

Vliv zpracovatelských podmínek na vlastnosti pryže

Radek Pleca

Bakalářská práce
2022



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická
Ústav inženýrství polymerů

Akademický rok: 2021/2022

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

| | |
|-------------------|---|
| Jméno a příjmení: | Radek Pleca |
| Osobní číslo: | T19088 |
| Studijní program: | B0711A130009 Materiály a technologie |
| Specializace: | Polymerní materiály a technologie |
| Forma studia: | Kombinovaná |
| Téma práce: | Vliv zpracovatelských podmínek na vlastnosti pryže |

Zásady pro vypracování

Vlastnosti pryžového výrobku se výrazně odvíjí od podmínek, při kterých byl připravován. Z tohoto důvodu je důležité mít definovány parametry, které v tomto případě mají hlavní vliv. Cílem práce bude tedy formulovat parametry, které výrazně vlastnosti pryže ovlivňují. Toto bude náplní teoretické části práce. V praktické části bude mít student za úkol připravit kaučukovou směs a sledovat vliv vybraného parametru na fyzikálně-mechanické a chemické vlastnosti.

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

1. Limper, Andreas. (2012). *Mixing of Rubber Compounds*. Hanser Publishers. ISBN 978-1-56990-458-9, Electronic ISBN 978-1-62870-195-1
2. Ciesielski, Andrew. (1999). *An Introduction to Rubber Technology*. RAPRA Technology LTD. ISBN 1-85957-150-6
3. Dick, John S. (2009). *Rubber Technology: Compounding and Testing for Performance*. 2nd Edition. Hanser Publishers. ISBN 978-3-446-42155-4

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Petr Zádrapa, Ph.D.**
Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání bakalářské práce: **1. února 2022**

Termín odevzdání bakalářské práce: **20. května 2022**

L.S.

prof. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan

Ing. Jana Navrátilová, Ph.D.
ředitel ústavu

Ve Zlíně dne 1. dubna 2022

PROHLÁŠENÍ AUTORA BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Beru na vědomí, že:

- bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému a dostupná k nahlédnutí;
- na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- podle § 60 odst. 1 autorského zákona má Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- pokud bylo k vypracování bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tj. k nekomerčnímu využití), nelze výsledky bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- pokud je výstupem bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Prohlašuji,

- že jsem na bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou obsahově totožné.

Ve Zlíně, dne:

Jméno a příjmení studenta:

.....
podpis studenta

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá vlivem zpracovatelských podmínek na vlastnosti pryže. V teoretické části se postupně popisují jednotlivé výrobní procesy a problémy, které mohou nastat. Praktická část je zaměřena na jednu z těchto oblastí, a to míchání směsi při různých podmínkách. Těmito podmínkami jsou čas míchání a stupeň zaplnění komory hnětiče. Stupeň zamíchání směsi je následně sledován pomocí viskozity Mooney, vulkanizačních křivek a na fyzikálně-mechanických vlastnostech vulkanizátu, jako je tvrdost, tahová zkouška a dispergace plniva.

Klíčová slova: hnětič, kaučuková směs, pryž, faktor plnění, viskozita Mooney, vulkanizační křivka, tahová zkouška, tvrdost, odrazová pružnost, dispergace, strukturní pevnost

ABSTRACT

This bachelor thesis deals with the influence of processing conditions on the properties of the vulcanized rubber. The theoretical part gradually describes the various production processes and problems that may occur. The practical part is focused on one of these areas, namely mixing of the rubber compound under different conditions, namely various mixing time and different chamber volume filling. The level of the ingredients dispersion was consequently monitored by the Mooney viscosity, vulcanization curves and physical- mechanical properties of the vulcanizate, such as hardness, tensile test and filler dispersion.

Keywords: kneader, rubber compound, vulcanized rubber, fill factor, Mooney viscosity, vulcanization curve, tensile test, hardness, resilience rebound elasticity, dispersion, tear resistance

Chtěl bych velmi poděkovat vedoucímu práce, panu Ing. Petru Zádrapovi, Ph.D., za odborné rady, přístup a trpělivost. Dále bych rád poděkoval své rodině, jmenovitě manželce Pavle a dceři Sofii za podporu během celého studia.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

| | |
|---|-----------|
| ÚVOD | 8 |
| I TEORETICKÁ ČÁST | 10 |
| 1 PROCES PŘÍPRAVY KAUČUKOVÉ SMĚSI | 11 |
| 1.1 MASTIKACE A MÍCHÁNÍ KAUČUKOVÉ SMĚSI | 11 |
| 1.1.1 Dvouválcce | 14 |
| 1.1.2 Hnětiče | 15 |
| 1.2 ZPRACOVÁNÍ KAUČUKOVÉ SMĚSI | 18 |
| 1.2.1 Extrudéry | 19 |
| 1.2.2 Kalandry | 22 |
| 2 VÝROBA PRYŽOVÉHO VÝROBKU | 23 |
| 2.1 VULKANIZACE..... | 23 |
| 2.2 LISOVÁNÍ | 24 |
| 2.2.1 Tlakové lisování | 26 |
| 2.2.2 Nepřímé lisování – přetlačování | 27 |
| 2.2.3 Vstříkování | 28 |
| II PRAKTICKÁ ČÁST | 30 |
| 3 PŘÍPRAVA KAUČUKOVÉ SMĚSI | 31 |
| 3.1 SLOŽKY A NAVÁŽKY | 31 |
| 3.2 ZPRACOVÁNÍ SMĚSÍ..... | 32 |
| 3.3 VIZKOZITA MOONEY | 35 |
| 3.4 VULKANIZAČNÍ KŘIVKA | 36 |
| 4 LISOVÁNÍ | 39 |
| 4.1 ZKOUŠKA TVRDOSTI..... | 39 |
| 4.2 ZKOUŠKA ODRAZOVÉ PRUŽNOSTI..... | 39 |
| 4.3 DISPERGACE..... | 40 |
| 4.4 TAHOVÁ ZKOUŠKA | 44 |
| 4.5 STRUKTURNÍ PEVNOST | 46 |
| 4.6 VLIVY ČASŮ MÍCHÁNÍ A ZAPLNĚNOSTI KOMORY | 47 |
| ZÁVĚR | 48 |
| SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY | 50 |
| SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK | 55 |
| SEZNAM OBRÁZKŮ | 56 |
| SEZNAM TABULEK | 57 |

ÚVOD

Všude kolem nás je velké množství pryžových produktů, výroba i v podstatě jednoduchého produktu však není tak jednoduchá, jak by se na první pohled mohlo zdát. Jedná se o vícestupňový proces, který končí širokou škálou výrobků, jako jsou pneumatiky, těsnění, hadice, neopreny a nepřeberné množství průmyslových produktů. Pokud není zpracovatelnost kaučukové směsi kontrolována pro různé stupně výrobního procesu, můžou nastat problémy s kvalitou výrobků. Špatná kontrola může způsobit vyšší zmetkovitost, náklady a nižší produktivitu. [1] Prováděním zkoušek v laboratoři a později také v továrně je možné doladit možné řešení ke snížení nebo odstranění určitých kvalitativních nedostatků. Je třeba brát v potaz, že jakákoli provedená změna může ovlivnit mnoho dalších aspektů procesu nebo kvality produktu, ať už k lepšímu nebo horšímu. Proto musí být všechny tyto aspekty důkladně prozkoumány, aby se zajistilo, že nevzniknou žádné nové problémy s kvalitou. [31] Kaučuk se do zpracovatelských závodů dostává ve velkých balících nejčastěji o hmotnosti 35 kg. V mnoha směsích může být zapotřebí více než jeden druh kaučuku pro získání požadovaného chování. Složení kaučukové směsi a postup výroby závisí na zamýšleném výsledku procesu. Jakmile kaučuk dorazí do továrny, zpracování prochází čtyřmi kroky: mastikací, mícháním, tvarováním a vulkanizací. Mastikace a změkčení obvykle probíhá v jednotlivých dávkách. Mezi základní metodu zpracování se řadí dvouválce, které mají dva velké vodorovně protilehlé, těsně umístěné ocelové válce, dlouhé až 3 metry, které se protiběžně otáčejí rozdílnými rychlostmi. Ve velkém měřítku zpracování se nejčastěji používají hnětiče, například typu Banbury, který se skládá z ocelových protiběžných lopatek umístěných v komoře. Kaučuk se v hnětiči smykově namáhá a měkne v mezeře mezi hnětadly a stěnou, u dvouválců ve štěrbině mezi válci. Míchání probíhá na strojích podobných těm, které se používají při mastikaci, někdy ihned po změknutí. Reaktivní materiály, plniva, oleje a ochranné chemikálie různých druhů jsou začleněny do kaučuku kombinací smykového namáhání a míšení v určitých poměrech k získání jednotné směsi, která bude mít požadované fyzikální a chemické vlastnosti, které budou vyhovovat zpracování při nízkých nákladech a konečnému použití. Tvarování směsi do požadované podoby probíhá několika způsoby. Extrudéry se používají k výrobě dlouhých souvislých produktů, jako jsou trubky, běhouny pneumatik nebo různých profilů, které lze později řezat na požadovanou délku. Kalandry se používají k výrobě širokých fólií. Následující vulkanizace probíhá v tlakových ocelových formách, které jsou ohřívány párou nebo elektřinou na teploty, při kterých probíhá síťovací reakce. Klasické podmínky lisování jsou

několik minut při teplotě kolem 160 °C, ale vzhledem k tomu, že teplo proniká kaučukem pomalu, musí být objemným výrobkům ponechána delší doba, někdy až několik hodin, při nižších teplotách. Nejčastěji se používají tlaky 1 MPa a více, aby se zachoval požadovaný tvar a aby se zachycený vzduch rozplynul ve směsi. Vulkanizací získáme hotový výrobek, který nakonec projde výstupní kontrolou, případně drobnými úpravami (například ořezání přetoků u pneumatik). [2,3,4]

I. TEORETICKÁ ČÁST

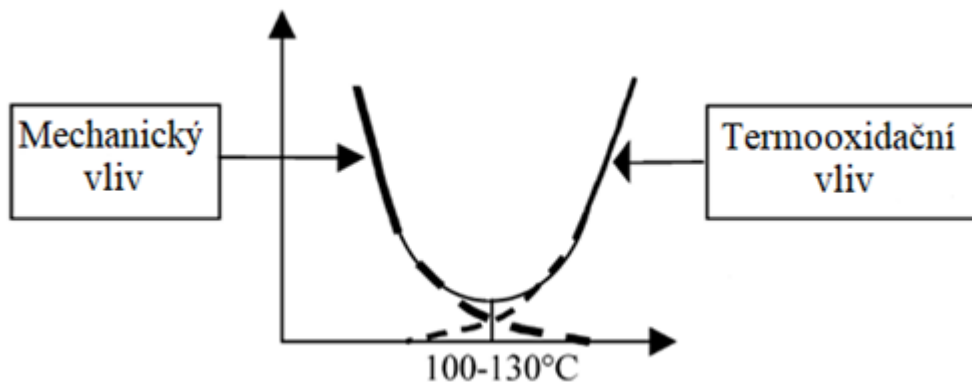
1 PROCES PŘÍPRAVY KAUČUKOVÉ SMĚSI

Výroba pryžového výrobku začíná výběrem surovin, ze kterých se bude skládat. Tyto suroviny dodají výrobku předpokládané vlastnosti, které jsou požadovány zákazníkem. Abychom z jednotlivých surovin, které můžou být v pevném nebo kapalném skupenství, soudržné hmotě nebo prášku, dostali kaučukovou směs, musí všechny projít procesem míchání. Koncentrace přísad ve směsi se obvykle vyjadřuje v hmotnostních dílech přísady připadajících na 100 hmotnostních dílů kaučukových směsí dsk (dílů na sto dílů kaučuku). [5] Důležitými přísadami jsou síťovací činidla (síra), aktivátory (oxid zinečnatý a kyselina stearová), urychlovače (sulfonamid), plniva (saze), retardéry (kyselina benzoová), peroxidy, oxidy kovů, antioxidanty a antidegradanty. [6]

1.1 Mastikace a míchání kaučukové směsi

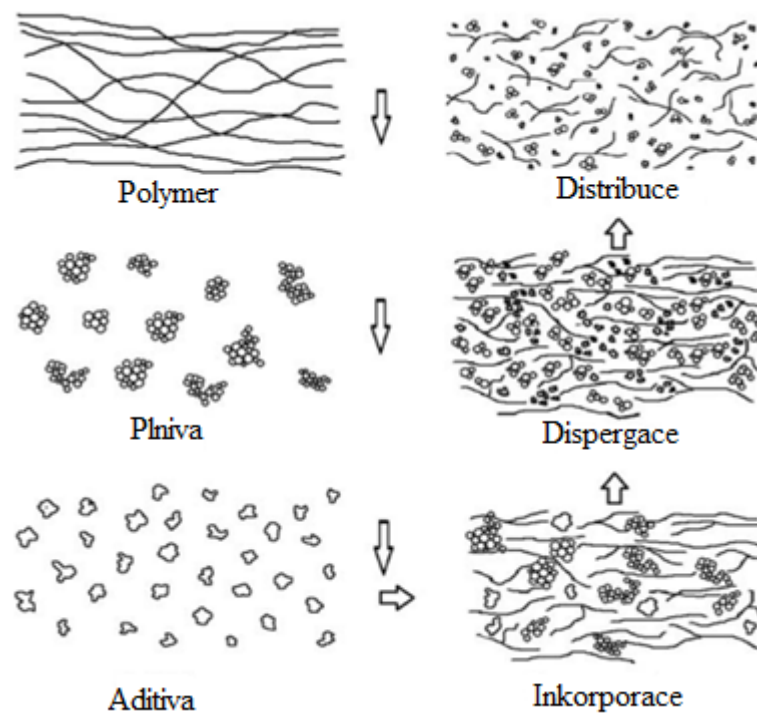
První operací je mastikace (plastikace) kaučuku, ta má za následek zkrácení dlouhých makromolekulárních řetězců (molekulová hmotnost klesne z 350 000-400 000 na 100 000-150 000 Daltonů), které ovlivňují viskozitu materiálu. Poté dojde k zmenšení tuhosti a lze míchat kaučukové směsi. V dnešní době se tohoto postupu využívá především u přírodního kaučuku, jelikož většina syntetických kaučuků se již dodává v odpovídající molekulové hmotnosti. Důležitou veličinou je zde již zmíněná viskozita, což je odolnost kaučukové směsi vůči tečení. Směsi s velmi vysokou viskozitou může být téměř nemožné zpracovat při operacích vytlačování, lisování nebo kalandrování. Naopak směsi s velmi nízkou viskozitou mohou postrádat správnou pevnost a mít problémy s držením tvaru během dalších operací. Viskozita směsi je ovlivněna složením, stejně jako smykovými rychlostmi a dobou procesu zpracování. Charakterizace viskózního chování se určuje podle kapilárního nebo deskového reometru. [7,8,9]. Další změny probíhají u elasticity. Elasticita kaučukové směsi typicky klesá se zvýšenou dobou zpracování. Různé smíšené šarže mohou vykazovat rozdílné stupně elasticity, což může způsobit, že se materiál v každé dávce zpracuje odlišně. Pokud materiál prošel kratším zpracováním (horší stav směsi), bude více elastický, může mít větší narůstání za hubicí během vytlačování nebo může mít za následek špatné vyplnění formy během vstřikování. [29] Je nutné kontrolovat i počáteční pevnost, která jednoduše popisuje pevnost kaučukové směsi v nezesíťovaném stavu. Někdy je důležité, aby kaučuková směs měla určitou úroveň pevnosti v surovém stavu, kvůli zabránění zborcení komplikovaného nezesíťovaného extrudovaného profilu vlivem gravitační síly. Špatná pevnost v surovém stavu může být způsobena nadměrnou mastikací. Mezi účinné metody zvýšení počáteční

pevnosti materiálu může být vystavení elektronovému paprsku nebo speciálního postupu fázového míchání. [29]



Obrázek 1: Graf – Závislost teploty na účinnosti mastikace [9]

Po mastikaci následuje míchání kaučukové směsi, což je proces důkladného smísení různých látek k výrobě homogenního produktu, a řadí se k důležitým operacím zpracování kaučuku. K míchání směsí na strojích dochází okolo 100-130 °C, v tomto rozhraní je plastifikace nejnižší. Samozřejmě jsou i aplikace, kde není dokonalé promíchání zcela žádoucí, ale je potřeba připravit směsi při přesně definovaném rozmíchání, a tím se dosáhne například vysoké elektrické vodivosti u sazových směsí nebo odolnosti proti oděru u směsí složených z více druhů kaučuku. Existuje zde mnoho proměnných, které mají přímý vliv na kvalitu a zpracování konečného výrobku a musí být pečlivě kontrolovány. Patří mezi ně rozdílné vlastnosti jednotlivých složek. Za pokojové teploty se kaučuky chovají jako podchlazené kapaliny, při míchání jako viskoelastický materiál, kde je velká závislost na teplotě. [5,7,8,10,11] Dále je potřeba kontrolovat tři základní procesy probíhající současně – inkorporaci, disperzi a distribuci. Inkorporace je proces, ve kterém původně z oddělených složek vznikne směs koherentní. Dispergace je definována jako proces, během kterého se rozbijí aglomeráty plniva hlavně působením smykového napětí. Distribuce odpovídá míchání, během níž jsou různé přísady náhodně distribuovány v celé směsi. [10,11,7] Správná dispergace vede k dobrému vzhledu (jednotná barva), zpracovatelnosti a správným fyzikálním vlastnostem kaučukové směsi. Výsledkem nerovnoměrného rozložení složek mohou být nestabilizované oblasti ve výrobku náchylné k předčasné degradaci za provozních podmínek, nebo různým způsobům selháním, ke kterým může dojít u velkých aglomerátů částic špatně dispergované přísady. Aglomeráty mohou působit jako body vysokého napětí, ve kterých může dojít ke vzniku poruchy materiálu. [8,12]



