

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

Anže JURKOŠEK

**POLIPROPILENSKI TERMOPLASTIČNI
KOMPOZITI, OJAČENI Z ODPADNIMI
POLIESTRSKIMI VLAKNI**

Diplomsko delo

Slovenj Gradec, september 2024

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

POLIPROPILENSKI TERMOPLASTIČNI KOMPOZITI, OJAČENI Z ODPADNIMI POLIESTRSKIMI VLAKNI

Diplomsko delo

Študent:	Anže JURKOŠEK
Študijski program:	Tehnologija polimerov
Mentor:	viš. pred. Silvester BOLKA
Somentorica:	asist. Teja PEŠL

Slovenj Gradec, september 2024

IZJAVA

Podpisani Anže Jurkošek izjavljam, da:

- je bilo predloženo diplomsko delo opravljeno samostojno pod mentorstvom;
- predloženo diplomsko delo v celoti ali v delih ni bilo predloženo za pridobitev kakršnekoli izobrazbe na drugi fakulteti ali univerzi;
- soglašam z javno dostopnostjo diplomskega dela v knjižnici Fakultete za tehnologijo polimerov v Slovenj Gradcu. Na Fakulteto za tehnologijo polimerov neodplačno, neizključno, prostorsko in časovno neomejeno prenašam pravico shranitve diplomskega dela v elektronski obliki, pravico reproduciranja ter pravico ponuditi diplomsko delo javnosti na svetovnem spletu prek repozitorija DiRROS.

Slovenj Gradec, _____

Podpis: _____

ZAHVALA

V prvi vrsti bi se rad zahvalil svojim staršem in sestram, ki so mi skozi celoten študij stali ob strani in me podpirali. Rad bi se zahvalil tudi ostalim članom družine za podporo in dobre nasvete.

Zahvalil bi se tudi mentorju viš. pred. Silvestru Bolki in somentorici asist. Teji Pešl, ki sta mi tako v času študija kot tudi med izdelavo diplomskega dela predala ogromno znanja in mnogo nasvetov. Rad bi se zahvalil tudi ostalim profesorjem, predavateljem, laborantom ter vsem sošolcem na Fakulteti za tehnologijo polimerov za nepozabna tri leta študija.

Rad bi se zahvalil tudi vsem sodelavcem v podjetju Tecos za ogromno predanega znanja, obilo nasvetov in podporo med pisanjem diplomskega dela.

Hvala tudi podjetju TAB-IPM – logistika, plastika in storitve, d. o. o., za recikliran polipropilen in podjetju CAP, d. o. o., za poliestrski filc.

Hvala vsem, ki ste mi med študijem stali ob strani in me tako ali drugače podpirali in pripomogli k izdelavi tega diplomskega dela.

Izjava o omejitvi odgovornosti: Ta projekt je financiral Evropski sklad za regionalni razvoj (ESRR) v okviru sporazuma o dodelitvi sredstev št. 101084037, vendar so izražena stališča in mnenja izključno avtorjev in ne odražajo nujno stališč in mnenj Evropske unije ali Izvajalske agencije Evropskega sveta za inovacije in MSP (EISMEA). Niti Evropska unija niti organ, ki dodeljuje sredstva, zanje ne moreta biti odgovorna.



**Funded by
the European Union**

POVZETEK

Polipropilenski termoplastični kompoziti, ojačeni z odpadnimi poliestrskimi vlakni

V diplomskem delu smo pripravili in testirali kompozit, sestavljen iz odpadnih polimernih materialov. Kot matrica je služil odpadni reciklirani polipropilen, kot ojačevalo smo dodali poliestrska vlakna, pridobljena iz odpadnega filca. Predstavili bomo, kako smo ob dodatku kompatibilizatorjev po procesu kompavndiranja ta odpadna materiala predelali v termoplastičen kompozit. Ta material smo kasneje predelali v vzorce, ki smo jih s pomočjo različnih metod okarakterizirali. Rezultate smo na koncu ovrednotili ter predstavili dobre in slabe lastnosti pridobljenega termoplastičnega kompozita.

Ključne besede:

Polipropilen, filc, poliestrska vlakna, vlakna, kompozit, kompatibilizator, kompavndiranje, karakterizacija.

SUMMARY

Polypropylene thermoplastic composites reinforced with waste polyester fibers

In this thesis, we prepared and tested a composite consisting of waste polymer materials. Waste recycled polypropylene served as matrix, and polyester fibers obtained from waste felt were added as reinforcement. We will present how, with the addition of compatibilizers, after the compounding process, we turned this waste material into a composite. This material was later processed into samples, which were characterized using various methods. Finally, we evaluated the results and presented the good and bad properties of the obtained composite.

Keywords:

Polypropylene, felt, polyester fibers, fibers, composite, compatibilizer, compounding, characterization.

KAZALO VSEBINE

1	UVOD	1
2	TEORETIČNI DEL	3
2.1	Polipropilen	3
2.1.1	Recikliran polipropilen	4
2.1.2	PP kompoziti, ojačeni z vlakni	5
2.2	Poliestrška vlakna	6
2.2.1	Poliestrski filc	7
2.3	PP kompoziti, ojačeni s poliestrskimi vlakni	8
2.3.1	Kompatibilizatorji	8
2.3.2	Analiza raziskav s področja PP kompozitov, ojačenih s poliestrskimi vlakni	10
2.3.3	Izbira kompatibilizatorja	12
2.3.4	Kompavndiranje	13
3	EKSPERIMENTALNI DEL	14
3.1	Priprava materiala	14
3.1.1	Mletje in peletiranje poliestrskega filca	14
3.1.2	Priprava in kompavndiranje materialov	16
3.2	Brizganje vzorcev za karakterizacijo	18
3.3	Karakterizacija	22
3.3.1	Preizkus udarne žilavosti po Charpyju	22
3.3.2	Natezni preizkus	22
3.3.3	Upogibni preizkus	23
3.3.4	DSC analiza	23
3.3.5	DMA analiza	24
3.3.6	TGA analiza	25
3.3.7	MFI preizkus	25
3.3.8	Analiza z mikroskopom	25
4	REZULTATI IN DISKUSIJA	26
4.1	Preizkus udarne žilavosti po Charpyju	26
4.2	Natezni preizkus	26
4.3	Upogibni preizkus	28
4.4	DSC analiza	29
4.5	DMA analiza	30
4.6	TGA analiza	31
4.7	MFI preizkus	31
4.8	Analiza z mikroskopom	32
5	SKLEP	38
	SEZNAM LITERATURE IN VIROV	40
	SEZNAM SLIK	42
	SEZNAM TABEL	44

SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV	45
SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC	46
PRILOGE	47
Priloga 1: Grafi nateznega preizkusa	47
Priloga 2: Grafi upogibnega preizkusa	54
Priloga 3: Grafi DSC analiz	61
Priloga 4: Grafi DMA analiz	66
Priloga 5: Grafi TGA analiz	70
Priloga 6: Slike pri analizi z mikroskopom	74

1 UVOD

Eden od največjih problemov sodobnega časa je onesnaženje okolja. Velik del k temu prispevajo plastični odpadki. Ena od rešitev za ta problem je reciklirati čim več odpadkov. Reciklaža je prav tako eden od ključnih elementov krožnega gospodarstva, ki se v zadnjem času vse bolj uveljavlja. Reciklaža odpadnih kosov in stranskih produktov procesa predelave plastike je že vrsto let standardna praksa. Odpadki, kot so odpadni kosi, dolivki ter drugi stranski produkti predelovalnega procesa, se pogosto zmeljejo in ponovno uporabijo. To posledično pomeni tudi manjšo količino zavrženega materiala, vendar obstajajo določene omejitve glede uporabe recikliranega materiala. Ta je namreč v večini primerov nižje kakovosti kot virgin material, saj vsebuje nečistoče ali pa je degradiran. To pomeni, da za določene aplikacije ni najbolj primeren bodisi zaradi vizualnih razlik ali zaradi pomanjkljivosti pri mehanskih oz. termičnih lastnostih. Pogosto se tak material uporablja za izdelke z nižjimi zahtevami po kakovosti ali kot sredstvo za čiščenje pri brizganju in ekstrudiranju [1].

Recikliran material se lahko nazaj v postopek predelave uvede na več načinov. Eden od najpogostejše uporabljenih je mešanje reciklata z virgin materialom. To še vedno pomeni, da bodo izdelki visoke kakovosti, obenem pa porabimo manj virgin materiala, kar lahko pomeni nižjo ceno izdelave. Druga možnost je uporabiti reciklat v kompozitih ter z ojačevali in drugimi dodatki doseči želene mehanske in termične lastnosti [1].

Polipropilen je eden od najpogostejše uporabljenih polimernih materialov. Ima številne dobre lastnosti, kot so visoka odpornost na kemijske, biološke vplive ter vlago, je tudi trd in prožen z dobro odpornostjo na lezenje, ima pa tudi relativno nizko ceno. Zaradi vseh teh lastnosti je primeren za številne aplikacije od embalažne industrije do avtomobilske in medicinske industrije. Vendar pa široka paleta aplikacij pomeni tudi veliko količino odpada. Polipropilen je mogoče kot ostale termoplastične polimere po mletju staliti in ponovno uporabiti, vendar ob vsaki predelavi material rahlo degradira, kar posledično pomeni slabše lastnosti. Recikliran polipropilen (rPP) je zato pogosto mešan z virgin materialom ali uporabljen kot matrica v kompozitih [2].

Kompoziti z matrico iz recikliranega polipropilena so najpogostejše ojačeni z vlakni. Ta so najpogostejše steklena, a se lahko uporabijo tudi lesna, celulozna, lanena, konoplina, bombažna in še mnoga druga organska vlakna. Za bolj zahtevne aplikacije lahko uporabimo tudi ogljikova ali aramidna vlakna. Dodamo lahko tudi vlakna, pridobljena iz drugih odpadnih materialov, na primer iz poliestrskega filca [3].

Poliestri (PES) so polimeri z estrsko funkcionalno skupino v svoji ponavljajoči se enoti. Ko govorimo o poliestrih, imamo po navadi v mislih polietilen tereftalat (PET). Poliestrska vlakna so najbolj proizvajana sintetična vlakna na svetu. Glavni razlogi za to so njihova nizka cena, dobre mehanske lastnosti, enostavnost obdelave, preprostost mešanja z bombažem in drugimi naravnimi vlakni ter možnost recikliranja. Ob dodatku

kompatibilizatorjev pa jih lahko dodamo tudi kot ojačevalo k drugim polimernim materialom [4].

Polipropilen in poliestrska vlakna predstavljata velik delež plastičnih odpadkov. Uporabiti oba materiala skupaj v kompozitu z izboljšanimi lastnostmi bi bil dodaten korak proti bolj čistemu okolju z manj odpadki.

V skladu s tem je bil namen tega diplomskega dela izdelati termoplastični kompozit z matrico iz recikliranega polipropilena z dodatkom poliestrskih vlaken, pridobljenih iz odpadnega filca. Pripravili smo več kompozitnih materialov z različnimi razmerji med matrico, vlakni in kompatibilizatorji ter iz njih naredili vzorce. Te smo nato karakterizirali ter pridobili termične in mehanske lastnosti posameznih vzorcev, ki smo jih nato primerjali. Cilj je bil ugotoviti, ali vlakna, pridobljena iz poliestrskega filca, delujejo kot ojačevalo v matrici iz recikliranega polipropilena. Kot sproti cilj smo zmlili poliestrski filc. Pričakovali smo, da se bosta z višanjem odstotka dodanih vlaken iz poliestrskega filca kompozitu višali tudi togost in trdnost. Pričakovali smo tudi, da se bo z višanjem odstotka dodanih vlaken poliestrskega filca višala tudi temperatura držanja oblike (angl. heat deflection temperature – HDT). Ne nazadnje smo pričakovali še, da bomo z uporabo kompatibilizatorja oz. kombinacije kompatibilizatorjev dobili homogeno razporejena vlakna iz poliestrskega filca po matrici.

2 TEORETIČNI DEL

2.1 Polipropilen

Polipropilen (PP) danes velja za enega od najbolj vsestranskih in pogosto uporabljenih termoplastov na svetu. Ta polimer, ki spada v skupino poliolefinov, se ponaša z izjemno kombinacijo lastnosti, zaradi česar je nepogrešljiv v širokem spektru aplikacij. Njegova priljubljenost izhaja iz njegove cenovne dostopnosti, vzdržljivosti in raznolikih lastnosti. Ena od značilnih lastnosti polipropilena je njegova izjemna odpornost na kemična topila, kisline in baze, zaradi česar je primeren za aplikacije, kjer je izpostavljenost težkim okoljem neizogibna. Zaradi te lastnosti je prednostna izbira pri proizvodnji rezervoarjev za kemikalije, cevi in avtomobilskih komponent. Poleg tega njegova odpornost proti utrujanju in napetostnim razpokam zagotavlja dolgo življenjsko dobo v zahtevnih aplikacijah, kot je proizvodnja vrvi, tkanin in embalažnih materialov. Poleg tega ima polipropilen odlično toplotno odpornost, ki mu omogoča, da prenese visoke temperature brez znatne deformacije ali degradacije. Zaradi te kakovosti je idealen za uporabo v posodah, primernih za mikrovalovno pečico, komponentah pomivalnega stroja in avtomobilskih delih. Njegova nizka masa, skupaj z zmožnostjo enostavnega oblikovanja v zapletene oblike, dodatno povečuje njegovo privlačnost v različnih panogah, vključno z izdelki široke potrošnje, medicinskimi napravami in elektroniko [5].

Odlične lastnosti polipropilena nam lahko torej pomagajo razumeti, zakaj je polipropilen tako privlačen material za razne aplikacije in zakaj se njegov delež na trgu samo še povečuje. Ob tem je enostavno pozabiti, da je polipropilen že 70 let star material. Prva katalitska sinteza izotaktičnega polipropilena (iPP) je bila izvedena leta 1954 z uporabo katalizatorjev Ziegler-Natta $\text{TiCl}_4/\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$. Od takrat je globalno povpraševanje po polipropilenu skokovito naraslo in ne kaže znakov pojava, saj je predviden dvig povpraševanja po PP od 60 milijonov ton v letu 2015 do kar 120 milijonov ton do leta 2030. Letna stopnja rasti je ocenjena na 5,02 % za predvideno obdobje, trg PP pa je drugi največji med polimeri na svetu (polietilen (PE) je prvi), kar predstavlja več kot 25 % svetovnega povpraševanja po polimerih [5].

V zadnjih letih vse večjo skrb vzbuja veliko število odpadkov iz polimernih materialov. Polipropilen kot eden od najbolj uporabljenih polimerov predstavlja precejšen delež teh odpadkov. Obenem se svet poskuša čim bolj oddaljiti od fosilnih goriv, kot sta nafta in zemeljski plin, ki so osnovna surovina za večino sintetičnih polimerov, med njimi tudi PP. Ena od rešitev za ta problem so tako imenovani »zeleni« material. Bio osnovan PP je polipropilen, sintetiziran na osnovi obnovljivih virov. Ima veliko enakih lastnosti in aplikacij kot običajni polipropilen, vendar ponuja dodatno prednost, da je bolj trajnosten. Bio osnovan PP se običajno proizvaja z uporabo rastlinskih surovin, kot so sladkorni trs, koruza in soja. Proizvodni proces vključuje pretvorbo teh biomasnih materialov v monomere, ki se nato polimerizirajo za proizvodnjo polipropilena na biološki osnovi. Ta trajnostna alternativa znižuje odvisnost od omejenih virov fosilnih

goriv, znižuje emisije toplogrednih plinov in prispeva k razvoju krožnega gospodarstva. Bio osnovan polipropilen je obetaven za različne industrije, ki iščejo okolju prijazne rešitve brez ogrožanja zmogljivosti ali funkcionalnosti. Nekatere raziskave kažejo tudi, da bio osnovan PP tudi lažje biološko razgraditi kot klasičen PP. Bio osnovan polipropilen je še vedno v fazi razvoja in še ni popolnoma komercializiran, a vseeno predstavlja pomemben korak naprej v razvoju trajnostnega in krožnega gospodarstva [6].

2.1.1 Recikliran polipropilen

Recikliranje polimernih materialov je ključnega pomena iz več razlogov. V prvi vrsti pomaga ublažiti vpliv proizvodnje in odlaganja plastike na okolje z zmanjšanjem potrebe po novih surovinah in zmanjšanjem količine odpadkov, poslanih na odlagališča. Poleg tega recikliranje prihrani energijo v primerjavi s proizvodnjo nove plastike iz neobnovljivih virov, kot sta nafta in zemeljski plin, s čimer se zmanjšajo emisije toplogrednih plinov, povezane s proizvodnim procesom. Poleg tega recikliranje spodbuja krožno gospodarstvo, učinkovitost virov in zmanjšuje odvisnost od omejenih fosilnih goriv. Polimerni materiali pa tudi v zadnjih letih, posebno po korona krizi, pridobivajo na ceni, kar pomeni, da reciklirani materiali predstavljajo način, kako enostavno znižati ceno izdelave določenih izdelkov. Vključevanje praks recikliranja v upravljanje s polimernimi materiali je bistvenega pomena za okoljsko trajnost in ublažitev škodljivih učinkov plastičnega onesnaževanja na naš planet [7].

Polipropilen je kot eden od najbolj uporabljenih polimernih materialov zelo privlačen za reciklažo. Raziskave so tudi pokazale, da so mehanske lastnosti pravilno recikliranega in predelanega PP primerljive tistim v virgin materialu. Iz tega lahko sklepamo, da proces degradacije materiala med procesom recikliranja ne vpliva bistveno na lastnosti materiala [7].

Večji vpliv imajo nečistoče, ki se lahko v material vnesejo pri nepravilnem procesu reciklaže. Če so stroji, s katerimi pride material v stik (mlin, ekstruder, granulator ipd.), kontaminirani, lahko pride do vnosa drugih materialov v reciklat. Raziskava na to temo je primerjala več različnih reciklatov PP, odkrila je, da se čistoča teh giba med 90–95 %, medtem ko je čistost laboratorijsko pripravljenega reciklata več kot 99,5 %. Opazili so, da te nečistoče bistveno poslabšajo MFI, povzročajo težave pri procesiranju (zamašeni filtri pri procesu ekstrudiranja), pojavlja pa se tudi to, da se material zaradi nečistoč obarva. Zanimivo je, da večino sprememb na drugih termo-mehanskih lastnostih povzročajo razlike v kakovosti med posameznimi polipropileni in ne nečistoče. Še bolj zanimivo pa je dejstvo, da se nekatere mehanske lastnosti, kot so udarna žilavost, v reciklatu pogosto rahlo izboljšajo. To pa je posledica polietilena visoke gostote, ki se pojavi v reciklatu polipropilena kot nečistoča [8].

