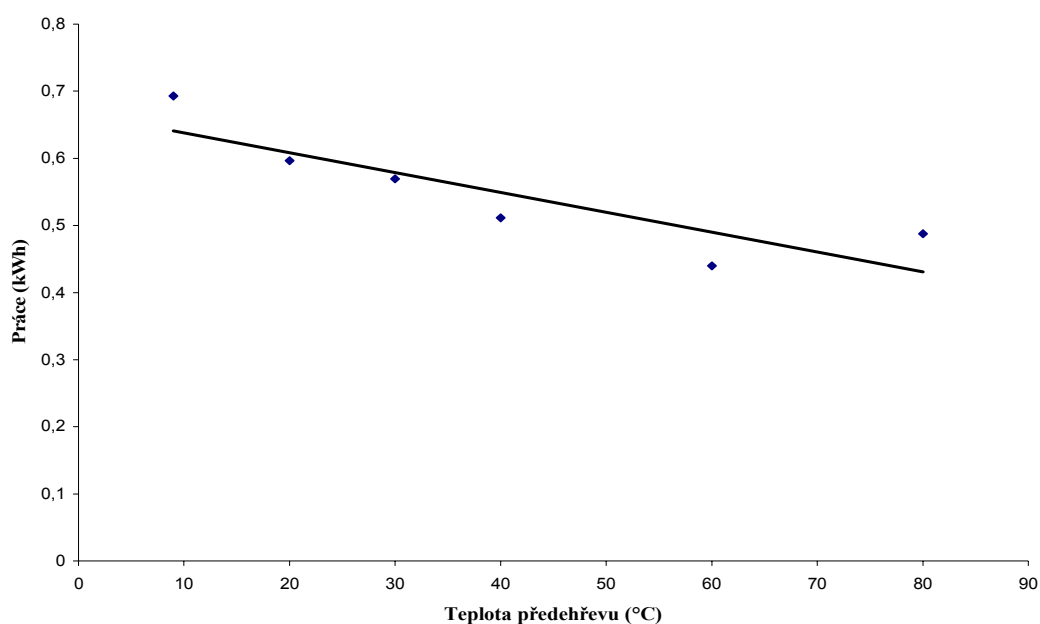
Závislost příkonu na čase

Obr. 17. Závislost příkonu na čase při MW předehřevu 80/80, 80/60, 80/30

Tab. 9. Závislost práce při míchání finálové směsi na předehřevu kaučuku

T_1 (°C)	Průměr A (kWh)	Směr. odch.
80	0,487664	0,000189
60	0,4395	0,035083
40	0,5115	0,008839
30	0,5695	0,015007
20	0,5964	0,018293
9	0,6931	0,003418

Závislost práce elektromotoru při míchání finálové směsi na různém ohřevu kaučuku



Obr. 18. Závislost práce při míchání finálové směsi na předehřevu kaučuku

8.4 Vytlačování

Pro ověření vlivu MW ohřevu na zpracovatelské vlastnosti vulkanizátu byly provedeny zkoušky narůstání směsi za vytlačovací hubicí. Zkoušky vytlačování byly provedeny na šnekovém laboratorním vytlačovacím stroji (průměru šneku 30 mm). Tvar vytlačovací hubice byl vyroben podle Garveye. Na Obr. 19 je pohled na laboratorní vytlačovací stroj.



Obr. 19. Vytlačovací stroj

Garveyova hubice byla upnuta na vytlačovací hlavu stroje.



Obr. 20. Vytlačovací hlava

Do násypky byly vkládána gumárenská směs A, zamíchaná v laboratorním hnětiči Buzuluk Komárov za proměnlivých teplot MW předehřevu.



Obr. 21. Násypka vytlačovacího stroje

Zařízení bylo vytemperováno na teplotu 65°C. Vytlačování probíhalo za konstantních otáček šneku. U vytlačeného profilu byla opět měřena teplota vpichovacím teploměrem ve třech místech (uvedeno v tab. 10). Profil byl při vytlačování nařezán na délku 100 cm a položen na chladicí stůl.



Obr. 22. Chladicí stůl

Tab. 10. Teploty při vytlačování

Vzorek č.	T ₁ /T ₂ (°C)	T _V (°C)	T _{VS1} (°C)	T _{VS2} (°C)	T _{VS3} (°C)	T _{VS průměr} (°C)
9	30/50 ¹⁾	65 ²⁾	71 ³⁾	77	78	75,3
7	60/50	65	68	77	76	73,7
8	80/50	65	72	73	76	73,7
15	30/70	65	85	80	75	80,0
2	60/70	65	83	79	80	80,7
11	80/70	65	78	75	84	79,0
3	30/80	65	75	80	79	78,0
4	60/80	65	80	79	75	78,0
5	80/80	65	80	80	81	80,3
1	60/20	65	73	78	81	77,3

1) 30/50 – kombinace vstupních teplot, teplota předeřáté základové směsi MW technologii / teplota předeřáté finálové směsi MW technologii.

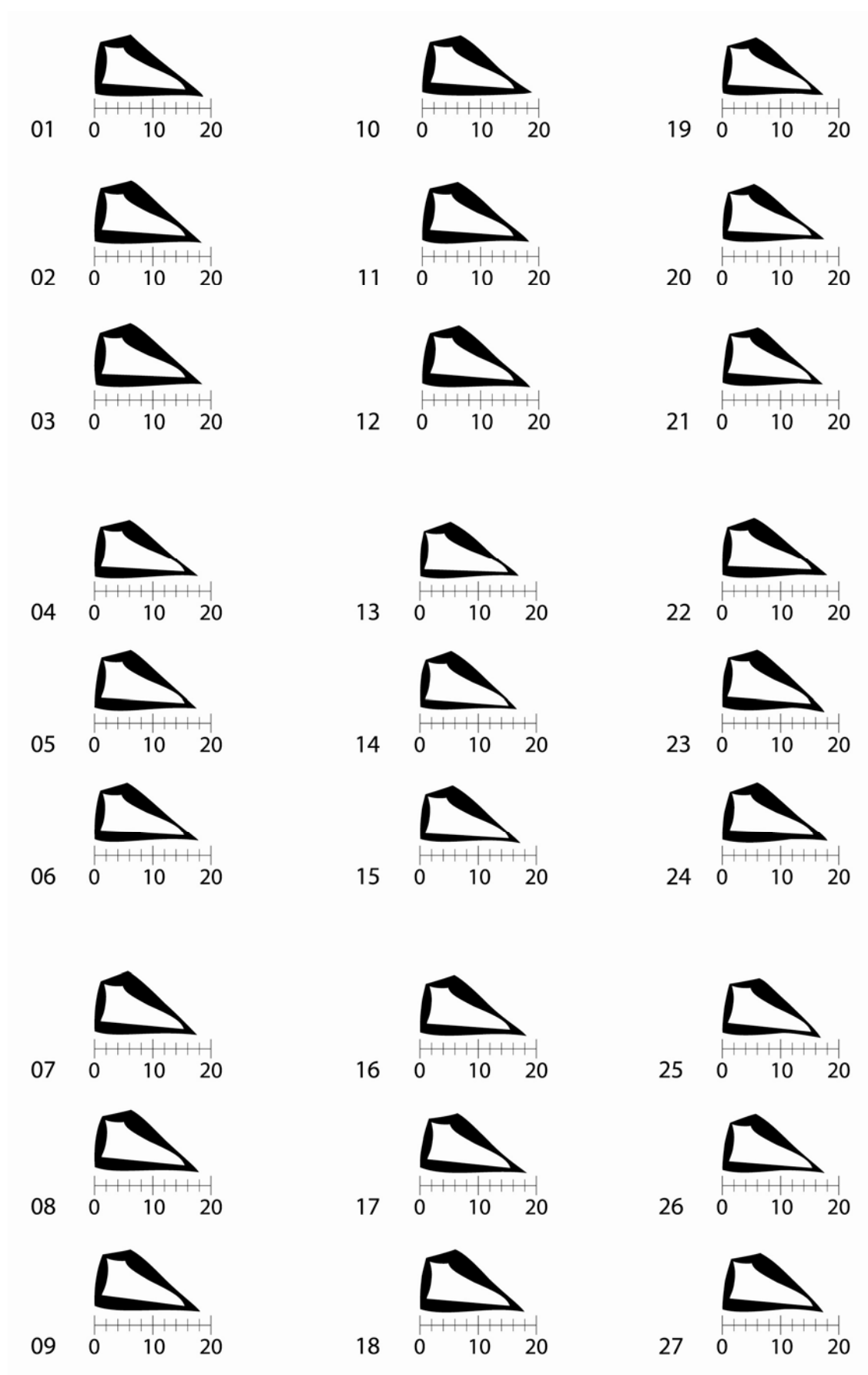
2) T_V – teplota šneku

3) T_{VS} – teplota vytlačeného profilu (ve třech místech)