Obrázek 2: Operace míchání [11]

Začleněním informací o příkonu míchání směsí do kontroly rovněž přispívá ke kvalitě a konzistenci produktu. Úspory díky optimalizovanému využití energie mohou poskytnout dobu návratnosti méně než jeden rok. Získáním podrobných záznamů příkonu (kWh) a výkonu (kW) výroby umožňuje mnohem podrobnější kontrolu šarže a také optimalizaci načasování přidávání přísad. [13]

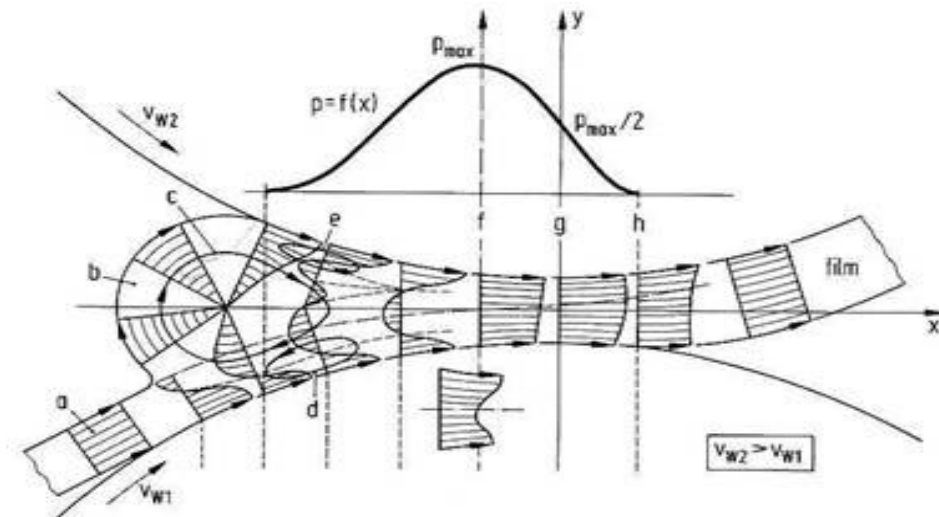


Obrázek 3: Energie při míchání směsi v závislosti na čase [13]

Problémy s mícháním jsou ovlivněny nesčetnými faktory, které zahrnují postupy, materiály, vybavení a nesprávně skladované zásoby. Zjištění příčin je někdy obtížnější než jejich řešení, ať už se jedná o míchání na dvouválci nebo v hnětiči. Ve výrobních závodech je důležité omezit na minimum prach, špínu, písek a podobně, které mohou pocházet z různých zdrojů a je zde riziko kontaminace směsi. Je nutné pravidelně servisovat stroje, aby nedocházelo k prosakování oleje z netěsných míst (např. v hnětičích). Obsluha musí odstraňovat zbytky materiálů z dříve použitých šarží, které ulpívají ve stroji a mohlo by dojít k přimíchání do nové šarže. Jedním z problémů míchání je přidávání a rovnoměrná distribuce velmi malých množství přísad v dávce. Ke zmírnění této obtížnosti mohou být menší přísady odvážené do plastových sáčků pro následné přidání do stroje. Při plánování předem zvážené směsi práškových přísad, je třeba věnovat pozornost potenciální reakci mezi složkami. Je důležité, aby sáčky měly dostatečně nízký bod tání a aby byly důkladně dispergované během cyklu míchání. Sáčky z Ethylvinylacetátu (EVA), které mají bod tání kolem 70 °C by se měly rozpustit ve směsi, aniž by ji kontaminovaly. Dále je na ně možné natisknout čárové kódy a další identifikační informace [30]

1.1.1 Dvouválce

Dvouválce se řadí mezi diskontinuální stroje a skládají se ze dvou masivních horizontálních navzájem rovnoběžných kovových válců, které se otáčejí proti sobě. Vzdálenost mezi válci se mění dle potřeby, nejčastěji mezi 0,25 až 2,0 cm. Kaučuk je umístěn do štěrbin, kde se postupně uchytí na přední válec a vznikne souvislá vrstva plastického materiálu, poté se přidávají další přísady. Rychlosti válců jsou často odlišné, zadní válec se otáčí rychleji než přední, na kterém zůstává směs. Rozdíl v rychlosti mezi dvěma válci se nazývá skluz a umožňuje tření ve štěrbině. Běžný poměr je 1,25: 1. Přebytké teplo vzniklé třením je potřeba odvést například chlazením válce zevnitř chladicí vodou. Proces je náročný na obsluhu, ale díky vizuální kontrole se dobře sleduje stav směsi, a je zde možnost úpravy vzdálenosti mezi válci podle aktuální potřeby. Výhody jsou jeho univerzálnost, robustnost a široký rozsah smykového namáhání. Nevýhody jsou obtížnost automatizace, nízký výkon a znečištěný provoz. [14]



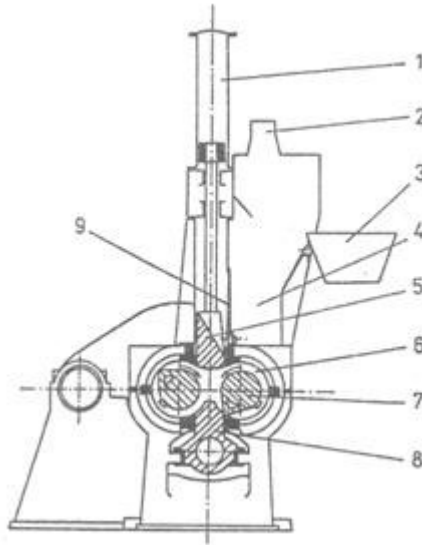
Obrázek 4: Tlakové poměry ve štěrbině mezi válci [15]

Problémem na dvouválcích je pytlování, což je neschopnost kaučukového materiálu vytvořit vrstvu ve štěrbině, svěšuje se z válců a vykazuje malou nebo žádnou adhezi k válcům. Další problém může být uchycení směsi na zadním válci. Obvykle oba problémy minimalizuje nebo eliminuje provedení vhodných úprav vzdálenosti mezi válci, povrchových teplot nebo skluzu. [29]

1.1.2 Hnětiče

Hnětiče nahradily dvouválcové stroje na přípravu směsí pro větší dávky gumárenského průmyslu. Hnětení probíhá uvnitř uzavřené komory s rotory, které se obvykle otáčejí protiběžně různými rychlostmi a mají na sobě připevněna dvě křídla. Obsluha provádí pouze plnění a odvádění materiálu. Pohybem rotorů se dosahuje hnětení mezi rotory a stěnou komory. Proti dvouválcům produkují hnětiče rovnoměrnější dávky, jsou rychlejší, potřebují méně prostoru, menší náročnost na obsluhu a poskytují větší bezpečnost. [11] V dnešní době lze většinu kaučukových přípravků dostatečně promíchat v jediném mísicím cyklu. Ve speciálních případech lze optimální dispergace nejlépe dosáhnout pomocí dvoustupňového postupu. Ve fázi předsměsi se přidávají a dispergují všechny suroviny kromě vulkanizačních látek. Předsměs se vrátí do hnětiče pro druhý stupeň, kde se přidávají a dispergují vulkanizační činidla za kontrolovaných podmínek. Při jednostupňovém a dvoustupňovém míchání je nutné pečlivě kontrolovat smykové rychlosti a teplotu uvnitř hnětiče. Pokud se směs příliš zahřeje na delší dobu, může dojít předčasně k síťovací reakci a vznikne riziko navulkanizovaného materiálu ve směsi. Tento materiál způsobí problémy se zpracováním a

chováním během procesu síťování. Kaučukovou směs, která je zcela navulkanizována, nelze už použít. [8,12]



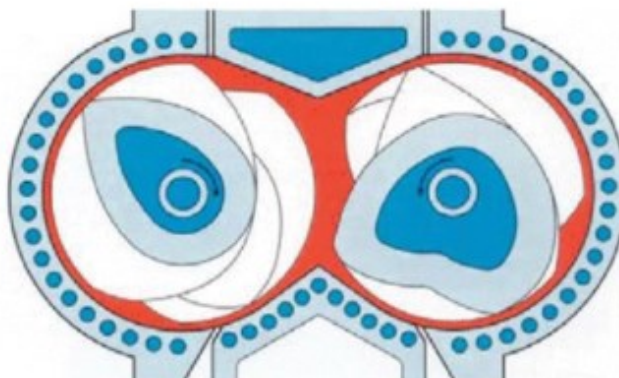
Obrázek 5: Schéma tlakového hnětiče [15]

(1 – vzduchový válec pro klín, 2 – odsávání prachu, 3 – plnění, 4 – plnicí násypka, 5 – přítlačný klín, 6 – míchací komora, 7 – hnětadla, 8 – spodní výpust, 9 – klapka) [15]

Vysokotlaké hnětiče rozdělujeme:

- **S tangenciálními hnětadly**

Charakteristickým znakem tohoto typu je, že pohyby konců křídel rotorů se navzájem nepřekrývají. Otáčky každého rotoru lze tedy nezávisle ovládat a rotory mohou běžet různými rychlostmi. V praxi se jeden rotor běžně otáčí rychlostí přibližně o 10 % vyšší než druhý. Pro různé operace míchání jsou k dispozici různé typy a profily rotorů – počet, tvar, poloha a délka křídel a úhel ke středové ose rotoru. Komora nemůže být zcela naplněna za účelem dobré úrovně promíchání. Směs potřebuje volný prostor, aby se rotory mohly pohybovat optimálním způsobem. To znamená, že využitý objem je přibližně 70 až 85 % volného objemu stroje. Poměr užitého k volnému objemu je znám jako faktor plnění. Optimální faktor plnění pro konkrétní směs závisí na složení, druhu přísad, tvrdosti směsi a podobně. Jsou vyráběny s volnými objemy v rozmezí od cca 1 do 650 litrů. [16]



Obrázek 6: Vysokotlaké hnětiče s tangenciálními hněťadly [16]

- **S do sebe zapadajícími hněťadly**

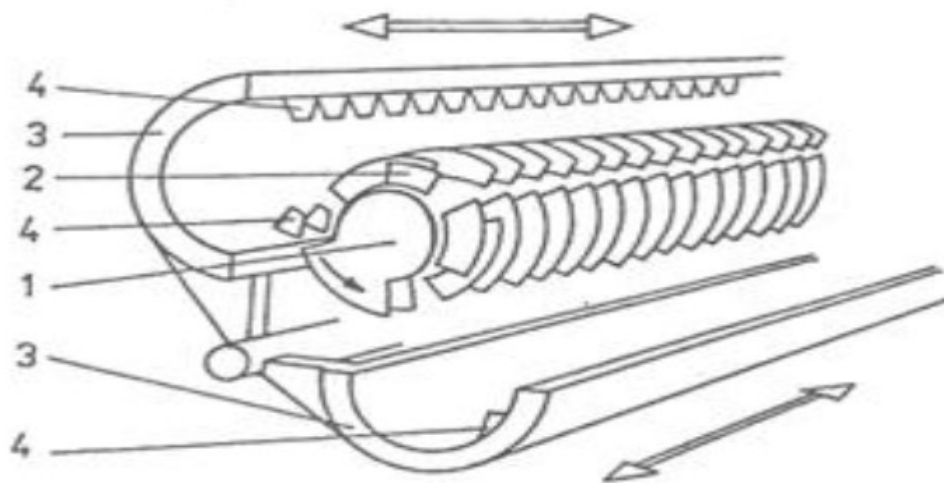
V tomto provedení se dráhy rotorů překrývají. Radiální vztah mezi rotory proto musí být trvale fixován, a oba rotory se pohybují stejnou rychlostí. Ve srovnání s tangenciálním systémem, který má vnitřní povrchovou plochu a průměr rotorů téměř stejné velikosti, tato konstrukce způsobuje zmenšený objem komory, ale poskytuje větší poměr plochy povrchu k objemu pro zlepšení chlazení. Regulace teploty je tak podstatně účinnější a je možný vyšší výkon při stejné maximální teplotě míchání. Do sebe zapadající hněťadla vedou k většímu intenzivnímu míchání, kde stupeň homogenity závisí na stupni smykového namáhání. Jsou vyráběny s volnými objemy v rozmezí od cca 0,3 do 550 litrů. Potřebný výkon je asi o 10–20 % vyšší než u tangenciálního hnětiče ekvivalentní velikosti. [15,16]



Obrázek 7: Vysokotlaké hnětiče s do sebe zapadajícími hněťadly [16]

Kontinuální hnětiče

Jsou šnekové stroje, kde šnek s mezerami v závitech kmitá v axiálním směru mezi zuby umístěnými na pouzdře. Zuby prakticky těsně kopírují celý povrch šneku, tím dochází ke smykovému namáhání, hnětení a homogenizaci materiálu. Kvůli snadnému čištění bývá plášť rozpůlen. [15,17] Kontinuální výroba kaučukových profilů je žádaná, protože zpracovává produkt při minimálních nákladech. Problém, který je třeba vyřešit u všech kontinuálních směšovacích systémů, je dosažení dobré dispergace s odpovídající distribucí složek ve směsi. Kontinuální hnětiče zpracovávají směs v jednom mísícím cyklu, proto musí být někdy přítomny všechny přísady použité v kaučukové směsi ve velmi malých množstvích. Většina kaučukových směsí obsahuje 7 až 20 přísad, proto je určitý stupeň předmíchání nezbytný, aby se předešlo nákladům spojeným s používáním samostatných podavačů pro každou přísadu. [1] Existuje mnoho typů strojů používaných pro kontinuální míchání. Skládají se v podstatě z válcových nebo obdélníkových prizmatických ocelových komor, ty obsahují jeden nebo více rotačních členů, které jsou schopné pumpovat a míchat materiál. Často používaným strojem je Farrel Continuous Mixer (FCM), který má do sebe nezapadající, protiběžná hnětadla se šnekovými a směšovacími sekcemi. [18]



Obrázek 8: Kontinentuální hnětič [15]

1 – šnek, 2 – přerušovaná šroubovice šneku, 3 – dělené pouzdro, 4 – zuby na pouzdře [15]

1.2 Zpracování kaučukové směsi

Poté, co je kaučuková směs smíchána, může být znovu válcována a přiváděna do kalandru nebo extrudéru. Tří nebo čtyřválcový kalandr se obecně používá pro nanášení směsi na

textilní tkaninu nebo ocelový kord. Extrudéry se používají pro tvarování směsi (běhounu pneumatiky). Například u výroby pneumatik se po kalandrování a vytlačování jednotlivé části spojí dohromady na konfekci. Součásti pneumatik se skládají ručně nebo automaticky na konfekčním stroji, kde jsou umístěny kalandrované vrstvy kostry, vnitřní vložka, poté pás a bočnice. Podobným způsobem se sestavují dopravní pásy, kde je každá kalandrovaná vrstva ručně umístěna přes druhou a následuje extrudovaný krycí materiál. [1] Při konstrukci polotovaru je důležitá dobrá lepivost. Lepivost je schopnost dvou nezesíťovaných vrstev pryže přilnout k sobě při kontaktu pouze s mírným tlakem aplikovaným po velmi krátkou dobu. U některých lisovacích operací může být příliš velká lepivost naopak problémem. Směsi na bázi přírodního kaučuku obvykle poskytují lepší lepivost než směsi na bázi jiných elastomerů. Také prostředí továrny (teplota a vlhkost) může mít velký vliv na lepivost. Někdy ji může zlepšit i důkladnější zpracování směsi během míchání. [29]

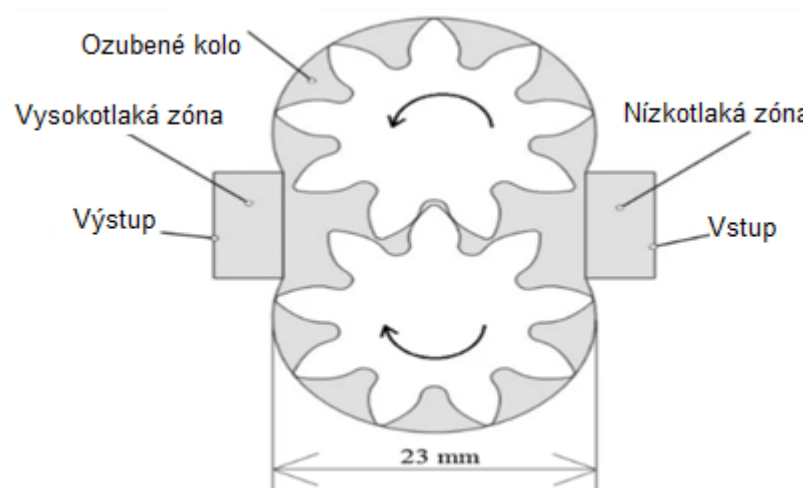
1.2.1 Extrudéry

Hlavními funkcemi extrudéru jsou zhuštění, homogenizace polymeru a jeho vytlačení do požadovaného tvaru přes hlavu umístěnou na konci šneku. Extruze je nejdůležitější metodou pro procesy tvarování. Při operaci dochází k vytlačování materiálu a jedná se o kontinuální proces používaný k výrobě hotových výrobků nebo polotovarů (fólie, desky, trubky, profily, izolace kabelů). [19] U vytlačovacích strojů je důležitý poměr mezi délkou šneku a jeho průměrem, který je označován jako L/D . Zásobování teplou směsí vyžadují jen nízké hodnoty L/D kolem 6 D , zatímco stroje zásobované studenou směsí potřebují větší hodnoty L/D (12 D). Používají se šneky až se 24 D . [10] Během extruze je důležité kontrolovat řízení narůstání materiálu za hubicí pro udržení dobré rozměrové stability extrudátu. Rozsah narůstání je velmi závislý na použité smykové rychlosti. Jestliže se na kaučukovou směs během vytlačování použije vyšší smyková rychlost, bude velikost výsledného narůstání za hubicí větší. Velikost smykové rychlosti aplikované na kaučukovou směs je určena geometrií hubice a rychlostí šneku extrudéru. Vždy existují limitující faktory, které omezují rychlost vytlačování a rychlost výroby. Například příliš vysoká rychlost vytlačování způsobí větší množství zahřívání, které nakonec chladicí systém nebude schopen zvládnout. Příliš vysoký nárůst teploty může vést k navulkanizaci a souvisejícím problémům se vzhledem. Dalším limitujícím faktorem může být lom. K lomu dochází, když je kaučuková směs vytlačována nad její kritické smykové napětí, kde začínají i problémy se vzhledem. Problémy se vzhledem (např. drsnost povrchu extrudátu) mohou mít za následek odmítnutí zákazníkem kvůli kvalitě, což vede k vysokým finančním ztrátám. Těmto problémům se lze

vyhnout udržováním rychlostí extruze výrazně pod kritickým smykovým napětím, použitím extrudéru s delší komorou, nebo přidáním zubového čerpadla. [31]

