

Politejsav fóliák pneumatikus alakíthatósági vizsgálatának fejlesztése

Development of Pneumatic Deformability Test of Polylactic Acid Films

Gere Dániel,^{1,2} Pölöskei Kornél³

¹ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, Budapest, Magyarország, gered@pt.bme.hu

² IMSYS Mérnöki Szolgáltató Kft. Budapest, Magyarország

³ Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék, Budapest, Magyarország, poloskei@pt.bme.hu

Abstract

The aim of the present study is to develop a test method suitable for modelling thermoforming processes and which provides an index that accurately characterises the thermoformability of a film or sheet at a given temperature and pressure. For this purpose, the elevated temperature pneumatic deformability test was considered to be the most suitable. During the test, the film is blown until it tears, which takes only a few seconds. We recorded blowing during the test, and used the images to determine the ascent (k) of the specimens and approach the estimated surface of the deformed specimens with a sphere.

Keywords: *polylactic acid, thermoforming, pneumatic deformability test, Burgers model.*

Összefoglalás

Jelen tanulmányban egy olyan mérési eljárás fejlesztését tűztük ki célul, amely alkalmas a melegalakítási folyamatok modellezésére, és egy olyan mutatószámot szolgáltat, amely kiválóan jellemzi egy fólia vagy lemez melegalakíthatóságát adott hőmérsékleten, adott nyomásviszonyok mellett. Erre a célra az emelt hőmérsékletű, pneumatikus vizsgálatot tartottuk a leginkább alkalmasnak. A vizsgálat a fólia szakadásig történő fújását jelenti, ami mindössze néhány másodpercig tart. A vizsgálatról készült képfelvétel-sorozatok elemzésével határoztuk meg az emelkedési magasságot (k), valamint az alakváltozott próbatesteket, egy gömbbel közelítve a becsült felszínt.

Kulcsszavak: *politejsav, melegalakítás, pneumatikus alakíthatósági vizsgálat, Burgers-modell.*

1. Bevezetés

A modern környezetvédelmi törekvések miatt egyre inkább teret hódítanak a természetes alapú polimerek. Ezek közül kiemelkedik a felhasznált mennyisége és mechanikai tulajdonságai révén a politejsav (PLA) [1-3].

A 21. században rendkívüli mértékben megnövekedő árumozgások magukkal vonták a csomagolóipar robbanásszerű fejlődését, ami miatt előtérbe kerültek a melegalakítási eljárások [4-7].

A legtöbb polimerfeldolgozási eljárás esetén rendelkezésre állnak olyan mutatószámok, amelyek alapján közvetlenül meghatározható egy alapanyag feldolgozhatósága. Ezzel szemben a vákuum- és prés légformázáshoz nem kapcsolódóan ilyen mutatók. Nincs olyan egyszerű jellemző, amely közvetlen információt szolgáltat egy fólia vagy lemez melegalakítási eljárásokkal történő feldolgozhatóságáról. Jelen tanulmány célja egy ilyen mutatószám pontos meghatározására alkalmas mérési eljárás fejlesztése. Korábban vol-

tak már kísérletek a melegalakítás modellezésére emelt hőmérsékletű, golyós repesztéssel, amelyek ugyan pontos erőelmozdulás görbét adtak, de mégsem szolgáltak egyértelmű mutatószámmal. E vizsgálat dinamikai viszonyai is messze elmaradtak a melegalakítás gyakorlati sebességétől. Az emelt hőmérsékletű, pneumatikus anyagvizsgálat könnyen követhetővé teszi a nagyobb sebességű alakváltozásokat [5–7].

Ennek a módszernek a dinamikai viszonyai sokkal közelebb állnak a melegalakítás gyakorlatához. A tanulmány célja ezen módszer alkalmazhatóságának feltárása.

2. Felhasznált anyagok

A vizsgált fóliát a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Polimertechnika Tanszékén Labtech Engineering Co., Ltd. LCR 300 típusú berendezéssel gyártottuk le. Az alapanyag NatureWorks LLC Ingeo Biopolymer 2003D típusú PLA-granulátum volt. Az egycsigás extruder csigájának fordulatszáma 54 1/min volt. A zónahőmérsékletek az elsőtől a szerszám felé 165-165-170-175-180 °C voltak. A széles résű szerszám hőmérséklete 180 °C volt. Az elhúzási sebesség 1 m/min volt. A temperáló henger sebessége 0,6 m/min volt, hőmérséklete 60 °C. A gyártott fólia 500 µm névleges vastagságú. Üvegesedési hőmérséklete 55 °C.