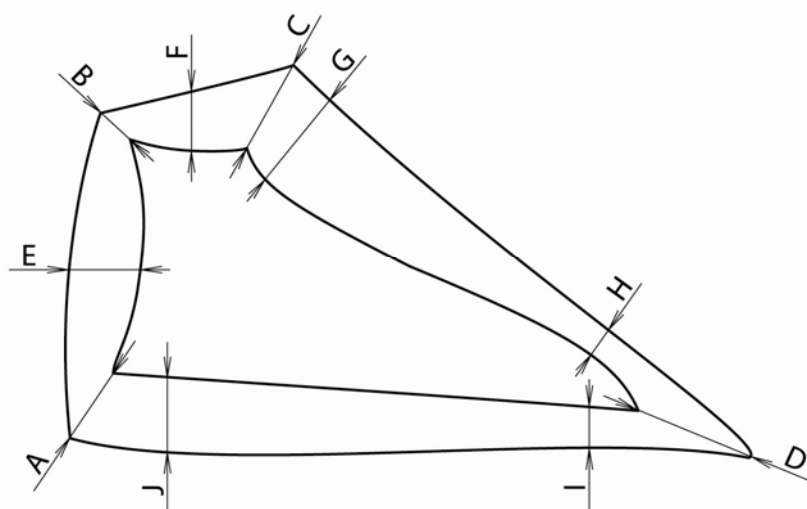
Při vytlačování nebyl měřen výkon, jelikož sám vytlačovací stroj nemá měřicí aparaturu. Proto byla snaha o alternativní metodu měření výkonu pomocí indukčního měření, ale tento postup nebyl z důvodů bezpečnosti práce povolen pracovníky údržby laboratoře.

8.4.1 Rozměrové hodnocení vlastností při vytlačování

Vytlačený profil byl rozřezán ve třech místech. Na plochy průřezu byla nanášena barva a plochy otištěny na papír. Tyto otisky byly porovnány s rozměry Garveyovy hubice a sloužily k posuzování narůstání vytlačeného profilu gumárenské směsi. Byly měřeny rozdíly v hranách, tj. rozměry mezi vrcholy vytlačeného profilu a vrcholy hubice (A, B, C, D) a dále maximální a minimální rozdíly v plochách, tj. rozměry mezi plochami vytlačeného profilu a plochami hubice (E, F, G, H, I, J). Výsledky jsou uvedeny v tab. 11-19.



Obr. 23. Narůstání vytlačeného profilu



Obr. 24. Měření narůstání v jednotlivých místech

Tab. 11. Narůstání po průřezu u vzorků č. 1-3 (směs 9)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
1	2	1	2,2	3,1	2,08	1,8	1,2	2,8	0,7	0,9	1,8	1,53
2	2,1	1	2,3	3	2,10	1,9	1,6	3	0,7	0,9	1,8	1,65
3	2,1	1	2,6	3	2,18	1,8	1,8	3,1	0,6	0,9	2	1,70
PRŮMĚR	2,07	1,00	2,37	3,03	2,12	1,83	1,53	2,97	0,67	0,90	1,87	1,63

Tab. 12. Narůstání po průřezu u vzorků č. 4-6 (směs 7)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
4	2	0,8	2,1	2,2	1,78	1,6	1,1	2,9	0,3	0,4	1,8	1,35
5	2	0,9	2,1	2,2	1,80	1,6	1,1	2,9	0,3	0,4	1,8	1,35
6	2	0,9	2,1	2,5	1,30	1,3	1,3	2,5	0,2	0,4	1,6	1,22
PRŮMĚR	2,00	0,87	2,10	2,30	1,63	1,50	1,17	2,77	0,27	0,40	1,73	1,31

Tab. 13. Narůstání po průřezu u vzorků č. 7-9 (směs 8)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
7	2	0,9	2,3	2,2	1,85	1,5	2	3	0,4	0,8	1,9	1,60
8	2	1	2,2	2,3	1,88	1,8	1,2	2,9	0,5	0,8	1,9	1,52
9	2	1	2	2,7	1,30	1,9	1,3	2,7	0,6	0,6	2	1,52
PRŮMĚR	2,00	0,97	2,17	2,40	1,68	1,73	1,50	2,87	0,50	0,73	1,93	1,54

Tab. 14. Narůstání po průřezu u vzorků č. 10-12 (směs 15)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
10	2	0,9	2	3	1,98	1,8	1,2	3	0,8	1	2	1,63
11	2	0,9	2,1	3	2,00	1,8	1,6	2,9	0,5	0,8	2	1,60
12	2,1	0,9	2,1	3	1,30	1,8	1,6	3	0,6	1	2	1,67
PRŮMĚR	2,03	0,90	2,07	3,00	1,76	1,80	1,47	2,97	0,63	0,93	2,00	1,63

Tab. 15. Narůstání po průřezu u vzorků č. 13-15 (směs 2)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
13	1,4	0,4	2,1	2	1,48	1,1	1,1	2,6	0,3	0,4	1,3	1,13
14	1,6	0,7	2	1,1	1,35	1,3	1,3	2,6	0,2	0,3	1,1	1,13
15	1,5	0,7	2,1	2,1	2,00	1,2	1,2	2,9	0,3	0,3	1,1	1,17
PRŮMĚR	1,50	0,60	2,07	1,73	1,61	1,20	1,20	2,70	0,27	0,33	1,17	1,14

Tab. 16. Narůstání po průřezu u vzorků č. 16-18 (směs 11)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
16	2	1	2,1	3	2,03	1,2	1,1	2,6	0,3	0,4	1,3	1,15
17	2	0,9	2,1	2,5	1,88	1,1	1,1	2,8	0,5	0,7	1,8	1,33
18	2,1	1	2,3	2,2	1,30	1,5	1,3	3,1	0,6	0,9	1,9	1,55
PRŮMĚR	2,03	0,97	2,17	2,57	1,73	1,27	1,17	2,83	0,47	0,67	1,67	1,34

Tab. 17. Narůstání po průřezu u vzorků č. 19-21 (směs 3)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
19	1,8	0,7	2,2	2	1,68	1,1	1,1	2,9	0,3	0,7	1,3	1,23
20	1,7	0,5	2	2	1,55	1,1	1,1	2,5	0,4	0,4	1,5	1,17
21	1,9	0,5	2	1,9	1,00	1	1,1	2,7	0,3	0,5	1,9	1,25
PRŮMĚR	1,80	0,57	2,07	1,97	1,41	1,07	1,10	2,70	0,33	0,53	1,57	1,22

Tab. 18. Narůstání po průřezu u vzorků č. 22-24 (směs 4)

vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
22	1,9	0,6	2,2	2,3	1,75	1,2	1,2	2,9	0,7	0,9	2	1,48
23	2	0,6	2,2	2,5	1,83	1,1	1,1	2,9	0,6	0,8	1,9	1,40
24	1,9	0,5	2,1	2,5	1,75	1,3	1,1	2,8	0,7	0,9	1,9	1,45
PRŮMĚR	1,93	0,57	2,17	2,43	1,78	1,20	1,13	2,87	0,67	0,87	1,93	1,44

Tab. 19. Narůstání po průřezu u vzorků č. 25-27 (směs 5)

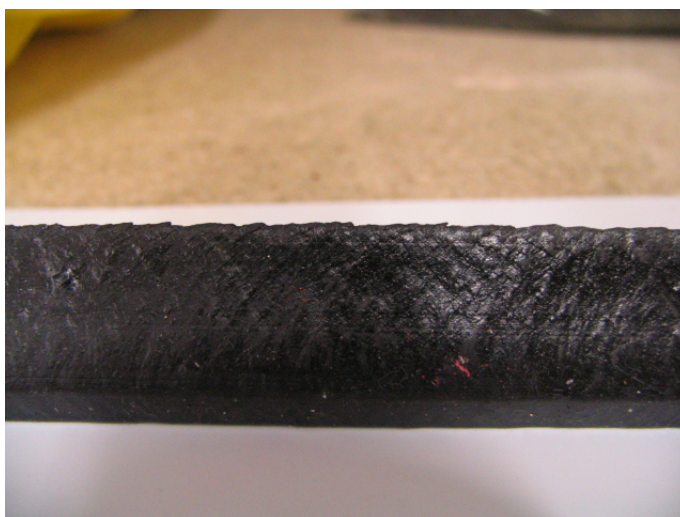
vzorek č.	A	B	C	D	PRŮMĚR	E	F	G	H	I	J	PRŮMĚR
25	2	0,8	2	1,8	1,65	1,1	1	2,8	0,6	0,4	1,9	1,30
26	2	0,7	2	1,9	1,65	1,1	1,7	2,7	0,3	0,3	1,6	1,28
27	2	0,8	2	2	1,70	1,1	1	2,9	0,7	0,6	1,9	1,37
PRŮMĚR	2,00	0,77	2,00	1,90	1,67	1,10	1,23	2,80	0,53	0,43	1,80	1,32

8.4.2 Vizuální hodnocení vytlačeného profilu

Vytlačovaný profil byl mimo rozměrové hodnocení podroben také vizuálnímu hodnocení uvedené na obrázcích. Byl hodnocen vzhled plochy vytlačeného profilu a deformace ostré hrany. Nebyla shledána spojitost mezi teplotou přehřevu směsi a změnou vytlačeného profilu.