Zubové čerpadla

Problémem vytlačovacích operací může být pulzace materiálu, který se dá vyřešit zubovými čerpadly. Pomocí nich je výkon extrudéru bez pulzací, a tím se prodlužuje životnost celého stroje. Zubová čerpadla jsou objemová zařízení, která se obvykle instalují mezi extruder a jeho hubici. Skládají se ze dvou hřídelí se zabírajícími ozubenými koly, kde kaučuková směs protéká a promazává se čerpadlem. Použití zubového čerpadla ke zvýšení tlaku klade menší nároky na extrudér a vede ke zvýšenému výkonu. Některá čerpadla umožňují vyjmutí jednotlivých součástí za účelem čištění obsluhou. [30]



Obrázek 9: Zubové čerpadlo [32]

Druhy extrudérů:

- **Jednošnekové**

Základní částí je pohyblivý šnek, který se otáčí uvnitř komory, kde dochází k míchání, stlačení a odplynění směsí. Proces spočívá ve vytvoření tlaku ve směsi, aby mohla být protlačena hlavou nebo vstříknuta do formy. Kaučukové šneky mají velmi krátký L/D poměr, díky proměnlivému stoupání dochází ke stlačování směsi. Kompresní poměr je poměr objemů jednoho závitu na vstupu a výstupu. Výhody jsou mechanická jednoduchost a snadná automatizace. Nevýhodou je omezená homogenizace. [11]

Šneky pro zpracování elastomerů

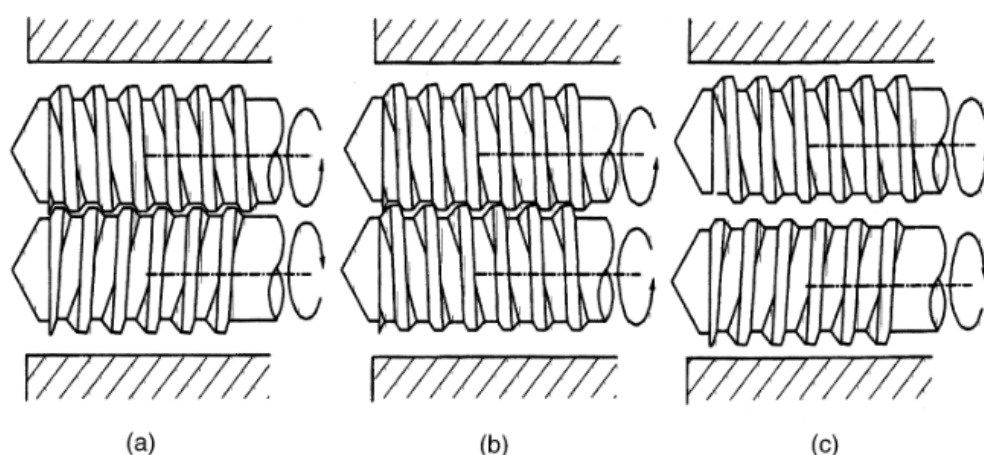


| | |
|---------------------|--------------------------------|
| Typická délka (L/D) | 14:1 |
| Kompresní poměr | 1 až 1,5:1 |
| Poznámka | Možná mírná komprese materiálu |
| Materiály | Elastomery |

Obrázek 10: Šnek pro zpracování elastomerů [18]

- **Dvoušnekové**

Skládají se ze dvou šneků v komoře s průřezem ve tvaru osmičky. Jsou klasifikovány podle stupně, kterým do sebe zapadají šneky a směrem jejich otáčení. V případě vytlačování profilu se používají protiběžné, těsně do sebe zapadající šneky, protože jejich přenosové vlastnosti umožňují zpracování obtížně podávatelných materiálů (prášků, kaučuků atd.) s kratší dobou v extrudéru. Tok materiálu je velmi složitý a je obtížné jej matematicky popsat. Z tohoto důvodu není simulace procesů tak dobře vyvinuta jako pro jednošnekové extrudéry. Je proto komplikované odhadovat výkon extrudéru na základě vlastností polymerů a zpracovatelských podmínek. Proto jsou dvoušnekové extrudéry konstruované v modulech, kde lze změnit pořadí šroubových prvků. Velká část konstrukce dvoušnekových extruderů je provedena empiricky. Lze použít kombinaci šneků s prvky hnětacích bloků k provedení dané operace. Rozměry se pohybují od 25 do 244 mm. Poměr L/D se pohybuje od 39 do 48 D. U většiny lze délku upravit podle potřeby díky své konstrukci. [20]

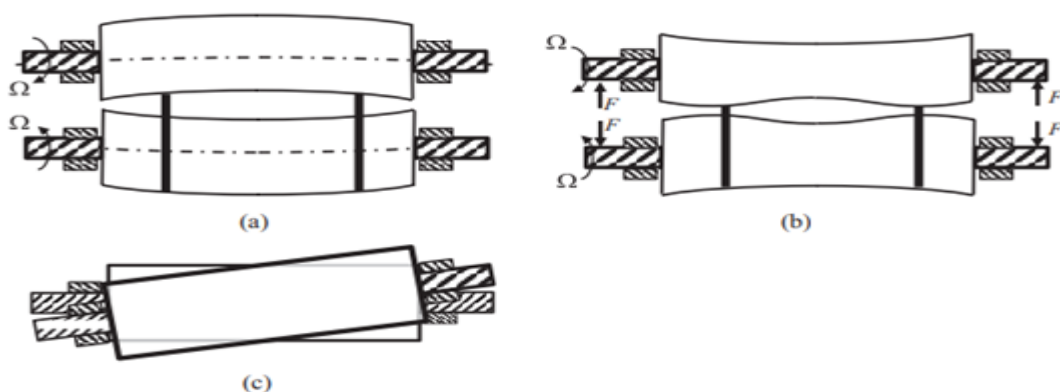


Obrázek 11: Uspořádání dvoušnekových extruderů [20]

- Protiběžné do sebe zapadající šneky*
- Souběžné do sebe zapadající šneky*
- Protiběžné do sebe nezapadající šneky*

1.2.2 Kalandry

Kalandry pro zpracování kaučuku se skládají minimálně ze tří válců, u kterých lze nastavit mezeru, rychlost a teplotu. Stejně jako extrudér zpracovává směs, která byla smíchána v hnětiči nebo na dvouválci. Kalandrování je vhodné pro výrobu kontinuální desky, fólie uniformní tloušťky nebo pro nanášení pryžové směsi na textilie. Ocelové kordy jsou potaženy tímto způsobem pro výrobu pláten používaných při konstrukci pneumatik a dopravních pásů. [21] V průběhu zpracování materiálu může docházet k deformaci válce způsobenou tlakem, a to vede k větší tloušťce filmu v jeho středu oproti okraji. Použitím zakřivených válců s průměrem ve středu mírně větším (o několik stovek mikrometrů), než na jeho okraji může korigovat tuto změnu tloušťky. Výhodnější řešení je využití protimomentu válců nebo mírné vychýlení os rotace dvou válců. Tyto techniky zmenšují mezeru mezi dvěma válci ve středu a zvětšují ji na okraji. V některých případech lze zakřivení, ohýbání a nesouosost válců kombinovat. [19]



Obrázek 12: Deformace a korekce válců [19]

- a) *Elastická deformace na válcích*
- b) *Korekce pomocí protimomentu*
- c) *Korekce pomocí nesouososti válců*

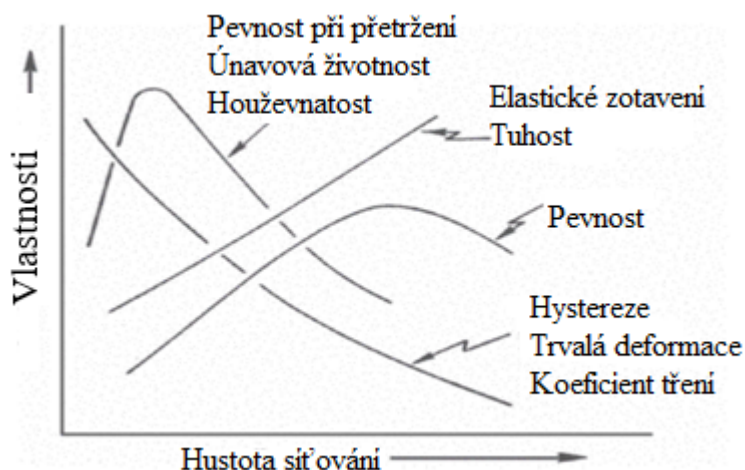
Při kalandrování mohou vznikat problémy s tvorbou puchýřů, které samozřejmě zhoršují kvalitu produktu. Ke snížení nebo odstranění puchýřů je nutná kontrola složek směsi, zda neobsahují vlhkost a jiné těkavé látky. Také je potřeba při válcování používat malý třecí poměr a zmenšit tloušťku přísunu směsi k mezeře válců. Další problém je špatné uvolňování kaučukového materiálu z kalandru, to může způsobit značné potíže s kvalitou. Řešením pro lepší uvolňování je udržování optimální teploty válců kalandru, nebo přidáním malého množství ataktického polyethylenového vosku s nízkou molekulovou hmotností. [31]

2 VÝROBA PRYŽOVÉHO VÝROBKU

Poslední operací při výrobě pryžového výrobku je vulkanizace. Způsobuje velmi významné změny materiálu na molekulární úrovni. V důsledku zesítnění se pryž v podstatě stává nerozpustná v rozpouštědlech a nemůže být dále zpracována žádným způsobem, který vyžaduje tok materiálu. Je tedy nezbytné, aby docházelo pouze k vulkanizaci poté, co je výrobek ve svém konečném tvaru. [21]

2.1 Vulkanizace

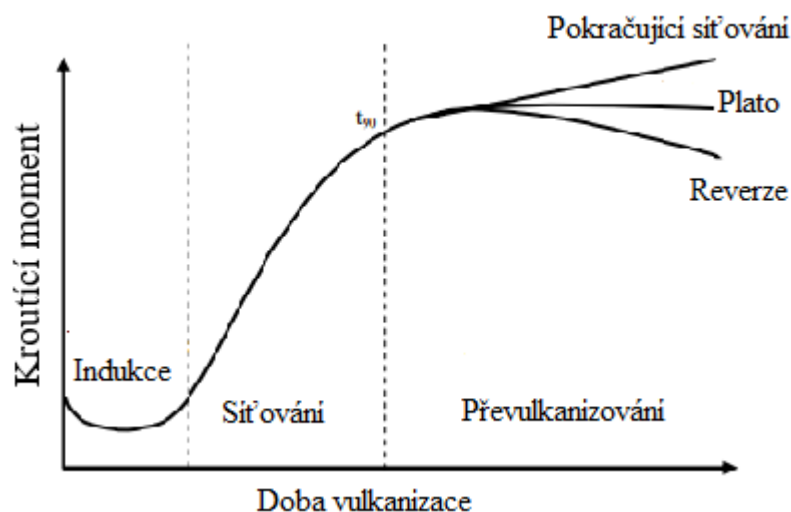
Při vulkanizaci z kaučuku, který je plastický a tvarovatelný, vzniká pryž, která je pružná a elastická. Zvyšuje se pevnost v tahu, modul (tuhost), tvrdost, odolnost proti oděru a odraz. Snižuje se prodloužení, hystereze, deformace při stlačení a rozpustnost. Kromě pevnosti při přetržení a tahu, které se obvykle řídí specifickou optimální hustotou síťování, změny vyvolané vulkanizací jsou úměrné počtu příčných vazeb a jejich délce. Nadměrné zesítnění může přeměnit elastomer na tvrdou křehkou pryž. Delší polysulfidové příčné vazby zlepšují únavové vlastnosti a pevnost při přetržení a tahu. Kratší zesíťování poskytuje lepší oxidační a tepelnou stabilitu a nižší deformaci tlakem. Statický modul roste s vulkanizací ve větší míře než dynamický modul. Dynamický modul je kombinací viskózního a elastického chování, zatímco statický modul je z velké části měřítkem pouze elastické složky reologického chování. [6,21]



Obrázek 13: Graf – Závislost vulkanizačních vlastností na hustotě síťování [21]

Vlastnosti uvedené na obrázku nejsou ovlivněny pouze hustotou síťování, ale i typem zesítnění, polymerem, plnivem a jeho množstvím. [21]

Stupeň zesíťování vulkanizátů se běžně určuje pomocí vulkametru, který vykresluje změnu krouticího momentu jako funkci času, jak je znázorněno na obrázku 14. Z procentuálního nárůstu grafu lze vypočítat procento síťování. Tento graf také ukazuje tři hlavní oblasti vulkanizace pryže. První je indukční perioda, během které dochází k tvorbě urychlovacího komplexu. Druhým časovým obdobím je doba, ve které vznikají sítě. Síťové struktury mohou zahrnovat příčné vazby, cykly, modifikaci hlavního řetězce, izomerizaci atd. Třetím režimem je převulkanizování. Během této doby dochází k dokončování sítě. Tři různé křivky v této oblasti představují pokračující zesíťování (horní křivka), které je také označováno jako modul dotvarování, žádná změna (střední křivka) a reverze (spodní křivka), což je degradace sítě. [22] Reverze je termín obecně používaný pro ztrátu síťových struktur neoxidačním tepelným stárnutím. Obvykle je spojena s izoprenovými kaučuky vulkanizovanými sírou. Může to být důsledek příliš dlouhé doby vulkanizace nebo stárnutí za tepla. Vyskytuje se ve vulkanizátech obsahujících velké množství polysulfidických příčných vazeb. [21]



Obrázek 14: Graf – Závislost krouticího momentu na vulkanizačním čase [23]

2.2 Lisování

Lisování je posledním krokem zpracování a jedná se o cyklický proces tvarování. Polotovar se zahřívá v prostoru tvarovaném formou, ve kterém probíhá vulkanizace. Rychlost a hustota síťování jsou důležité faktory, které je třeba kontrolovat. Existují různé způsoby vulkanizace, všechny v závislosti na přítomnosti nebo zavedení reaktivních míst pro síťovací reakci. V přírodním (NR), styren-butadienovém (SBR), ethylen-propylen-dienovém (EPDM), butylovém (IIR) a nitrilovém kaučuku (NBR) jsou tato reaktivní místa olefinické dvojitě vazby. [24]

Problémy u lisování:

- **Vytahování výrobku z formy**

Dosažení dobrého uvolnění výrobku z formy po lisování je velmi důležité. Špatné vytahování může snížit produktivitu nebo poškodit výrobek. Jednou z možných metod zlepšení uvolňování je předběžná úprava formy teflonovým povlakem, nebo se silikonové spreje a jiná separační činidla můžou aplikovat přímo na povrch formy. Tyto možnosti mohou zmenšit přilnavost polotovaru k formě. [31]

- **Znečištění formy**

Znečištěním povrchu formy v důsledku opakovaného procesu lisování vznikají další problémy. Velké znečištění formy způsobuje přenos nadměrného znečištěného materiálu na povrch lisovaného dílu, což může způsobit vady se vzhledem nebo kvalitou. Také může způsobit interferenci s přenosem tepla a vznik nepravidelného povrchu zesíťovaného pryžového dílu. Po určité době procesu je nutné provést různé čisticí postupy s otryskáváním pevnými částicemi, aby se odstranily všechny nečistoty. Tyto postupy jsou časově náročné a nákladné. Někdy pomůže lisování při nižší teplotě po delší dobu nebo pouhé použití forem vyrobených z lepší třídy oceli. Dokonce i výběr základního elastomeru pro směs může značně ovlivnit tendenci kaučukové směsi zanášet formu. Například směsi na bázi přírodního kaučuku mohou mít vysoký sklon k zanášení forem oproti směsím na bázi polybutadienu. [31]