3. Mérési módszer

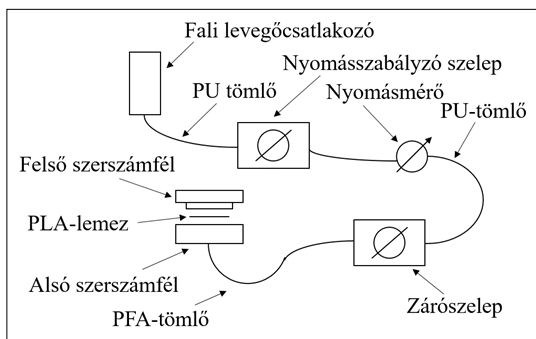
3.1. Mérőberendezés

A berendezés fő része az AlMgSi 6061-es ötvözetből készült szerszám (1. ábra). A szerszám két félből áll, amelyek közé helyezük a vizsgálni kívánt lemezt, fóliát. Az alsó szerszámfél tartalmaz egy tömítéshornyot, ahova egy O gyűrű kerül, valamint egy, a sűrített levegő bevezetésére szolgáló furatot. A felső szerszámfél cserélhető. Egy kisebb és egy nagyobb nyílású, mérő szerszámféllel is használható. A kisebb szerszámfél nyílása 79,8 mm furatátmérőjű, a nagyobb szerszámfél pedig 112,8 mm átmérőjű nyílással van ellátva. A mérések során a 79,8 mm átmérőjű szerszámfelet (Dsz) használtuk. Ennek az oka, hogy a nagyobb átmérőjű szerszámfélből hajlamos kicsúszni a próbatest a vizsgálat során. A két szerszámfél egymáshoz 4 db M8×18-as furattal és 4 db M8-as csavarral kapcsolódik.

A berendezés a fali sűrített levegő-hálózatra csatlakozik, ami jelen esetben 9 bar nyomású hálózatot jelentett. A sűrített levegő egy 8 mm külső átmérőjű, poliuretán (PU) anyagú pneumatikai



1. ábra. A pneumatikus alakíthatóságvizsgáló berendezés szerzsáma



2. ábra. A mérőberendezés sematikus felépítése

csövön keresztül érkezik egy nyomásszabályozó szelepbe. A nyomásszabályozó szelep után egy nyomásmérő egység van beépítve, és ezután egy zárószelep. A zárószelep után a szerszámba egy 8 mm külső átmérőjű cső vezet, amely a szerszámmalhoz G 1/4"-es idommal csatlakozik. A berendezés sematikus felépítése a 2. ábrán látható.

3.2. A mérés menete

A mérések elvégzéséhez a pneumatikus, alakíthatósági berendezést Zwick Z250 univerzális szaktógép hőkamrájába helyeztük meghatározott hőfokon 15 percre, majd a hőkamra ajtaját kinyitva, Nikon D3200 fényképezőgéppel filmfelvételt készítve, az adott nyomáson vizsgáltuk a fóliák viselkedését. E mérések során a fóliák tönkremeneteli magassága, tönkremenetelük módja és a kialakult „buborék” szimmetriája volt az elsődlegesen megállapítani kívánt jellemző.

A mérés elrendezése a következő volt. A pneumatikus alakíthatósági berendezés a hőkamra alsó felén volt elhelyezve, így a szerszám felső lapja 800 mm magasságban volt. A fényképezőgép háromlábú állványon volt rögzítve. A fényképezőgép a szerszám felső lapjának síkja felett 50 mm-rel magasabban, 850 mm magasságban volt elhelyezve, a szerszám középsíkjától 700 mm távolságban. A szerszám mögé 40 mm-re egy mérőskála került, amelynek nullpontja a fóliafúvó szerszámon belüli síkjával volt egy vonalban. A **3. ábra** egy mérési folyamat egyik képkockáját mutatja. A videofelvételek másodpercenként 25 képkockát tartalmaznak. A fóliák tönkremenetelének megállapításához az első repedés megjelenése előtti képet vagy azt a képkockát vettük, ahol a tönkremenetelt okozó „kidudorodás” először megjelent.