Obr. 25. Vzorek č. 9



Obr. 26. Vzorek č. 7



Obr. 27. Vzorek č. 8



Obr. 28. Vzorek č. 15



Obr. 29. Vzorek č. 2



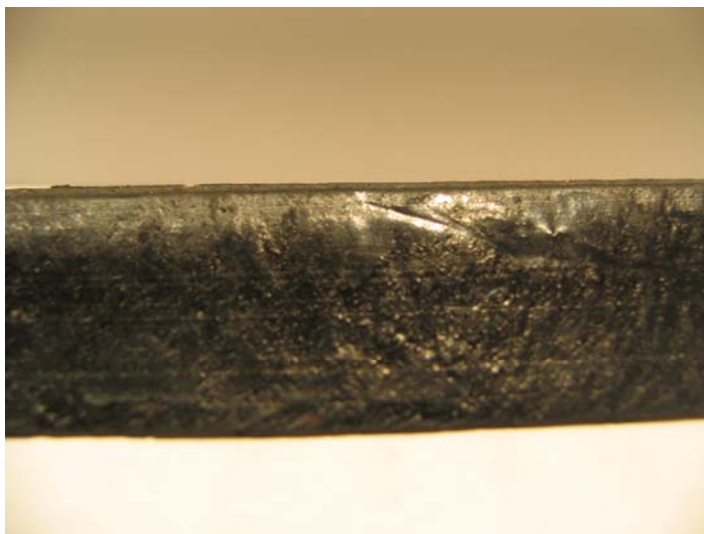
Obr. 30. Vzorek č. 11



Obr. 31. Vzorek č. 3



Obr. 32. Vzorek č. 4



Obr. 33. Vzorek č. 5



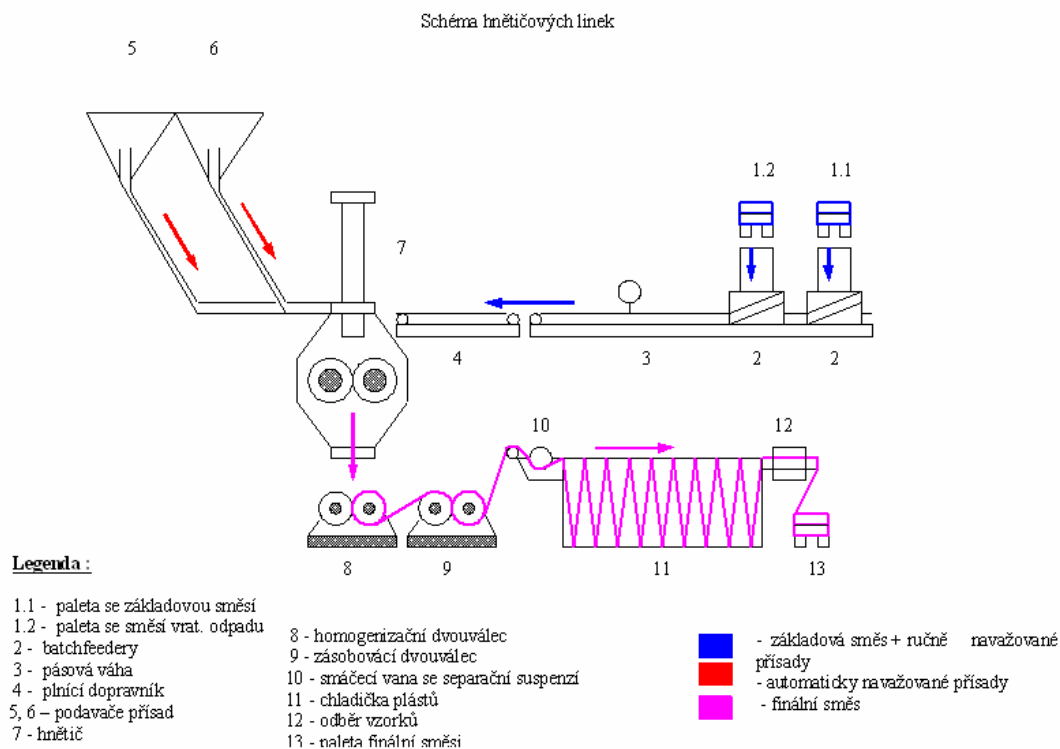
Obr. 34. Vzorek č. 1

Tab. 20. Hodnocení vytlačeného profilu

směs č.	Smrštění délky 100 cm		Narůstání po průřezu				Popis profilu	
	(cm)	(%)	plocha průřezu (mm ²)	plocha průřezu (%)	hrany (mm)	plochy (mm)	povrch	hrana
9	97,4	2,6	124,1	234,6	2,12	1,63	hladký	nerovná
7	98,1	1,9	113,4	214,4	1,63	1,31	hladký	mírně nerovná
8	98,1	1,9	115,3	218,0	1,68	1,54	hladký	rovná
15	97,8	2,2	122,61	231,8	1,76	1,63	hladký	rovná
2	97,7	2,3	100,8	190,5	1,61	1,14	hladký	hodně nerovná
11	97,7	2,3	120	226,8	1,73	1,34	hladký	rovná
3	97,1	2,9	111,3	210,4	1,41	1,22	hladký	rovná
4	97,1	2,9	112	211,7	1,78	1,44	hladký	nerovná
5	97,7	2,3	110,5	208,9	1,67	1,32	hladký	rovná
Průměr	97,52	2,37	114,45	216,34	1,71	1,40	-	-
Směr. odch.	0,58267	0,3496	6,751012	12,77255	0,17789	0,16499	-	-

Smrštění bylo naměřeno v rozmezí 1,9 – 2,9 %, což se pohybuje v přesnosti měření svinovacím metrem a v důsledku toho, že měřené profily nebyly ideálně rovné. Narůstání bylo rovnoměrné a vyhodnocená odchylka velikosti narůstání odpovídá předpokladům. Dále byla zkoušena směs A bez MW předeřevu. Tato směs vykazovala horší vlastnosti při vytlačování, čehož je dokumentem Obr. 34. Povrch nebyl hladký, vyskytovaly se zde bubliny a hrana byla velice nerovná. Celkový profil byl značně nestejnomořný. V praxi se proto směsi před vytlačováním běžně předeřívají na dvouválci na teploty 60°C.

8.5 Míchání směsi v provozu



Obr. 35. Schéma hnětičové linky pro míchání finálové směsi

Tab. 21. Teploty při míchání v hnětiči a pod hnětičem

označení	dávka	měření č.	Teploty pod hnětičem			teplota hnětiče	
			max	min	median	nastavena	při vypuštění směsi
40 40	1	1	99	94	97	104	100
	2	2	100	96	98	104	100
60 40	1	3	105	92	99	104	100
	2	4	105	94	99	104	100
20 40	1	5	108	96	99	104	100
	2	6	106	94	100	104	100
20 60	1	7	105	102	104	104	100
	2	8	104	100	103	104	100
40 60	1	9	104	93	99	104	100
	2	10	101	92	98	104	100
60 60	1	11	100	89	92	104	100
	2	12	102	91	93	104	100
60 20	1	13	99	93	96	104	100
	2	14	99	96	98	104	100
40 20	1	15	98	90	94	104	100
	2	16	98	91	94	104	100
20 20	1	17	101	96	98	104	100
	2	18	100	95	97	104	100

Tab. 22. Výsledky při míchání směsi A v provozu

teplota směsi před mícháním		celkový čas míchání 143 s		
60 40	43			
20 40	37			
20 60	53			
40 60	45			
60 60	50			
60 20	30			
40 20	30			
20 20	30			
označení kaučuku	doba míchání (s)	teplota v hnětiči		elektromotor (A)
		levé čidlo	pravé čidlo	
60 40	20	85	74	798
1. dávka	50	91	90	917
	100	95	93	666
průměr	88,00	90,33	85,67	
60 40	20	91	91	775
2. dávka	50	101	95	857
	100	96	94	651
	110	98	96	633
	130	102	99	606
průměr	96,30	97,6	95	
20 40	20	87	71	714
1. dávka	50	89	85	913
	70	94	94	603
	100	95	94	654
	120	98	98	628
průměr	90,50	92,6	88,4	
20 40	20	95	89	485
2. dávka	50	97	92	1010
	70	98	95	614
	100	97	94	661
	120	100	98	618
průměr	95,50	97,4	93,6	
20 60	20	85	75	474
1. dávka	50	90	88	894
	70	94	93	620
	100			
	120			
průměr	87,50	89,67	85,33	
20 60	20	96	93	870
2. dávka	50	97	90	919
	70	98	92	609
	100	94	94	661
	120	100	98	629
průměr	95,20	97	93,4	
40 60				
1. dávka	40	92	89	950
	70	96	94	572
	100	97	95	649