Rešitev za problematiko recikliranih materialov slabe kakovosti je več. Izvesti je treba bolj intenzivne in stroge kontrole nad trenutnimi sistemi reciklaže, potrebno bo najti načine, kako izboljšati obstoječe reciklirane materiale. Bodisi s preusmerjanjem

recikliranih materialov v manj zahtevne panoge ali z modificiranjem reciklatov v kompozite. V bližnji prihodnosti pa bo treba zasnovati boljše sisteme sortiranja in predelovanja ter sisteme nadzora, ki bodo skrbeli za konstantno kakovost recikliranih materialov [8].

2.1.2 PP kompoziti, ojačeni z vlakni

Kompoziti, ojačeni z vlakni, so najboljši način, kako iz standardnih termoplastov, kot je PP, pridobiti inženirske termoplaste. Ti pa so zaželeni, saj lahko stalno delujejo pri temperaturah nad 100 °C in pri natezni trdnosti nad 40 MPa. Vključevanje vlaken v termoplastične materiale namreč običajno izboljša mehanske in termične lastnosti, kot so na primer togost, trdnost, dimenzijska stabilnost, delovna temperatura, odpornost proti lezenju in utrujanju materiala. Te izboljšave pa so povezane z znižano duktilnostjo in izrazito anizotropijo kot rezultat strukturiranja ojačitve v oblikovanih delih. Relativno visoka letna stopnja rasti z vlakni ojačenih kompozitov v primerjavi s čisto plastiko je večinoma posledica nadomeščanja kovinskih in keramičnih izdelkov z brizganimi in ekstrudiranimi kompozitnimi deli, izdelanimi iz polimerov, ojačenih z vlakni [5].

Z vlakni ojačeni kompoziti se po navadi izdelujejo s procesom kompavndiranja. To je proces, pri katerem s pomočjo dvopolžnega ekstruderja termoplastično matrico ojačamo z določenim deležem vlaken in drugih dodatkov (navadno kompatibilizatorjev). V dvopolžnem ekstruderju se vse komponente dobro zmešajo in rezultat so granule kompozita, ki se lahko nadalje uporabijo v različnih procesih predelave [5].

Vlakna, ki jih uporabljamo za ojačevanje termoplastov, kot je polipropilen, ločimo v dve skupini glede na izvor, in sicer sintetična in naravna vlakna. Slednja so lahko živalskega in rastlinskega izvora. Najpogosteje uporabljena vlakna živalskega izvora so svila in volne različnih volnonosnih živali, kot so ovce, alpake in lame. Pogosteje pa se uporabljajo vlakna rastlinskega izvora, kot so bombaž, juta, lan, ramija, sisal, konoplja itd. Naravna vlakna imajo napram sintetičnim vlaknom nekaj prednosti. Najočitnejša prednost je, da so narejena iz obnovljivih virov, kar jih naredi bolj trajnostne. Naravna vlakna so biorazgradljiva, kar pomeni, da se lahko sčasoma naravno ali ob procesu kompostiranja razgradijo. Imajo lahko tudi bistveno nižje cene kot sintetična vlakna, posebno v regijah z veliko kmetijstva, ne nazadnje pa po koncu svoje življenjske dobe izdelki, ojačeni z naravnimi vlakni, med sežigom izpuščajo manjše količine škodljivih plinov. Naravna vlakna pa imajo tudi nekaj slabosti, glavne med njimi so, da v splošnem hitreje absorbirajo vlago, navadno imajo tudi slabše mehanske lastnosti v primerjavi s sintetičnimi vlakni, njihova kakovost je tudi precej odvisna od rasti, ravnanja in skladiščenja ter metod proizvodnje. Dovzetni so tudi za biološko degradacijo s strani mikroorganizmov, kot so glive in bakterije, zlasti če so izpostavljeni vlagi in visokim temperaturam, pogosto pa se pojavljajo tudi težave pri kompatibilizaciji med naravnimi vlakni in polimernimi matricami. Naravna vlakna imajo

torej nekaj prednosti, vendar jih določene slabosti držijo nazaj v primerjavi s sintetičnimi vlakni, zato se uporabljajo za manj zahtevne aplikacije [3].

Sintetična vlakna so proizvedena iz različnih fizikalno-kemijskih procesov. Nekatera najpogosteje uporabljena sintetična vlakna v kombinaciji s polipropilenom so [3]:

- Aramidna vlakna, ki so sintetična organska vlakna, sestavljena iz visoko kristaliničnih aromatskih poliamidov, imajo odlično odpornost proti utrujenosti in lezenju.
- Keramična vlakna, ki so polikristalni ognjevarni materiali, vlakna pa so sestavljena iz različnih kovinskih oksidov, kovinskih nitridov, kovinskih karbidov in njihovih mešanic.
- Steklена vlakna, sestavljena iz materialov na osnovi silicijevega dioksida, so najpogosteje uporabljeno ojačevalno sredstvo v kompozitih s PP. Odlikujejo jih njihovo ugodno razmerje med trdnostjo in težo, togost, kemična odpornost in temperaturna stabilnost, izboljšajo mehanske lastnosti kompozita, kot sta togost in odpornost na udarce, hkrati pa ohranjajo dimenzijsko stabilnost.
- Ogljikova vlakna imajo v primerjavi s steklenimi primerljive oz. boljše lastnosti, a obenem veliko nižjo maso. Te prednosti pa prinesejo tudi bistveno višjo ceno, zato se uporabljajo za zelo zahtevne aplikacije, kjer je nizka masa izdelka ključnega pomena.

V zadnjem času, ko se vse več pozornosti namenja recikliranju odpadnih plastičnih izdelkov, se pojavljajo vlakna, narejena iz odpadnih materialov, ki služijo kot izjemno cenovno ugodna in privlačna rešitev na problematiko onesnaženega okolja [9].

2.2 Poliestrska vlakna

Poliestri (PES) so polimeri z estrsko funkcionalno skupino v svoji ponavljajoči se enoti. Najpogosteje proizvajani poliestri so polibutilen tereftalat (PBT), polietilen naftalat (PEN), polietilen izoftalat (PEI), polimlečna kislina (PLA) ter polietilen tereftalat (PET). Uporabljajo se v številnih aplikacijah od embalaže do visoko zahtevnih inženirskih aplikacij, kot so ognjevarni materiali, avtomobilska industrija, električna industrija ipd. Najpogosteje pa se uporabljajo kot vlakna za tekstilno industrijo [10].

Poliestrska vlakna, predvsem vlakna iz polietilen tereftalata (PET), so najbolj proizvajana sintetična vlakna na svetu. Celotna proizvedena količina v letu 2022 je bila okoli 63,3 milijona ton s stopnjo rasti, ki je veliko višja od rasti kateregakoli drugega naravnega ali sintetičnega vlakna in nič ne kaže, da se bo to v bližnji prihodnosti spremenilo. Nizki stroški, enostavna obdelava, enostavnost mešanja z bombažem in drugimi naravnimi vlakni, možnost recikliranja ter odlične mehanske lastnosti so razlogi za uspeh poliestrskih vlaken [4].

Široki paleti aplikacij pa neizogibno sledi tudi velika količina odpadkov. Izdelki iz poliestrov se najpogosteje reciklirajo po naslednjem postopku. Najprej se izdelki

zmeljejo v manjše kosmiče, ti so nato navadno posušeni ter vodeni v ekstruder, kjer iz njih nastane filament, ki se zmelje v granule za nadaljnjo uporabo. Vsak izdelek ima določene posebnosti glede reciklaže. Plastenke so navadno različnih barv, kar pomeni, da njihov reciklat ni več uporaben za aplikacije, ki zahtevajo visoko estetske kose. Reciklirana vlakna je mogoče uporabiti za različne tkanine (pletene, tkane in netkane) ali kot ojačevalno sredstvo v kompozitih z betonom ali drugimi polimeri [9].

2.2.1 Poliestrski filc

Kot smo že omenili, je reciklaža odpadnih materialov eden od najpomembnejših korakov na poti do čistejšega okolja. Čeprav so tehnike za učinkovito recikliranje že razvite za večino vrst odpadnih materialov, kot so jekleni izdelki, stekleni izdelki, izbrana plastika itd., jih v mnogih primerih zaradi ekonomskih ali logističnih razlogov opustijo ali izvajajo v manj obsežni obliki. Izdelki iz filca predstavljajo primer materiala, ki je do sedaj redko recikliran in ponovno uporabljen [11].

Filc je eden od najstarejših tekstilnih izdelkov. Pridobiva se s polstjenjem vlaken, to vključuje stiskanje v vlažnem stanju, ki jih poveže v eno samo kompaktno maso. Izdelki so bili sprva izdelani iz naravnih vlaken, kot so ovčja volna, alpaka, svila in lan. Danes je večina izdelkov izdelanih iz sintetičnih vlaken, kot so poliestri, elastan in poliamid. Izdelki iz filca se v industriji najpogosteje uporabljajo kot tesnila za tekočine ali pline, kot filtri za zrak, olje ali celo gorivo, blazinice iz filca pa se pogosto uporabljajo tudi za poliranje in izredno fino brušenje v kombinaciji z različnimi abrazivnimi pastami. Filc je prijeten na dotik, zato se pogosto uporablja za prekrivanje raznih površin. Uporablja pa se tudi v avtomobilih, ceveh, pečicah in pečeh, saj je dober izolator tako toplote kot tudi hrupa [11].

Filc je za aplikacije, kjer ne deluje kot vizualni del, pogosto že sam po sebi reciklat, narejen iz raznih odpadnih poliestrskih, elastanovih in poliamidnih vlaken. Nekatere od zgoraj naštetih aplikacij pa uničijo oz. onesnažijo material do take mere, da ni več primeren za ponovno uporabo. Filc, uporabljen za prevleke površin ter kot izolacijsko sredstvo, pa je še vedno mogoče reciklirati. Problem pri reciklaži pa povzroča, da je filc kot že recikliran material pogosto nehomogen tako glede termo-mehanskih lastnosti kot tudi po barvi, zato ima pogosto nizko materialno vrednost in primernost za kasnejše postopke recikliranja. Raziskave na to temo so pokazale, da je s filcem težko ravnati in da je zanimanje za njihovo recikliranje majhno, zato se tak material večinoma odlaga na odlagališčih ali pa je po sušenju zbran in sežgan v sežigalnicah odpadkov, ki so pogosto neučinkovite in ne izkoriščajo potenciala tega materiala [11].

Za rešitev tega problema je bilo predlaganih več rešitev. Ena od idej, ki se trenutno promovira za inovativno recikliranje neželenih odpadkov, kot je filc, je uporaba teh kot sestavine gradbenih materialov. Spet druga rešitev pa je predelava filca nazaj v vlakna, ki se lahko nato sortirajo z raznimi metodami in ponovno uporabijo [11].

2.3 PP kompoziti, ojačeni s poliestrskimi vlakni

Številne raziskave so pokazale, da so vlakna najcenejši in najučinkovitejši način, kako izboljšati mehanske lastnosti, posebno natezni E modul, polimernim materialom, kot je polipropilen. Po drugi strani pa sta izčrpavanje omejenih zalog fosilnih goriv in nerazgradljivost odpadkov iz sintetičnih polimerov velik izziv, PP in razni poliestri pa pri tem predstavljajo velik delež teh odpadkov. Reciklaža in ponovna uporaba takih odpadkov predstavljata enega od načinov, kako delno odpraviti ta problem ter se premakniti bližje krožnemu gospodarstvu [12, 13].

Termoplastični kompoziti iz recikliranega polipropilena (rPP) ter recikliranih poliestrskih vlaken (rPESF) imajo več prednosti v primerjavi s čistimi recikliranimi materiali, kot so trdnost, vzdržljivost, togost, nizka teža, toplotna stabilnost in odpornost proti kemikalijam. rPP deluje v kompozitu kot matrica, saj ima dobre termične lastnosti in je lažji za predelavo, saj se predeluje pri nižji temperaturi kot poliester, ki posledično v kompozitu ostane v obliki vlaken. Reciklirana poliestrska vlakna kot ojačevalo uporabljamo iz več razlogov, saj predstavljajo najpogostejša odpadna vlakna, imajo tudi dobro definirano strukturo z nizko gostoto in visokim nateznim E modulom. V kompozitih s PP so pokazala tudi transkristalno morfologijo in ne nazadnje je z uporabo kompatibilizatorjev mogoče doseči zelo dobre medfazne interakcije [13, 14].

Če povzamemo, z dodajanjem recikliranih poliestrskih vlaken v rPP matrico dobimo material, ki ima boljše mehanske lastnosti kot čisti rPP, a je obenem še vedno cenovno zelo ugoden in obdrži svojo nizko gostoto. Kompozit je prav tako bolj odporen tako na kemijske vplive, kot je korozija, ter na dimenzijske spremembe zaradi temperaturnih nihanj. Posledično dobimo material, ki je na splošno boljši in bolj vsestransko uporaben kot bi bil vsak material posamično [13-15].

2.3.1 Kompatibilizatorji

Nekatere raziskave, izvedene na temo rPP/rPESF kompozitov, so opazile, da je pri nižjih vsebnostih rPESF, do okoli 7 %, mešljivost materialov dokaj dobra. Zaznali pa so tudi, da pri višjih koncentracijah ni tako, kar se je kazalo tudi na rezultatih mehanskih testov. Za dodajanje višjih odstotkov vlaken v matrico PP je treba kompozitu dodati kompatibilizator [16].

Polimerna mešanica je zmes vsaj dveh makromolekularnih snovi, polimerov ali kopolimerov, te mešanice so razvrščene na mešljive ali nemešljive. Mešljive polimerne zmesi so kombinacije dveh ali več polimerov, ki so popolnoma združljivi na molekularni ravni in se enakomerno mešajo na mikroskopskem merilu ter tako tvorijo eno fazo. Rezultat tega je, da se posamezni polimeri raztopijo drug v drugega na molekularni ravni, kar pomeni homogeni material. Večina polimernih mešanic je nemešljivih, kar pomeni, da sami ne morejo tvoriti homogenega kompozita, zato jim je treba dodajati ustrezne kompatibilizatorje [17].

Kompatibilizacija je proces spreminjanja površinskih lastnosti v polimerni mešanici, ki se sama po sebi ne meša. Doseči mora torej tri cilje, to so prilagoditi medfazno napetost in tako ustvariti želeno stopnjo disperzije, zagotoviti, da bo morfologija, ustvarjena med fazo legiranja, dala optimalno strukturo med fazo oblikovanja in izboljšanje adhezije med fazami v trdnem stanju, kar omogoča lažji prenos napetosti in s tem izboljša značilnosti delovanja. Kompatibilizacija je torej proces, ki pretvori mešanico polimerov v zlitino, ki ima želene lastnosti [17].

Kompatibilizacijo lahko dosežemo na dva načina, in sicer z dodatkom kompatibilizatorja kot dodatno komponento ali z reaktivno obdelavo. Bolj priljubljena metoda kompatibilizacije je dodajanje tretje komponente. V večini primerov je tak dodatek blok ali graft kopolimer. Ker je ključna zahteva mešljivost, ni nujno, da ima kopolimer enake segmente verige kot glavni polimeri. Zadostuje namreč, da ima kopolimer segmente, ki imajo specifične interakcije z glavnimi polimernimi komponentami, kot so vodikova vez, dipol-dipol, dipol-ionska, Lewisova kislinsko-bazna itd. Teoretični izračuni kažejo, da učinkovitost kompatibilizatorja narašča z njegovo molsko maso, vendar pa termodinamika zahteva, da se dodan kopolimer ne koncentrira samo v medfazi, ampak se raztopi v obeh fazah. Bistveno je, da je združljivost zasnovana tako, da se preseli na vmesnik in tako razširi segmentne koncentracije. Dodatek blok ali graft kopolimera tako zmanjša medfazno napetost in spremeni molekularno strukturo. Kompatibilizacija z dodajanjem tretje komponente torej ne spremeni le medfaznih lastnosti, ampak lahko vpliva na tečenje taline, kar ima velik vpliv na predelovalnost materiala in njegove termo-mehanske lastnosti [17].

Druga metoda kompatibilizacije temelji na specifični kemični reakciji med dvema polimernima komponentama med mehanskim mešanjem. Kot rezultat procesa poteka kemična reakcija znotraj medfaze, zato se medfazni agent proizvaja s segmenti iz dveh homopolimerov. Tvorba kopolimera na vmesniku takoj nakazuje, da je v nasprotju s kompatibilizacijo z dodajanjem tukaj najbolj zaželen kopolimer z najvišjo molekulsko maso – kopolimer nastane znotraj medfaze, kjer bi moral ostati. Reaktivna obdelava je integracija fine polimerne kemije z natančno izvedeno obdelavo polimerov. Združuje kemijsko kinetiko s termo-mehanskimi lastnostmi reakcijskih sestavin in produktov. Pogoji za reaktivno obdelavo zahtevajo, da obstaja zadostno disperzivno in distribucijsko mešanje, da se zagotovi potrebna obnova vmesnika, prisotnost reaktivne funkcionalnosti, ki je sposobna reagirati prek medfaze, zadostna hitrost reakcije, ki omogoča proizvodnjo zadostne količine kompatibilnega kopolimera v času zadrževanja procesne enote, stabilnost oblikovanih kemijskih struktur in stabilnost morfologije. Reaktivna obdelava je zanimiva tudi z ekonomskega vidika, saj je ob pravilni zasnovi procesa bolj cenovno ugodna kot kompatibilizacija z dodajanjem tretje komponente [17].

2.3.2 Analiza raziskav s področja PP kompozitov, ojačenih s poliestrskimi vlakni

Kot smo že omenili, je uporaba recikliranih materialov, kot so PP in poliestri, v kompozitih zelo privlačna tako z naravovarstvenega kot tudi gospodarskega vidika. Prav zato je bilo na to temo izvedenih že več raziskav, katerih cilji so bili ugotoviti najboljša razmerja med matrico in ojačevalnimi vlakni ter kateri kompatibilizatorji so najbolj učinkoviti. Sledi povzetek nekaterih raziskav, njihovih rezultatov in ugotavljanj [15].