Mivel a próbatest és a mérőskála két külön síkban helyezkedik el, ezért a képekről leolvasott értékeket korrigálni kell. A korrekciós értéket az (1) összefüggéssel számoltuk ki.

$$\tan \beta = \frac{Y_1 - 50}{X_1} = \frac{Y^*}{X_2} \quad (1)$$

Az (1) összefüggés átrendezésével kapjuk a (2) összefüggést.

$$Y^* = \frac{X_2 \cdot (Y_1 - 50)}{X_1} \quad (2)$$

Jelen esetben $X_2 = 140$ mm és $X_1 = 740$ mm. Y_1 a leolvasott értéket jelöli, Y^* pedig a leolvasott magasság torzított részét. Így a kapott korrekciós összefüggés a (3) összefüggés:

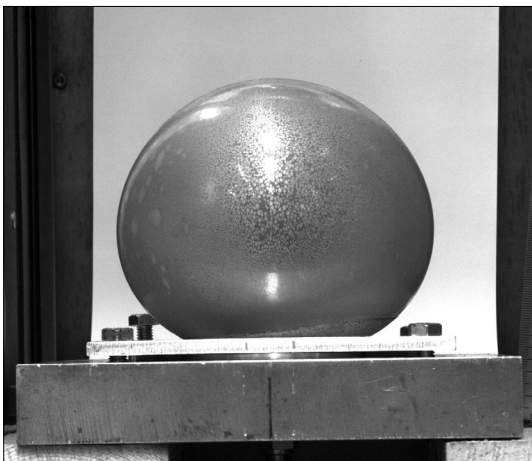
$$Y_m = Y_1 - 0,16667 \cdot (Y_1 - 50), \quad (3)$$

ahol Y_m a „buborék” valós magassága. A torzítás-hoz használt geometriai modell a **4. ábrán** látható.

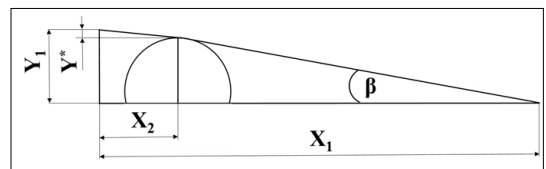
A mérések során a minta a pneumatikus alakíthatósági berendezés alsó és felső szerszámfele közé volt rögzítve, majd a hőkamrában az adott hőmérsékleten 15 percet tartózkodott; ennyi idő alatt a próbadarab hőmérséklete megfelelően megközelíti a hőkamra hőmérsékletét.

4. Mérési eredmények

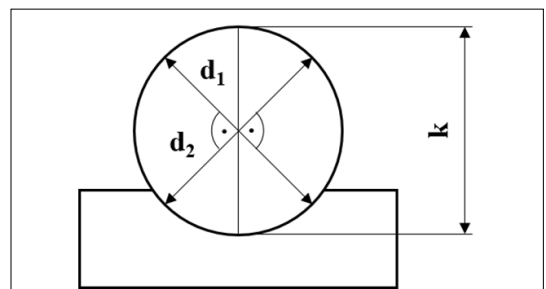
A próbatesteket 90 °C-ra temperált hőkamrába helyeztük. Mérések előtt a célunk a fólia tönkremeneteli magasságának megállapítása volt. A mérések során azonban azt tapasztaltuk, hogy egy próbatest kivételével, 1 bar nyomás hatására a fólia nem szenvedett tönkremenetelt okozó alakváltozást. Az 1 bar nyomás hatására elszenvedett alakváltozás mértéke azonban így is számos információval szolgálhat. A kialakult buborékot körrel közelítettük, amelynek szimmetriáját a buborék középvonalával ± 450 -ot bezáró két átmérő hányadosával jellemeztük. A szimmetria jellemzésére használt vonalak 450-os elhelyezése a középvonalhoz képest a szerszám okozta torzulást hivatott kiküszöbölni. Ez az arányszám 1 körüli érték esetén mutat nagyfokú szimmetriát. A méretek elhelyezkedését az **5. ábra** mutatja. A d_1 és d_2 meghatározásához a nyílt forráskódú GIMP képszerkesztő programot használtuk. A felvételek háttérben lévő méretek sálya segítségével két osztás közt található pixelek számát osztottuk



3. ábra. Egy mérési folyamat egyik képkockája a PLA 2003D fóliából fújt buborékról, a tönkremenetel előtt



4. ábra. A geometriai modell



5. ábra. A méretek elhelyezkedése

el a két osztás közti távolság korrigált értékével. Majd a szerszám középvonalán, a buborék felső vonalától lefele kijelöltük a k érték feléhez eső pontot. Abból a pontból kiindulva leolvastuk a d_1 és d_2 átmérők közti pixelek számát. A pixelek számát pedig megszoroztuk a méretskála osztásai közé eső pixelekre adódott távolsággértékkel. Az **1. és 2. táblázat** magasság oszlopában már a korrekció utáni érték szerepel.