	120	100	99	636
průměr	95,25	96,25	94,25	
40 60				
2. dávka	20	88	89	633
	50	91	88	970
	100	94	93	652
	120	97	96	624
průměr	92,00	92,5	91,5	
60 60				
1. dávka	40			
	70		přerušen cyklus	
	100			
	120			
průměr				
60 60				
2. dávka	20	96	86	722
	50	97	94	845
	100	98	96	644
	120	102	101	622
průměr	96,25	98,25	94,25	
60 20				
1. dávka	20	80	77	737
	70	89	86	1023
	100	93	93	693
	120	97	96	650
průměr	88,88	89,75	88	
60 20				
2. dávka	20	90	91	715
	50	92	92	968
	100	96	92	676
	120	98	96	649
průměr	93,38	94	92,75	
40 20				
1. dávka			nezměřeno	
průměr				
20 20				
1. dávka	20	93	91	655
	50	80	83	
	100	91	92	673
	120	95	96	629
průměr	90,13	89,75	90,5	
20 20				
2. dávka	20	92	75	847
	70	80	89	1054
	100	94	92	681
	120	97	95	634
průměr	89,25	90,75	87,75	

8.6 Stanovení dielektrické konstanty

Stanovením relativní permitivity směsi se mělo dokázat, že nepolární látky (kaučuk) reagují na mikrovlnnou energii.

Tab. 23. Relativní permitivity a činitele ztrát některých materiálů

Materiál	ϵ_r (-)	$\text{tg } \delta$ (-)
vzduch	1,0	0
voda	80,0	1,0
sklo	4,5-8,0	0,002-0,015
polyamid	3,0-4,0	0,015-0,004
kaučuk přírodní	2,1-2,3	0,004-0,005
kaučuk syntetický	2,7-2,9	0,005-0,1

Měření bylo provedeno na deskovém kondenzátoru a výsledky zhodnoceny na základě grafu (obr. 36). Použita byla směs A.

Relativní permitivita byla stanovena dle vztahu:

$$\sigma = \omega \cdot \text{tg} \delta \cdot C \cdot \frac{d}{S} \quad (S/m)$$

kde

σ je vodivost (S/m),

ω úhlová rychlost (s^{-1}),

$\text{tg} \delta$ fázový úhel (-),

d vzdálenost elektrod (m),

S plocha elektrod (m^2).

Do zvoleného vzorce bylo dosazeno za kapacitu C :

$$C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \frac{S}{d} \quad (F)$$

kde

ϵ_0 je permitivita vakua ($F \cdot m^{-1}$),

ϵ_r relativní permitivita (-),

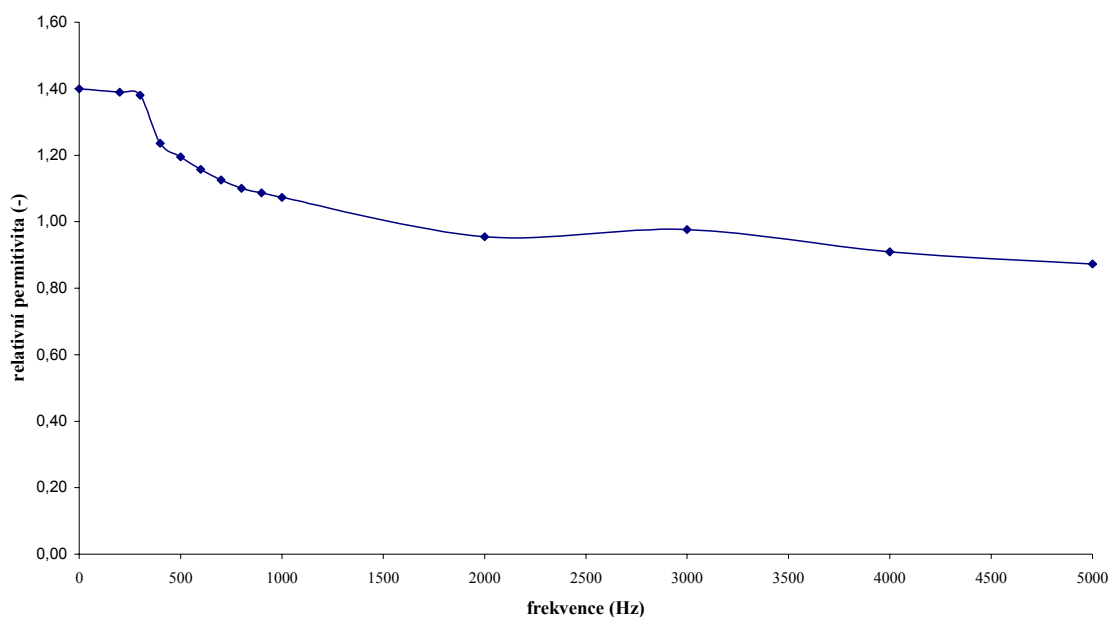
S plocha elektrod (m^2),

d vzdálenost elektrod (m).

Tab. 24. Závislost relativní permitivity na frekvenci

Frekvence f (Hz)	Relativní permitivita ε_r (-)
0	1,40
200	1,39
300	1,38
400	1,24
500	1,19
600	1,16
700	1,13
800	1,10
900	1,09
1000	1,07
2000	0,95
3000	0,98
4000	0,91
5000	0,87
6000	0,84
7000	0,82
8000	0,81
9000	0,80
100000	0,78

Relativní permitivita směsi v závislosti na frekvenci



Obr. 36. Závislost relativní permitivity na frekvenci

V experimentu byla zkoumána permitivita nepolárních látek. Bylo zjištěno, že permitivita s frekvencí klesá. Oproti tabulkovým hodnotám se liší v důsledku použití plniv. Z důvodů přehlednosti byla použita jen část grafu, nad 5 000 Hz se hodnota ustálila.

8.7 Hodnocení disperze

Při hodnocení disperze bylo použito optického mikroskopu s 50x zvětšením a fotoaparátu Nikon. Zkoumané vzorky o tloušťce cca 5 mm byly použity z finálové směsi A, která byla míchána v Mitasu. Finálová směs byla zamíchána ze základové směsi A, která byla přehřátá MW technologií.

Tab. 25. Teploty finálových směsí

Směs	T ₁ /T ₂ (°C)	T _V (°C)	T _{VS} (°C)
1	30/60 ¹⁾	90 ²⁾	120 ³⁾
2	40/80	90	110
3	30/30	90	107
4	80/80	90	116
5	60/80	90	111
6	9/45	90	112

1) 30/60 – kombinace vstupních teplot, teplota přehřáté základové směsi / teplota přehřáté finálové směsi.

2) T_V – teplota hnětiče

3) T_{VS} – výstupní teplota (teplota zamíchané směsi)



Obr. 37. Finálová směs č. 1



Obr. 38. Finálová směs č. 2



Obr. 39 . Finálová směs č. 3



Obr. 40. Finálová směs č. 4



Obr. 41. Finálová směs č. 5



Obr. 42. Finálová směs č. 6

U finálových směsí 1-5 nejsou viditelné rozdíly disperze, pouze vzorek č. 6 vykazuje více nerovností, tzv. pomerančová kůra. Tento jev mohl být způsoben vlivem nepoužití MW předehřevu při míchání základové směsi.

8.8 Fyzikální vlastnosti

8.8.1 Pevnost, tažnost

Modul – pevnost v tahu – tažnost: DIN 53504-R1.

Pevnost v tahu

Pevnost v tahu σ_R v MPa (N/mm^2) je podíl síly F_R změřené v okamžiku přetržení a počátečního průřezu zkušebního tělesa A_0 .

Tažnost

Tažnost při přetržení ε_R v (%) je změna délky v okamžiku přetržení vzorku vyjádřená v procentech vnitřního průřezu kroužku.

Modul

Napětí v tahu σ_ε v MPa (N/mm^2) je podíl síly F změřené při určitém protažení a počátečního průřezu A_0 zkušebního tělesa. Pro výpočet protažení je použit střední průměr kroužku $(D + d) / 2$. Boční smrštění se neuvažuje.