V prvi raziskavi z naslovom »A study of PP/PET composites: Factorial design, mechanical and thermal properties« so uporabili reciklirana PET vlakna kot ojačevalno sredstvo v matrici iz virgin PP-materiala, kot kompatibilizator pa so uporabili polipropilen, graftiran z malein anhidridom (PP-g-MA). Pripravili so več vzorcev z različnimi razmerji dodanih vlaken in kompatibilizatorja. Rezultat je bil, da so pri večini kompozitov opazili izboljšane lastnosti, kot so natezna trdnost, natezni E modul, upogibna trdnost, upogibni E modul, lezenje in HDT. Zanimivo je, da pri kompozitih z visoko vsebnostjo vlaken ni prišlo do izboljšanja pri natezni trdnosti ter nateznem E modulu, saj je presežek nekompatibiliziranih vlaken rPET deloval kot koncentrador napetosti. Opazili so tudi, da sta se pri povišanju vsebnosti vlaken rPET in kompatibilizatorja natezna napetost pri pretrgu in udarna žilavost znižali. Izjema je bil kompozit s 5 % rPETF ter 4 % kompatibilizatorja, kjer se je pokazalo povišanje udarne žilavosti, verjetno zato, ker je vlakno rPET povzročilo nukleacijo v PP. Vzorce so po testih opazovali tudi pod mikroskopom, pri čemer so opazili, da se je povprečna dolžina rPETF v kompozitu zmanjšala z 10 mm pred kompavndiranjem na 1 mm. Opazili so tudi, da dodatek kompatibilizatorja PP-g-MA izboljša adhezijo med matrico in vlakni. Rezultati so torej pokazali, da vlakna rPET ob dodatku zadostne količine kompatibilizatorja PP-g-MA delujejo kot ojačevalno sredstvo v matrici PP [15].

V naslednji raziskavi z naslovom »Thermal and impact study of PP/PET fibre composites compatibilized with Glycidyl Methacrylate and Maleic Anhydride« so uporabili dva različna kompatibilizatorja. Eden je bil polipropilen, graftiran z malein anhidridom (PP-g-MA), uporabljen v prejšnji raziskavi, drugi pa je bil polipropilen, graftiran z glicidil metakrilatom (PP-g-GMA). Pripravili so 3 skupine vzorcev, prva je vsebovala le PP s PET vlakni (5, 10, 15, 20 in 30 % dodanih vlaken), druga skupina je vsebovala še 5 % kompatibilizatorja PP-g-MA, tretja skupina pa enako količino kompatibilizatorja PP-g-GMA. Opazili so, da ob dodatku kateregakoli od kompatibilizatorjev dobimo boljše mehanske lastnosti, posebno kar se tiče udarne žilavosti. Pod mikroskopom so opazili tudi, da se pri modificiranih vzorcih ne pojavlja transkristalizacija, zaznana pa je bila pri nemodificiranih vzorcih, in sicer okoli nekaterih PET vlaken. Kot pri prejšnji raziskavi so opazili, da dodajanje kompatibilizatorjev daje boljše rezultate pri vseh testih, posebno pri višjih vsebnostih dodanih vlaken (20 in 30 %). Pri takšnih razmerjih slaba adhezija med vlakni matrice povzroča praznine, ki imajo izrazit negativen vpliv na mehanske lastnosti kompozita. Nazadnje so opazili še,

da PP-*g*-GMA povzroča močnejše interakcije med matrico in vlakni, kar še dodatno izboljša mehanske lastnosti kompozita, posebno pri višjih koncentracijah vlaken [14].

Izvedene so bile tudi raziskave, pri katerih med procesom kompavndiranja niso dodali kompatibilizatorja. V članku »Mechanical properties of polypropylene reinforced with recycled-pet fibres« so pripravili kompozite s 3, 5 in 7 % rPETF v matrici iz PP brez kompatibilizatorjev. Pri kompavndiranju so uporabljali enopolžni ekstruder, kar jih je omejilo na 7 % dodanih vlaken, saj so na materialu z višjimi vsebnosti vlaken opazili znake degradacije. Menijo pa, da je degradacija le posledica napačne opreme in da do nje ne bi prišlo, če bi za kompavndiranje uporabili dvopolžni ekstruder. Pri mehanskih testih so opazili, da raztezek ob prelomu pri vseh treh vzorcih pade za kar 82 %, kar je tipično za kompozite, ojačene z vlakni. Obenem pa so opazili, da se natezna trdnost pri kompozitih ni posebno izboljšala, saj je najboljši rezultat pokazal kompozit s 5 % vlaken, in sicer le za 3,7 % višji v primerjavi z neojačenim materialom. MFI prav tako po pričakovanjih pade pri kompozitih in se slabša z dodajanjem vlaken, kar nam pove, da ti kompoziti precej težje tečejo. Največje izboljšanje je bilo opaženo na Izodovem testu udarne žilavosti, kjer je pri kompozitu s 7 % vlaken bilo opaženo izboljšanje 18,9 %. V povzetku so opazili nekaj izboljšav na mehanskih lastnostih kompozitov, a za nadaljnje raziskave na tem področju predlagajo uporabo kompatibilizatorjev ter dvopolžni ekstruder za bolj homogeno porazdelitev vlaken v matrici [16].

Naslednja raziskava z naslovom »Preparation and study of polypropylene/polyethylene terephthalate composite fibres« je opazovala obnašanje kompozita PP/PET v vlaknih. Kot kompatibilizator so uporabili polipropilen, graftiran z akrilno kislino (PP-*g*-AA). Pripravili so vzorce v razmerjih (PP/PET/PP-*g*-AA) 90/10/0, 80/20/0, 90/10/5, 80/20/10 in 70/30/30. Vse vzorce so pripravili s pomočjo dvopolžnega ekstruderja ter takoj po ekstruziji spredli s pomočjo predilnega stroja v kompozitna vlakna. Pod mikroskopom so na površini vzorcev brez kompatibilizatorja opazili veliko število odprtih na meji med obema fazama. Ker te niso prisotne na vzorcih s kompatibilizatorjem, lahko zaključimo, da so posledica slabega mešanja med PP in PET. Kompatibilizirana kompozitna vlakna z 10 in 20 % PET imajo višjo natezno trdnost ter natezni E modul kot čisti PP, a nižjo kot čisti PET. Izjema temu je vzorec s kompozicijo 70/30/30, ki je imel slabše mehanske lastnosti kot čisti PP. Raztezek pri pretrgu je pri vseh vzorcih nekje med čistim PP in PET ter pada z višanjem vsebnosti PET. Opazili so, da PP-*g*-AA izboljša kompatibilnost mešanic PP/PET in izjemno zmanjša velikost dispergirane faze, posledično je mešanico mogoče spresti v vlakna. Izboljšane mehanske lastnosti, posebno duktilnost, dajejo tem kompozitnim vlaknom prednosti pred čistimi PP vlakni. Čeprav je bil natezni E modul kompozitnih vlaken razmeroma nižji od modula čistih PET vlaken, je bilo to novo vlakno bolj ekonomsko dostopno kot PET vlakna [18].

V članku z naslovom »Effects of compatibilizers on mechanical properties of PET/PP blend« so primerjali vpliv dveh različnih kompatibilizatorjev na mešanico PET/PP v razmerju 70/30. Uporabili so nam že znan polipropilen, graftiran z malein anhidridom (PP-*g*-MA), ter ga primerjali s Stiren-etilen/butilen-stiren, graftiranim z malein anhidridom (SEBS-*g*-MAH). Razmerje med PET in PP je bilo pri vseh vzorcih konstantno, kompatibilizatorjev pa so dodali od 2 do 10 %. Natezna trdnost je bila višja pri PP-*g*-MA, ne glede na količino kompatibilizatorja, vzorci s SEBS-*g*-MAH pa so imeli nižje vrednosti od celo nekompatibiliziranega materiala. Enako velja tudi za natezni E modul in upogibno trdnost. Vrednosti pri udarni žilavosti so pri vseh vzorcih skoraj enake, izjemi sta vzorca z 8 in 10 % SEBS-*g*-MAH, saj so vrednosti obeh več kot dvakrat višje od ostalih vzorcev. Po analizi pod mikroskopom je bilo razvidno tudi, da oba kompatibilizatorja pripomoreta k boljšemu mešanju med PET in PP. Opazili pa so tudi, da odvečna količina kompatibilizatorja povzroča negativne posledice v strukturi mešanice, kar se kaže tudi na poslabšanih mehanskih lastnostih. Idealna količina za SEBS-*g*-MAH je bila 8 %, za PP-*g*-MA pa 4 % [19].

2.3.3 Izbira kompatibilizatorja

Kot smo že omenili, se vlakna PP in PES ne mešajo dobro oz. so med njimi slabe medfazne interakcije, posebno pri visokih koncentracijah vlaken, zato je v kompozit treba dodati kompatibilizator. V prejšnjem poglavju smo analizirali številne raziskave na temo PP/PET-mešanic, pri katerih smo posebno pozornost posvečali uporabljenim kompatibilizatorjem. Če povzamemo, PP-*g*-MA je najpogostejše uporabljen kompatibilizator v PP kompozitih, ojačenih s poliestrskimi vlakni, saj že v majhnih količinah pripomore k drastičnemu izboljšanju adhezije med obema polimeroma. Nastali kompoziti imajo praviloma tudi boljše mehanske lastnosti v primerjavi z nekompatibiliziranimi kompoziti. Drugi kompatibilizatorji, ki smo jih v raziskavah zaznali, so še PP-*g*-GMA, PP-*g*-AA in SEBS-*g*-MAH. Vsak od naštetih kompatibilizatorjev ima svoje prednosti, a na njih še ni bilo izvedenih dovolj raziskav. Cilji tega diplomskega dela se namreč navezujejo na ojačevalni učinek poliestrskih vlaken na PP matrico ter na to, pri katerih razmerjih se ta pojavi. Za ta namen potrebujemo zanesljiv in temeljito preverjen kompatibilizator, kot je PP-*g*-MA, ki je še vedno standard, proti kateremu se primerjajo vsi drugi kompatibilizatorji. V našem delu bomo uporabili GRAFTABOND™ PP-MAH 70025 CA [14-16, 18, 19].

Poleg kompatibilizatorja pa bomo v kompozit dodali še en material, in sicer termoplastični poliuretan (TPU). To je termoplastični elastomer, ki ga odlikujejo visoka trdnost, dobra žilavost in elastičnost, te lastnosti pa obdrži tudi pri nizkih temperaturah. Mešanje TPU in PP doseže sinergistični učinek, saj TPU z dobro žilavostjo in lastnostmi pri nizkih temperaturah kompenzira nizko udarno žilavost in nizko abrazijo PP, medtem ko je PP koristen z nizko togostjo in nizko trdoto ter cenovno ugodnostjo. TPU, ki ga bomo uporabili v kompozitu, se imenuje KURAMIRON™ U TU-S5265 [20].

2.3.4 Kompavndiranje

Kompavndiranje je proces, s katerim lahko proizvajamo nove polimerne izdelke s posebnimi lastnostmi, ki so pomembne za njihovo predvideno in nadaljnjo uporabo, bodisi z mešanjem različnih polimerov med seboj ali z dodajanjem dodatkov, polnil ali ojačeval. Glavni cilj je izdelava polimernih mešanic ali modificirane plastike za znižanje stroškov surovin in izboljšanje lastnosti izdelka in se tako izogniti uporabi dražjih in za predelavo zahtevnejših inženirskih polimerov. Skrb za okolje in težnja po krožnem gospodarstvu prav tako spodbujata uporabo visoko razpoložljivih in odpadnih polimerov za ustvarjanje novih materialov z dodajanjem k drugim polimerom ali z izboljšanjem lastnosti z dodajanjem ustreznih dodatkov. Fizikalna in kemična narava polimera in drugih komponent bo torej določila termo-mehanske lastnosti nastalih kompozitov ter posledično njihova področja uporabe [21].

Kompavndiranje torej vključuje širok spekter polimerov, dodatkov in ojačeval, ki jih je treba pretvoriti v homogene mešanice. V proces je treba vnesti ustrezno količino energije za točno določeno količino časa, za proizvodnjo homogenih in kakovostnih materialov brez izgube energije. Kompavndiranje s pomočjo ko-rotacijskega dvopolžnega ekstruderja je eden od najpogostejših procesov kompavndiranja. Dvopolžni ekstruderji imajo v primerjavi z enopolžnimi ekstruderji veliko prednosti, a za potrebe kompavndiranja zagotavljajo drastično boljše mešanje različnih komponent, kar nam na koncu daje bolj kakovostne in homogene kompozite. Ponujajo natančno vodenje raznih procesov, kot so doziranje, temperature cilindra in hitrosti polža. Odlikuje jih tudi relativno visoka hitrost delovanja, ki zagotavlja večjo učinkovitost procesa in posledično visoke proizvodne količine [22].

3 EKSPERIMENTALNI DEL

3.1 Priprava materiala

Namen diplomskega dela je ugotoviti, ali vlakna iz recikliranega poliestra (rPES) delujejo kot ojačevalo v matrici iz recikliranega polipropilena (rPP). V ta namen je bilo treba pripraviti kompozite z različnimi vsebnostmi rPES vlaken ter z različnimi metodami karakterizacije odkriti, ali vlakna v materialu delujejo kot ojačevalo ter kako njihova vsebnost vpliva na lastnosti kompozita.

Kot matrico smo uporabili rPP, ki smo ga dobili iz podjetja TAB-IPM – logistika, plastika in storitve, d. o. o., in je sestavljen iz odpadnih ohišij akumulatorjev iz avtomobilske industrije. Kot ojačevalo smo uporabili poliestrska vlakna, pridobljena iz odpadnega poliestrskega filca. Ta materiala nista dobro mešljiva oz. imata slabe medfazne interakcije, posebno pri višjih koncentracijah rPES vlaken. To lahko rešimo z dodajanjem majhne količine kompatibilizatorja, ki izboljša adhezijo med matrico in vlakni. V našem primeru smo se odločili za kombinacijo kompatibilizatorjev, in sicer polipropilena, graftiranega z malein anhidridom (PP-*g*-MA), in modificiranega termoplastičnega poliuretana (mTPU), pri čemer PP-*g*-MA predstavlja večinski delež.

Te sestavine smo nato zmešali v različnih razmerjih, pri čemer smo obdržali vedno enak delež kompatibilizatorjev. Tako pripravljene vzorce smo nato predelali v kompozite s procesom kompavndiranja s pomočjo dvopolžnega ekstruderja. Kompozite smo nato s procesom brizganja oblikovali v standardne preizkušance. Tem vzorcem smo nato s pomočjo različnih metod karakterizacije določili termo-mehanske lastnosti, pridobljene rezultate ovrednotili ter na podlagi tega ugotavljali uspešnost pripravljenega termoplastičnega kompozita.

Pri pripravi vzorcev smo uporabili naslednje materiale:

- rPP: reciklat odpadnih ohišij akumulatorjev iz podjetja TAB-IPM – logistika, plastika in storitve, d. o. o.,
- rPES: odpadni poliestrski filc iz podjetja CAP, d. o. o.,
- PP-*g*-MA: GRAFTABOND P-MAH 70025 CA,
- mTPU: KURAMIRON U TU-S5265.

3.1.1 Mletje in peletiranje poliestrskega filca

Osnova za poliestrska vlakna, ki delujejo kot ojačevalo v našem kompozitu, je bil poliestrski filc, vendar vlakna, vezana v takem stanju, niso uporabna za naše namene, zato je bilo filc treba predelati v drugo obliko. V ta namen smo filc najprej fino zmleli v mlinu Wanner, pri čemer smo dobili poliestrski »puh«. Material v tej obliki je sicer mogoče uporabiti v procesu kompavndiranja, ampak iz predhodnih izkušenj vemo, da doziranje materialov z nizko nasipno gostoto predstavlja poseben izziv, saj je tovrstne

materiale zelo težko dozirati s standardno opremo. V ta namen smo si postavili dodaten, sprotni cilj izdelave poliestrskih peletov.

Da bi dosegli ta cilj, smo vodili pridobljen poliestrski »puh« skozi napravo za peletiranje. Naprava, imenovana PELLET LINE PT50 (slika 1), deluje tako, da material s pomočjo zobnikov in povišane temperature stisne v pelete, ki imajo bistveno višjo nasipno gostoto in jih je veliko lažje predelovati. V našem primeru smo uspešno pridobili pelete iz vhodnega materiala, kar je bistveno olajšalo proces kompavndiranja.



Slika 1: Peletirka PELLET LINE PT50

3.1.2 Priprava in kompavndiranje materialov

Za lažje kompavndiranje smo materiale najprej zmešali med sabo po predhodno pripravljenih recepturah, prikazanih v tabeli 1.

Tabela 1: Recepture za vzorce

Vzorec	Skupna količina (g)	rPP (%)	rPES (%)	PP-g-MA (%)	mTPU (%)	Masa rPP (g)	Masa rPES (g)	Masa PP-g-MA (g)	Masa mTPU (g)
Vzorec 00	1.300	94,5	0	5	0,5	1.228,5	0	65	6,5
Vzorec 01	1.300	89,5	5	5	0,5	1.163,5	65	65	6,5
Vzorec 02	1.300	84,5	10	5	0,5	1.098,5	130	65	6,5
Vzorec 03	1.300	79,5	15	5	0,5	1.033,5	195	65	6,5
Vzorec 04	1.300	74,5	20	5	0,5	968,5	260	65	6,5
Vzorec 05	1.300	69,5	25	5	0,5	903,5	325	65	6,5
Vzorec 06	1.300	64,5	30	5	0,5	838,5	390	65	6,5

Pred mešanjem je bilo treba predelati vhodni rPP, saj je ta bil v obliki kosmičev, iz tega lahko sklepamo, da je bil material le grobo mlet. V taki obliki bi najverjetneje nastale težave pri doziranju v ekstruder, zato smo material še fino zmleli v mlinu Wanner.

Na sliki 2 je prikazan vhodni material za vzorec 04 po mešanju, pred doziranjem v ekstruder. Raznobarvne granule so rPP, veliki sivi peleti so rPES vlakna po peletiranju, podolgovate bele granule so kompatibilizator PP-g-MA, mTPU pa je v praškasti obliki in na sliki ni viden.