- **Předčasná vulkanizace**

V tomhle případě dochází k vulkanizaci dříve, než je tok kaučuku ve formě dokončen. Výsledkem jsou zdeformované nebo neúplně tvarované díly. Důvody můžou být nerovnoměrné teploty ve formě, vulkanizace při příliš vysoké teplotě nebo dlouhém času. Předcházet tomu lze rovnoměrným od vzdušněním forem, použitím vulkanizačního činidla s vyšší teplotní reakcí, které sníží viskozitu polotovaru. U jednoduchých tvarů lze využít vysoké teploty formy s krátkými cykly, ale se složitými polotovary může být nutná nižší teplota a delší cykly. U tlakového lisování se zvýšením tlaku zvýší tok materiálu, a může se tak také předejít předčasné vulkanizaci. [34]

- **Vtažený přetok**

Jedná se o deformaci lisovaného výrobku v místech, kde je dělicí část formy a stává se hlavně u tlakového lisování. Obvykle jde o podélnou nedokonalost, při které se pryž přilehla

k dělicí linii smršťuje pod úroveň výlisku, nebo je natržena. Vada může být způsobena otřepy nebo drsností povrchu oddělovací hrany formy, deformací formy, která se nezavírá úplně, nebo lisováním při příliš vysoké teplotě. Dále může být způsoben náhlým uvolněním vnitřního tlaku při otevření formy. Z toho vyplývá, že předejít problémům lze udržováním hladké a čisté plochy forem, opatrnou manipulací při výměně forem a dodržováním předepsané teploty. [34]

- **Pórovitost**

Pórovitost neboli bublinky tvořící se v kaučukové směsi je běžný problém s kvalitou, který může být velmi drahý a způsobit vznik velkého množství odpadu. Pokud se polotovar sítuje pod dostatečným tlakem po dostatečně dlouhou dobu, lze se tomu mnohokrát vyhnout. To však není vždy možné, proto je třeba učinit další kroky, aby se předešlo pórovitosti. Určení, kde se během procesu vyskytuje bod vzniku, a stanovení správné doby procesu představuje jeden způsob minimalizace pórovitosti. Dalším způsobem, jak minimalizovat poréznost ve vulkanizovaném pryžovém produktu, je postupné sítování v autoklávu. [31]

- **Zachycený vzduch**

Vzduch zachycený ve formě nebo ve směsi může způsobit měkké a zabarvené oblasti na povrchu nebo v příčném řezu lisovaného dílu z důvodu neúplné vulkanizace. Je to způsobeno určitou ztrátou vulkanizačního činidla kvůli reakci se vzduchem. Řešením je lepší odvzdušnění formy, zvýšení dávky vulkanizačního činidla nebo použitím vysokoteplotní vulkanizačního činidla, které je méně reaktivní se vzduchem. [34]

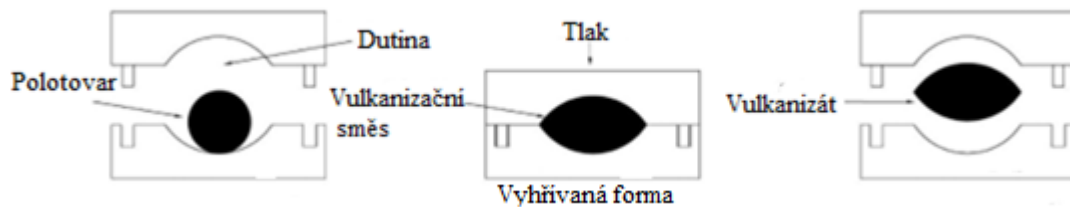
- **Odbarvení povrchu**

Obvykle dochází k odbarvení povrchu lisovaného dílu z nadměrného nahromadění separačního prostředku (např. silikonu) z formy nebo nadměrného prachu a nečistot na polotovaru. Je proto nutné skladovat polotovary v čistém prostředí a separační prostředky používat střídavě. [34]

2.2.1 Tlakové lisování

Tlakové lisování začíná umístěním správně tvarovaného polotovaru do dutiny formy. Forma, která je upevněna v hydraulickém lisu, se poté uzavře a začne proces lisování. Pod určeným tlakem a teplotou materiál teče a zcela vyplní dutinu formy. Po přesně stanoveném čase dojde k vyjmutí výrobku z formy. [11] U pneumatik se polotovar umístí do forem lisu s membránou, kde se tvaruje a sítuje při zvýšených teplotách pod tlakem. Další produkty, jako

jsou hadice a válečky, jsou někdy vulkanizovány v autoklávech tlakem páry. Vulkanizační teploty se mohou obecně pohybovat od 100 °C do více než 200 °C. Vyšší teploty znamenají kratší cykly. Mnoho výrobků se proto lisuje při vyšších teplotách za předpokladu, že nedojde k tepelné degradaci. Lisuje se pod tlakem, aby se zabránilo tvorbě plynů a poréznosti. [25]

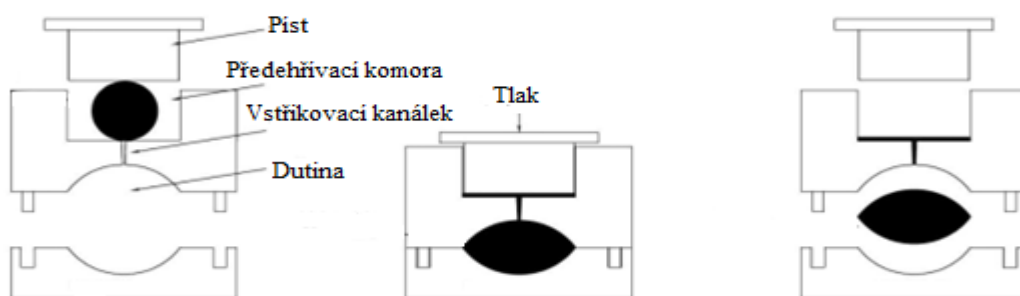


Obrázek 15: Proces tlakového lisování [28]

1. Krok: Do vyhřáté formy je vložen tvarovaný polotovár.
2. Krok: V zavřené formě probíhá pod tlakem síťování.
3. Krok: Po dokončení procesu se forma otevře a vytáhne se konečný produkt.

2.2.2 Nepřímé lisování – přetlačování

Přetlačování je podobné tlakovému lisování, materiál je však nejprve umístěn do přetlačovací komory před vstupem do formy. V rámci přetlačování lze použít více dutin, protože materiál vstupuje do formy až po jejím uzavření. Doba procesu je kratší, protože v tokových kanálcích dochází k smykovému proudění. Způsob umožňuje výrobu složitějších dílů než jaké lze vyrobit lisováním. Po vulkanizaci a otevření se části formy musí vyčistit. Vulkanizace je relativně rovnoměrná a je možný vysoký počet dutin. Nicméně je zde vysoké procento odpadu. [26,27]

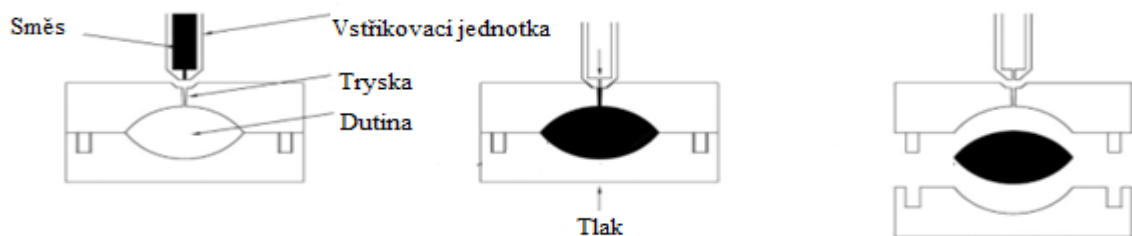


Obrázek 16: Proces nepřímého lisování [28]

1. Krok: Do předehřívací komory je vložen materiál.
2. Krok: Do vyhřáté formy je přetlačován materiál vstřikovacími kanálky.
3. Krok: Po dokončení procesu se forma otevře a vytáhne se konečný produkt.

2.2.3 Vstříkování

Vstříkování se používá pro hromadnou výrobu tvarově složitých předmětů. Vstříkovací stroj se skládá ze vstříkovací jednotky a formy. U elastomerů je materiál vstříkován za tepla do formy, kde probíhá síťování. [19] Je podobný přetlačování v tom, že kaučuková směs je vtlačena do uzavřené dutiny formy přes trysku. Směs je přiváděna do vyhřívaného válce a pomocí šneku zpracovávána. Šnek se pak pohybuje dopředu jako píst a stlačuje směs tryskou do dutiny formy. Výsledkem je, že materiály mohou být vulkanizovány ve velmi krátkých časech, mají lepší rozměrovou přesnost a menší procento odpadu. Vstříkování je obvykle neefektivnějším způsobem formování pryžových výrobků. [11]



Obrázek 17: Proces vstříkování [28]

1. Krok: Do vyhřáté zavřené formy je vstříkovací jednotkou přes trysku vstříkován plastický materiál.
2. Krok: V zavřené formě probíhá pod tlakem síťování.
3. Krok: Po dokončení procesu se forma otevře a vytáhne se konečný produkt.

U vstříkování je velký prostor pro chyby. Problémy s kvalitou vstříkovaných výrobků se mohou pohybovat od drobných povrchových vad až po vážnější problémy, které mohou ovlivnit bezpečnost, výkon a funkci výrobku. Mohou být způsobeny problémy souvisejícími s procesem lisování, použitou směsí, konstrukcí nástrojů nebo kombinací všech tří. [35]

Mezi hlavní problémy se řadí:

- **Nedostatečný vstřík**

Jedná se o neúplné vyplnění dutiny formy, jehož výsledkem je vadný vstříkovaný pryžový díl. Existuje několik možných řešení tohoto problému. Někdy je materiál příliš viskózní, nebo je forma příliš studená na to, aby umožnila materiálu zcela zaplnit formu před ochlazením. Jindy mohou zachycené vzduchové kapsy bránit správnému průtoku, nebo může být vstříkovací tlak nedostatečný. Řešením může být vyšší rychlost toku a zvýšení teploty materiálu nebo formy a zvýšení rychlosti vstříku, tlaku u dotlaku nebo doby vstříkování. [33,35]

- **Smrštění**

Častým problémem při výrobě pryžových výrobků je skutečnost, že lisované pryžové díly vždy vycházejí z formy menší, než je dutina formy. Možné řešení je udržovat dostatečný polštář, zvětšit velikost dutiny formy nebo tlak a dobu dotlaku. [35]

- **Otřepy**

Otřepy vznikají jako přebytek materiálu, který se jeví jako výstupek na okraji součásti. Vzniká, protože materiál vytekl mimo zamýšlené průtokové kanály do prostoru mezi formami. Jedná se obvykle o drobnost, ale otřepy mohou být považovány i za hlavní vadu, je-li na výrobku zvláště patrná. Oprava lisovaného produktu se často řeší ořezáním přebytečného materiálu. Nejčastějšími důvody jsou špatně navržená nebo opotřebovaná forma, příliš vysoká teplota formy nebo vysoký vstříkovací tlak. Také si může materiál protékající dutinami formy protlačit cestu mezi formami, když je upínací síla desky nedostatečná. Mezi běžné řešení patří použití většího lisu, zvýšení upínací síly a snížení špičkového tlaku v dutině formy. [33,35]

- **Křehkost**

Křehkost může být důsledkem kratších délek molekulových řetězců. To zhoršuje fyzickou integritu vstříkovaného pryžového dílu, což má za následek praskliny. Možné řešení jsou zvýšení rychlosti plnění vstříku, teploty formy a doby chlazení. [35]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 PŘÍPRAVA KAUČUKOVÉ SMĚSI

V praktické části byl sledován vliv procesu míchání na vlastnosti směsi a vulkanizátu. U zpracované směsi byla měřena viskozita Mooney a vulkanizační křivka u vulkanizátů proběhly zkoušky tvrdosti, odrazové pružnosti, dispergace, tahové a strukturní pevnosti. Byly naváženy 3 navážky směsi v různém stupni plnění – směs 1 po 4 dávkách pro míchání při standardně zaplněné komoře hnětiče (faktor plnění 73 %), směs 2 pro míchání v málo zaplněné komoře (faktor plnění 60 %) a směs 3 pro míchání v přeplněné komoře (faktor plnění 80 %) po 1 dávce. Složení směsi v dílech na sto dílů kaučuku (DSK) je znázorněno v tabulce 1. Hustota u všech směsí je stanovena na $1,15 \text{ g.cm}^{-3}$.

3.1 Složky a navážky

- **STR 20** – Přírodně koagulovaný kaučuk původem z Thajska, je klasifikován podle přesných technických parametrů, jako jsou obsah nečistot, popela, dusíku a těkavých látek.
- **Saze N220** – Zlepšují odolnost proti opotřebení a zamezují vzniku trhlin.
- **6PPD** – Organická chemikálie, která se používá jako antiozonant a antioxidant.
- **TMQ** – Antioxidant, druh univerzálního činidla proti stárnutí na bázi amoniaku.
- **ZnO** – Oxid zinečnatý a sterin působí jako aktivátor vulkanizace. Dodává směsím pevnost a zlepšuje jejich odolnost proti teple, oděru a pomáhá chránit před degradací ultrafialovým zářením.
- **Stearin** – Organická látka, která zlepšuje účinnost urychlovačů.
- **Olej parafinický** – Zlepšuje elastické vlastnosti směsi a snadnější zpracovatelnost bez nebezpečí navulkanizování.
- **Vosk** – Zlepšuje odolnost vůči ozónu.
- **CBS** – Akcelerátor se zpožděným účinkem, zvyšuje u vulkanizátů modul a pevnost v tahu.
- **Síra OT33** – Vulkanizační činidlo, zlepšuje odolnost proti únavě a stárnutí.

Tabulka 1: Složení sledované směsi. Jednotlivé suroviny jsou uvedeny v DSK.

| 1. stupeň | |
|-------------------------|------------|
| Složka | DSK |
| STR 20 | 100 |
| Saze N220 | 60 |
| 6PPD | 2 |
| TMQ | 2 |
| ZnO | 3 |
| Stearin | 1 |
| Olej parafinický | 6 |
| Vosk | 2 |
| Celkem | 176 |
| 2. stupeň | |
| Složka | DSK |
| 1. stupeň | 176 |
| CBS | 1,5 |
| Síra OT33 | 3 |
| Celkem | 181 |

3.2 Zpracování směsí

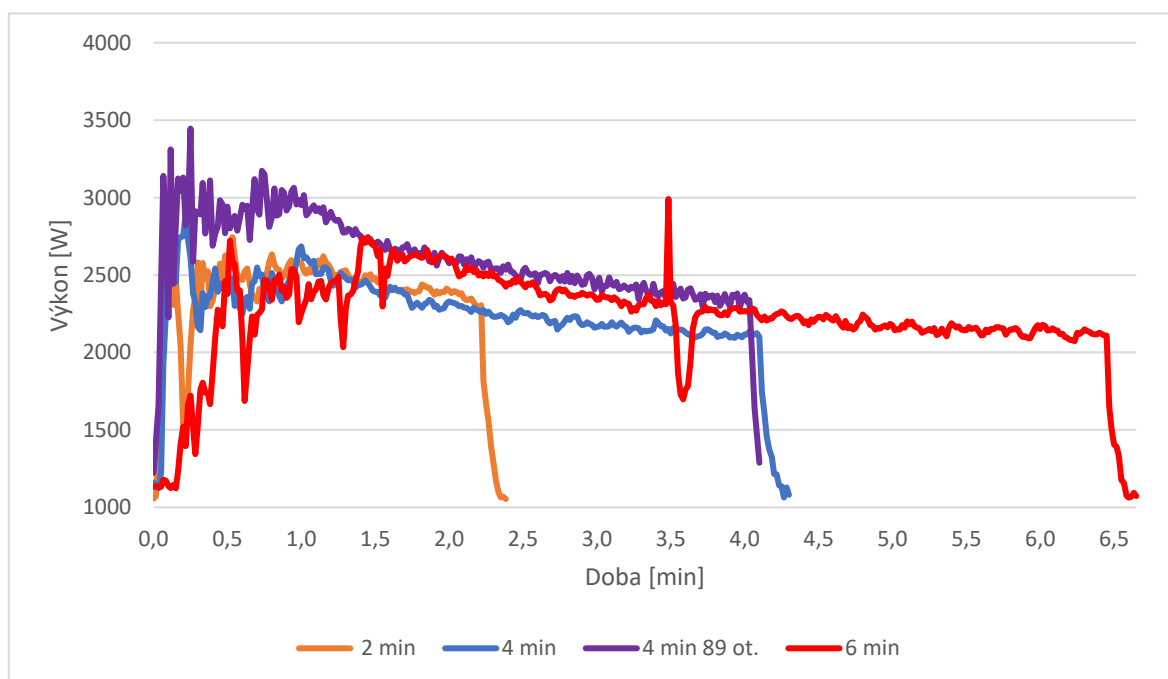
Kaučuk STR 20 v množství pro všechny potřebné navážky byl nalámán na dvouválci (Farrel G-2603 150×330 mm) po dobu 7 minut při teplotě válců 50 °C a při otáčkách za minutu na předním válci 15 a zadním 18. Poté byl navážen do jednotlivých směsí. Směs byla připravována dvoustupňově na hnětiči (Pomini Farrel, objem 0,41 l) při teplotě 50 °C, viz tabulka 2. Při plnění se nejprve vložil sáček se sazemi a olejem, poté sáček s přísadami a nakonec samotný kaučuk. Z grafů (obrázky 18 a 19) je patrný vysoký výkon u začátků zpracování, což je způsobeno mastikací kaučuku a přidáním plniva, postupně s časem se u disperzního míchání výkon snižuje. Tento postup byl zvolen, aby se co nejvíce projevil

proces míchání. Po dokončení se směs vložila pouze na jednu otočku do dvouválce pro získání uniformního tvaru a nechala odležet. Po odležení probíhalo míchání 2. stupně v hnětiči. Nejprve se vložila část směsi, poté sáček s CBS a sírou a nakonec zbytek směsi. Hnětení probíhalo po dobu jedné minuty a po dokončení se na dvouválci každá směs znovu homogenizovala po dobu 4 minut s mezerou mezi válci 0,7-1,3 mm.