R1 – Kroužek:- vnější průměr: $D=52,6\text{mm}$

- vnitřní průměr: $d=44,6\text{ mm}$

Počáteční průřez A_0 v mm^2 je průměrný průřez kroužku v nezatíženém stavu.

Trhací energie

Trhací energie W_d v J/cm^3 je poměr práce vzniklé při přetržení a objemu zkušebního tělesa.

Zkušební zařízení

Trhací stroj s kladkami pro uchycení zkušebních kroužků. Jedna je poháněná a druhá volně otočná. Řízená kladka vykonává jednu otáčku na 50 mm lineární dráhy upínací hlavy.



Obr. 43. Trhací stroj s kladkami a vzorkem

Zkušební vzorky

Normované (standardní) kroužky R1 s vnitřním průměrem $d = 44,6$ mm, vnějším průměrem $D = 52,6$ mm a tloušťkou $s = (6,3 \pm 0,3)$ mm. Zkušební vzorky nesmí být před zkouškou namáhány.

Princip

Kroužek R1 se umístí do kladek trhacího stroje a namáhá tahem dokud nedojde k přetržení. Během tohoto procesu je v závislosti na síle zaznamenávána křivka protažení zkušební tělesa.

Podmínky zkoušky

Zkouška se provádí při teplotě (23 ± 2) °C nebo (70 ± 2) °C, ne však dříve jak 16 hodin po vulkanizaci. Rychlost posuvu je 500 mm/min.

Příprava zkušebních vzorků

Kroužky, které vykazují defekty z vysekávání vzorků nebo které obsahují nečistoty, nesmí být pro zkoušku použity.

Princip

Stanovení hustoty se provádí podle Archimedova zákona: těleso ponořené do kapaliny je nadlehčováno silou, která se rovná váze kapaliny tělesem vytlačené.

Výpočet průřezu kroužku A_0

A_0 vypočítáme podle:

$$A_0 = \frac{W_1}{\rho \cdot \pi \cdot (D + d) / 2}$$

kde W_1 = hmotnost kroužku v g

ρ = hustota kroužku v g/cm³

D = vnitřní průměr kroužku R1 v mm

d = vnější průměr kroužku R1 v mm

Hustota je vypočítána podle metody dvojího vážení.

$$\rho = \frac{W_1}{W_1 - W_2} \cdot \rho_w$$

kde W_1 = hmotnost kroužku R1 v g vážená ve vzduchu

W_2 = hmotnost kroužku R1 v g vážená ve vodě

ρ_w = 0,9975 g/cm³ (hustota vody při 23 °C)

Z toho pro A_0 platí:

$$A_0 = 6,566 (W_1 - W_2) \text{ v mm}^2$$

Faktor 6,566 má jednotku mm²/g a výsledky jsou stanoveny s přesností 0,001 g.

Každý kroužek je zvážen jednou ve vzduchu a jednou ve vodě.

Postup

Musí se předejít pnutí nebo jeho zkroucení při umísťování kroužku do kladky.

Požadované hodnoty F_ε , F_R a ε_R jsou stanoveny pro každý vzorek.

F_ε = síla F změřená při daném protažení ε , F_R = síla F změřená v momentě přetržení zkušební vzorku, ε_R = tažnost ε změřená v okamžiku přetržení zkušební tělesa.

Současně s pevností v tahu a tažností mohou být měřeny hodnoty modulů: $S_{50\%}$, $S_{100\%}$, $S_{200\%}$, $S_{300\%}$. Musí být zkoušeny minimálně 2 zkušební vzorky.

Vyhodnocení

$$\text{Pevnost v tahu } \rho_R = \frac{F_R}{2A_0} \text{ v MPa}$$

kde

F_R = síla potřebná k přetržení zkušební vzorku v N

A_0 = počáteční průřez vzorku v mm²

$$\text{Protažení } \varepsilon_R = \frac{2a + \pi \times d_3 - \pi d}{\pi d} \times 100 \text{ (\%)}$$

kde

a = vzdálenost kladek v mm v okamžiku přetržení vzorku

d_3 = průměr kladek (22,3 mm)

d = vnitřní průměr kroužku R1 (44,6 mm)

Modul v MPa

$$S_{\varepsilon} = \frac{F_{\varepsilon}}{2A_0} \quad \text{v MPa}$$

kde ε = vztažné protažení v %

např. $\varepsilon = 100$ % představuje 111,4 mm vzdálenosti mezi kladkami

$\varepsilon = 200$ % představuje 187,7 mm vzdálenosti mezi kladkami

$\varepsilon = 300$ % představuje 264,0 mm vzdálenosti mezi kladkami

F_{ε} = síla v N odpovídající protažení ε

A_0 = počáteční průřez zkušební vzorku mm²

Stanovení hodnot modulu S_{ε} a pevnosti v tahu σ_R dostáváme s přesností 0,1 MPa, hodnoty protažení v jednotkách procent.

Průměr a směrodatná odchylka se udává jako výsledek měření.

8.8.2 Tvrdost Shore A

DIN 53505

Tvrdost podle Shore A je měření odolnosti zkušební vzorku proti vnikání hrotu daných rozměrů vtlačovaného specifikovanou silou. Tvrdost je udávána v „Shore A“ jednotkách tvrdosti v rozsahu od 0 do 100, kde 0 je nejnižší a 100 je nejvyšší hodnota tvrdosti.

Zkušební zařízení

Tvrdoměr podle DIN 53505 s maximální celkovou chybou $\pm 1^\circ$ Shore A.



Obr. 44. Tvrdoměr

Zkušební vzorky

Kolečko s dvěma paralelními stranami, průměru min 44,6 mm a tloušťky min. $(6,3 \pm 0,3)$ mm, (střední část po vyseknutí kroužku R_1 pro stanovení pevnosti). Plochy zkušebního vzorku nesmí být před měřením mechanicky poškozeny nebo znečištěny.

Princip

Zkušební deska, která je součástí zařízení je zvednuta tak, že zkušební vzorek, který je zde položen je přitlačen proti měřidlu definovanou silou, paralelně bez nárazu. Během toho je hrot tvrdoměru vtlačen do zkušebního vzorku. Vniknutí hrotu tvrdoměru do vzorku je přímo úměrné tvrdosti vzorku a může se odečítat v jednotkách Shore A na stupnici tvrdoměru nebo na digitálním display. Odečtení je provedeno za 3 s po začátku měření.

Podmínky zkoušky

Po vulkanizaci vytemperovat vzorky na pokojovou teplotu nejméně po dobu 16 hodin. Zkoušení je prováděno při teplotě $23 \pm 2^\circ\text{C}$ nebo $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$. Vzorky musí být kondicionovány v komoře na zkušební teplotu nejméně 30 minut. Zkoušení může být prováděno i při jiných teplotách.

Provedení zkoušky

Zkušební vzorek má průměr 44.6 mm a tloušťku $(6,3 \pm 0,3)$ mm (střední část po vyseknutí kroužku R_1 pro stanovení pevnosti).

Provedení

Měření se provádí podle DIN 53505. Měří se na 3 místech zkušebního vzorku, které musí být vzdáleny více jak 5 mm od sebe a více jak 13 mm od kraje vzorku. Odečtení hodnoty se provede po 3 sekundách od přiložení tvrdoměru.

8.8.3 Elasticita

DIN 53512, ČSN 62 1480

Odrazová pružnost je poměr mezi energií vrácenou a energií dodanou. Je to koeficient odrazové výšky h_R kyvadla a výšky pádu h_O vyjádřený v %.

Zkušební zařízení

Kyvadlo podle DIN 53512.



Obr. 45. Přístroj pro stanovení odrazové pružnosti

Zkušební vzorek

Kotouč s rovnými stranami minimálního průměru 44,6 mm a tloušťky $6,3 \pm 0,3$ mm (střední část po vyseknutí kroužků R_1 pro stanovení pevnosti). Vzorek nesmí být vystaven před zkouškou mechanickému namáhání.

Ve zvláštních případech (vzorky z přípravy) jsou vzorky o minimálním průměru 30 mm přípustné.

Princip

Vzorek je upevněn v upínacím zařízení přístroje. Kyvadlo je umístěno v horizontální poloze před spuštěním na zkušební těleso. Výška odrazu kyvadla je automaticky zaznamenávána a ukázána na digitálním ukazateli jako procento skutečné výšky.

Medián je počítán u 4, 5, 6 nárazu.

Podmínky zkoušky

Zkouška by se měla provádět při $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ne dříve než 16 hodin po vulkanizaci. Odchytky musí být poznamenány. Jiná zkušební teplota může být použita je-li předepsána. V tomto případě musí být vzorek temperován při dané teplotě minimálně 30 minut v temperační komoře (sušárně).