Az 1 bar-on végzett mérések eredményét az **1. táblázat** tartalmazza.

Az adatokból látszik, hogy a fólia alakítási határa 15 perc, 90 °C-on való tartás után 1 bar hatására kicsivel 120 mm fölött van. A 2 bar-on végzett mérések eredménye a **2. táblázat**ban található.

A két különböző nyomásértéken végzett mérések alapján az 500 μm vastagságú 2003D PLA-fóliáról elmondható, hogy a mérés során kialakult buborék jó közelítéssel szimmetrikus.

Az alakításról készült videók esélyt adtak a fóliák megnyúlásának időbeli lefutásának vizsgálatára. A buborékképződés vizsgálatához a videó képsorozatából elemzett képek mintavételezési gyakoriságát annak függvényében választottuk meg, hogy milyen gyorsan zajlott le az alakítás. Az elemzett képek mintavételezési gyakoriságát úgy választottuk meg, hogy a kapott görbék jelle-

ge megfeleljen a buborékképződés folyamatának. A PLA 2003D fólia 1 bar-os nyomással végzett alakításának vizsgálata során minden tizedik képkocka szolgált az alakváltozási méretek meghatározására. Ez 25 kép per másodperc esetén 0,4 másodpercenkénti mintavételt jelent. Az emelkedési magasság növekedésének időbeli változását az adatok kinyerése után emelkedési magasság-idő diagramban ábrázoltuk (**6. ábra**).

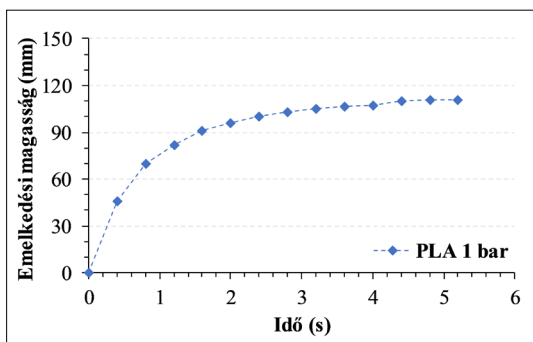
Az emelkedési magasság a kezdeti gyors növekedés után logaritmusos függvényalakot mutat, majd lassan beáll egy konstans értékre. Ebben az esetben a kísérlet nem járt a fólia tönkremenetelével.

A PLA 2003D fólia 2 bar-os mérésének kiértékeléséhez minden negyedik képkockát használtuk fel. Ez 0,16 másodpercenkénti mintavételt jelent. A gyakoribb mintavételt az indokolta, hogy a PLA 2003D anyagú fólia 2 bar nyomás hatására körülbelül 3 s alatt ment tönkre. A diagram a **7. ábrán** látható.

A 2 bar-os görbét az 1 bar-os görbével összehasonlítva láthatjuk, hogy a 2 bar-os esetben az emelkedési magasság a kezdeti gyors alakváltozás után egy közel lineáris vonalat követ. Az 1 bar-on végzett mérésnél láthattuk, hogy az emelkedési magasság egy állandó értéken stabilizálódott, hiszen itt a mérés nem járt a buborék tönkremenetelével.

1. táblázat. A PLA 2003D fólia 1 bar-on végzett mérésének eredményei

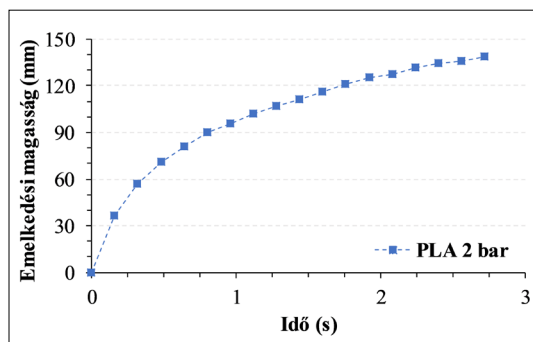
Minta	Magasság, k (mm)	Tönkremenetel	d_1/d_2
1.	124,99	igen	0,994
2.	120,83	nem	1,010
3.	119,17	nem	0,996
4.	104,33	nem	1,047
5.	103,33	nem	1,004