Slika 2: Zmešan material za vzorec 04 pred kompavndiranjem

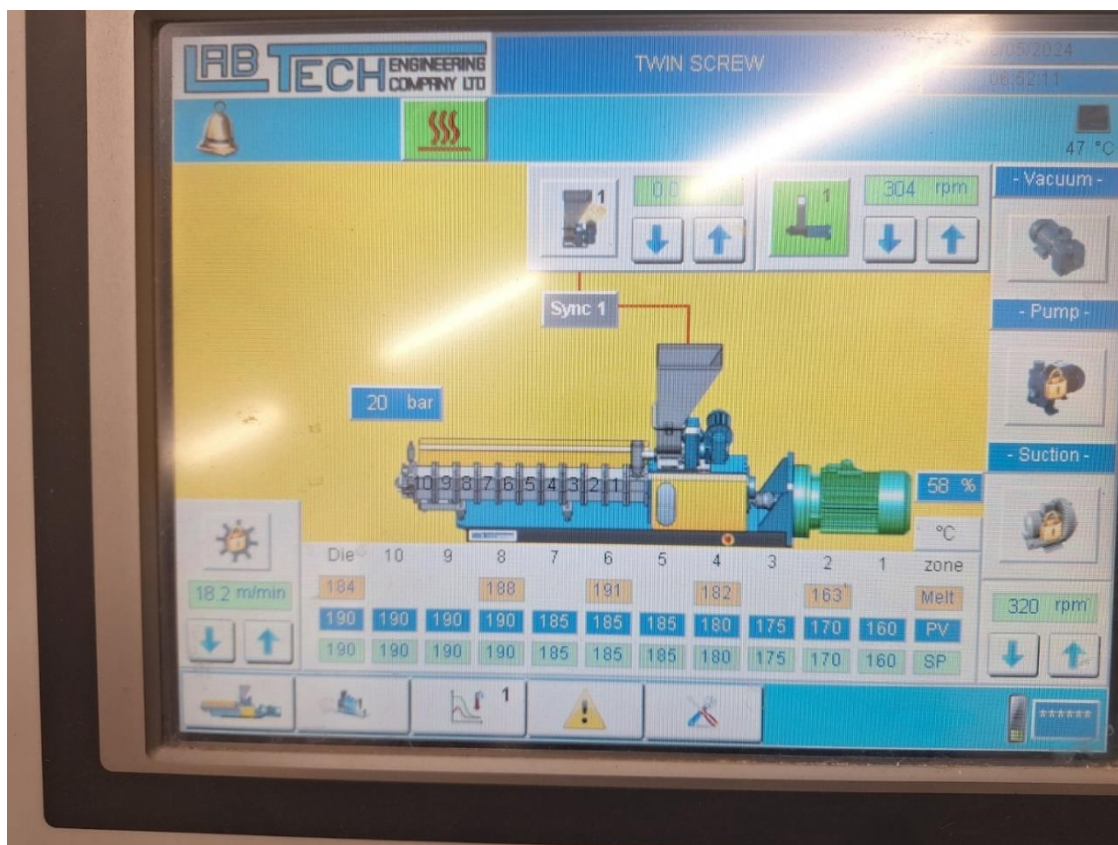
Zmešane materiale smo nato kompavndirali s pomočjo dvopolžnega ekstruderja LABTECH – LTE 20-44 (slika 3), ki ima korotirajoča polža premera 20 mm in L/D razmerje 44 in zmogljivost 20 kg PS na uro. Temperature ekstruderja smo nastavili v skladu s splošnimi predlogi za predelavo polipropilena. Obrate polžev ekstruderja pa smo prilagajali grede na obnašanje posameznega vzorca materiala v napravi, tako da filament ni bil predebel in se v vodni kopeli ni trgal. Nastavljeni parametri so navedeni v tabeli 2 in vidni s slike 4, kot so bili prikazani na nadzornem zaslonu ekstruderja.

Tabela 2: Parametri ekstruderja

	Nastavljene vrednosti
Temperaturni profil (od lijaka do šobe)	160, 170, 175, 180, 185, 185, 185, 190, 190, 190 in 190 °C
Obrati polžev	od 300 obr./min do 380 obr./min



Slika 3: Dvopolžni ekstruder LABTECH – LTE 20-44



Slika 4: Nastavitve na nadzornem zaslonu ekstruderja

Pred začetkom ekstrudiranja smo testirali avtomatsko doziranje materialov, a zaradi obnašanja rPES peletov in nehomogene mešanice to ni bilo mogoče, zato je bilo treba material dozirati ročno. Pri prvih dveh mešanicah ni prišlo do nobenih posebnosti, pri mešanici za vzorec 03, ki vsebuje 10 % rPES vlaken, pa se je začelo pojavljati izrazito in pogosto lomljenje filameta, ki se je pojavljalo pri vseh naslednjih mešanicah in je drastično otežilo in upočasnilo celoten proces. Pri vzorcih 05 in 06 s 25 % in 30 % rPES vlaken pa so se pojavile težave še pri doziranju materiala. Te so bile posledica visoke vsebnosti rPES peletov, ki so konstantno ostajali na vrhu polžev. Kljub številnim težavam smo iz vsake mešanice uspešno pridobili filament, ki smo ga s pomočjo granulatorja zrezali v granule, primerne za nadaljnjo predelavo s procesom brizganja. Granulate smo po koncu procesa kompavndiranja dali v sušilnik na temperaturo 50 °C, da so se osušili.

3.2 Brizganje vzorcev za karakterizacijo

Za izdelavo vzorcev za karakterizacijo smo uporabili brizgalni stroj Arburg Allrounder 320 C 500 – 100 (slika 5), ki ima 50 ton (500 kN) zapiralne sile in polža s premerom 20 mm. Pred začetkom brizganja smo material v sušilniku osušili na povišani temperaturi 80 °C in s tem eliminirali večino še prisotne vlage (slika 6). Orodje, v katero smo brizgali, ima dve votlini za brizganje vzorcev po standardih ISO 527 in ISO 178, z menljivim vložkom pa lahko namesto vzorcev ISO 178 brizgamo vzorce po standardu ISO 179 z zarezo (slika 7). Procesni parametri brizganja so navedeni v tabeli 3. Pri

vsakem materialu smo izvedli 80 brizgov in med procesom posamezne vzorce oštevilčili (s številko pripadajočega brizga). Za karakterizacijo smo uporabili vzorce, oštevilčene od 75 do 80, po standardu ISO 527, vzorce, oštevilčene od 46 do 60, po standardu ISO 178, in po menjavi vložka še vzorce, oštevilčene od 71 do 80, po standardu ISO 179. Pri menjavi materialov je bilo treba cilinder in polž temeljito prebrizgati, da ne bi prišlo do mešanja materialov. Opazovali smo tudi procesne parametre, kot so dejanski brizgalni tlak, čas plastificiranja, brizganja in cikla ter velikost blazinice, a so ti bili med procesom dokaj konstantni med vsemi testiranimi materiali. Po brizganju smo primerjali vzorce še vizualno in že na površini je bilo mogoče opaziti razlike zaradi vsebnosti vlaken (slika 8). Vzorce in preostali granulato smo na koncu shranili v plastične vrečke in jih pustili dva tedna, da se normalizirajo.



Slika 5: Stroj za brizganje Arburg Allrounder 320 C 500 – 100

Tabela 3: Procesni parametri brizganja

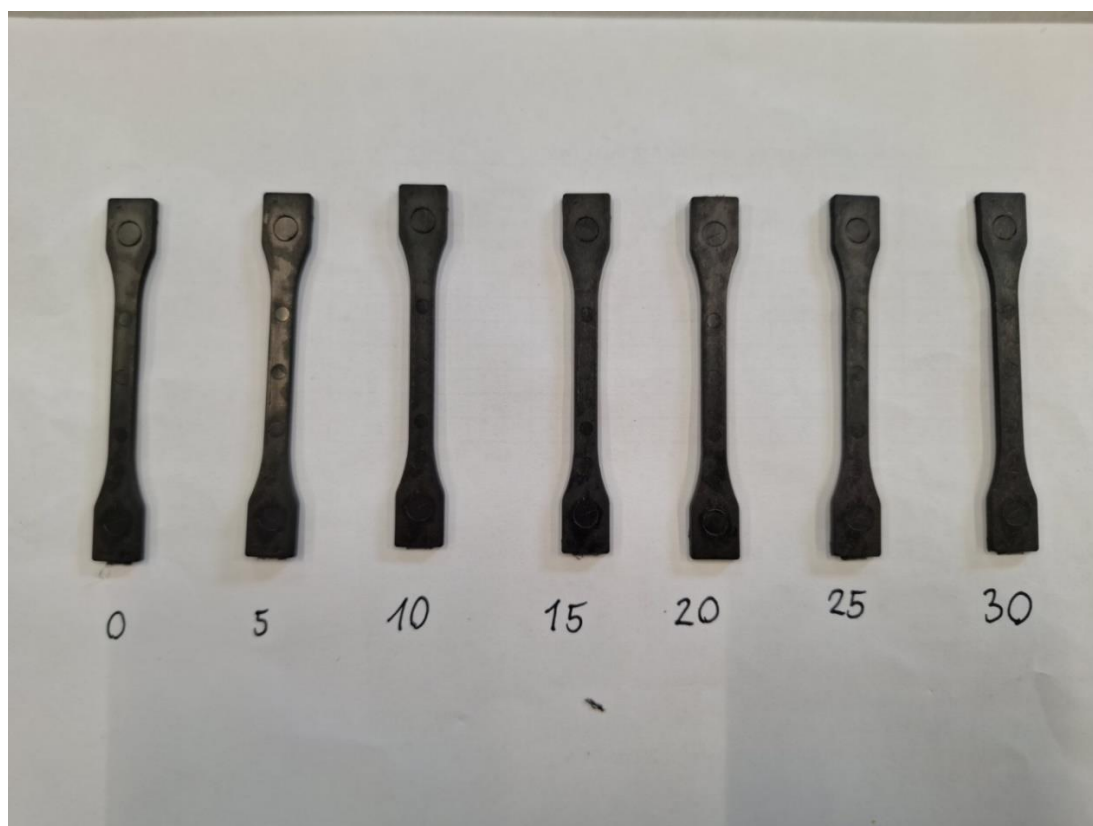
	Procesni parameter
Temperatura cone 1	175 °C
Temperatura cone 2	180 °C
Temperatura cone 3	185 °C
Temperatura cone 4	190 °C
Temperatura na šobi	190 °C
Dejanski brizgalni tlak	700 bar
Hitrost vbrizga 1	50 mm/s
Točka preklopa 1	8 mm
Hitrost vbrizga 2	20 mm/s
Preklop na naknadni tlak	5 mm
Naknadni tlak 1	500 bar
Čas naknadnega tlaka 1	1 s
Naknadni tlak 2	800 bar
Čas naknadnega tlaka 2	5 s
Naknadni tlak 3	50 bar
Čas naknadnega tlaka 3	0,5 s
Pot plastificiranja	30 mm
Dekompresija	2 mm
Protitlak	10 bar
Obrati polža pri plastificiranju	150 min ⁻¹
Čas hlajenja	12 s
Čas ciklusa	29,5 s
Temperatura orodja	25 °C



Slika 6: Vzorci v sušilniku, pripravljeni na brizganje



Slika 7: Vzorci po ISO 527 (levo), ISO 178 (desno) in ISO 179 (sredina)

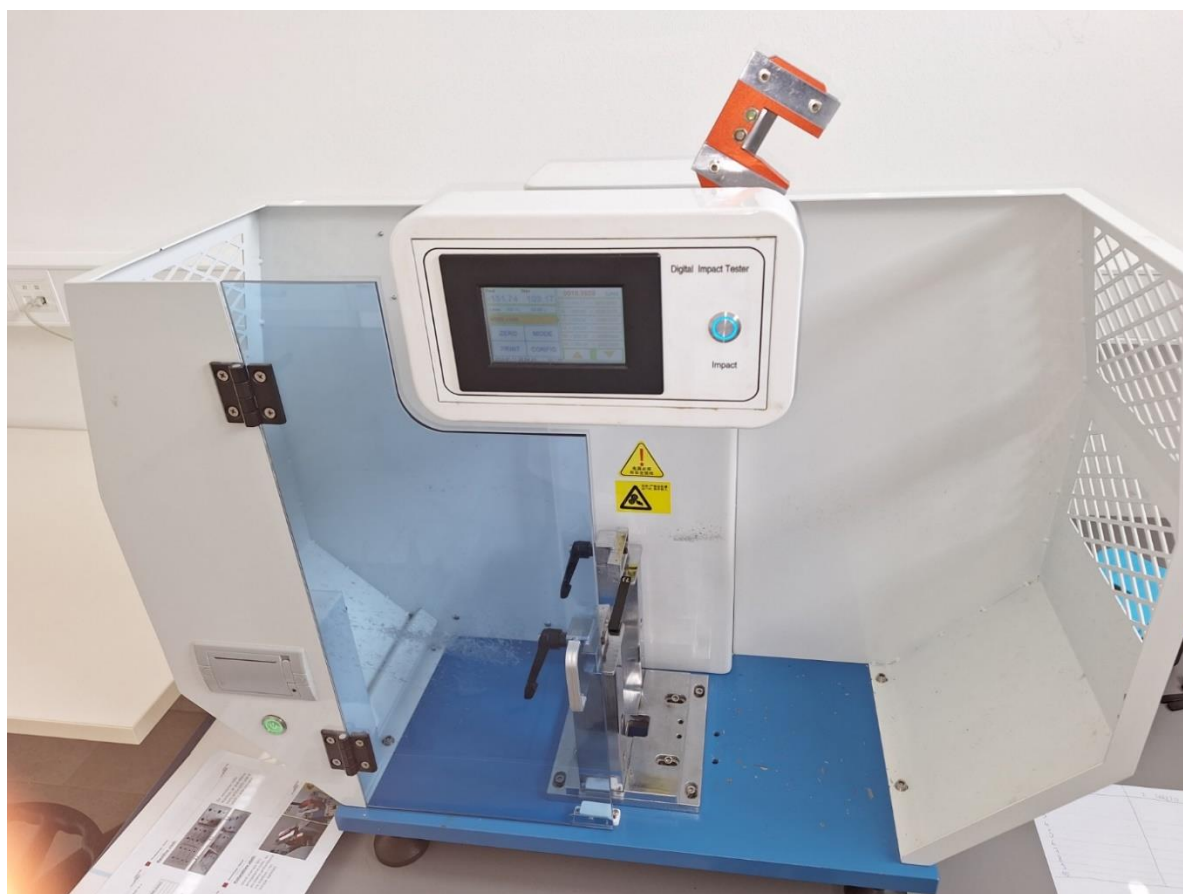


Slika 8: Vzorci po standardu ISO 527 z različnimi vsebnostmi rPES vlaken

3.3 Karakterizacija

3.3.1 Preizkus udarne žilavosti po Charpyju

Preizkus udarne žilavosti je bil izveden na napravi LY-XJJDS (slika 9). Test je potekal v skladu s standardom ISO 179. Pri vsakem od materialov smo testirali 10 vzorcev z zarezo in 10 vzorcev brez zareze. Za vse vzorce z zarezo smo uporabili 2 J kladivo, za vzorce brez zareze pa smo uporabili 5 J kladivo. Razmik med podporama je znašal 60 mm. Vzorce smo na podpore postavljali tako, da je bil dolivek obrnjen proti zunanosti naprave, sledi izmetačev pa stran od podpor. To je zagotovilo najbolj stabilno pozicijo vzorca med izvajanjem testa. Vse vzorce, uporabljene pri preizkusu, smo brizgali na brizgalnem stroju po standardu ISO 178 (širina 10 mm in debelina 4 mm) za vzorce brez zareze in standardu ISO 179 (širina 8,5 mm in debelina 4 mm) za vzorce z zarezo.



Slika 9: Naprava za preizkus udarne in zarezne udarne žilavosti, LY-XJJDS

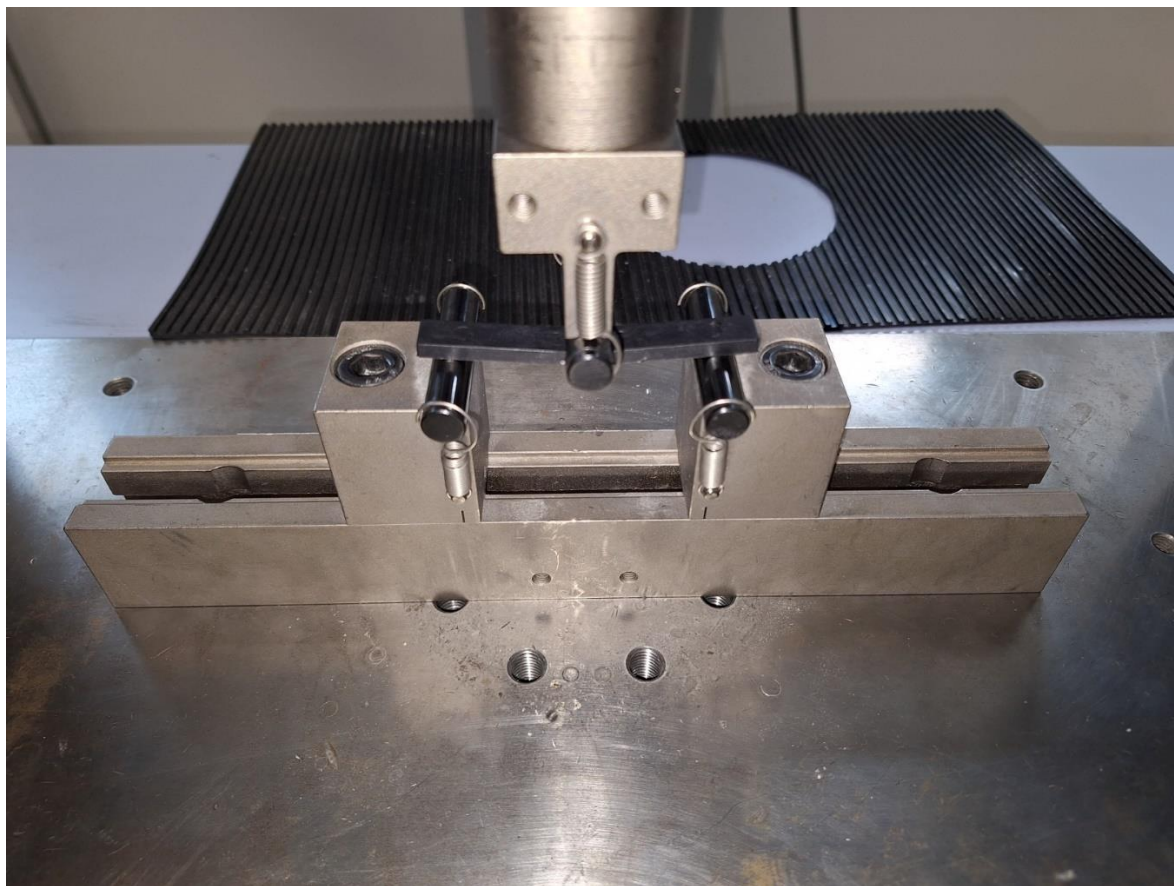
3.3.2 Natezni preizkus

Natezni preizkus je bil izveden po standardu ISO 527 na trgalnem stroju Shimadzu Autograph AG-X plus z merilnim območjem od 10 N do 10 kN. Razdalja med čeljustmi v ničelnem položaju je bila 50 mm. Hitrost pomika čeljusti je bila 1 mm/min do raztezka

0,4 %, potem pa 50 mm/min do pretrga, raztezek pa je bil merjen s pomočjo optične kamere. Testirali smo po 5 vzorcev vsakega materiala. Pri testu smo merili natezni E modul (E_t [GPa]), natežno trdnost (σ_m [MPa]), raztezek pri natezni trdnosti (ϵ_m [%]) in raztezek pri pretrgu (ϵ_{tb} [%]). Vzorci so bili izdelani na brizgalnem stroju po standardu ISO 527 Tip 1BA ter dimenzijah 5 mm širine in 2 mm debeline.