Příprava zkoušky

Zkušební vzorek s dvěma rovnoběžnými stranami má průměr 44.6 mm a tloušťku $(6,3 \pm 0,3)$ mm je připraven vysekáváním (střední část po vyseknutí kroužků R_1 pro stanovení pevnosti). Před vyseknutím musí být vzorky mírně poprášeny klouzkem.

Zkušebním povrchem je dolní strana zkušební vzorku (nečíslovaná).

Provedení

Zkušební vzorek je upnut do držáku přístroje. Během zkoušky se nesmí se vzorkem manipulovat.

Měření je prováděno spuštěním kyvadla z horizontální polohy. Kyvadlo nesmí být během pohybu dolů zachytáváno. Po třech počátečních dopadech kyvadla (kondicionální dopady) jsou odrazy 4, 5, 6 zaznamenány a medián je brán jako výsledek zkoušky. Bod dopadu musí být nejméně 6 mm od okraje vzorku a všech 6 dopadů musí být na stejné místo.

Vyhodnocení

Výsledek zkoušky je uváděn jako průměr mediánů s přesností 0,1 % odrazové pružnosti.

8.8.4 Hustota

ČSN 62 1405

Metoda je založena na stanovení hmotnosti objemové jednotky, vyjádřené poměrem hmotnosti a objemu při dané teplotě (g/cm^3).

Metoda hydrostatická - stanovuje se hustota z poměru hmotnosti zkušební vzorku zváženého na vzduchu a v kapalině známé hustoty. Přesnost stanovení 0,2 %.

Zkušební zařízení

Densitron D-S



Obr. 46. Densitron D-S

Zkušební vzorky

Zkušební vzorky pro stanovení musí mít hladký povrch bez trhlin, nečistot, bublin a jiných defektů, které by ovlivnily výsledky zkoušky.

Provedení

Na háček se upne vzorek, držák se vzorkem sjede do kádinky s destilovanou vodou (vzorek musí být celý ponořený a nesmí se dotýkat stěn kádinky) a po vyjetí do horní polohy se na displeji ukáže hustota s přesností na 3 desetinné místa.

8.8.5 Vulkametrie

DIN 53529, ČSN ISO 3417

Požadovaná teplota je teplota, která je nastavena na přístroji, případně průměrná hodnota teploty komory se musí rovnat požadované teplotě.

Komplexní modul S^* (dNm) je modul obsažen ve viskoelastickém vzorku, když je vystaven torznímu oscilačnímu namáhání.

Storage moment S' (dNm) je součástí S^* , který je ve fázi s deformací je to změřená část elastické deformace měřeného materiálu:

$$S' = IS^*I \cos \delta \quad [1]$$

Čas odpovídající S' dává isothermní křivku pro MDR 2000E. S' je sledovaný kontrolní parametr.

Ztrátový modul S'' je součástí S^* , která je posunuta o 90° vůči deformaci a udává viskózní část měřeného vzorku:

$$S'' = IS^*I \sin \delta \quad [2]$$

Ztrátový úhel δ nebo také ztrátový faktor $\tan \delta$ je fázově posunut mezi komplexním modulem S^* a deformací.

Reakční proměnná x je měřítkem relativního stupně vulkanizace. Je obsažena ve výrazu:

$$x(t) = \frac{S'(t) - S'_{\min}}{S'_{\max} - S'_{\min}} \quad [3]$$

kde t je čas, od kterého začíná měření. Stupeň vulkanizace je 100 krát x v %.

Rychlostní bod je definován jako čas t (min) od začátku měření, kde S' klesne na definovanou hodnotu minima.

Časový bod je definován jako stupeň vulkanizace ($100 * x$ v %), kterého je dosaženo v daném čase od začátku měření.

Bod t_{nn} (reakční čas) je definován jako čas t (min) od začátku měření, pro kterou má reakční proměnná x nebo stupeň vulkanizace ($100 * x$ v %) stoupající hodnotu nn .

První bod reverze rv_{nn} je čas t (min) od začátku měření, pro kterou má reakční proměnná x nebo stupeň vulkanizace ($100 * x$ v %) klesající hodnotu nn od dosažení vulkanizačního maxima. Reverze je až ten čas $(100 - nn)$ % (například rv_{97} se rovná 3% reverze).

Druhý bod reverze rt_{nn} je stupeň vulkanizace ($100 * x$ v %), který má být dosažen po určitém čase nn po dosažení maxima vulkanizace.

Rychlost vulkanizace (dNm/min) je stoupání izothermní křivky v daném čase.

Zkušební zařízení

MDR 2000 má následující technická data:

- teplotní rozsah 100 až 200°C
- frekvence oscilace 100 plná oscilace /minuty (1.67 Hz)
- úhel oscilace $\pm 0,5^\circ$
- zkušební komora: dvě části, bikonická, bezrotorová průměr 44 mm, objem cca 3,6 cm³
- průměr pístu : 8 inch = 20.32 cm
- tlak vzduchu 3,5 bar $\leq p \leq 5$ bar



Obr. 47. MDR 2000

Zkušební těleso

Zkušební těleso je vyseknuto z kaučukové zkušební směsi kruhovým nožem o $\varnothing$ 37 mm. Váha vzorku musí být nejméně 5 g a nejvíce 8 g (to odpovídá hustotám od 1,0 do 1,2

g/cm^3). Objem zkušebního tělesa musí být $4,50 \pm 0,05 \text{ cm}^3$. Ze zkušebních vzorků musí být odstraněn separační prostředek.

Průběh zkoušky

Nevulkanizovaná směs se uzavře konstantním tlakem do bezrotorové komory s isothermním vyhříváním. Spodní část komory kmitá konstantní frekvencí (100 cyklů za min.) a amplitudě (oscilační úhel $\pm 0,5^\circ$). Požadovaný krouticí moment S^* je registrován senzorem kroutícího momentu ve vrchní polovině komory. Reálný krouticí moment S' a fázový posun $\tan(\delta)$ mezi silou a drahou jsou měřeny na oscilující polovině komory.

Výsledkem zahřívání v komoře dochází k vulkanizaci směsi, čímž stoupá požadovaný krouticí moment. Hodnota S' je zaznamenávána v závislosti na čase, dává modul amplitudy $\sin$ vlnění, které odráží stupeň vulkanizace.

Podmínky zkoušky

Zkouška musí být provedena nejdříve po 16 hodinách od poslední přípravy směsi (míchání, přemíchání). Teplota zkoušky a čas zkoušky je určen na základě požadavku zadavatele. Všechny ostatní parametry (frekvence, amplituda) jsou již v přístroji předem nastaveny.

Příprava zkoušky

Komory a formy přístroje nesmí být na povrchu znečištěny kousky směsi nebo jinými nečistotami. Pro vysoce adhezivní směsi mohou být komory postříkány před zkouškou anti – adhezivním nástřikem. Při větších prodlevách mezi dvěma měřeními musí být přístroj ve stavu „standby“ a komory musí být zavřeny.

Je-li to nutné (při zkoušení adhezivních směsi) se k zamezení znečištění forem používá folie s tepelnou odolností (200°C), tl. 0,02 mm (např. celofán). Při použití folie musí být toto uvedeno v zápisu o zkoušce. Zpravidla se však měření provádí bez folie.

Provedení

Po zapnutí přístroje a navolení zkušebních podmínek – v závislosti na pomocném zařízení – použitím PC nebo kontrolního panelu přístroje. Do předehřáté komory je umístěn vzorek. Operační systém přístroje MDR 2000 nezačne pracovat dokud není dosažena zkušební teplota a tato není stabilizována. Teprve pak se zavře komora.

Oscilace spodní poloviny komory začne automaticky. Měření a vyhodnocování je prováděno automaticky pomocí PC nebo pomocí přístroje. Po dosažení konce zkoušky (většinou dosažení zkušebního času) je měření automaticky zastaveno a komora se otevře. Je zkoušen jeden vzorek z daného materiálu.

Vyhodnocení

Během měření je zaznamenáván krouticí moment S' v závislosti na čase, přičemž amplituda S' stoupá se stupněm vulkanizace směsi. Tvar křivky je sinusoida daná izotermním zesíťováním. Vyhodnocení naměřených dat a tisk je zajištěn automaticky pomocí PC nebo samotným přístrojem. Během izotermního zesíťování jsou stanoveny minimum a maximum, reakční čas a jiné příbuzné proměnné. Viskózní složka materiálu může být při měření vypočítána z fázového posunu mezi kroutícím momentem a deformací. Výsledkem měření je vulkanizační křivka uvedená v Příloze 3.

9 VYHODNOCENÍ EXPERIMENTU

Cíl experimentu – plnění:

MW ohřev

Ohřev gumárenské směsi A MW technologií proběhl v celém objemu v závislosti na měněných podmínkách (výkon, čas) a má lineární průběh. Směs A se dobře ohřívá. Při vyšších teplotách (nad 80°C) došlo často k místní vulkanizaci vlivem nečistot (vlhkost, nerozmíchané oleje, změkčovadla, atd.).