6. ábra. A PLA 2003D fólia 1 bar nyomással mért emelkedési magasság-idő diagramja

2. táblázat. A PLA 2003D fólia 2 bar-on végzett mérésének eredményei

Minta	Magasság, k (mm)	Tönkremenetel	d_1/d_2
1.	141,67	igen	1,013
2.	139,17	igen	1,010
3.	152,50	igen	0,979
4.	121,67	nem	0,968
5.	113,33	nem	1,025



7. ábra. A PLA 2003D fólia 2 bar nyomással felvett emelkedési magasság-idő diagramja

Az emelkedési magasság-idő diagramokból kísérletet tettünk egy, a fóliák alakváltozását leíró, a Burgers-moddal analóg modell paramétereinek megállapítására. A paraméterek megállapításához a diagram ordinátatengelyét át kell skálázni emelkedési magasságról felületmegnyúlás-értékekre. A fólia ε felületi megnyúlását az alakított fólia A_{sz} kezdeti területének (4) és az adott emelkedési magassághoz tartozó átmérőjű gömb A_b felületének (5) hányadosaként definiáltuk (6).

A felületi megnyúlás számításánál fontos megjegyezni, hogy ennek a modellnek az alkalmazhatóságát jelentősen korlátozza az, hogy a buborék felszínét gömbként modellezi, ami a szerszám okozta torzítások miatt jelentős elhanyagolásokat tartalmaz. A préslevegős formázás kezdeti szakaszán a fólia felülete paraboloid alakú, ennek az állapotnak a leírására a gömb felületének képlete nagyságrendi hibát eredményez, ezért a formázás során a felületnyúlást csak 50 mm emelkedési magasság felett értelmeztük. A mérés során készített képek alapján ez az a minimális magasság, amely felett a gömbfelületet már megfelelően közelíti a kialakuló buborék. A fóliák megnyúlásának felületen történő kétirányú vizsgálatát az indokolta, hogy a melegalakítási eljárások esetében az alakítószerszám felülete egy mérhető és fontos jellemzője a szerszámnak.

$$A_{sz} = \frac{D_{sz}^2 \cdot \pi}{4} \quad (4)$$

$$A_b = \frac{4 \cdot k^2 \cdot \pi}{4} \quad (5)$$

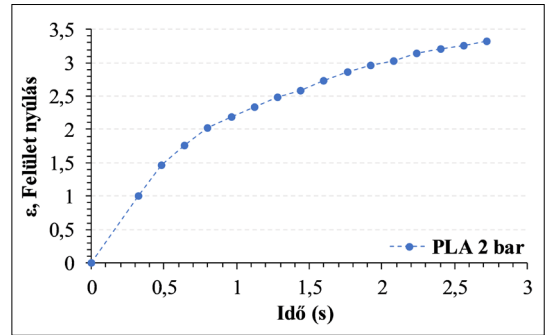
$$\varepsilon = \sqrt{\frac{A_b - A_{sz}}{A_{sz}}} \quad (6)$$

A Burgers-modell paramétereinek kiszámolásához meg kell állapítanunk egy kezdeti feszültségértéket (σ_B) is. A feszültségérték megállapításához (9) a szerszámnyílás területén (A_{sz}) ébredő F erő (8) osztottuk el a fóliának az alakítása kezdetén nyírófeszültségnek kitett keresztmetszetével (A_f). Ez az alakítószerszám kerületének (D_{sz}) és a fólia vastagságának (v) a szorzatát jelenti (7).

$$A_f = D_{sz} \cdot \pi \cdot v \quad (7)$$

$$F = A_{sz} \cdot p \quad (8)$$

$$\sigma_B = \frac{F}{A_f} \quad (9)$$



8. ábra. A PLA-fólia 2 bar-on végzett méréséből előállított felületi nyúlás-idő diagram

Az átskálázott felületi nyúlás görbéből és a kiszámított feszültségértékből megkezdhetjük a modellparaméterek számítását. A modell paramétereinek számítását a felületi nyúlás-idő diagramokból szerkesztettük ki.

Az egyik PLA 2003D próbatést 2 bar-os vizsgálatának felületi alakváltozásra átskálázott választógörbét a 8. ábrán láthatjuk.

A paraméterek meghatározásakor a pillanatnyi rugalmas alakváltozási komponenst elhanyagoltuk. Az anyag nagyrugalmas állapotában is képes pillanatnyi rugalmas alakváltozásra, ám ez az alakváltozás a többi komponens mellett elhanyagolható. Ebből következően az E_1 paraméter kiesik.