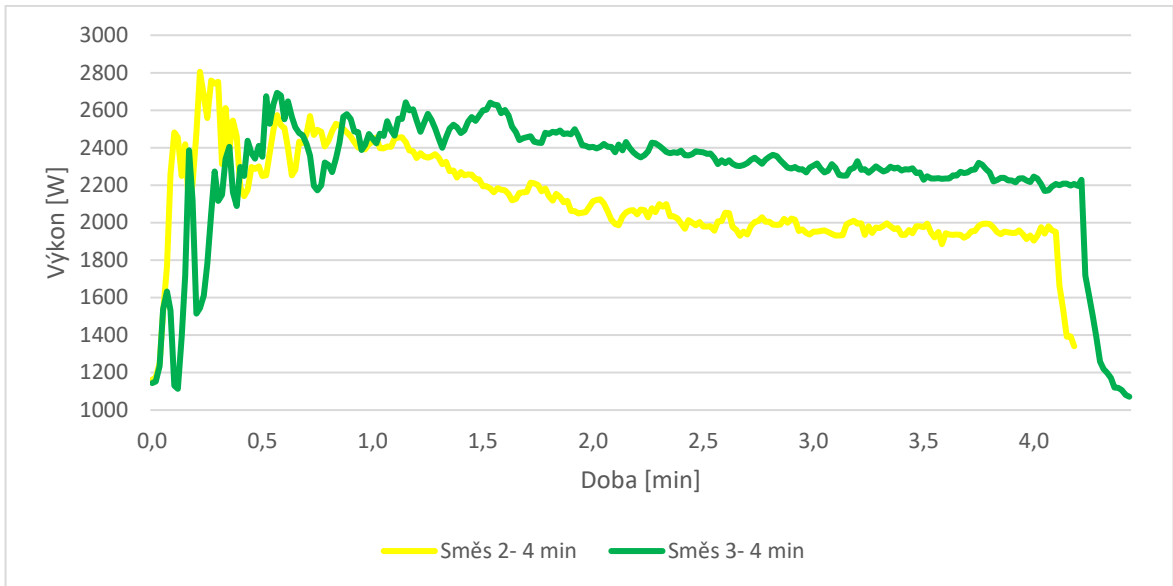
Tabulka 2: Zpracování směsi

Doby zpracování se počítají od přidání všech látek do hnětiče.

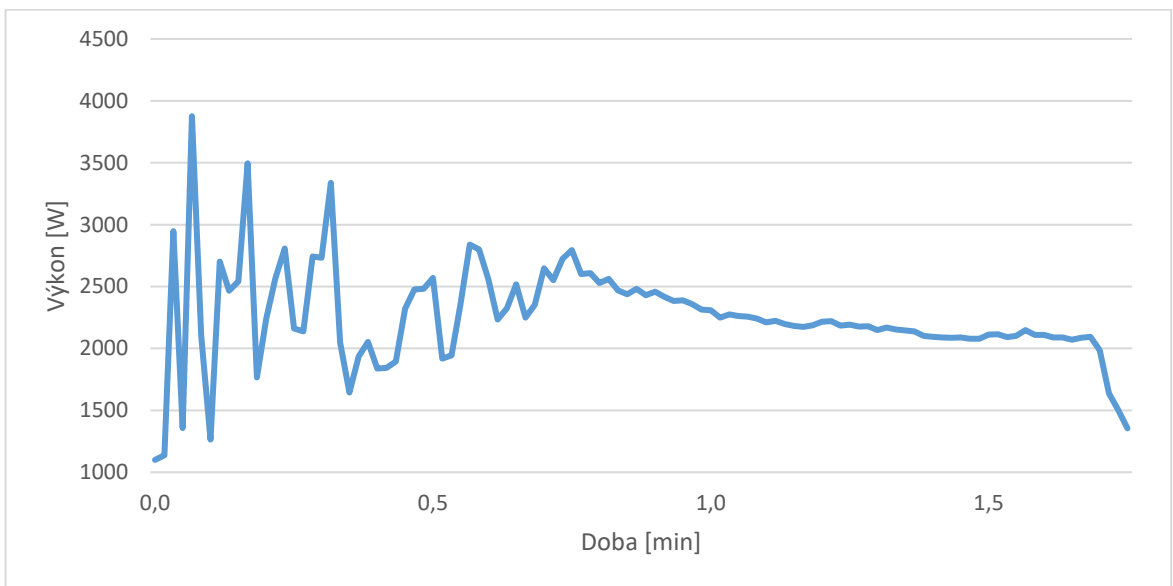
| Dávka | 1. stupeň | |
|------------------|---------------|--------------------|
| | Doba [min] | Otáčky [ot/min] |
| Dávka 1 - Směs 1 | 2 | 59 |
| Dávka 2 - Směs 1 | 4 | 59 |
| Dávka 3 - Směs 1 | 4 | 89 |
| Dávka 4 - Směs 1 | 6 | 59 |
| Dávka 5 - Směs 2 | 4 | 59 |
| Dávka 6 - Směs 3 | 4 | 59 |



Obrázek 18: Graf – zpracování směsi 1 v hnětiči



Obrázek 19: Graf – zpracování směsí 2 a 3 v hnětiči



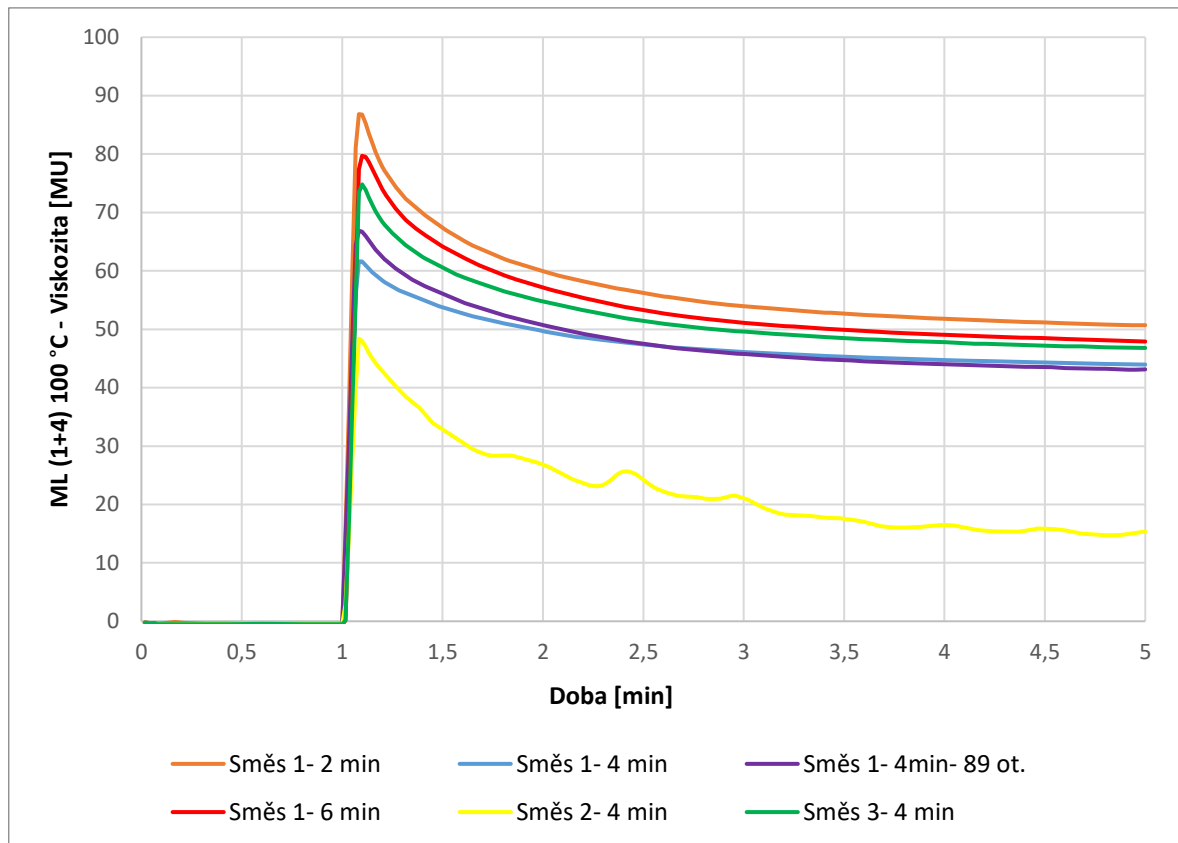
Obrázek 20: Graf – 2. stupeň zpracování v hnětiči směsi 1 (4 min)

3.3 Viskozita Mooney

Měření probíhalo na přístroji Alpha technologies – Premier MV, typ zkoušky ML (1+4) 100 °C (1 min předeřtí, 4 min doba testu), u vzorků směsí po zpracování v hnětiči a dvouválci. Při porovnání hodnot z grafu (obrázek 21) a tabulky 3 je patrné, že nejmenší viskozitu má směs 2 a největší směs 1, která byla zpracována po dobu 2 min. U časů zpracování 2,4 a 6 minut u směsi 1 má doba 2 min nejvyšší počáteční vrchol i průměrnou viskozitu, u času 4 min hodnoty klesají a zpracování po dobu 6 min viskozitu opět zvyšuje. U směsí 2 a 3 je razantně vyšší viskozita u zpracování při přeplněné komoře. V porovnání otáček směsi 1 je u vyšších otáček větší počáteční vrchol, ale průměrná hodnota je mírně menší. Při zkoušce ML (1+4) 100 °C tedy doba 4 min zpracování, nižší faktor plnění a větší otáčky snižují průměrnou viskozitu Mooney.

Tabulka 3: Viskozita Mooney

| | Počáteční vrchol [MU] | ML (1+4) [MU] |
|------------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| Směs 1 (2 min) | 86,83 | 50,68 |
| Směs 1 (4 min) | 61,63 | 43,94 |
| Směs 1 (6 min) | 79,69 | 47,92 |
| Směs 2 (4 min) | 48,40 | 14,72 |
| Směs 3 (4 min) | 74,81 | 46,78 |
| Směs 1 (4 min 89 ot.) | 66,87 | 43,08 |



Obrázek 21: Viskozita Mooney

3.4 Vulkanizační křivka

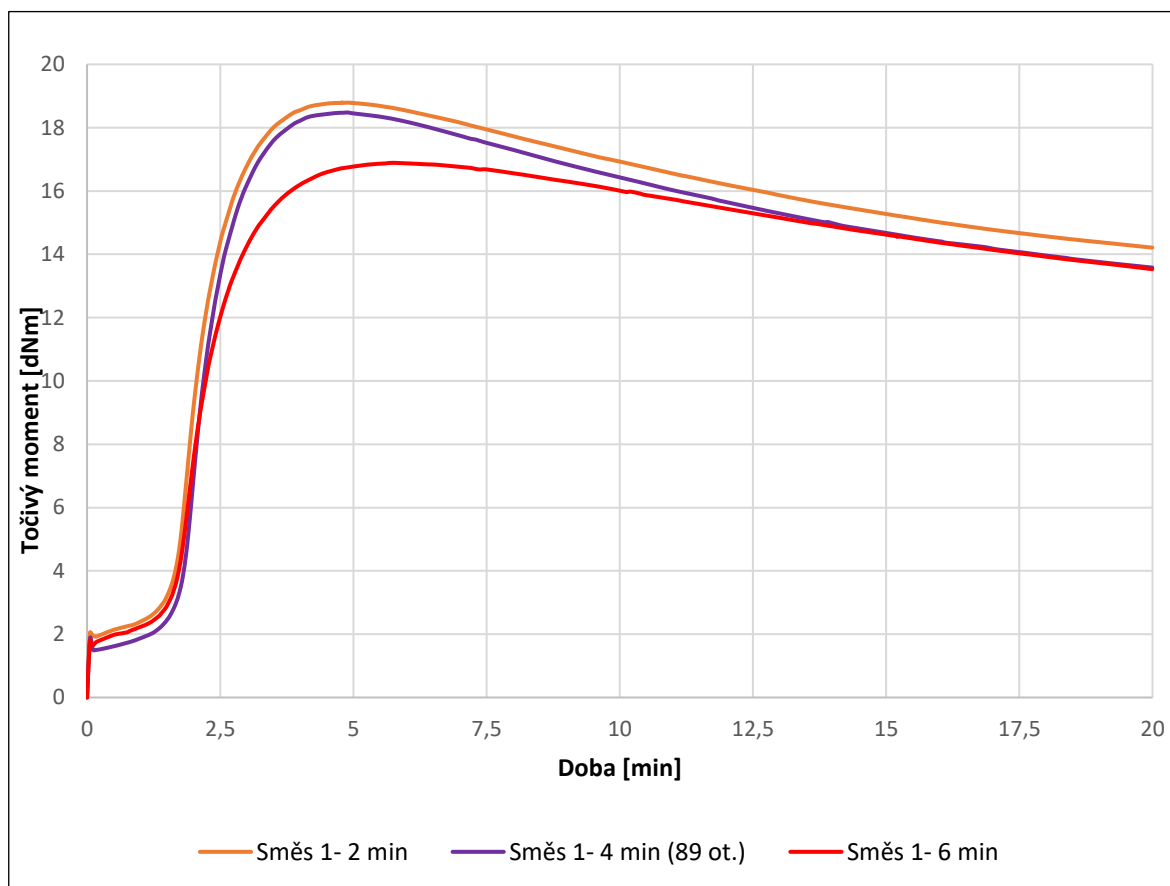
Měření probíhalo na reometru Premier MDR (Alpha Technology) u vzorků směsí po zpracování v hnětiči a dvouválci. Graf (obrázek 22) ukazuje, že největší kroutící moment je u směsi 2, tj. u málo zaplněné komory. Nejnižší kroutící moment má směs, která byla zpracovávána 6 min. U směsi 1 s časy 2, 4 a 6 min se snižuje kroutící moment s délkou zpracování. V porovnání směsí 1, 2 a 3 nižší faktor plnění zvyšuje maximální kroutící moment. Větší otáčky zde mají vliv na zvýšení kroutícího momentu. Z toho vyplývá, že větším faktorem plnění, nižšími otáčkami a delšími časy zpracování se kroutící moment snižuje.

Z křivek (obrázek 22) jsou odečteny parametry (tabulka 4), kde je:

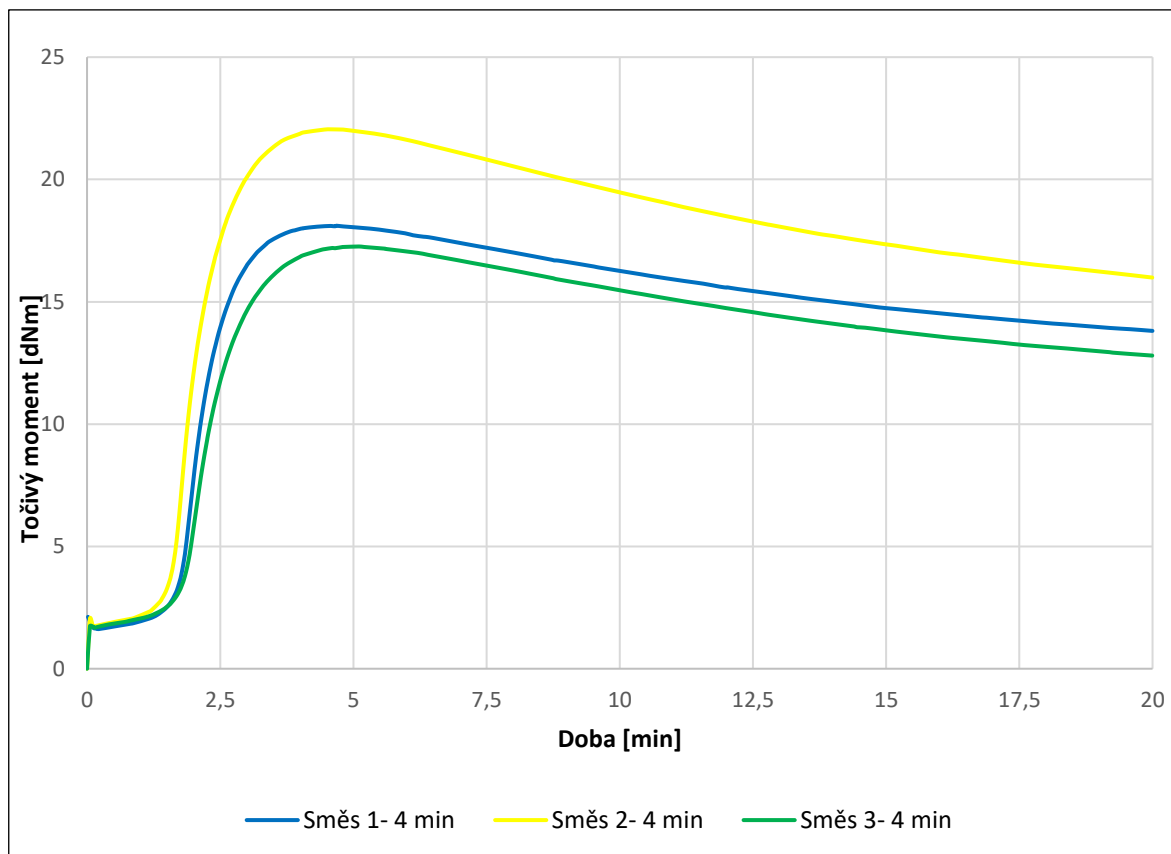
- M_L – minimální kroutící moment,
- M_H – maximální kroutící moment,
- t_{s2} – doba bezpečnosti kaučukové směsi,
- t_{90} – optimální doba vulkanizace.