3.3.3 Upogibni preizkus

Upogibni preizkus je bil kot natezni preizkus izveden na trgalnem stroju Shimadzu Autograph AG-X plus. Preizkus je bil izveden po standardu ISO 178, pri čemer smo za vsak material testirali po 5 vzorcev. Izvedli smo tritočkovni upogibni preizkus (slika 10), pri katerem je bila hitrost pomika čeljusti nastavljena na 2 mm/min. Pri upogibnem preizkusu smo merili upogibni E modul (E_f [GPa]), maksimalno upogibno trdnost (σ_{fM} [MPa]) in upogibni raztezek pri maksimalni upogibni trdnosti (ϵ_{fM} [%]). Vzorci so bili izdelani na brizgalnem stroju po standardu ISO 178 v dimenzijah 10 mm širine in 4 mm debeline.



Slika 10: Tritočkovni upogibni preizkus na trgalnem stroju

3.3.4 DSC analiza

Meritve za DSC analizo smo izvajali na diferenčnem dinamičnem kalorimetru Mettler Toledo DSC 2. Testirali smo po en vzorec vsakega materiala, vse po enaki metodi.

Vzorci, mase okoli 10 mg, smo testirali v 40 μL aluminijastih posodicah v dušikovi atmosferi (N_2) s pretokom 20 mL/min. Vzorci smo testirali v temperaturnem intervalu od $-50\text{ }^\circ\text{C}$ do $300\text{ }^\circ\text{C}$, pri tem smo vsak vzorec dvakrat segreli in ohladili pri konstantni hitrosti segrevanja oz. ohlajanja 10 K/min . Pri analizi so nas zanimale meritve temperature tališča ($T_m\text{ [}^\circ\text{C]}$), temperature kristalizacije ($T_c\text{ [}^\circ\text{C]}$), talilne entalpije ($\Delta H_m\text{ [J/g]}$) in entalpije kristalizacije ($\Delta H_c\text{ [J/g]}$).

3.3.5 DMA analiza

DMA analizo smo izvajali na dinamičnem mehanskem analizatorju DMA 8000 podjetja Perkin Elmer. Testirali smo po en vzorec vsakega materiala, vse po enaki metodi. Kot vzorec je služil vzorec oblike, skladne s standardom ISO 527 tip 1BA, ki smo mu ravno odrezali širša predela. Vzorec smo nato vpeli v analizator, pri čemer smo pazili, da je stran s sledmi izmetačev bila obranjena izven naprave (slika 11). Vzorci smo preizkušali na upogib z dvojno prižemo, s frekvenco 1 Hz in amplitudo $0,02\text{ mm}$, ob segrevanju od $25\text{ }^\circ\text{C}$ do $170\text{ }^\circ\text{C}$ in s hitrostjo segrevanja $2\text{ }^\circ\text{C/min}$. Pri analizi smo merili dinamični E modul pri temperaturi $35\text{ }^\circ\text{C}$ ($E'\text{ [GPa]}$), temperaturo ($^\circ\text{C}$) pri dinamičnem E modulu $0,5\text{ GPa}$ ter faktor izgub ($\tan \delta$).



Slika 11: Vzorec, vpet v analizator DMA 8000

3.3.6 TGA analiza

Meritve za TGA analizo smo izvajali na termogravimetričnem analizatorju Mettler Toledo TGA/DSC 3+. Testirali smo po en vzorec vsakega materiala, vse po enaki metodi. Za test smo uporabili vzorce mase okoli 10 mg, ki smo jih položili v aluminijast lonček. Test se je začel pri 40 °C v dušikovi atmosferi (N₂) s pretokom 20 mL/min. Vzorec smo nato segreli na 550 °C s hitrostjo segrevanja 10 K/min. Nazadnje smo vzorec, segret na 550 °C, 20 minut prepihovali s kisikovo atmosfero (O₂) s pretokom 20 mL/min. Pri analizi smo merili temperaturo degradacije (T_{d1} [°C]) in razpad oz. zmanjšanje zatehtane mase vzorca (v %) v dušikovi atmosferi ter razpad (v %) v kisikovi atmosferi, na koncu pa smo opazovali še ostanek materiala po koncu procesa (v %).

3.3.7 MFI preizkus

MFI preizkus smo izvajali na napravi za merjenje indeksa tečenja taline LIYI MFI LY-RP. Vzorec za ta preizkus je bil granulat posameznega vzorca, ki je bil uporabljen tudi za brizganje. Vse vzorce smo testirali pri temperaturi 230 °C in z utežjo mase 2,16 kg. V času merjenja je naprava naredila 5 odrezkov na določen časovni interval, ti so se nato na analizni tehtnici stehtali, povprečje teh mas pa smo preračunali na enoto g/10 min, ki služi kot standard za primerjavo. Časovni interval odrezkov smo med posameznimi materiali prilagodili glede na hitrost tečenja materiala, pri vzorcu 00 je bil čas 5 sekund, pri vzorcih 01, 02 in 03 je bil 10 sekund, pri vzorcih 04 in 05 je bil 15 sekund ter pri vzorcu 06 20 sekund.

3.3.8 Analiza z mikroskopom

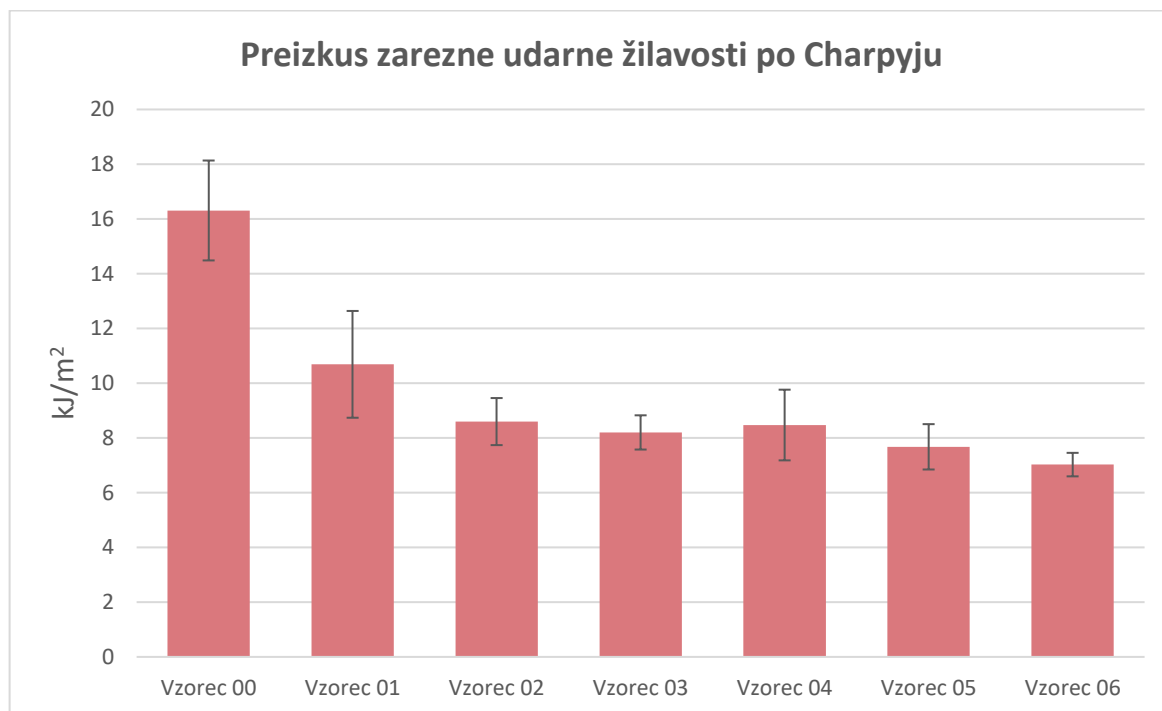
Analizo smo izvedli z mikroskopom Keyence VHX 7000. Opazovali smo prelomljene vzorce, pridobljene s preizkusom udarne žilavosti po Charpyju. Vsak vzorec smo opazovali pod 300-kratno povečavo ter na njem določili najširše in najtanjše rPES vlakno. Podrobneje pa smo si pogledali še vzorec 05, mesto porušitve po nateznem testu, in sicer pod 50-kratno in 1.000-kratno povečavo.

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

4.1 Preizkus udarne žilavosti po Charpyju

Izvedli smo preizkus udarne žilavosti po Charpyju na vzorcih, skladnih s standardoma ISO 178 (brez zareze) in ISO 179 (z zarezo). Pri skoraj vseh vzorcih brez zareze ni prišlo do zloma med testom, tudi pri uporabi najtežjega 5 J kladiva. Le pri vzorcu 06 je prišlo do zloma pri osmih od desetih preizkušancev. Iz tega lahko sklepamo, da je ta material na zgornji meji merilnega področja naprave, kar pa posledično pomeni, da vzorcev brez zareze s to napravo ni mogoče pravilno okarakterizirati.

Na spodnji sliki 12 pa so rezultati preizkusa vzorcev z zarezo po standardu ISO 179. Najvišjo udarno žilavost je imel vzorec 00, ki ne vsebuje rPES vlaken. Najnižjo vrednost pa je imel vzorec 06 s 30 % rPES vlaken. Vzorci 02, 03 in 04 pa so imeli zelo podobne vrednosti. Iz teh rezultatov lahko vidimo, da rPES vlakna že pri majhnih dodanih količinah izjemno negativno vplivajo na žilavost kompozita.



Slika 12: Grafični prikaz rezultatov preizkusa zarezne udarne žilavosti

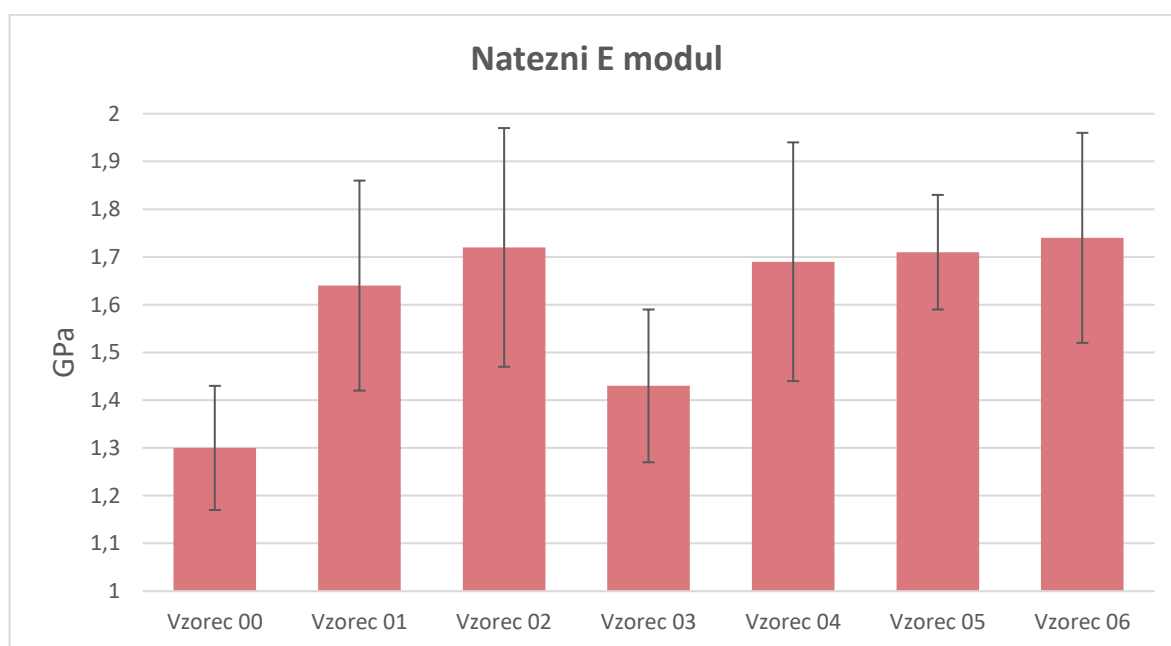
4.2 Natezni preizkus

V tabeli 4 so predstavljeni rezultati nateznega preizkusa po standardu ISO 527. Vidimo lahko, da je imel vzorec 06 z najvišjo vsebnostjo rPES vlaken tudi najvišji natezni E modul in najvišjo natezno trdnost, a najnižji raztezek pri pretrgu. Zanimivo je, da natezni E modul pri vzorcih 01 in 02 hitro naraste, pri vzorcu 03 drastično pade, nato pa ponovno raste (slika 13). Raztezek pri pretrgu (slika 14) se po pričakovanjih z dodajanjem vlaken niža, to pa pomeni višjo togost materialov, a nižjo žilavost, kot se

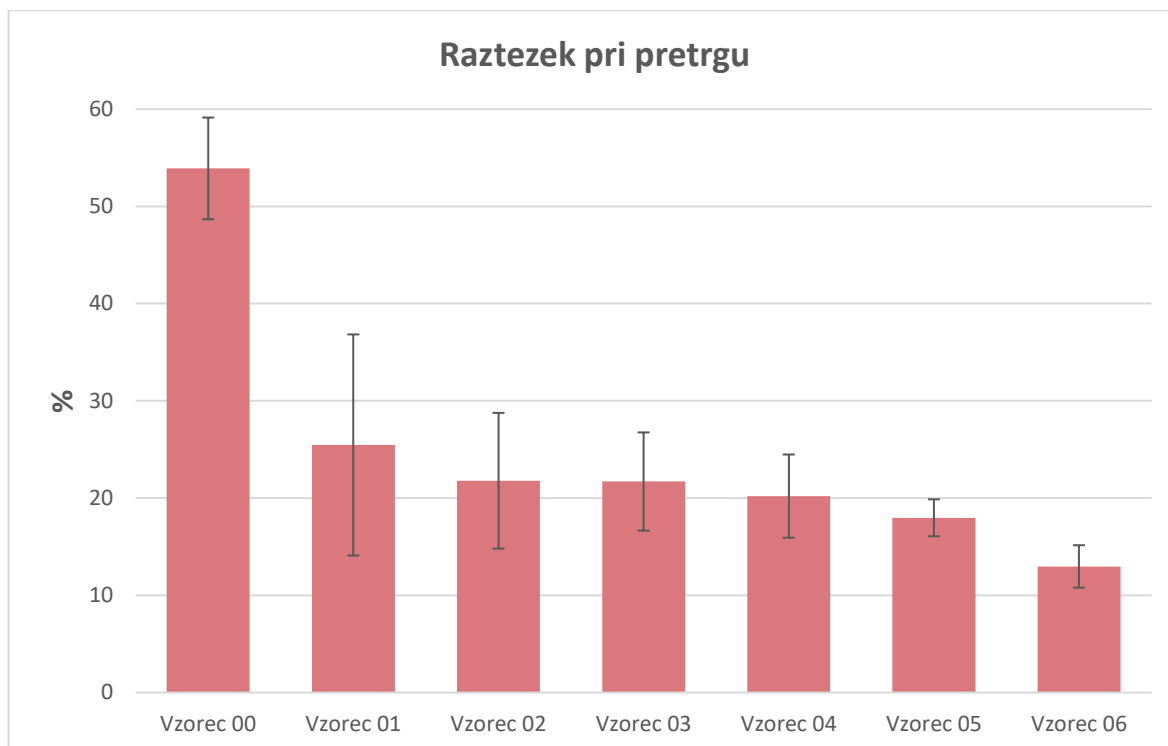
je pokazalo tudi pri preizkusu udarne žilavosti. Zanimivo je tudi, da natezna trdnost konstanto rahlo pada, pri vzorcu 06 pa skokovito naraste (slika 15), obenem pa je pri tem rezultatu tudi velika deviacija pri rezultatih. Iz pridobljenih rezultatov lahko sklepamo, da je prišlo do kompatibilizacije med matrico in vlakni, vendar je kakovost te vprašljiva, saj med neojačenimi in ojačenimi vzorci ni tako drastična, kot smo pričakovali. Obenem pa je učinek dodanega mTPU vprašljiv zaradi rezultatov pri žilavosti. Grafi izmerjenih vrednosti nateznega preizkusa se nahajajo v prilogi 1.