A PLA 2003D fóliára 2 bar-os terhelésből számolt modellünk egyenlete (10):

$$\varepsilon_0 = \frac{\sigma_B}{12,997} \cdot t + \frac{\sigma_B}{4,836} \cdot \left(1 - e^{-\frac{1,547 \cdot t}{4,836}} \right) \quad (10)$$

A modellünk felállításának célja az volt, hogy a modell alapján más terhelésre (σ) is kiszámíthatóvá váljon a várható felületi nyúlás (ε_0) értéke az idő függvényében (t). A 2 bar-os próbatéssel meghatározott modell pontosságát egy 1 bar-os próbatést alakítási adatait felhasználva ellenőriztük. Az 1 bar-on tesztelt próbatést alakítása, $t = 5,2$ s-ig tartott. A fóliában 1 bar hatására ébredő feszültség, $\sigma_B = 3,98$ MPa. Ezeket az értékeket a modellbe visszahelyettesítve, a modell alapján kiszámolt felületi megnyúlás értéke: $\varepsilon_0 = 2,27$. Ezzel szemben a fólia mért megnyúlása: $\varepsilon_t = 2,77$ volt.

5. Következtetések

A munkánk során sikerült bebizonyítanunk, hogy az emelt hőmérsékletű pneumatikus vizsgálat alkalmas a melegalakítási folyamatok modellezésére. Meghatároztunk egy egyszerű mutató-

számot, az emelkedési magasságot (k), amelynek maximális értéke kiválóan jellemzi egy fólia vagy lemez melegalakíthatóságát adott hőmérsékleten, adott nyomáson. Ez az egyszerű mutatószám segít meghatározni a maximális alakváltozási képességet jó közelítéssel egyenletes biaxiális terhelés mellett. Eredményeinket validálja, hogy az emelkedési magasságból számolt megnyúlásokat az idő függvényében ábrázolhatjuk, és az így kapott görbére kiválóan illeszkedik a Burgers-modell. A kutatások folytatása során szükséges az egyes elhanyagolások hatásának feltárása, úgymint a gömbbel való geometriai közelítés, vagy a falvastagság-változás eloszlása az idő függvényében.

Köszönetnyilvánítás

A kutatást az „Értéknövelt, multifunkcionális biopolimer csomagolási rendszer kifejlesztése és gyártástechnológiájának megtervezése” című, NVKP_16-1-2016-0012 azonosító számú projekt támogatta. Gere Dániel köszönetét fejezi ki az Innovációs és Technológiai Minisztérium Kooperatív Doktori Programjának. A mérések elvégzésében nyújtott segítségéért köszönet illeti Dénes András alapszakos hallgatót.

Szakirodalmi hivatkozások

- [1] Gere D., Czigany T.: *Future trends of plastic bottle recycling: Compatibilization of PET and PLA*. Polymer Testing, 81. (2020) 106160. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.106160>
- [2] Józó M., Cui L., Bocz K., Pukánszky B.: *Processing induced segregation in PLA/TPS blends: Factors and consequences*. eXPRESS Polymer Letters, 14/8. (2020) 768–779. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2020.63>
- [3] Singh S., Santana-Pérez O., Rodriguez C., Oksman K., MasPOCH M. L.: *Mechanical behaviour of poly(lactic acid)/cellulose nanocrystal nanocomposites: A comparative study between conventional tensile test and small punch test*. eXPRESS Polymer Letters, 14/12. (2020) 1127–1136. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2020.92>
- [4] Hajba S., Tábi T.: *Cross effect of natural rubber and annealing on the properties of poly(lactic acid)*. Periodica Polytechnica Mechanical Engineering, 63/4. (2019) 270–277. <https://doi.org/10.3311/PPme.12825>
- [5] Pölöskei K., Csézi G., Hajba S., Tábi T.: *Investigation of the thermoformability of various D-Lactide content poly(lactic acid) films by ball burst test*. Polymer Engineering and Science, 60. (2020) 1266–1277. <https://doi.org/10.1002/pen.25378>
- [6] Schwarzmann P., Illig: *Thermoforming*. 2. kiadás. Carl Hanser Verlag, München, 2019. 1–495.
- [7] Ashter A.: *Thermoforming of single and multilayer laminates. Plastic films technologies, testing, and applications*. 1. kiadás. Elsevier, Oxford, 2014. 1–352.