Tabulka 4: Přehled vulkanizačních křivek

| Dávky | M_L [dNM] | M_H [dNm] | t_{s2} [min] | t_{90} [min] |
|------------------------|----------------|----------------|-------------------|-------------------|
| Směs 1 (2 min) | 1,92 | 18,8 | 0,5 | 3,1 |
| Směs 1 (4 min) | 1,62 | 18,11 | 0,8 | 3 |
| Směs 1 (6 min) | 1,64 | 16,89 | 0,5 | 3,5 |
| Směs 2 (4 min) | 1,73 | 22,05 | 0,6 | 3 |
| Směs 3 (4 min) | 1,67 | 17,26 | 0,7 | 3,3 |
| Směs 1 (4 min, 89 ot.) | 1,49 | 18,48 | 0,8 | 3,2 |



Obrázek 22: Graf – Vulkanizační křivky směsi 1–2, 4 (89 ot.) a 6 min



Obrázek 23: Graf – Vulkanizační křivky směsí 1, 2 a 3.

4 LISOVÁNÍ

Z vulkanizační křivky (tabulka 4) se stanovila optimální doba vulkanizace destiček na 4 min a pro válečky 7 min kvůli větší tloušťce. Pro další zkoušky byly vylisovány na vulkanizačním lisu od každé dávky destičky 150×150×2 mm a dva válečky o průměru 40 mm a tloušťce 6 mm při tlaku 20 MPa a teplotě 160 °C. Na vulkanizátech jsou poté provedeny zkoušky tvrdosti, odrazové pružnosti, dispergace, tahové a strukturální pevnosti.

4.1 Zkouška tvrdosti

Měření tvrdosti podle metody Shore (norma ČSN EN ISO 868). Zkouška byla stanovena na vzorku válečku o průměru 40 mm a tloušťce 6 mm na patnácti různých místech a hodnoty odečteny ze stupnice po 3 sekundách. Výsledky mediánů směsí 1 (tabulka 5) jsou podobné, ale nejvyšší je u směsi 2 a nejmenší u směsi 3, což může být způsobeno větším namáháním v přeplněné komoře hnětiče a vznikem menších částic kaučuku ve směsi.

Tabulka 5: Zkouška tvrdosti

| Směsi | Jednotlivé měření [N.mm ⁻²] | | | | | | | | | | | | | | | Medián |
|---------------------|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-----------|
| 1–2 min | 62 | 60 | 60 | 63 | 62 | 61 | 62 | 60 | 63 | 62 | 61 | 61 | 62 | 61 | 61 | 61 |
| 1–4 min | 61 | 59 | 60 | 62 | 60 | 60 | 62 | 60 | 61 | 59 | 61 | 59 | 61 | 59 | 60 | 60 |
| 1–6 min | 63 | 63 | 60 | 61 | 60 | 60 | 64 | 60 | 61 | 60 | 61 | 63 | 60 | 60 | 62 | 61 |
| 2–4 min | 64 | 62 | 64 | 63 | 67 | 64 | 65 | 63 | 64 | 64 | 66 | 63 | 64 | 62 | 66 | 64 |
| 3–4 min | 60 | 61 | 59 | 58 | 59 | 59 | 58 | 57 | 58 | 59 | 58 | 58 | 61 | 57 | 57 | 58 |
| 1–89 ot. | 61 | 63 | 62 | 61 | 62 | 63 | 61 | 60 | 61 | 60 | 62 | 60 | 63 | 61 | 60 | 61 |

4.2 Zkouška odrazové pružnosti

Metoda podle Schoba (norma ČSN 62 1480). Zkouška byla stanovena na dvou vzorcích válečků o průměru 40 mm a tloušťce 6 mm a třech opakováních. Z výsledků (tabulka 6)

vychází nejlepší odrazová pružnost pro směsi, které byly zpracovány po dobu 4 minut. Odrazová pružnost se u zkoušených vzorků pohybuje v rozmezí od 34 do 38 %. Čas míchání se na odrazové pružnosti projevil vzrůstem hodnoty na 38 % u času 4 minuty, zatím co pro časy 2 a 6 minut je 34 %. Tento trend odpovídá nejnižší tvrdosti tohoto vzorku. Pokud srovnáme vliv zaplnění komory hnětiče, tak u těchto směsí nevidíme výraznější rozdíly v odrazové pružnosti.

Tabulka 6: Zkouška odrazové pružnosti

| | | 1. měření | 2. měření | 3. měření | Medián | Celkový průměr [%] |
|----------------------|----------|-----------|-----------|-----------|--------|--------------------|
| | | [%] | [%] | [%] | [%] | |
| Směs 1–2 min | Vzorek 1 | 34 | 33 | 34 | 34 | 34 |
| | Vzorek 2 | 34 | 34 | 33 | 34 | |
| Směs 1–4 min | Vzorek 1 | 38 | 37 | 38 | 38 | 38 |
| | Vzorek 2 | 38 | 37 | 38 | 38 | |
| Směs 1–6 min | Vzorek 1 | 34 | 33 | 33 | 33 | 33,5 |
| | Vzorek 2 | 34 | 34 | 33 | 34 | |
| Směs 2–4 min | Vzorek 1 | 38 | 37 | 37 | 37 | 37 |
| | Vzorek 2 | 36 | 37 | 37 | 37 | |
| Směs 3–4 min | Vzorek 1 | 38 | 38 | 37 | 38 | 37,5 |
| | Vzorek 2 | 37 | 37 | 37 | 37 | |
| Směs 1–89 ot. | Vzorek 1 | 36 | 36 | 37 | 36 | 37 |
| | Vzorek 2 | 38 | 37 | 38 | 38 | |

4.3 Dispergace

Měření probíhalo na přístroji DisperGrader Alpha View (test Z – DGaV_RCB_Demo 1 2 μ m 12%), což je mikroskop určený pro test dispergace sazí v kaučukových směsích. Metoda využívá stínů z aglomerátů z povrchu uřezaného vzorku jednotlivých válečků o průměru 40 mm a tloušťce 6 mm.

Ve zkoušce podle ASTM D-7723 (D% a Z%) se vyhodnocuje:

- **Dispergace D% = $(100-100(U\% \div L\%))$**

U% je celková plocha nedispergovaných aglomerátů nad prahovou velikostí 5 μm .

L% je objemová frakce plniva (standardně 20 %).

- **Dispergace Z% = $(100-100(U\% \div 35))$**

U% je celková plocha nedispergovaných aglomerátů.

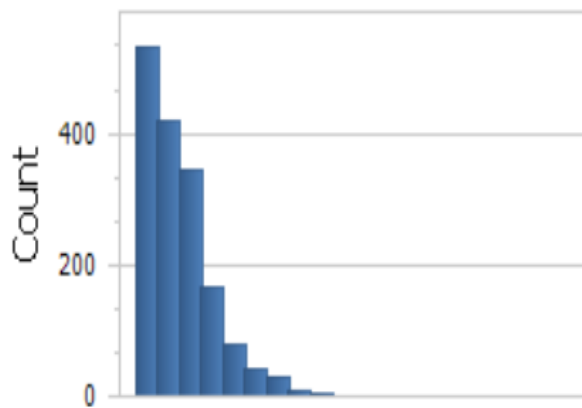
Místo skutečného objemové frakce plniva je ve výpočtu použit pevný faktor 35.

U směsi 1 a dob zpracování 2, 4 a 6 min (obrázky 24 až 29) vychází jako nejlepší dispergace D a Z u 4 min, časy 2 a 6 mají vzájemné hodnoty srovnatelné. Bílou oblast a průměrnou velikost částic sazí má doba 2 min 2,9 % a 7,3 μm ; 4 min 2,3 % a 7,1 μm ; 6 min 2,8 % a 7,5 μm . Rozdíl otáček (59 a 89 ot.) u směsi 1 (obrázky 28 až 31) znamená o trochu lepší dispergaci D a Z pro nižší otáčky, které mají i nižší bílou oblast (2,3 proti 2,6 %) a průměrnou velikost sazí (7,1 proti 7,6 μm). Při vzájemném porovnání směsí 1, 2 a 3 vychází lepší dispergace D i Z pro málo zaplněnou komoru hnětiče, z výsledků histogramů (obrázky 32 až 35) vyplývá i menší průměrná velikost částic sazí (7,2 proti 7,8 μm) a menší bílá oblast (1,6 proti 2,6 %) pro směs 2. Ze vzájemných porovnávání lze tedy odvodit, že dispergace proběhla nejlépe u málo zaplněné komory hnětiče, doby zpracování 4 minut a nižších otáčkách.

Tabulka 7: Celkové výsledky měření dispergace D% a Z%

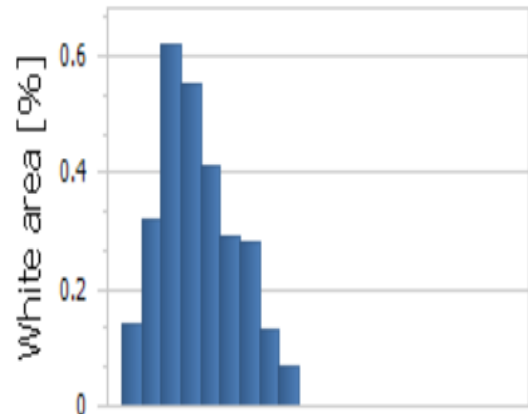
| | D [%] | Z [%] |
|----------------------|-------|-------|
| Směs 1–2 min | 86,25 | 91,75 |
| Směs 1–4 min | 88,92 | 93,35 |
| Směs 1–6 min | 86,45 | 91,87 |
| Směs 2–4 min | 92,52 | 95,51 |
| Směs 3–4 min | 87,43 | 92,46 |
| Směs 1–89 ot. | 87,86 | 92,71 |

Histogram of agglomerates



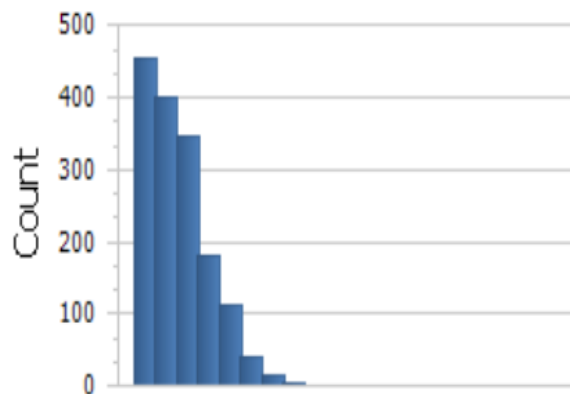
Obrázek 24: Histogram aglomerátů 2 min

Histogram of area percentage



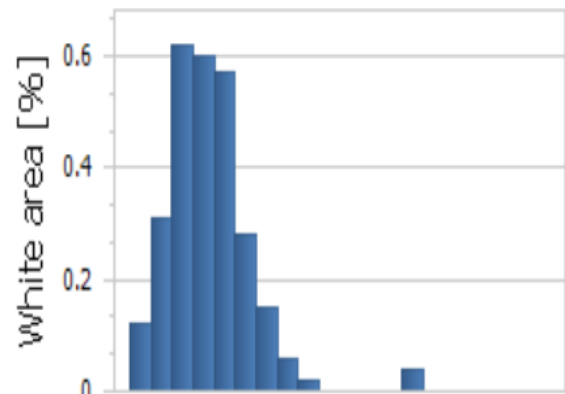
Obrázek 25: Histogram bílá oblast 2 min

Histogram of agglomerates



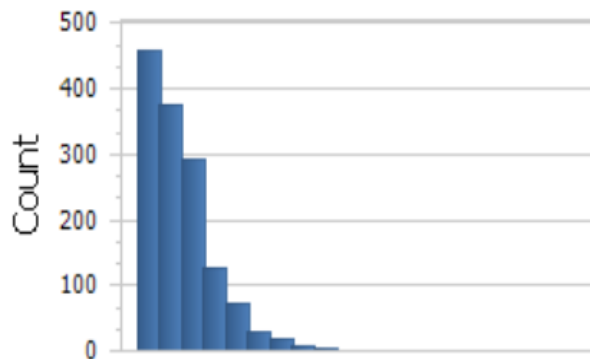
Obrázek 26: Histogram aglomerátů 6 min

Histogram of area percentage



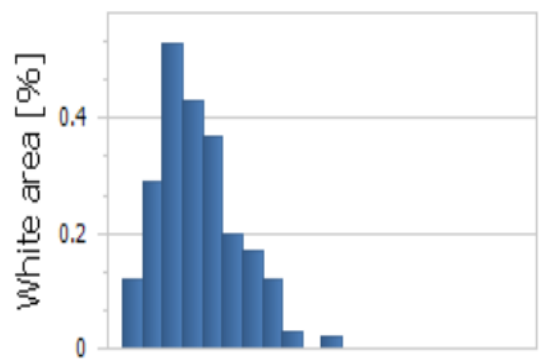
Obrázek 27: Histogram bílá oblast 6 min

Histogram of agglomerates



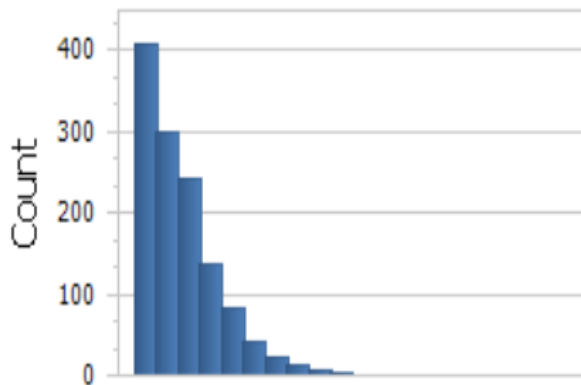
Obrázek 28: Histogram aglomerátů 4 min

Histogram of area percentage



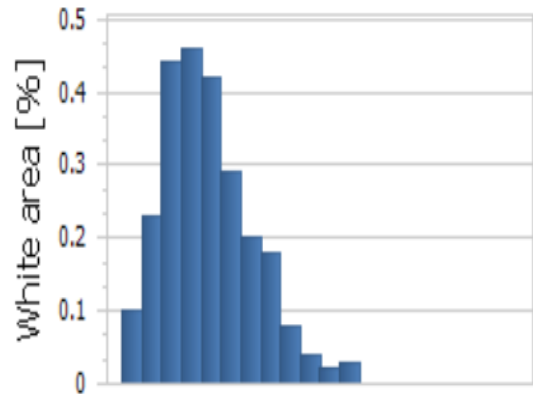
Obrázek 29: Histogram bílá oblast 4 min

Histogram of agglomerates



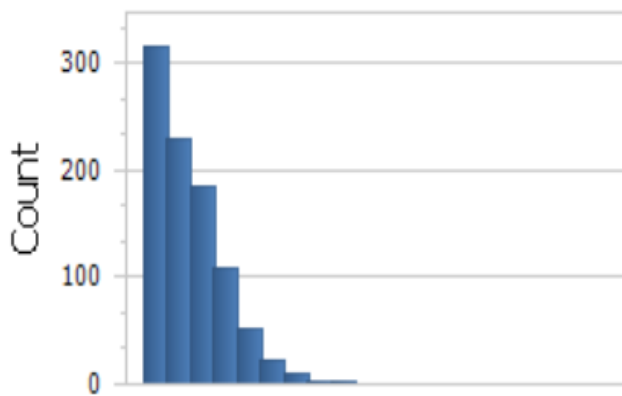
Obrázek 30: Histogram aglomerátů 89 ot.

Histogram of area percentage



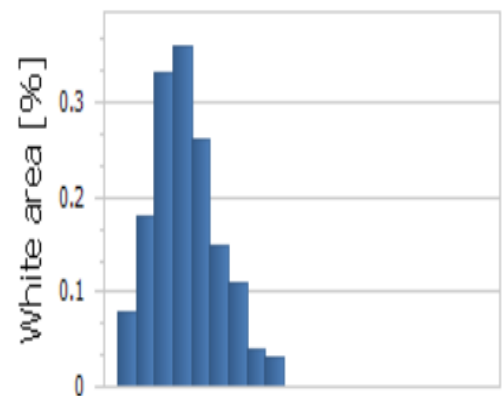
Obrázek 31: Histogram bílá oblast 89 ot.