Tabela 4: Tabela rezultatov nateznega preizkusa

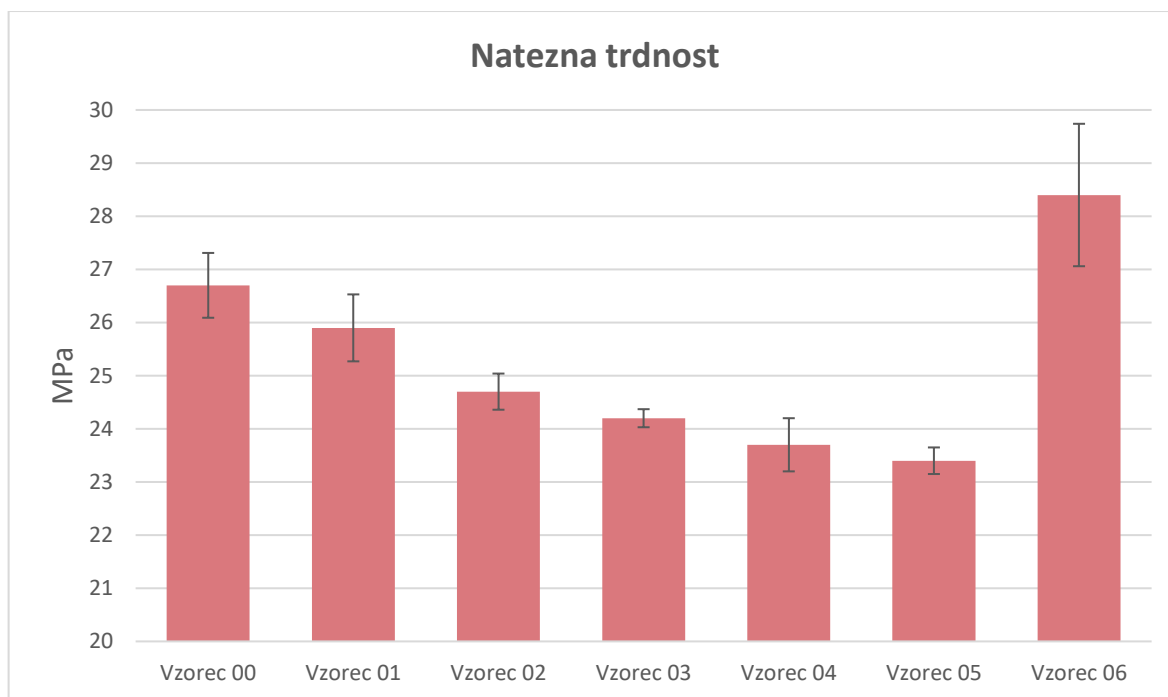
	E_t (GPa)	σ_m (MPa)	ε_m (%)	ε_{tb} (%)
Vzorec 00	$1,30 \pm 0,13$	$26,7 \pm 0,6$	$6,37 \pm 0,60$	$53,90 \pm 5,23$
Vzorec 01	$1,64 \pm 0,22$	$25,9 \pm 0,6$	$5,76 \pm 0,52$	$25,46 \pm 11,37$
Vzorec 02	$1,72 \pm 0,25$	$24,7 \pm 0,3$	$5,52 \pm 0,14$	$21,78 \pm 6,98$
Vzorec 03	$1,43 \pm 0,16$	$24,2 \pm 0,2$	$5,50 \pm 0,18$	$21,70 \pm 5,05$
Vzorec 04	$1,69 \pm 0,25$	$23,7 \pm 0,5$	$5,08 \pm 0,29$	$20,20 \pm 4,28$
Vzorec 05	$1,71 \pm 0,12$	$23,4 \pm 0,3$	$4,71 \pm 0,19$	$17,97 \pm 1,90$
Vzorec 06	$1,74 \pm 0,22$	$28,4 \pm 1,3$	$4,06 \pm 0,13$	$12,97 \pm 2,18$



Slika 13: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti nateznega E modula



Slika 14: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti raztezka pri pretrgu



Slika 15: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti natezne trdnosti

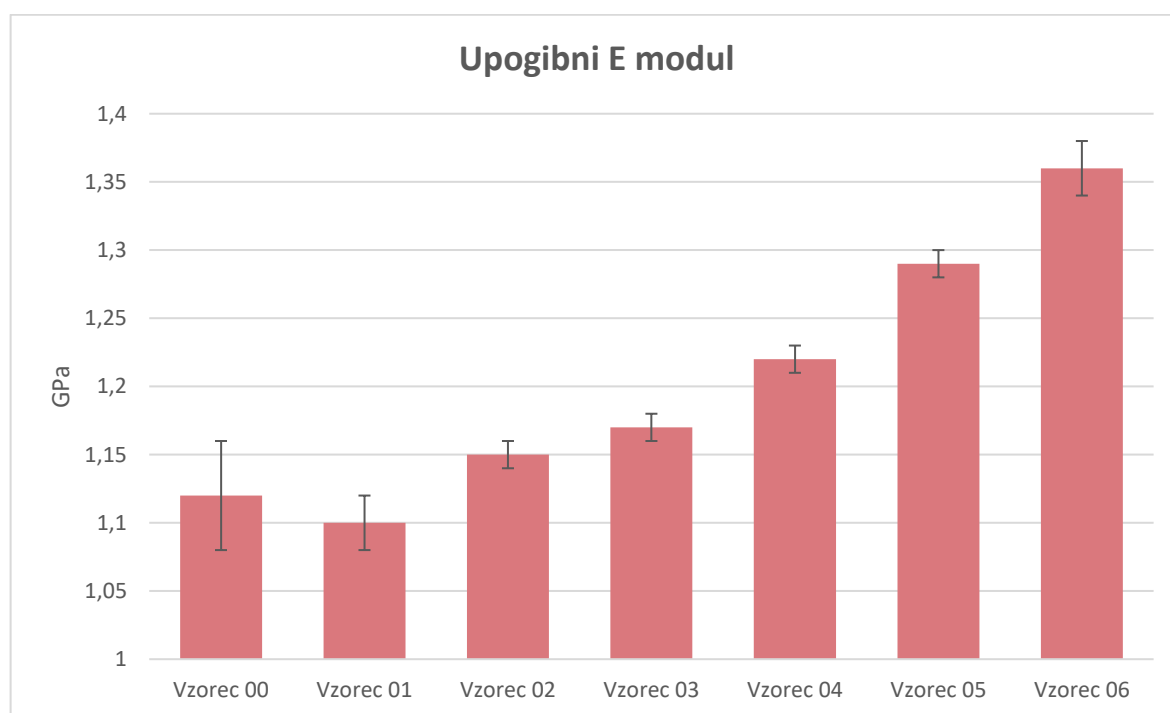
4.3 Upogibni preizkus

V tabeli 5 so predstavljeni rezultati upogibnega preizkusa, izvedenega po standardu ISO 178. Iz tabele je razvidno, da upogibni E modul z dodajanjem rPES vlaken narašča. Enako bi pričakovali tudi pri upogibni trdnosti, vendar smo pri kar štirih vzorcih

dobili zelo podobne meritve. Le zadnja dva materiala imata malo višje vrednosti, a tudi te so bile pod pričakovanji. Podobno kot pri nateznem preizkusu se z dodajanjem rPES vlaken upogibni raztezek niža, kar kaže na večjo krhkost materiala. Iz rezultatov lahko zaključimo, da višja količina rPES vlaken pozitivno vpliva na upogibni E modul (slika 16), a nima posebnega vpliva na upogibno trdnost. Žilavost pa z dodajanjem vlaken pada, medtem ko togost narašča. Grafi izmerjenih vrednosti upogibnega preizkusa se nahajajo v prilogi 2.

Tabela 5: Tabela rezultatov upogibnega preizkusa

	E_f (GPa)	σ_{fm} (MPa)	ε_{fm} (%)
Vzorec 00	$1,12 \pm 0,04$	$30,4 \pm 0,2$	$6,67 \pm 0,15$
Vzorec 01	$1,10 \pm 0,02$	$30,0 \pm 0,4$	$6,59 \pm 0,14$
Vzorec 02	$1,15 \pm 0,01$	$30,0 \pm 0,2$	$6,31 \pm 0,29$
Vzorec 03	$1,17 \pm 0,01$	$30,0 \pm 0,2$	$5,96 \pm 0,09$
Vzorec 04	$1,22 \pm 0,01$	$30,0 \pm 0,3$	$5,63 \pm 0,13$
Vzorec 05	$1,29 \pm 0,01$	$30,7 \pm 0,4$	$5,38 \pm 0,11$
Vzorec 06	$1,36 \pm 0,02$	$31,2 \pm 0,2$	$4,97 \pm 0,12$



Slika 16: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti upogibnega E modula

4.4 DSC analiza

V tabeli 6 so predstavljeni rezultati diferenčne dinamične kalorimetrije. Vidimo lahko, da temperature tako pri taljenju in kristalizaciji matrice in vlaken ostajajo konstantne pri vseh vzorcih. Podobno kažejo tudi grafi, na katerih ni opaziti posebnih sprememb pri termičnih učinkih med vzorci. Iz tega lahko sklepamo, da imamo v termoplastičnem

kompozitu med vlakni in matrico slabe medfazne interakcije. Razlike se začnejo pojavljati pri entalpijah, kjer se tako pri taljenju kot tudi pri kristalizaciji entalpija rPP matrice zniža, rPES pa zviša z dodajanjem višje količine vlaken. Grafi, izmerjeni pri DSC analizi, se nahajajo v prilogi 3.

Tabela 6: Tabela rezultatov pri DSC analizi

	Taljenje rPP		Taljenje rPES		Kristalizacija rPP		Kristalizacija rPES	
	T _m rPP (°C)	ΔH _m rPP (J/g)	T _m rPES (°C)	ΔH _m rPES (J/g)	T _c PP (°C)	ΔH _c rPP (J/g)	T _c rPES (°C)	ΔH _c rPES (J/g)
Vzorec 00	165,5	75,35	/	/	123,0	64,86	/	/
Vzorec 01	163,4	63,43	242,9	1,58	124,6	61,65	201,2	1,31
Vzorec 02	163,6	62,13	239,3	2,98	123,8	57,41	189,0	2,34
Vzorec 03	163,4	58,89	238,4	5,25	124,3	53,47	199,8	4,15
Vzorec 04	163,8	58,92	243,0	5,55	124,0	54,81	198,9	5,14
Vzorec 05	164,0	46,10	244,0	6,45	123,5	45,76	197,7	5,71
Vzorec 06	163,7	50,03	242,9	8,25	124,0	49,29	198,1	7,64

4.5 DMA analiza

V tabeli 7 so predstavljeni rezultati, pridobljeni pri dinamični mehanski analizi. Vidimo lahko, da je dinamični E modul (E'), ki je bil pri vsakem vzorcu izmerjen pri temperaturi 35 °C, naraščal z višanjem deleža rPES vlaken v vzorcih. Iz tega lahko sklepamo, da rPP, ojačan z rPES vlakni, obdrži višjo togost tudi pri povišani temperaturi. Obenem pa to pomeni tudi, da se z dodajanjem vlaken viša tudi temperatura držanja oblike oz. HDT. Temperatura vrha pri faktorju izgub, ki predstavlja temperaturo steklastega prehoda (za rPES), je pri vseh vzorcih z dodanimi vlakni praktično enaka, izjema je vzorec 01, pri katerem je ta temperatura nekoliko višja. Iz tega lahko sklepamo, da se po neki količini dodanih vlaken (med 5 in 10 %) temperatura steklastega prehoda ustali in ostaja konstantna. To pa pomeni, da imamo v kompozitu slabe medfazne interakcije. Faktor izgub s povečevanjem vsebnosti vlaken narašča, po čemer lahko sklepamo, da se znižuje elastičnost materiala. To je še dodatno potrdilo, da z dodajanjem vlaken kompozit postaja bolj tog. Grafi izmerjenih vrednosti pri DMA analizi se nahajajo v prilogi 4.

Tabela 7: Tabela rezultatov pri DMA analizi

	E' (GPa) pri 35 °C	tan δ (°C)	tan δ (-)
Vzorec 00	1,01	/	/
Vzorec 01	1,10	81,4	0,134
Vzorec 02	1,16	75,6	0,135
Vzorec 03	1,20	75,8	0,135
Vzorec 04	1,24	75,9	0,141
Vzorec 05	1,31	75,7	0,144
Vzorec 06	1,43	75,2	0,152

4.6 TGA analiza

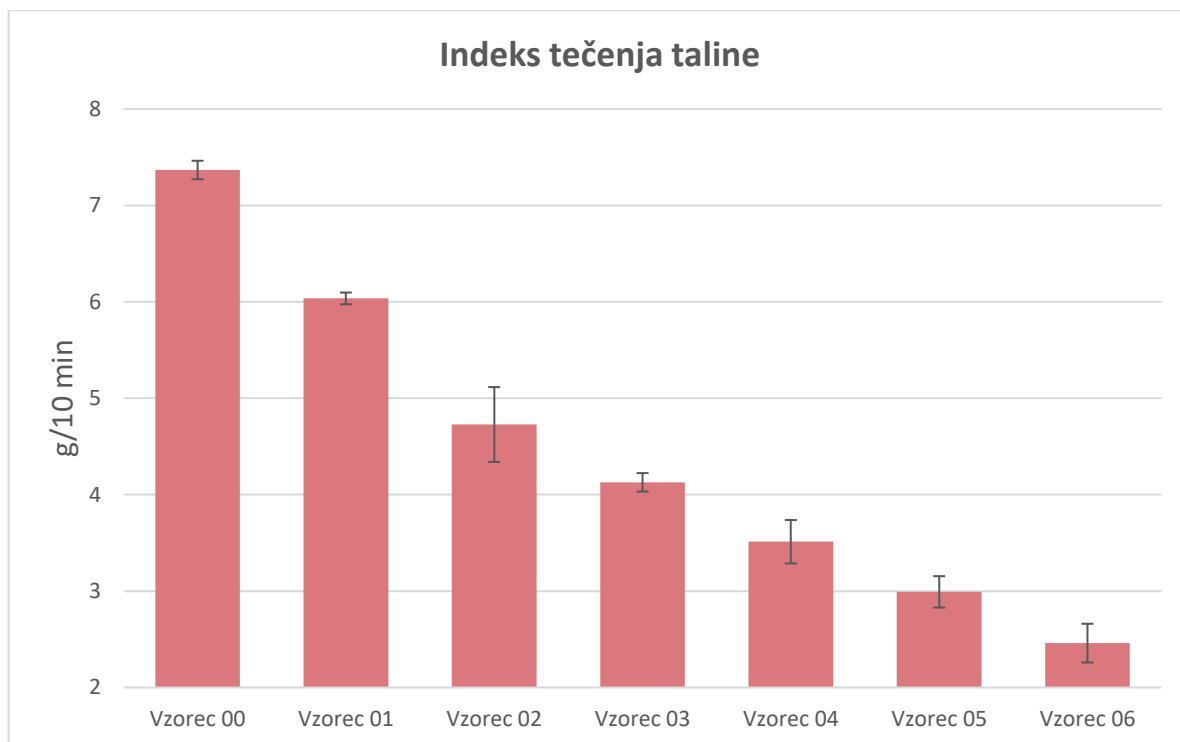
V tabeli 8 so predstavljeni rezultati termogravimetrične analize. Vzorec 00, ki vsebuje le rPP, je v dušikovi atmosferi skoraj popolnoma razpadel, ostanek, ki ga je podala naprava, ni realen in je prišlo do napake pri meritvi. Vsi vzorci z rPES vlakni imajo bolj izrazit razpad v kisikovi atmosferi kot vzorec brez vlaken, iz tega lahko sklepamo, da znaten delež vlaken ne razpade v dušikovi atmosferi, ampak zgori v kisikovi atmosferi. Ostanek po analizi je sprva tako precej konstanten, in sicer med 1,5 % in 2 %, izjemi sta vzorca 04 in 06, pri katerih se je prav tako najverjetneje zgodila napaka pri meritvi. Temperatura degradacije narašča v skladu z višanjem koncentracije rPES vlaken, se ustali pri približno 461 °C in pri zadnjem vzorcu celo rahlo pade. Sklepamo lahko torej, da imajo rPES vlakna relativno majhen vpliv na temperaturo degradacije kompozita, obenem pa ta vsaj v dušikovi atmosferi manj degradirajo kot pa matrica. Grafi, izmerjeni pri TGA analizi, se nahajajo v prilogi 5.

Tabela 8: Tabela rezultatov pri TGA analizi

	Dušikova atmosfera (N ₂)		Kisikova atmosfera (O ₂)	Ostanek (%)
	T _{d1} (°C)	Razpad (%)	Razpad (%)	
Vzorec 00	451,0	99,64	0,24	2,82
Vzorec 01	449,9	97,49	0,59	1,92
Vzorec 02	459,8	97,08	1,46	1,46
Vzorec 03	461,6	96,14	2,25	1,65
Vzorec 04	461,0	96,42	3,49	0,33
Vzorec 05	461,7	94,50	3,51	1,99
Vzorec 06	457,5	95,92	4,09	0,85

4.7 MFI preizkus

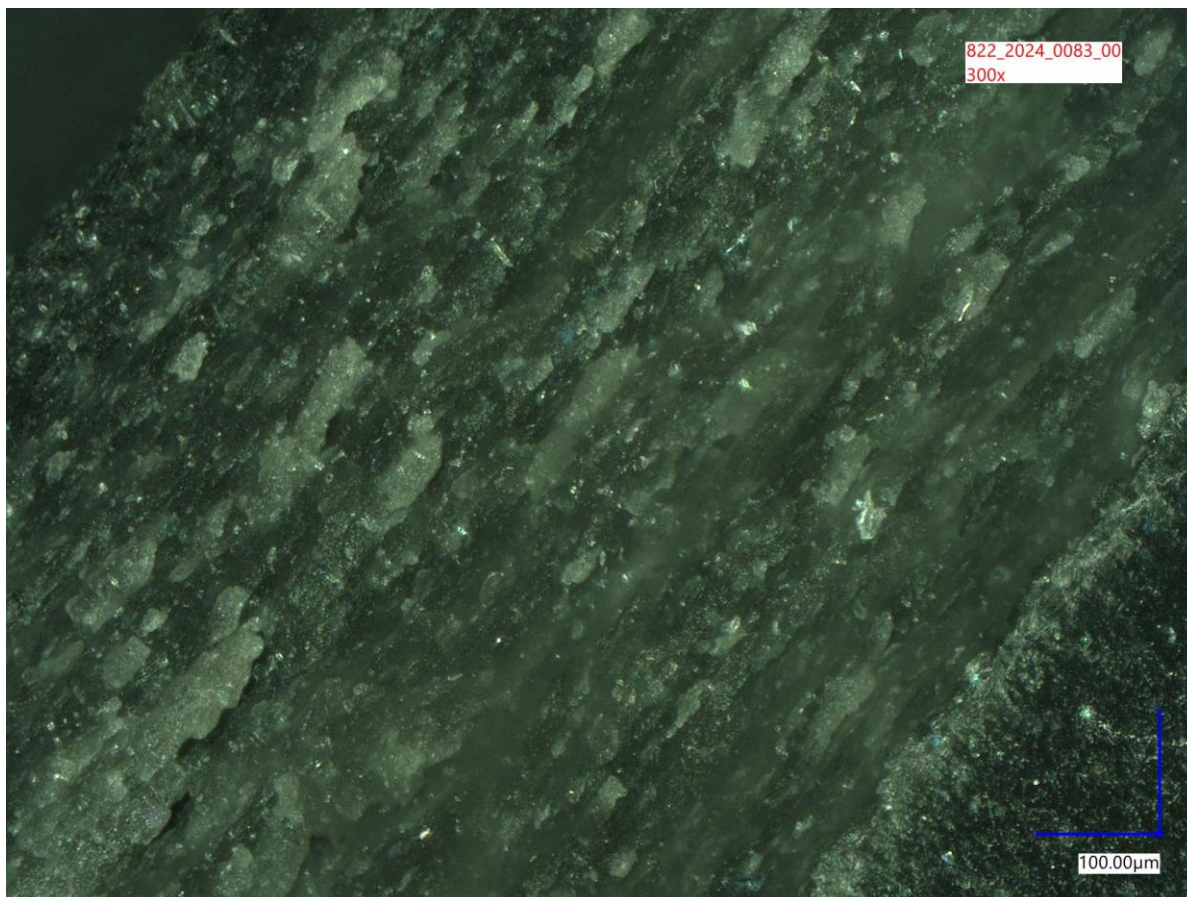
Na grafu (slika 17) so prikazani rezultati preizkusa za določanje indeksa tečenja taline. Kot je razvidno iz grafa, ima vzorec 00, ki ne vsebuje rPES vlaken, najnižjo viskoznost, saj ima najvišji MFI. Vidimo tudi, da s povečevanjem vsebnosti vlaken MFI konstantno, skoraj linearno, pada, ker ima talina vse višjo viskoznost. Predvidljivo ima vzorec 06, ki vsebuje najvišji delež rPES vlaken (30 %), najnižji MFI, in sicer teče skoraj trikrat počasneje kot vzorec brez vlaken. Iz tega lahko zaključimo, da so vzorci z višjo vsebnostjo vlaken težji za predelavo, saj zahtevajo višje obodne hitrosti polža in višje tlake, kar pa lahko posledično pomeni bolj izrazito degradacijo materiala v talini.