Rozmrazování MW technologií

Lze s úspěchem rozmrazovat přepravované materiály ve velice krátkých časech. Jak bylo předpokládáno, průběh byl lineární.

Míchání směsi A v laboratorních podmínkách

Směsi byly míchány při různých teplotách přehřevu základových směsí, u kterých bylo také využito MW technologie. Nebyl prokázán významný vliv přehřevu základové směsi na energetickou spotřebu, avšak u přehřevu kaučuků se výrazně projeví úspory energie, jak vyplývá z tab. 9 a z grafu (obr. 18).

Vytlačování směsi A

Nešlo měřit výkon u vytlačovacího stroje z bezpečnostních důvodů. Přesto bylo prokázáno, že při vytlačování neměl MW ohřev vliv na technologické podmínky. Byla využita Garveyova metoda. Jelikož o této metodě nejsou jiné informace než literární, byl navržen způsob vyhodnocení této metody.

Míchání směsi A v provozu

Míchání směsi v provozu bylo provedeno z důvodů zjištění změn fyzikálních vlastností přehřátím směsi pomocí MW technologie. Zkoušky byly provedeny v rámci hodnocení fyzikálních vlastností. Úspory energie nebyly prokázány.

Disperze

Disperze byla pozorována u vzorků z gumárenské směsi zamíchané v laboratorních podmínkách za různých teplot MW přehřevu. Výzkum neprokázal negativní vliv MW přehřevu na výsledky disperze jednotlivých surovin ve vulkanizátu.

Fyzikální vlastnosti

Fyzikální vlastnosti byly hodnoceny ze vzorků vyrobených při míchání v laboratorních podmínkách (Příloha 1), dále ze vzorků vyrobených při míchání v provozu (Příloha 2). Naměřené hodnoty prokázaly, že MW přehřev nemá vliv na fyzikální vlastnosti a neprojevil se ani na průběhu vulkanizačních křivek (Příloha 3). Výsledky neprokázaly žádný negativní vliv MW přehřevu, což splnilo předpoklady.

ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo vypracování literární studie se zaměřením na gumárenské směsi, zpracovatelské procesy a využití mikrovlnné technologie v gumárenském průmyslu. Tato literární studie byla aplikována v experimentální části.

V experimentální části bylo úkolem vyšetřit vliv MW technologie na energetické úspory při zpracování gumárenských směsí a vliv mikrovlnného ohřevu gumárenské směsi na fyzikální vlastnosti vulkanizátu.

Provedená studie a experimentální práce neprokázaly negativní vliv MW ohřevu na technologické a fyzikální vlastnosti.

Úspory energie při míchání finálové směsi se výrazně projevily na způsobu přípravy základové směsi, tj. na předehřevu kaučuku. Předehřev základové směsi pro přípravu finálové směsi ale snížení spotřeby energie neprokázal.

Při vytlačování v laboratorních podmínkách nebyl z organizačních důvodů měřen vliv příkonu na MW předehřev směsi. K tomu, aby se mohla prokázat změna spotřeby energie by se musel vytlačovací stroj vybavit měřidly.

Fyzikální vlastnosti vulkanizátu se vlivem změn teploty předsměsí a směsí ve výrobních technologiích nezměnily, což bylo účelem předložené práce.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] FRANTA, Ivan. *Gumárenské suroviny I. : Gumárenské suroviny*. Praha : Státní pedagogické nakladatelství technické literatury, 1979.
- [2] FRANTA, Ivan. *Zpracování kaučukových směsí a vlastnosti pryže*. 2. vyd. Praha : Státní nakladatelství technické literatury, 1969. 606 s.
- [3] MALÁČ, Jiří. *Gumárenská technologie I. Přednášky*.
- [4] MALÁČ, Jiří. *Gumárenská technologie II. Přednášky*.
- [5] *Romill-Krmivářské stroje : Průmyslový mikrovlnný ohřev* [online]. 2000 [cit. 2005-04-03]. Dostupný z WWW: <www.romill.cz>.
- [6] HORÁK, David. *Využití variabilního pohonu hnětiče při míchání kaučukových směs*. 2000. 78 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Ladislav Zapletal.
- [7] STOKLASA, Karel. *Vlastnosti polymerních materiálů : Dielektrické vlastnosti*. [s.73.], 78 s. Přednášky
- [8] DVOŘÁK, Zdeněk, SVOBODA, Ivan. Vývoj spotřeby energií na přípravě gumárenských směsí : Nové směry v gumárenství. *Sborník přednášek*. Zlín : Univerzita Tomáše Bati , 2003. s. 37. ISBN 80-7318-149-5.
- [9] ČERNÝ, Václav. Elektrický ohřev. *Elektro*. 2003, č. 3, s. 57.
- [10] KUBÍK, Josef, ZYTKA, Arnošt. *Zkušební metody v gumárenství*. Praha : Státní nakladatelství technické literatury, 1962.
- [11] DVOŘÁK, Zdeněk. *Ohřev kaučuku MW zdrojem*. Přednášky
- [12] DVOŘÁK, Zdeněk; SVOBODA, Ivan. *Fenomén energie a jejich podíl na výrobě gumárenských výrobků*. Přednášky
- [13] PAVLÍNEK, *Kontrolní a zkušební metody*. Přednášky
- [14] DVOŘÁK, Zdeněk. *Výpočty jednotkové práce*. Soubory výpočtů.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

MW	-	mikrovlny (microwave)
dsk	-	hmotnostní díly
°C	-	stupeň Celsia
DE	-	dielektrický ohřev
RF	-	radiová frekvence
ϵ_r	-	relativní permitivita (-)
ϵ_0	-	permitivita vakua ($8,854 \cdot 10^{-12}$)
$\text{tg } \delta$	-	fázový úhel
C	-	kapacita kondenzátoru (F)
S	-	plocha (m^2)
d	-	vzdálenost desek kondenzátoru (m)
ω	-	úhlová rychlost (s^{-1})
P	-	výkon (W)
A	-	práce (J)
α	-	relaxace při nízkých kmitočtech
β	-	relaxace při vysokých kmitočtech
$\varnothing$	-	průměr
T	-	teplota (°C)
m	-	hmotnost (kg)
ML	-	jednotky Mooney
ϵ_∞	-	deformační polarizace
f	-	frekvence (Hz)

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Garveyova hubice	22
Obr. 2. Molekuly při MW ohřevu	32
Obr. 3. Ilustrační graf	34
Obr. 4. Používané kmitočty	35
Obr. 5. Mikrovlnné zařízení Profesor MTE – 235BX	41
Obr. 6. Vkládání vzorku do mikrovlnného zařízení	42
Obr. 7. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (10 s)	43
Obr. 8. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (20 s)	44
Obr. 9. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií	45
Obr. 10. Závislost teploty na výkonu při rozmrazování MW technologií (10 s)	46
Obr. 11. Laboratorní hnětič Buzuluk Komárov	47
Obr. 12. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 9/80, 9/60, 9/30	48
Obr. 13. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 20/80, 20/60, 20/30	48
Obr. 14. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 30/80, 30/60, 30/30	49
Obr. 15. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 40/80, 40/60, 40/30	49
Obr. 16. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 60/80, 60/60, 60/30	50
Obr. 17. Závislost příkonu na čase při MW předeřevu 80/80, 80/60, 80/30	50
Obr. 18. Závislost práce při míchání finálové směsi na předeřevu kaučuku	51
Obr. 19. Vytlačovací stroj	52
Obr. 20. Vytlačovací hlava	52
Obr. 21. Násypka vytlačovacího stroje	53
Obr. 22. Chladicí stůl	53
Obr. 23. Narůstání vytlačeného profilu	55
Obr. 24. Měření narůstání v jednotlivých místech	56
Obr. 25. Vzorek č. 9	58
Obr. 26. Vzorek č. 7	58
Obr. 27. Vzorek č. 8	59
Obr. 28. Vzorek č. 15	59
Obr. 29. Vzorek č. 2	59
Obr. 30. Vzorek č. 11	60
Obr. 31. Vzorek č. 3	60
Obr. 32. Vzorek č. 4	60
Obr. 33. Vzorek č. 5	61
Obr. 34. Vzorek č. 1	61
Obr. 35. Schéma hnětičové linky pro míchání finálové směsi	63
Obr. 36. Závislost relativní permitivity na frekvenci	67
Obr. 37. Finálová směs č. 1	68
Obr. 38. Finálová směs č. 2	69
Obr. 39. Finálová směs č. 3	69
Obr. 40. Finálová směs č. 4	69
Obr. 41. Finálová směs č. 5	70
Obr. 42. Finálová směs č. 6	70
Obr. 43. Trhací stroj s kladkami a vzorkem	72
Obr. 44. Tvrdoměr	75
Obr. 45. Přístroj pro stanovení odrazové pružnosti	76
Obr. 46. Densitron D-S	78
Obr. 47. MDR 2000	80