Histogram of agglomerates



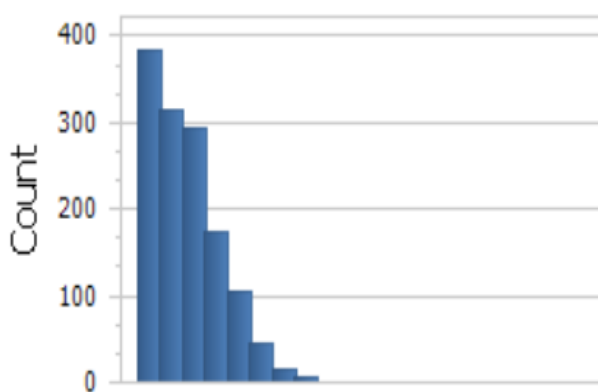
Obrázek 32: Histogram aglomerátů směs 2

Histogram of area percentage



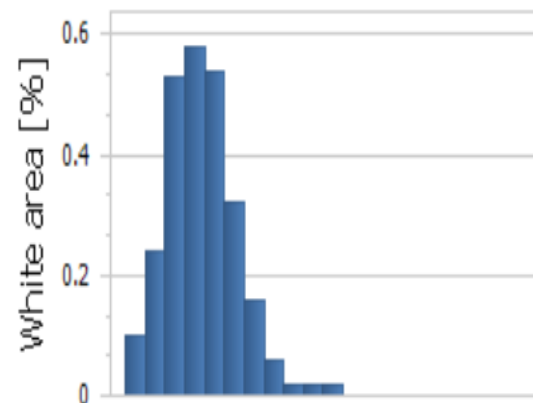
Obrázek 33: Histogram bílá oblast směs 2

Histogram of agglomerates

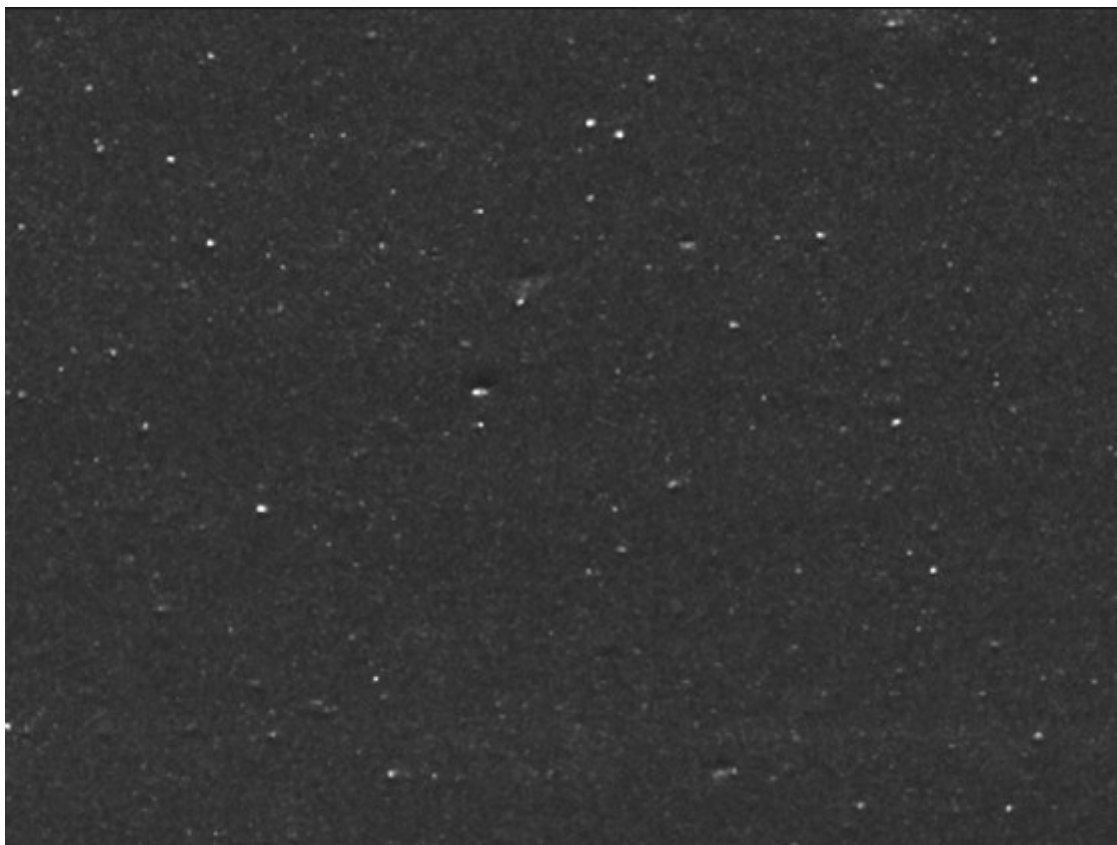


Obrázek 34: Histogram aglomerátů směs 3

Histogram of area percentage



Obrázek 35: Histogram bílá oblast směs 3



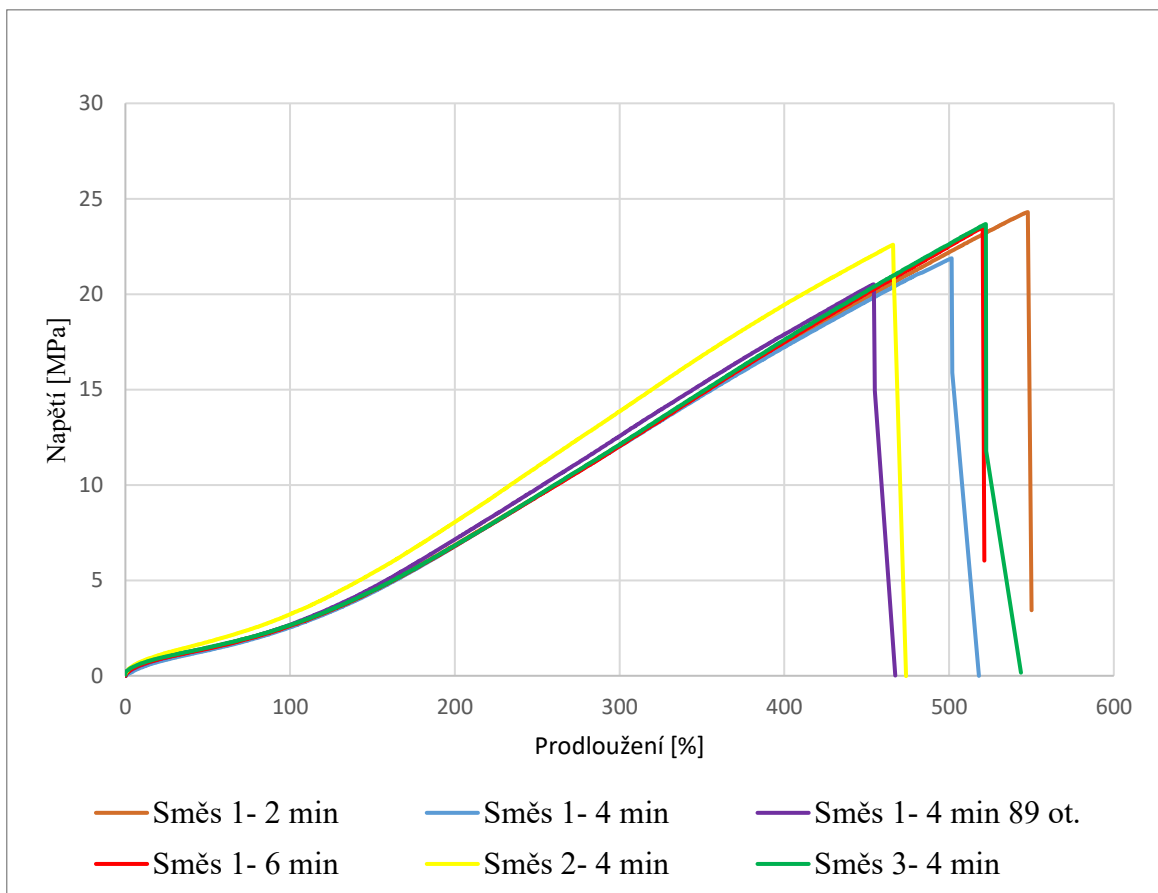
Obrázek 36: Foto z mikroskopu směsi 1 (4 min)

4.4 Tahová zkouška

Zkouška probíhala na přístroji Tensometer T10D s extenzometrem. Pro tahovou zkoušku bylo z vylisované destičky $150 \times 150 \times 2$ mm každé směsi vyseknuto 6 vzorků. U směsi 1– 2, 4 a 6 min (tabulka 8) vyplývá jako nejlepší napětí a prodloužení při přetržení u zpracování po dobu 2 min, hodnoty při 4 min klesají a u 6 min opět rostou s tím, že moduly jsou zde největší. Při porovnání směsí 1, 2 a 3 vychází větší napětí a prodloužení při přetržení pro směs připravenou v přeplněném hnětiči, ale moduly jsou naopak větší u směsi 2. Podobně je tomu i u porovnání otáček stejných směsí, kde nižší otáčky mají vyšší napětí a prodloužení při přetržení, ale moduly jsou nižší. Z porovnávání vychází největší napětí a prodloužení při přetržení u směsí s dobou 2 min, v přeplněném hnětiči a při nižších otáčkách. Moduly jsou vyšší u směsí zpracovávanou po dobu 6 min, v málo zaplněném hnětiči a při vyšších otáčkách.

Tabulka 8: Výsledky průměrů tahových zkoušek

| Průměry n = 6 | Napětí při přetržení [MPa] | Prodloužení při přetržení [%] | Modul 50 % [MPa] | Modul 100 % [MPa] | Modul 300 % [MPa] |
|------------------|-------------------------------------|--|---------------------|----------------------|----------------------|
| Směs 1–2 min | 23,74 | 542,63 | 1,42 | 2,60 | 11,81 |
| Směs 1–4 min | 21,78 | 497,36 | 1,37 | 2,59 | 12,13 |
| Směs 1–6 min | 23,50 | 522,75 | 1,47 | 2,69 | 12,38 |
| Směs 2–4 min | 21,88 | 461,94 | 1,72 | 3,21 | 13,86 |
| Směs 3–4 min | 23,22 | 522,24 | 1,41 | 2,57 | 11,91 |
| Směs 1–89 ot. | 20,84 | 467,81 | 1,49 | 2,83 | 12,77 |



Obrázek 37: Graf – Průměrné křivky tahové zkoušky pro jednotlivé směsi.

4.5 Strukturní pevnost

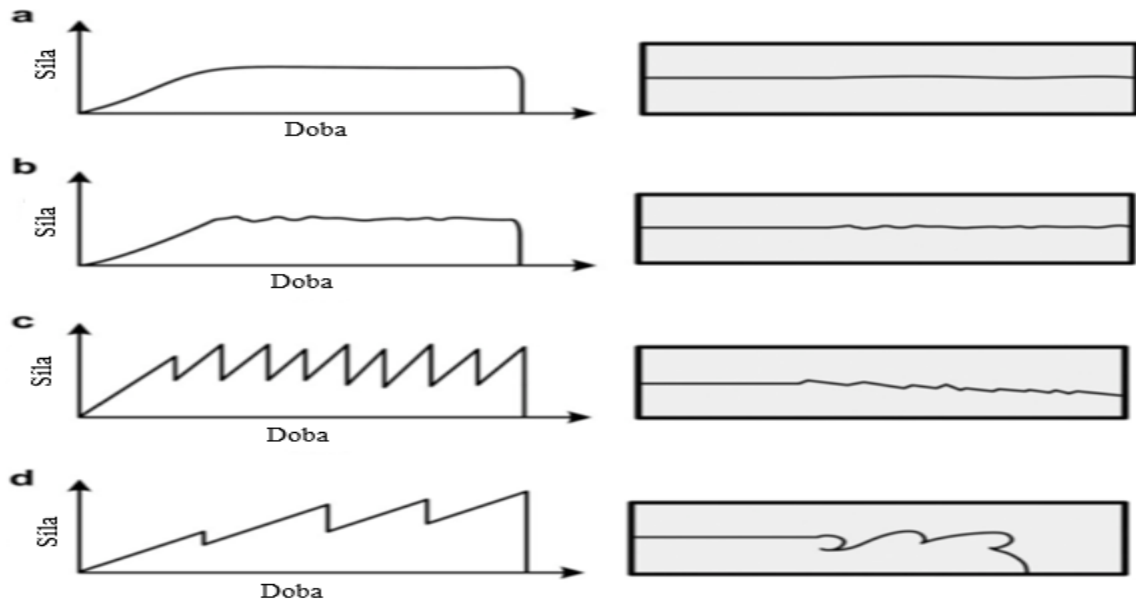
Zkouška probíhala na přístroji Tensometer T10D. Pro zkoušku byly z vylisované destičky 150×150×2 mm každé směsi vyseknuty 4 vzorky (typ trouser). Obrázek 38 znázorňuje schématické diagramy trhání pryže, při zkoušce probíhalo trhání posledním způsobem za d). Z celkových výsledků (tabulka 9) vyplývá, že nejmenší síla a pevnost při přetržení je u směsi 2 a největší u doby zpracování 2 min. Výsledky u časů 4 a 6 min jsou téměř totožné. U směsí 1, 2 a 3 přeplněná komora oproti nízkém faktoru plnění hnětiče jednoznačně zvyšuje sílu a pevnost při přetržení. Vyšší otáčky snižují sílu a pevnost při přetržení. Vlastnosti strukturní pevnosti tedy zlepšuje vyšší faktor plnění a nižší časy zpracování s nižšími otáčkami.

Tabulka 9: Výsledky průměrů strukturní pevnosti

| | Síla potřebná pro tvorbu trhlin [N] | Strukturní pevnost [N/mm] |
|---------------|--|----------------------------------|
| Směs 1–2 min | 63,84 | 27,53 |
| Směs 1–4 min | 54,73 | 23,27 |
| Směs 1–6 min | 54,45 | 23,68 |
| Směs 2–4 min | 33,57 | 14,36 |
| Směs 3–4 min | 57,03 | 24,72 |
| Směs 1–89 ot. | 43,76 | 19,40 |

Tabulka 10: Jednotlivé měření strukturní pevnosti (Směs 1–4 min)

| n | Síla potřebná pro tvorbu trhlin [N] | Strukturní pevnost [N/mm] | Tloušťka [mm] |
|----------|--|----------------------------------|----------------------|
| 1 | 46,04 | 20,53 | 2,24333 |
| 2 | 47,23 | 20,3 | 2,32667 |
| 3 | 56,61 | 23,95 | 2,36333 |
| 4 | 69,03 | 28,29 | 2,44 |



Obrázek 38: Graf – Schématické diagramy znázorňující různé trhání pryže [36]

4.6 Vlivy časů míchání a zaplněnosti komory

Z výsledků vychází, že se v druhém kroku míchání na dvouválcí zvolil dlouhý čas, a tím nejsou u zkoušek více výrazné rozdíly ve vlastnostech. Při srovnání časů u směsi 1 (2, 4 a 6 min) vyšla celkově největší viskozita Mooney u 2 min, u času 4 min hodnoty klesají a zpracování po dobu 6 min viskozitu opět zvyšuje. U vulkanizačních křivek byl kroutící moment opět největší u 2 min a hodnoty poté s časem zpracování klesaly. Výsledky tvrdosti jsou zde podobné. Odrazová pružnost vyšla nejlépe pro čas 4 min, zatímco 2 a 6 min měly hodnoty srovnatelné. Dispergace vyšla opět nejlépe u času 4 min a časy 2 a 6 min jsou velmi podobné. Napětí a prodloužení při přetržení vyšlo u tahových zkoušek nejlépe pro čas 2 min. O něco menší hodnoty měl čas 6 min a 4 min měl hodnoty nejnižší. Síla potřebná pro tvorbu trhlin a strukturální pevnost byla nejvyšší pro čas 2 min a časy 4 a 6 min měly hodnoty srovnatelné.

Při srovnání zaplněnosti komory směsí 1 (4 min), 2 a 3 jsou největší hodnoty u směsi 3, směs 2 měla celkově nejnižší viskozitu. Kroutící moment u vulkanizačních křivek byl celkově nejvyšší u směsi 2 a směs 3 měla nižší maximální kroutící moment než směs 1 (4 min). Tvrdost byla nejvyšší pro směs 2 a směs 3 měla hodnoty nejnižší. U odrazové pružnosti se vlivy zaplněnosti komory neprokázaly. Dispergace byla nejlepší pro směs 2 a nejhorší výsledek měla směs 3. Tahové zkoušky vyšly nejlépe pro směs 3 a nejhůře pro směs 1. Síla potřebná pro tvorbu trhlin a strukturální pevnost byla nejlepší u směsi 3 a směs 2 měla hodnoty nejnižší.

ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce v teoretické části bylo popsat výrobní procesy gumárenského průmyslu a definovat problémy, se kterými se jednotlivé operace potýkají. První část se zabývá přípravou kaučukové směsi, která začíná u dvouválců a hnětičů procesy mastikace a míchání, poté pokračuje dalším zpracováním směsí extrudéry pro tvarování a kalandry, které se využívají například pro výrobu kontinuálních desek nebo nanášení pryžových směsí na textilie. Druhá polovina popisuje již samotnou výrobu pryžového výrobku vulkanizací, kde jsou popsány metody od lisování tlakového a nepřímého po vstříkování.

V praktické části se připravila jedna kaučuková směs. Směs byla připravována při různých podmínkách míchání. Čtyři navážky byly připraveny pro optimálně zaplněnou komoru hnětiče (faktor plnění 73 %) a pozoroval se zde vliv časů (2, 4 a 6 min) a otáček (59 a 89 ot. u času 4 min). Další dvě navážky byly pro málo zaplněnou (faktor plnění 60 %) a přeplněnou (faktor plnění 80 %) komoru. Dále byla směs zpracována na dvouválcí a vylisovány destičky a válečky pro další zkoušky. Pro kompletní ukázkou průběhů jednotlivých procesů a zkoušek byla vybrána směs 1 s dobou zpracování 4 min, u které jsou v praktické části znázorněny jednotlivé výsledky.

U kaučukové směsi proběhly zkoušky viskozity Mooney a vulkanizační křivky. Při zkoušce ML (1+4) 100 °C doba zpracování 4 min, nižší faktor plnění a větší otáčky snižují průměrnou viskozitu Mooney. Z vulkanizačních křivek vyplývá, že větším faktorem plnění, nižšími otáčkami a delšími časy zpracování se krouticí moment snižuje, což znamená, že kaučuk je více mastikován.