Slika 17: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti indeksa tečenja taline (MFI)

4.8 Analiza z mikroskopom

Vzorci, ki smo jih uporabili pri preizkusu udarne žilavosti po Charpyju in pri nateznem preizkusu, smo analizirali še pod mikroskopom. Prva slika (slika 18) prikazuje vzorec 00, ki ne vsebuje rPES vlaken, pod 300-kratno povečavo. Ta je služil kot primerjava za druge vzorce, saj na njem lahko vidimo le strukturo na površini loma, ki kaže na rahlo plastično deformacijo materiala na mestu loma.



Slika 18: Površina vzorca 00 pri 300-kratni povečavi

Naslednji sliki prikazujeta vzorec 01 (slika 19), ki je zelo podoben vzorcu 02 (slika v prilogi 6). Oba imata majhen delež vlaken, ki so ob prelomu ostala zunaj površine. Vlakna, ki se pojavljajo, so premera med 8 μm in 32 μm , čeprav je večina vlaken zunaj površine vzorca na debelejši strani. Iz tega lahko sklepamo, da je večina tanjših vlaken ostala v matrici zaradi dobrih medfaznih interakcij med površino tanjših vlaken in matrico. Vlakna so prav tako enakomerno razporejena po vzorcu, po čemer lahko sklepamo, da je pri kompavndiranju teh termoplastičnih kompozitov prišlo do dobre homogenizacije taline pred brizganjem.

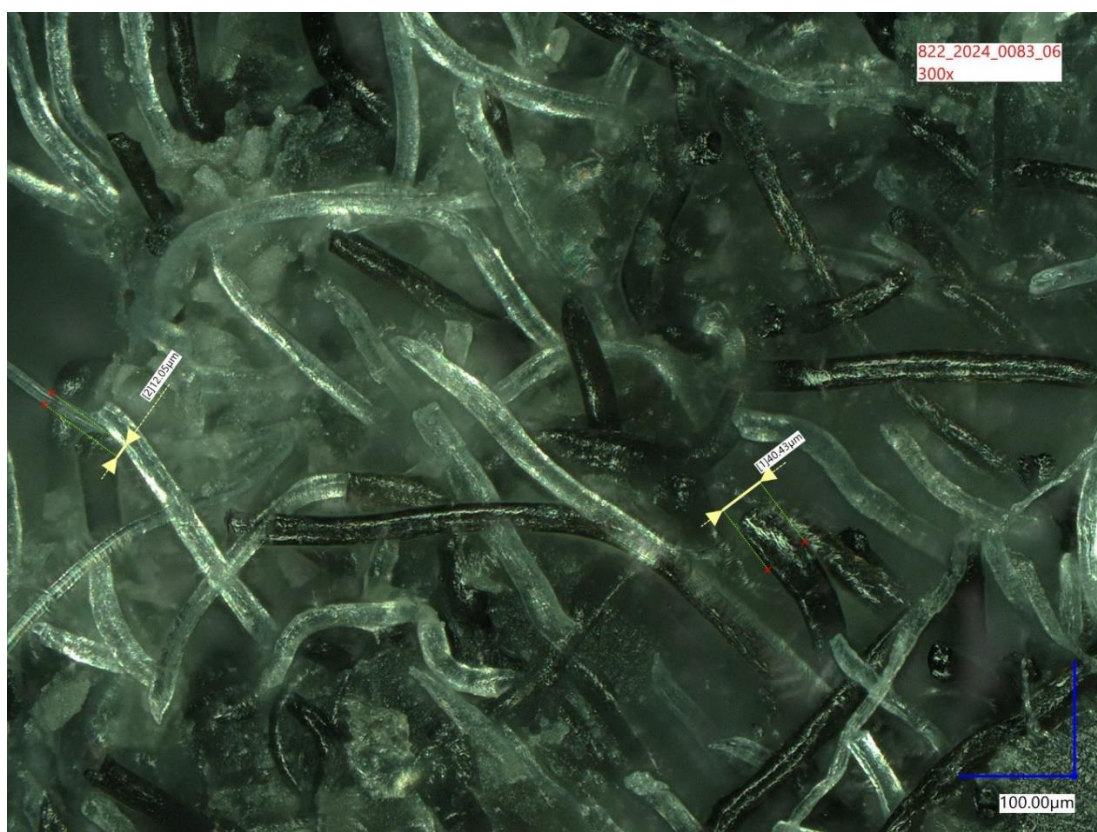


Slika 19: Površina vzorca 01 pri 300-kratni povečavi

Pri ostalih vzorcih je bistveno manj vlaken vdelanih v površino vzorca. Kljub dobri homogenosti materiala je večina vlaken na površini loma ostala zunaj materiala. K temu je najverjetneje največ pripomogla višja količina vlaken, prisotnih v teh vzorcih. Vlakna, prisotna v teh vzorcih, so prav tako povprečno debelejša kot pri prejšnjih vzorcih. Naslednji sliki prikazujeta vzorec 03 (slika 20), ki je podoben prejšnjima vzorcema 01 in 02, a vsebuje opazno manjše število vlaken, vdelanih v matrico, in vzorec 06 (slika 21). Pri tem vzorcu so praktično vsa vlakna na površini preloma zunaj matrice, vlakna na tem vzorcu so tudi rahlo debelejša kot pri vseh ostalih vzorcih. Slike ostalih materialov se nahajajo v prilogi 6.

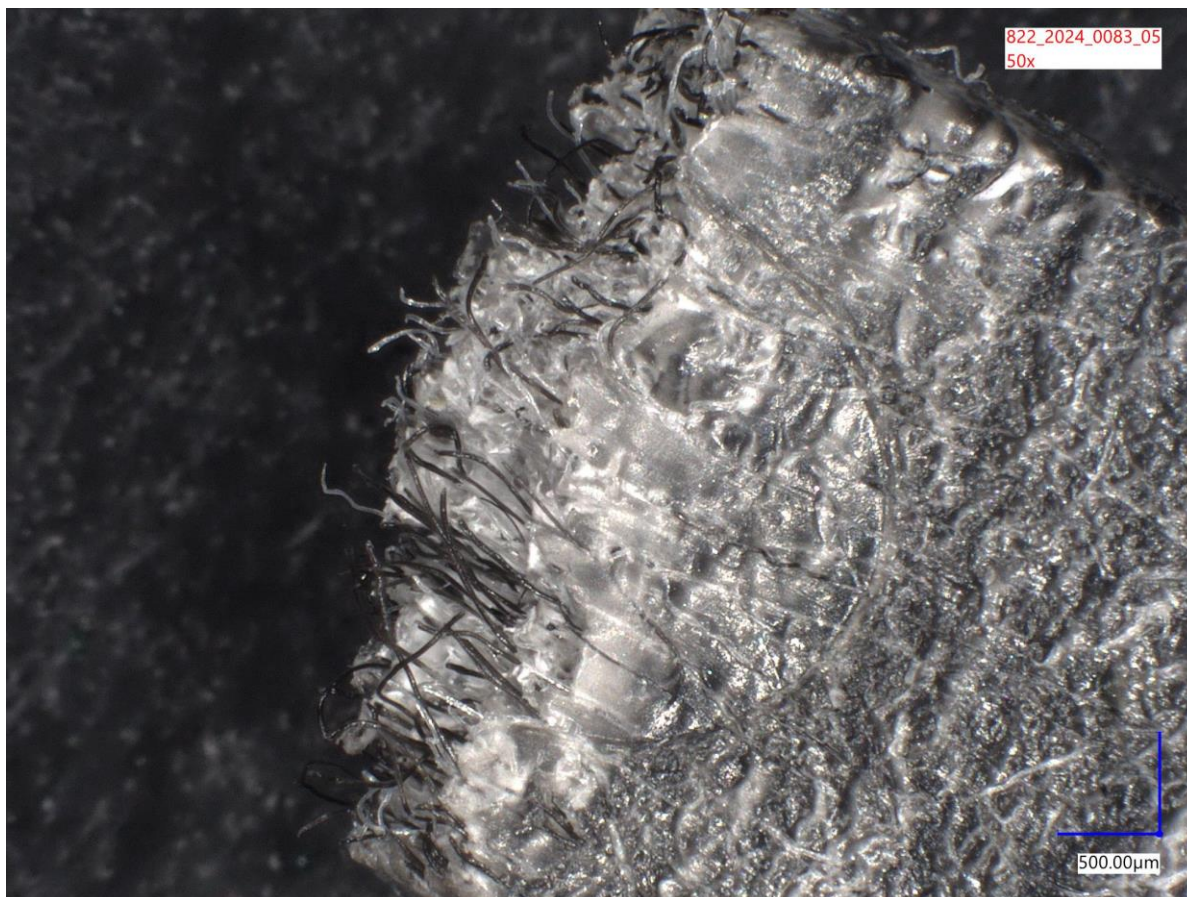


Slika 20: Površina vzorca 03 pri 300-kratni povečavi



Slika 21: Površina vzorca 06 pri 300-kratni povečavi

Nazadnje smo si pogledali še vzorec 05, in sicer pod 50-kratno (slika 22) in 1.000-kratno (slika 23) povečavo. Petdesetkratna povečava je pokazala, kako so vlakna enakomerno razporejena po celotni površini loma. Vidimo lahko tudi, da je večina vlaken na zunanosti vzorca gladkih, kar nam pove, da niso bili dobro vdelani v matrico. Pod 1.000-kratno povečavo pa smo pogledali manjša vlakna, ki so obdana z materialom in so bila pred prelomom dobro vdelana v vzorec. Taka vlakna pa so vse redkejša pri vzorcih z višjo vsebnostjo vlaken. Po tem lahko sklepamo, da so vzorci z manjšo vsebnostjo vlaken bolj homogeni in imajo vlakna, ki so bolje vdelana v strukturo kompozita.



Slika 22: Površina vzorca 05 pri 50-kratni povečavi



Slika 23: Površina vzorca 05 pri 1.000-kratni povečavi

5 SKLEP

Za izvedbo diplomskega dela smo ponovno uporabili odpadne materiale ter iz njih izdelali termoplastične kompozite. Vhodni material za matrico je bil odpadni polipropilen, pridobljen iz ohišij akumulatorjev. Kot ojačevalo smo dodali poliestrska vlakna, pridobljena iz odpadnega filca. Ker pa materiala nimata dobrih medfaznih interakcij, smo dodali še kompatibilizator polipropilen, graftiran z malein anhidridom, v kombinaciji z modificiranim termoplastičnim poliuretanom. Iz teh materialov smo nato s procesom kompavndiranja pripravili sedem termoplastičnih kompozitov, ki so vsebovali od 0 do 30 % rPES vlaken. Iz pripravljenih granulatov smo nabrizgali standardne vzorce, ki smo jih okarakterizirali z metodami preizkusa udarne žilavosti po Charpyju, upogibnega in nateznega preizkusa, izvedli smo tudi DSC, DMA, TGA, MFI analize, nazadnje pa smo izvedli še analizo z mikroskopom.

Prvi korak je bil posamezne materiale predelati v obliko, primerno za doziranje v dvopolžni ekstruder, v katerem je potekal proces kompavndiranja. Pri polipropilenu ni bilo težav, saj smo grobo zmleti material ponovno zamleli v manjšo obliko. Zmlet filc je imel obliko puha z zelo nizko nasipno gostoto. V ta namen smo s procesom peletiranja uspešno pripravili pelete. Kljub temu smo naleteli na težave tudi pri doziranju peletov, zato smo se odločili materiale zmešati pred doziranjem v ekstruder. Tudi tu smo naleteli na težave, saj so bili nekateri peleti preveliki in se niso enakomerno dozirali v ekstruder. Težave je med procesom povzročalo tudi lomljenje filamenta, posebno pri termoplastičnih kompozitih z višjo vsebnostjo vlaken, kar je pomenilo manjšo količino granulata pri teh termoplastičnih kompozitih. Kljub težavam pri kompavndiranju smo, po brizganju standardnih vzorcev, opazili enakomerno razporeditev vlaken po površinah kosov, po čemur smo sklepali, da so se vlakna homogeno razporedila po matrici.

Pri mehanski karakterizaciji smo opazili, da je do kompatibilizacije med rPP matrico in rPES vlakni prišlo, saj smo tako pri nateznem kot upogibnem testu opazili izboljšanje trdnosti in togosti. Obenem pa so bile izboljšave, posebno pri trdnosti, v obeh primerih izjemno majhne. Iz tega lahko sklepamo, da so medfazne interakcije v kompozitu še vedno precej šibke. Žilavost in raztezek pri kompozitih proporcionalno padata z višanjem vsebnosti vlaken, kar je razvidno tako iz preizkusa udarne žilavosti po Charpyju kot tudi iz nateznega in upogibnega preizkusa. S temi podatki lahko delno potrdimo prvo hipotezo, saj so kompoziti z višanjem odstotka dodanih vlaken gotovo bolj togi, obenem pa je njihova trdnost le malo višja kot pri neojačenem materialu.

Pri dinamični mehanski analizi smo ugotovili, da kompoziti z višjo vsebnostjo vlaken obdržijo visoko togost tudi pri višjih temperaturah. Iz tega lahko sklepamo, da se kompozitom z višjo vsebnostjo vlaken poviša temperatura držanja oblike oz. HDT, kar potrdi drugo hipotezo.

Pri analizi pod mikroskopom smo pri vseh vzorcih opazili enakomerno razporejena vlakna. Iz tega lahko sklepamo, da so bili termoplastični kompoziti med

kompatibilizatorjem dobro homogenizirani. Ker pa nismo testirali materialov z različnimi vsebnostmi kompatibilizatorja, ne moremo trditi, da je homogena razporeditev vlaken po matrici rezultat kombinacije kompatibilizatorjev. S tem lahko delno potrdimo tretjo hipotezo, saj bi bilo treba testirati še vzorce z manj in več dodanega kompatibilizatorja, da bi lahko natančno določili njegovo vlogo v homogenosti termoplastičnih kompozitov.

Iz pridobljenih rezultatov lahko sklepamo, da reciklirana poliestrska vlakna v matrici iz recikliranega polipropilena delno delujejo kot ojačevalo. Ob tem pa je treba dodati, da je njihov ojačevalni učinek relativno majhen v primerjavi z alternativnimi ojačevali. Pomembno je dodati tudi, da imajo termoplastični kompoziti za relativno majhno povišanje trdnosti bistveno nižjo žilavost in elastičnost.

V nadaljnjih raziskavah bi bilo treba natančneje proučiti vpliv kompatibilizatorjev na lastnosti termoplastičnih kompozitov. To bi dosegli tako, da bi dodajali različne količine kompatibilizatorjev in obdržali vsebnost rPES vlaken konstantno. Zanimivo bi bilo tudi primerjati rezultate, pridobljene pri termoplastičnih kompozitih z drugimi kompatibilizatorji.