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. Změna typických vlastností kaučuků vulkanizací	23
Tab. 2. Dielektrické ztráty některých kaučuků	37
Tab. 3. Navažovací předpis.....	42
Tab. 4. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (10 s).....	43
Tab. 5. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (20 s).....	43
Tab. 6. Závislost teploty na výkonu při ohřevu MW technologií (30 s).....	44
Tab. 7. Závislost teploty na výkonu při rozmrazování MW technologií (10 s).....	46
Tab. 8. Hodnoty získané z míchání směsi v hnětiči.....	47
Tab. 9. Závislost práce při míchání finálové směsi na předehřevu kaučuku	51
Tab. 10. Teploty při vytlačování.....	54
Tab. 11. Narůstání po průřezu u vzorků č. 1-3 (směs 9).....	56
Tab. 12. Narůstání po průřezu u vzorků č. 4-6 (směs 7).....	56
Tab. 13. Narůstání po průřezu u vzorků č. 7-9 (směs 8).....	56
Tab. 14. Narůstání po průřezu u vzorků č. 10-12 (směs 15).....	56
Tab. 15. Narůstání po průřezu u vzorků č. 13-15 (směs 2).....	57
Tab. 16. Narůstání po průřezu u vzorků č. 16-18 (směs 11).....	57
Tab. 17. Narůstání po průřezu u vzorků č. 19-21 (směs 3).....	57
Tab. 18. Narůstání po průřezu u vzorků č. 22-24 (směs 4).....	57
Tab. 19. Narůstání po průřezu u vzorků č. 25-27 (směs 5).....	57
Tab. 20. Hodnocení vytlačeného profilu.....	62
Tab. 21. Teploty při míchání v hnětiči a pod hnětičem	63
Tab. 22. Výsledky při míchání směsi A v provozu.....	64
Tab. 23. Relativní permitivity a činitele ztrát některých materiálů	66
Tab. 24. Závislost relativní permitivity na frekvenci.....	67
Tab. 25. Teploty finálových směsí.....	68

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 - Výsledky fyzikálních zkoušek vzorků míchaných v laboratorních podmínkách

Příloha 2 - Výsledky fyzikálních zkoušek vzorků míchaných v provozu

Příloha 3 - Vulkanizační křivka

Příloha 1

Směs A	Parametr / Vzorek	Mmin dNm	T10 min	T40 min	T90 min	Mmax dNm	Mooney 100°C (1'+3')	Hustota g/cm ³	Pevmost MPa	Tažnost %	M 100 MPa	M 200 MPa	M 300 MPa	Tvrdost SHA	Odr.pruž. %
Vzorek 1	Průměr	1,06	4,53	5,80	10,06	8,00	31,9	1,049	12,97	731	0,83	1,57	2,90	41,7	49,0
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,001	0,81	25	0,02	0,03	0,05	0,4	1,0
Vzorek 2	Průměr	1,15	3,71	5,29	9,33	8,04	32,9	1,051	12,86	741	0,84	1,58	2,89	41,8	47,7
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,000	0,96	29	0,00	0,01	0,01	0,1	0,5
Vzorek 3	Průměr	1,21	3,13	4,20	7,69	9,84	33,9	1,055	15,20	716	0,95	1,93	3,71	45,4	49,0
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,001	0,25	11	0,02	0,02	0,02	0,5	0,4
Vzorek 4	Průměr	1,19	3,74	5,20	9,12	8,6	33,700	1,05	14	735,00	0,88	1,68	3,2	43,1	47,8
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	37,51	0,02	0,03	0,0	0,3	0,9
Vzorek 6	Průměr	1,13	3,29	4,42	7,95	9,4	33,500	1,06	13	649,33	0,91	2,01	3,8	44,4	49,2
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	19,76	0,04	0,16	0,1	0,3	0,7
Vzorek 7	Průměr	1,25	3,79	5,31	9,33	8,7	33,800	1,06	15	766,67	0,84	1,69	3,2	43,5	47,5
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	7,64	0,03	0,03	0,1	0,2	0,8
Vzorek 8	Průměr	1,21	3,62	4,98	8,64	8,8	34,300	1,06	13	715,00	0,82	1,72	3,3	43,6	47,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	15,59	0,02	0,02	0,0	0,4	0,9
Vzorek 9	Průměr	1,16	3,70	4,09	8,82	8,5	32,800	1,06	15	767,67	0,80	1,62	3,1	42,4	47,1
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	26,54	0,01	0,01	0,0	0,5	1,3
Vzorek 10	Průměr	1,17	3,76	5,19	8,92	8,5	33,300	1,05	15	751,00	0,82	1,68	3,2	42,5	47,7
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	7,81	0,01	0,04	0,1	0,3	0,5
Vzorek 11	Průměr	1,19	3,64	5,06	8,87	8,4	34,100	1,06	15	784,33	0,83	1,58	3,0	42,3	47,6
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	15,50	0,02	0,02	0,0	0,3	0,7
Vzorek 12	Průměr	1,18	3,82	5,25	9,15	9,2	34,100	1,06	15	735,00	0,91	1,82	3,5	43,5	48,3
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	1,73	0,03	0,02	0,0	0,4	0,6
Vzorek 13	Průměr	1,19	3,57	5,05	9,08	8,5	33,900	1,06	15	777,67	0,84	1,65	3,1	42,8	46,7
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	16,65	0,01	0,02	0,0	0,3	0,2
Vzorek 14	Průměr	1,25	3,74	5,30	9,37	8,7	35,900	1,06	15	763,67	0,87	1,70	3,3	44,0	48,0
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	0	8,14	0,01	0,01	0,0	0,1	1,1
Vzorek 15	Průměr	1,21	3,75	5,18	9,01	9,2	35,600	1,06	15	740,00	0,89	1,83	3,5	44,8	47,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	22,87	0,01	0,01	0,0	0,1	0,1
Vzorek 18	Průměr	1,11	3,69	5,04	8,74	8,9	32,900	1,06	14	715,00	0,88	1,83	3,4	43,2	48,3
	St. odch.	-	-	-	-	-	-	0,00	1	20,07	0,02	0,06	0,1	0,4	0,5

Příloha 2

Směs A	Parametr / Vzorek	Mmin dNm	T10 min	T40 min	T90 min	Mmax dNm	Hustota g/cm ³	Pevnost MPa	Tažnost %	M 100 MPa	M 200 MPa	M 300 MPa	Tvrdost ShA	Odr.pruž. %
Vzorek 1	Průměr	1,53	3,43	4,43	7,40	11,72	1,062	11,41	515	1,25	2,73	5,23	49,0	51,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,16	9	0,02	0,02	0,07	0,2	0,8
Vzorek 2	Průměr	1,53	3,33	4,25	7,07	11,92	1,059	11,14	510	1,23	2,68	5,14	49,3	52,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,002	0,86	29	0,01	0,01	0,03	0,2	0,9
Vzorek 3	Průměr	1,58	3,38	4,35	7,18	11,83	1,064	13,95	582	1,25	2,77	5,24	49,4	52,5
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,91	26	0,03	0,09	0,10	0,2	1,3
Vzorek 4	Průměr	1,57	3,14	4,01	6,68	12,22	1,063	13,21	547	1,26	2,77	5,32	49,5	53,3
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,002	0,47	19	0,01	0,04	0,11	0,5	0,9
Vzorek 5	Průměr	1,56	3,33	4,25	6,99	12,08	1,062	11,48	510	1,31	2,88	5,47	50,7	53,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,77	19	0,03	0,02	0,03	0,3	0,9
Vzorek 6	Průměr	1,51	3,29	4,24	7,07	11,85	1,061	12,66	548	1,24	2,70	5,19	49,2	52,9
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,67	10	0,04	0,09	0,16	0,4	0,1
Vzorek 7	Průměr	1,55	3,42	4,41	7,30	11,81	1,063	11,56	518	1,25	2,77	5,29	50,1	52,7
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,56	13	0,01	0,03	0,06	0,1	1,1
Vzorek 8	Průměr	1,53	3,37	4,30	7,06	11,94	1,063	11,62	506	1,24	2,73	5,22	49,6	52,3
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,32	21	0,02	0,03	0,04	0,2	0,6
Vzorek 9	Průměr	1,53	3,32	4,22	7,08	11,96	1,062	11,56	545	1,24	2,80	5,19	50,5	53,8
	St. odch.	-	-	-	-	-	0,001	0,57	5	0,03	0,08	0,16	0,5	0,8

Příloha 3