Zkoušky tvrdosti, odrazové pružnosti, dispergace, tahu a strukturní pevnosti probíhaly již na pryžových vzorcích jednotlivých směsí. U zkoušky tvrdosti byla vyhodnocena nejnižší pevnost u přeplněné komory, což bude nejspíše způsobeno menšími částicemi kaučuku ve směsi díky většímu namáhání. Nejlepší odrazovou pružnost měly směsi zpracované po dobu 4 minut. Ze vzájemných porovnávání dispergace lze odvodit, že proběhla nejlépe u málo zaplněné komory hnětiče, doby zpracování 4 minut a nižších otáčkách. U tahové zkoušky vychází největší napětí a prodloužení při přetržení u směsí s dobou 2 min, v přeplněném hnětiči a při nižších otáčkách. Moduly 50, 100, a 300 jsou zde vyšší u směsí zpracovávaných po dobu 6 min, v málo zaplněném hnětiči a při vyšších otáčkách. Strukturní pevnost a sílu potřebnou pro tvorbu trhlin zlepšuje vyšší faktor plnění a nižší časy zpracování s nižšími

otáčkami. Z výsledků zkoušek vychází, že se v druhém kroku míchání na dvouválci zvolil dlouhý čas, a tím nejsou u zkoušek více výrazné rozdíly ve vlastnostech.

Na závěr proběhlo vyhodnocení vlivu časů míchání a zaplněnosti komory. Při srovnání časů u směsi 1 (2, 4 a 6 min) vyšla celkově největší viskozita Mooney u 2 min. U vulkanizačních křivek byl kroutící moment opět největší u 2 min a hodnoty poté s časem zpracování klesaly. Výsledky tvrdosti jsou zde podobné. Odrazová pružnost vyšla nejlépe pro čas 4 min. Dispergace vyšla opět nejlépe u času 4 min. Napětí a prodloužení při přetržení vychází u tahových zkoušek nejlépe pro čas 2 min. Síla potřebná pro tvorbu trhlin a strukturní pevnost byla nejvyšší pro čas 2 min.

Při srovnání směsí 1 (4 min), 2 a 3 v zaplněnosti komory jsou největší hodnoty viskozity u směsi 3, směs 2 měla celkově nejnižší hodnoty. Kroutící moment u vulkanizačních křivek byl celkově nejvyšší u směsi 2. Tvrdost byla také nejvyšší u směsi 2. U odrazové pružnosti se vlivy zaplněnosti komory neprokázaly. Dispergace byla nejlepší pro směs 2 a nejhorší výsledek měla směs 3. Tahové zkoušky vyšly nejlépe pro směs 3 a nejhůře pro směs 1. Síla potřebná pro tvorbu trhlin a strukturní pevnost byla nejvyšší u směsi 3 a směs 2 měla hodnoty nejnižší.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] DICK, John S. Rubber Technology – Compounding and Testing for Performance (2nd Edition) [online]. 2nd ed. Hanser Publishers, 2009, s. 17-27, 508 [cit. 2022-03-12]. ISBN 978-1-56990-465-7. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpRTCTPE02/rubber-technology-compounding/rubber-technology-compounding>
- [2] BLAETTLER, Karen G Blaettler. The Manufacturing Process of Rubber [online]. In: [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: <https://sciencing.com/neoprene-vs-natural-rubber-7443733.html>
- [3] ARAYAPRANEE, Wanvimon. Rubber Abrasion Resistance. Abrasion Resistance of Materials [online]. Rijeka: IntechOpen, 2012, s. 157 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-953-51-0300-4. Dostupné z: doi:10.5772/30556
- [4] GENT, Alan N. Rubber chemical compound. Encyclopedia Britannica [online]. 2020 [cit. 2022-03-15]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/rubber-chemical-compound>
- [5] DUCHÁČEK, Vratislav. Polymery – výroba, vlastnosti, zpracování, použití [online]. 2. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2006, s. 123, 128 [cit. 2022-03-11]. ISBN 80-7080-617-6. Dostupné z: http://147.33.74.135/knihy/uid_isbn-80-7080-617-6/pages-img/001.html
- [6] CIULLO, Peter A. 6.8.2 Masterbatching. Industrial Minerals and Their Uses – A Handbook and Formulary [online]. William Andrew Publishing/Noyes, 1996, s. 216-261 [cit. 2021-12-14]. ISBN 978-0-8155-1408-4. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt005CCM81/industrial-minerals-their/masterbatching>
- [7] FAKIROV, Stoyko. 12.3.2 Radio-Chemical Destruction. Fundamentals of Polymer Science for Engineers [online]. John Wiley, 2017, s. 294 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-3-527-34131-3. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt01111Z41/fundamentals-polymer/radio-chemical-destruction>
- [8] LMI CUSTOM MIXING. Improving the quality of custom rubber compounds [online]. 2018 [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: <https://blog.lmimix.com/custom-rubber-compound-quality>

- [9] DIMIER, François, Bruno VERGNES a Michel VINCENT, 2004/03/01. Relationships between mastication conditions and rheological behavior of a natural rubber. *Rheologica Acta* [online]. 43 [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: doi:10.1007/s00397-003-0342-7
- [10] MALÁČ, Jiří. GUMÁRENSKÉ VÝROBNÍ PROCESY. Gumárenská technologie [online]. Zlín: UTB ve Zlín [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: <https://adoc.pub/jii-mala-gumarenska-technologie-5-procesy-1-obsah.html>
- [11] THOMAS, Sabu et al. 5.4.4 Solid Rubber Curing Processes. *Natural Rubber Materials Volume 1: Blends and IPNs* [online]. Royal Society of Chemistry (RSC), 2014, s. 107-128 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-1-84973-610-7. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00UM2W92/natural-rubber-materials/solid-rubber-curing-processes>
- [12] EZRIN, Myer. 5.5.1 Injection Molding. *Plastics Failure Guide – Cause and Prevention* [online]. Hanser Publishers, 1996 s. 131-132 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-3-446-15715-6. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt003JYA92/plastics-failure-guide/injection-molding>
- [13] KENT, Robin. Chapter 5 - Processing. *Energy Management in Plastics Processing* [online]. 3rd ed. Elsevier, 2018, s. 211-318 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-0-08-102507-9. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102507-9.50005-2>
- [14] CIESIELSKI, Andrew. *An Introduction to Rubber Technology*. Shrewsbury: Rapra Technology, 2000, 173 s. ISBN 1-85957-150-6.
- [15] LENFELD, Petr. Část II – Zpracování plastů. *Technologie II* [online]. TUL Liberec, 2006 [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/obsah_plasty.htm
- [16] LIMPER, Andreas. 1.2.1 Tangential Rotors. *Mixing of Rubber Compounds* [online]. Hanser Publishers, 2012, s. 3-10 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-1-56990-458-9. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00C71311/mixing-rubber-compounds/tangential-rotors>

[17] OSSWALD, Tim A. et al. 4.2.2.2 Mixing in Single Screw Extruders. International Plastics Handbook – The Resource for Plastics Engineers [online]. 4th ed. Hanser Publishers, 2006 s. 277 [cit. 2022-03-12]. ISBN 978-1-56990-399-5. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00892JD2/international-plastics/mixing-in-single-screw>

[18] DROBNY, Jiri George. 7.4 Extrusion. Fluoroelastomers Handbook – The Definitive User's Guide [online]. 2nd ed. Elsevier, 2016, s. 112 [cit. 2022-03-16]. ISBN 978-0-323-39480-2. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt0112W741/fluoroelastomers-handbook/extrusion>

[19] AGASSANT, Jean-François et al. Polymer Processing – Principles and Modeling (2nd Edition) [online]. 2nd ed. Hanser Publishers, 2017 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-1-56990-605-7. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpPPPME004/polymer-processing-principles/polymer-processing-principles>

[20] BAIRD, Donald. Polymer Processing. Encyclopedia of Physical Science and Technology [online]. 3rd ed. New York: Academic Press, 2003, s. 611-643 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-0-12-227410-7. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/B0-12-227410-5/00593-7>

[21] ERMAN, Burak, James E. MARK a Michael C. ROLAND. The Science and Technology of Rubber [online]. Fourth Edition. Elsevier, 2013, s. 418-419, 337-344 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-0-12-394584-6. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpSTRE0017/science-technology-rubber/science-technology-rubber>

[22] CHEREMISINOFF, Nicholas P. C. Condensed Encyclopedia of Polymer Engineering Terms [online]. Boston: Butterworth-Heinemann, 2001, s. 39-81 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-0-08-050282-3. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-050282-3.50008-1>

[23] KHIMI, Raa a K. PICKERING. A New Method to Predict Optimum Cure Time of Rubber Compound Using Dynamic Mechanical Analysis. Journal of Applied Polymer Science [online]. 2014/03/15, 131 [cit. 2022-03-11]. Dostupné z: doi:10.1002/app.40008

[24] CHANDRASEKARAN, V.C. 11.3 Second Order Transition, Brittle Point and Crystallization. Rubber Seals for Fluid and Hydraulic Systems [online]. Elsevier, 2010, s. 126 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-0-8155-2075-7. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00BJK0T9/rubber-seals-fluid-hydraulic/second-order-transition>

- [25] DICK, John S. Rubber Technology – Compounding and Testing for Performance (2nd Edition) [online]. 2nd ed. Hanser Publishers, 2009, s. 17-27,508 [cit. 2022-03-12]. ISBN 978-1-56990-465-7. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpRTCTPE02/rubber-technology-compounding/rubber-technology-compounding>
- [26] CANTOR, Kirk M. a Patrick WATTS. 12 - Plastics Processing. Plastics Design Library [online]. Oxford: William Andrew Publishing, 2011, s. 195-203 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-1-4377-3514-7. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/B978-1-4377-3514-7.10012-1>
- [27] BONTEN, Christian. 4.3.2 Transfer Molding. Plastics Technology – Introduction and Fundamentals [online]. Hanser Publishers, 2019, s. 304-306 [cit. 2022-03-11]. ISBN 978-1-56990-767-2. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt01237B63/plastics-technology-introduction/transfer-molding>
- [28] Rubber moulding. Cliftonrubber [online]. [cit. 2022-02-17]. Dostupné z: https://www.cliftonrubber.co.uk/rubber-moulding/?gclid=CjwKCAiAgbiQBhAHEiwAuQ6BkmHXiiQ_8fq0HlsYI2kpTd-Qxu9TJM1GI5UjeLGGU8nYoFP_2cj3fhoCuywQAvD_BwE
- [29] DICK, John S. Review of common rubber factory problems and published causes and solutions--part I. The Free Library [online]. 2006 [cit. 2022-03-23]. Dostupné z: <https://www.thefreelibrary.com/Review+of+common+rubber+factory+problems+and+published+causes+and...-a0152074471>
- [30] SOMMER, John. Troubleshooting Rubber Problems [online]. Hanser Publishers, 2013, s. 68,86-87,212 [cit. 2022-03-23]. ISBN 978-1-56990-553-1. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpTRP00007/troubleshooting-rubber/troubleshooting-rubber>
- [31] DICK, John S. Review of common rubber factory problems and published causes and solutions--part II. The Free Library [online]. 2006 [cit. 2022-03-23]. Dostupné z: <https://www.thefreelibrary.com/Review+of+common+rubber+factory+problems+and+published+causes+and...-a0153095916>
- [32] SEDRI, Farhad a Alireza RIASI. Investigation of leakage within an external gear pump with new decompression slots: numerical and experimental study: numerical and experimental study. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering [online]. 2019 41(5), 224 [cit. 2022-03-23]. ISSN 1806-3691. Dostupné z: doi:10.1007/s40430-019-1717-8

- [33] KNACK, Oliver. INJECTION MOLDING DEFECTS AND HOW TO PREVENT THEM [online]. 2015, [cit. 2022-03-23]. Dostupné z: <https://www.intouch-quality.com/blog/injection-molding-defects-and-how-to-prevent>
- [34] Silicone rubber molding problems [online]. [cit. 2022-03-23]. Dostupné z: <https://www.yumpu.com/en/document/view/49924066/silicone-rubber-molding-problems>
- [35] Troubleshooting guide to rubber injection moulding. Martin's Rubber Company [online]. 2020 [cit. 2022-03-23]. Dostupné z: <https://www.martins-rubber.co.uk/blog/rubber-injection-moulding-troubleshooting-guide/>
- [36] ALIMARDANI, Mohammad a Mehdi RAZZAGHI-KASHANI. The correlation of tear deviation and resistance with the bound rubber content in rubber-silica composites. Polymer Testing [online]. 90, 106762, 2020 [cit. 2022-05-03]. ISSN 0142-9418. Dostupné z: doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106762>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

| | |
|----------|---|
| SBR | Styren-butadienový kaučuk |
| NR | Přírodní kaučuk |
| IIR | Butylový kaučuk |
| NBR | Nitrilový kaučuk |
| EVA | Ethylenvinylacetátu |
| EPDM | Ethylen-propylen-dienový kaučuk |
| EPM | Ethylen-propylenový kaučuk |
| dsk | Díly na sto dílů kaučuku |
| FCM | Farrel Continuous Mixer |
| kWh | Kilowatthodina |
| kW | Kilowatt |
| min | Minuta |
| % | Procenta |
| g | Gram |
| dNm | Jednotka kroutícího momentu |
| W | Watt |
| °C | Stupeň Celsia |
| MU | Jednotka viskozity |
| ot. | Otáčky |
| μm | Mikrometr |
| M_L | – minimální krouticí moment |
| M_H | – maximální krouticí moment |
| t_{s2} | – doba bezpečnosti kaučukové směsi |
| t_{90} | – čas potřebný pro dosažení 90% zesíťování vzorku |

SEZNAM OBRÁZKŮ

| | |
|---|---|
| Obrázek 1: Graf – Závislost teploty na účinnosti mastikace [9]..... | 12 |
| Obrázek 2: Operace míchání [11] | 13 |
| Obrázek 3: Energie při míchání směsi v závislosti na čase [13] | 13 |
| Obrázek 4: Tlakové poměry ve štěrbině mezi válci [15]..... | 15 |
| Obrázek 5: Schéma tlakového hnětiče [15] | 16 |
| Obrázek 6: Vysokotlaké hnětiče s tangenciálními hnětadly [16] | 17 |
| Obrázek 7: Vysokotlaké hnětiče s do sebe zapadajícími hnětadly [16] | 17 |
| Obrázek 8: Kontinentuální hnětič [15] | 18 |
| Obrázek 9: Zubové čerpadlo [32] | 20 |
| Obrázek 10: Šnek pro zpracování elastomerů [18]..... | 21 |
| Obrázek 11: Uspořádání dvoušnekových extrudérů [20] | 21 |
| Obrázek 12: Deformace a korekce válců [19] | 22 |
| Obrázek 13: Graf – Závislost vulkanizačních vlastností na hustotě síťování [21] | 23 |
| Obrázek 14: Graf – Závislost kroutícího momentu na vulkanizačním čase [23] | 24 |
| Obrázek 15: Proces tlakového lisování [28] | 27 |
| Obrázek 16: Proces nepřímého lisování [28]..... | 27 |
| Obrázek 17: Proces vstřikování [28] | 28 |
| Obrázek 18: Graf – zpracování směsi 1 v hnětiči | 33 |
| Obrázek 19: Graf – zpracování směsí 2 a 3 v hnětiči | 34 |
| Obrázek 20: Graf – 2. stupeň zpracování v hnětiči směsi 1 (4 min)..... | 34 |
| Obrázek 21: Viskozita Mooney | 36 |
| Obrázek 22: Graf – Vulkanizační křivky směsi 1–2, 4 (89 ot.) a 6 min..... | 37 |
| Obrázek 23: Graf – Vulkanizační křivky směsí 1, 2 a 3..... | 38 |
| Obrázek 24: Histogram aglomerátů 2 min | Obrázek 25: Histogram bílá oblast 2 min ..42 |
| Obrázek 26: Histogram aglomerátů 6 min | Obrázek 27: Histogram bílá oblast 6 min ..42 |
| Obrázek 28: Histogram aglomerátů 4 min | Obrázek 29: Histogram bílá oblast 4 min ..42 |
| Obrázek 30: Histogram aglomerátů 89 ot. | Obrázek 31: Histogram bílá oblast 89 ot....43 |
| Obrázek 32: Histogram aglomerátů směs 2 | Obrázek 33: Histogram bílá oblast směs 2.43 |
| Obrázek 34: Histogram aglomerátů směs 3 | Obrázek 35: Histogram bílá oblast směs 3.43 |
| Obrázek 36: Foto z mikroskopu směsi 1 (4 min)..... | 44 |
| Obrázek 37: Graf – Průměrné křivky tahové zkoušky pro jednotlivé směsi. | 45 |
| Obrázek 38: Graf – Schématické diagramy znázorňující různé trhání pryže [36] | 47 |

SEZNAM TABULEK

| | |
|--|----|
| Tabulka 1: Složení sledované směsi. Jednotlivé suroviny jsou uvedeny v DSK | 32 |
| Tabulka 2: Zpracování směsí..... | 33 |
| Tabulka 3: Viskozita Mooney..... | 35 |
| Tabulka 4: Přehled vulkanizačních křivek..... | 37 |
| Tabulka 5: Zkouška tvrdosti | 39 |
| Tabulka 6: Zkouška odrazové pružnosti | 40 |
| Tabulka 7: Celkové výsledky měření dispergace D% a Z% | 41 |
| Tabulka 8: Výsledky průměrů tahových zkoušek..... | 45 |
| Tabulka 9: Výsledky průměrů strukturní pevnosti | 46 |
| Tabulka 10: Jednotlivé měření strukturní pevnosti (Směs 1–4 min)..... | 46 |