SEZNAM LITERATURE IN VIROV

- [1] L. Incarnato, P. Scarfato, D. Acierno, Rheological and Mechanical Properties of Recycled Polypropylene, *Polym Eng Sci* 39 (2004) 749–755. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/pen.11463>.
- [2] J. H. Wu, C. W. Chen, Y. T. Wu, G. T. Wu, M. C. Kuo, Y. Tsai, Mechanical properties, morphology, and crystallization behavior of polypropylene/elastomer/talc composites, *Polym Compos* 36 (2015) 69–77. <https://doi.org/10.1002/pc.22914>.
- [3] Q. T. H. Shubhra, A. K. M. M. Alam, M. A. Quaiyyum, Mechanical properties of polypropylene composites: A review, *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 26 (2013) 362–391. <https://doi.org/10.1177/0892705711428659>.
- [4] M. Jaffe, A. J. Easts, X. Feng, Polyester fibers, in: *Thermal Analysis of Textiles and Fibers*, Elsevier, 2020: pp. 133–149. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100572-9.00008-2>.
- [5] J. Karger-Kocsis, T. Bárány, *Polypropylene Handbook*, 2019. <https://doi.org/doi.org/10.1007/978-3-030-12903-3>.
- [6] V. Siracusa, I. Blanco, Bio-polyethylene (Bio-PE), Bio-polypropylene (Bio-PP) and Bio-poly(ethylene terephthalate) (Bio-PET): Recent developments in bio-based polymers analogous to petroleum-derived ones for packaging and engineering applications, *Polymers (Basel)* 12 (2020) 1–17. <https://doi.org/10.3390/polym12081641>.
- [7] L. Gustavo Barbosa, M. Piaia, G. Henrique Ceni, Analysis of Impact and Tensile Properties of Recycled Polypropylene, *International Journal of Materials Engineering* 7 (2017) 117–120. <https://doi.org/10.5923/j.ijme.20170706.03>.
- [8] F. Alvarado Chacon, M.T. Brouwer, E.U. Thoden van Velzen, I.W. Smeding, A first assessment of the impact of impurities in PP and PE recycled plastics, Wageningen, 2020. <https://doi.org/10.18174/518299>.
- [9] B. Sadeghi, Y. Marfavi, R. AliAkbari, E. Kowsari, F. Borbor Ajdari, S. Ramakrishna, Recent Studies on Recycled PET Fibers: Production and Applications: a Review, *Materials Circular Economy* 3 (2021) 1–4. <https://doi.org/10.1007/s42824-020-00014-y>.
- [10] Front Matter, in: *Modern Polyesters: Chemistry and Technology of Polyesters and Copolyesters*, John Wiley & Sons, Ltd, 2004: pp. i–xxxiii. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/0470090685.fmatter>.
- [11] B. Zegardło, C. Maraveas, S. Kaleszko, A. Bombik, Composites Containing Felt Wastes from the Automotive Industry, *Applied Sciences (Switzerland)* 13 (2023) 1–19. <https://doi.org/10.3390/app13042375>.
- [12] S. N. Taqui, R. Yahya, A. Hassan, N. Nayak, A. A. Syed, A Novel Sustainable Design to Develop Polypropylene and Unsaturated Polyester Resin Polymer

- Composites From Waste of Major Polluting Industries and Investigation on Their Physicomechanical and Wear Properties, *Polym Compos* 40 (2019) 1142–1157. <https://doi.org/10.1002/pc.24819>.
- [13] C. Saujanya, S. Radhakrishnan, Structure development and properties of PET fibre filled PP composites, *Polymer (Guildf)* 42 (2000) 4537–4548. www.elsevier.nl/locate/polymer.
- [14] M. Asgari, M. Masoomi, Thermal and impact study of PP/PET fibre composites compatibilized with Glycidyl Methacrylate and Maleic Anhydride, *Compos B Eng* 43 (2012) 1164–1170. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.11.035>.
- [15] R. C. Nonato, B. C. Bonse, A study of PP/PET composites: Factorial design, mechanical and thermal properties, *Polym Test* 56 (2016) 167–173. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.10.005>.
- [16] P. Santos, S. H. Pezzin, Mechanical properties of polypropylene reinforced with recycled-pet fibres, in: *J Mater Process Technol*, 2003: pp. 517–520. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00391-1](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00391-1).
- [17] L. A. Utracki, Compatibilization of Polymer Blends, *Can J Chem Eng* 80 (2002) 1008–1016. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/cjce.5450800601>.
- [18] X. Si, L. Guo, Y. Wang, K. tak Lau, Preparation and study of polypropylene/polyethylene terephthalate composite fibres, *Compos Sci Technol* 68 (2008) 2943–2947. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.11.008>.
- [19] N. C. Abdul Razak, I. M. Inuwa, A. Hassan, S. A. Samsudin, Effects of compatibilizers on mechanical properties of PET/PP blend, in: *Compos Interfaces*, 2013: pp. 507–515. <https://doi.org/10.1080/15685543.2013.811176>.
- [20] T. A. Lin, M. C. Lin, J. Y. Lin, J. H. Lin, Y. C. Chuang, C. W. Lou, Modified polypropylene/ thermoplastic polyurethane blends with maleic-anhydride grafted polypropylene: blending morphology and mechanical behaviors, *Journal of Polymer Research* 27 (2020) 1–10. <https://doi.org/10.1007/s10965-019-1974-3>.
- [21] Dr. Muralisrinivasan Natamai Subramanian, Introduction to polymer compounding. Raw materials. Volume 1, Smithers Rapra Technology Ltd, Shrewsbury, 2014.
- [22] Dr. Muralisrinivasan Natamai Subrmanian, Introduction to polymer compounding: Machinery and technology. Volume 2, Smithers Rapra Technology, Shawbury, 2015.

SEZNAM SLIK

Slika 1: Peletirka PELLET LINE PT50	15
Slika 2: Zmešan material za vzorec 04 pred kompavndiranjem	16
Slika 3: Dvopolžni ekstruder LABTECH – LTE 20-44	17
Slika 4: Nastavitve na nadzornem zaslonu ekstruderja	18
Slika 5: Stroj za brizganje Arburg Allrounder 320 C 500 – 100	19
Slika 6: Vzorci v sušilniku, pripravljeni na brizganje	20
Slika 7: Vzorci po ISO 527 (levo), ISO 178 (desno) in ISO 179 (sredina)	21
Slika 8: Vzorci po standardu ISO 527 z različnimi vsebnostmi rPES vlaken	21
Slika 9: Naprava za preizkus udarne in zarezne udarne žilavosti, LY-XJJDS	22
Slika 10: Tritočkovni upogibni preizkus na trgalnem stroju	23
Slika 11: Vzorec, vpet v analizator DMA 8000	24
Slika 12: Grafični prikaz rezultatov preizkusa zarezne udarne žilavosti	26
Slika 13: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti nateznega E modula	27
Slika 14: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti raztezka pri pretrgu	28
Slika 15: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti natezne trdnosti	28
Slika 16: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti upogibnega E modula	29
Slika 17: Grafični prikaz izmerjenih vrednosti indeksa tečenja taline (MFI)	32
Slika 18: Površina vzorca 00 pri 300-kratni povečavi	33
Slika 19: Površina vzorca 01 pri 300-kratni povečavi	34
Slika 20: Površina vzorca 03 pri 300-kratni povečavi	35
Slika 21: Površina vzorca 06 pri 300-kratni povečavi	35
Slika 22: Površina vzorca 05 pri 50-kratni povečavi	36
Slika 23: Površina vzorca 05 pri 1.000-kratni povečavi	37
Slika 24: Graf nateznega preizkusa za vzorec 00	47
Slika 25: Graf nateznega preizkusa za vzorec 01	48
Slika 26: Graf nateznega preizkusa za vzorec 02	49
Slika 27: Graf nateznega preizkusa za vzorec 03	50
Slika 28: Graf nateznega preizkusa za vzorec 04	51
Slika 29: Graf nateznega preizkusa za vzorec 05	52
Slika 30: Graf nateznega preizkusa za vzorec 06	53
Slika 31: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 00	54

Slika 32: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 01	55
Slika 33: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 02	56
Slika 34: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 03	57
Slika 35: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 04	58
Slika 36: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 05	59
Slika 37: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 06	60
Slika 38: Krivulje DSC analiz pri drugem segrevanju za vse vzorce.....	61
Slika 39: Krivulje DSC analiz pri drugem ohlajanju za vse vzorce.....	61
Slika 40: Graf DSC analize za vzorec 00	62
Slika 41: Graf DSC analize za vzorec 01	62
Slika 42: Graf DSC analize za vzorec 02	63
Slika 43: Graf DSC analize za vzorec 03	63
Slika 44: Graf DSC analize za vzorec 04	64
Slika 45: Graf DSC analize za vzorec 05	64
Slika 46: Graf DSC analize za vzorec 06	65
Slika 47: Graf DMA analize pri vzorcu 00.....	66
Slika 48: Graf DMA analize pri vzorcu 01.....	66
Slika 49: Graf DMA analize pri vzorcu 02.....	67
Slika 50: Graf DMA analize pri vzorcu 03.....	67
Slika 51: Graf DMA analize pri vzorcu 04.....	68
Slika 52: Graf DMA analize pri vzorcu 05.....	68
Slika 53: Graf DMA analize pri vzorcu 06.....	69
Slika 54: Graf TGA analize za vzorec 00.....	70
Slika 55: Graf TGA analize za vzorec 01.....	70
Slika 56: Graf TGA analize za vzorec 02.....	71
Slika 57: Graf TGA analize za vzorec 03.....	71
Slika 58: Graf TGA analize za vzorec 04.....	72
Slika 59: Graf TGA analize za vzorec 05.....	72
Slika 60: Graf TGA analize za vzorec 06.....	73
Slika 61: Površina vzorca 02 pri 300-kratni povečavi	74
Slika 62: Površina vzorca 04 pri 300-kratni povečavi	75
Slika 63: Površina vzorca 05 pri 300-kratni povečavi	75

SEZNAM TABEL

Tabela 1: Recepture za vzorce.....	16
Tabela 2: Parametri ekstruderja	17
Tabela 3: Procesni parametri brizganja.....	20
Tabela 4: Tabela rezultatov nateznega preizkusa	27
Tabela 5: Tabela rezultatov upogibnega preizkusa	29
Tabela 6: Tabela rezultatov pri DSC analizi	30
Tabela 7: Tabela rezultatov pri DMA analizi	30
Tabela 8: Tabela rezultatov pri TGA analizi	31

SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV

E_t - natezni E modul

σ_m - natezna trdnost

ε_m - raztezek pri natezni trdnosti

ε_{tb} - raztezek pri pretrgu

E_f - upogibni E modul

σ_{fM} - maksimalna upogibna trdnost

ε_{fM} - upogibni raztezek pri maksimalni upogibni trdnosti

T_m - temperatura tališča

T_c - temperatura kristalizacije

ΔH_m - talilna entalpija

ΔH_c - entalpija kristalizacije

$W_{c,h}$ - stopnja kristaliničnosti

E' - dinamični E modul

$\tan \delta$ - faktor izgub

T_{d1} - temperatura degradacije v dušikovi atmosferi

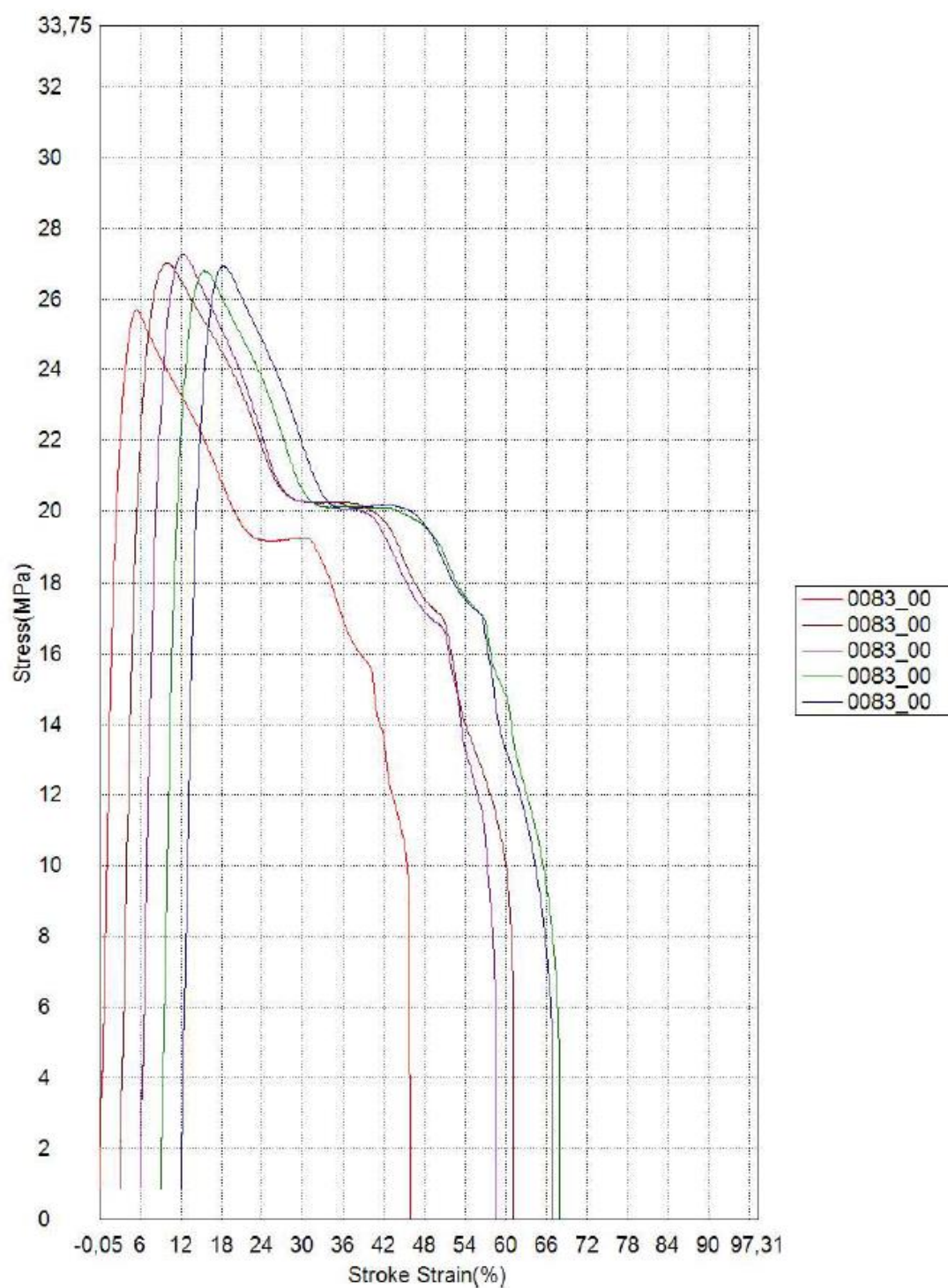
T_{d2} - temperatura degradacije v kisikovi atmosferi

SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC

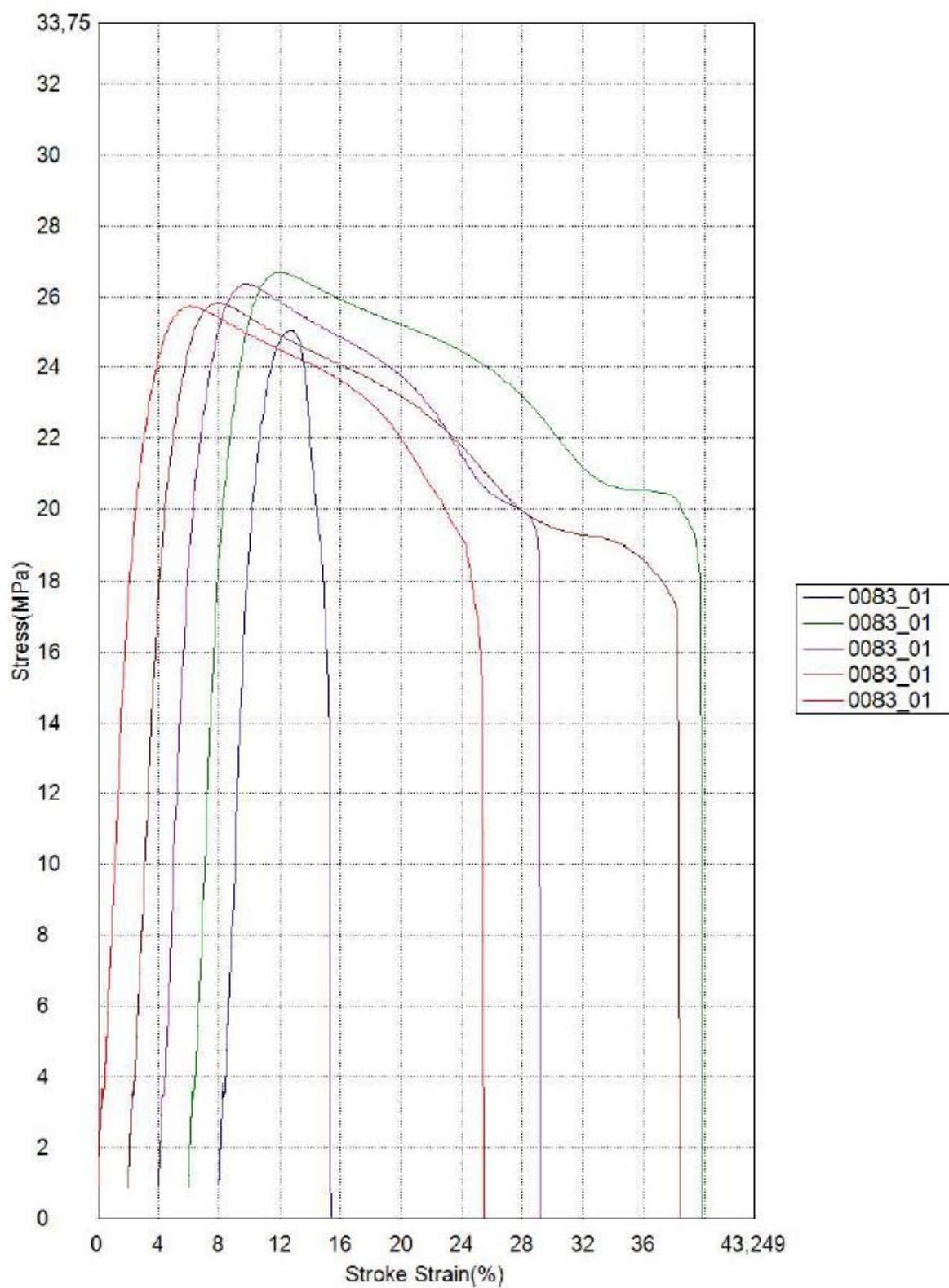
PP - polipropilen
rPP - recikliran polipropilen
PES - poliester
PET - polietilen tereftalat
HDT - temperatura toplotne deformacije
PE - polietilen
iPP - izotaktični polipropilen
MFI - indeks tečenja taline
PBT - polibutilen tereftalat
PEN - polietilen naftalat
PEI - polietilen izoftalat
PLA - polimlečna kislina
rPES - recikliran poliester
rPESF - reciklirana poliestrska vlakna
rPET - recikliran polietilen tereftalat
rPETF - reciklirana polietilen tereftalatna vlakna
PP-g-MA - polipropilen, graftiran z malein anhidridom
PP-g-GMA - polipropilen, graftiran z glicidil metakrilatom
PP-g-AA - polipropilen, graftiran z akrilno kislino
SEBS-g-MAH - stiren-etilen/butilen-stiren graftiran z malein anhidridom
TPU - termoplastični elastomer
L/D - razmerje med dolžino in premerom polža
PS - polistiren
ISO - Mednarodna organizacija za standardizacijo
DSC - diferenčna dinamična kalorimetrija
DMA - dinamična mehanska analiza
TGA - termogravimetrična analiza
MFI - indeks tečenja taline

PRILOGE

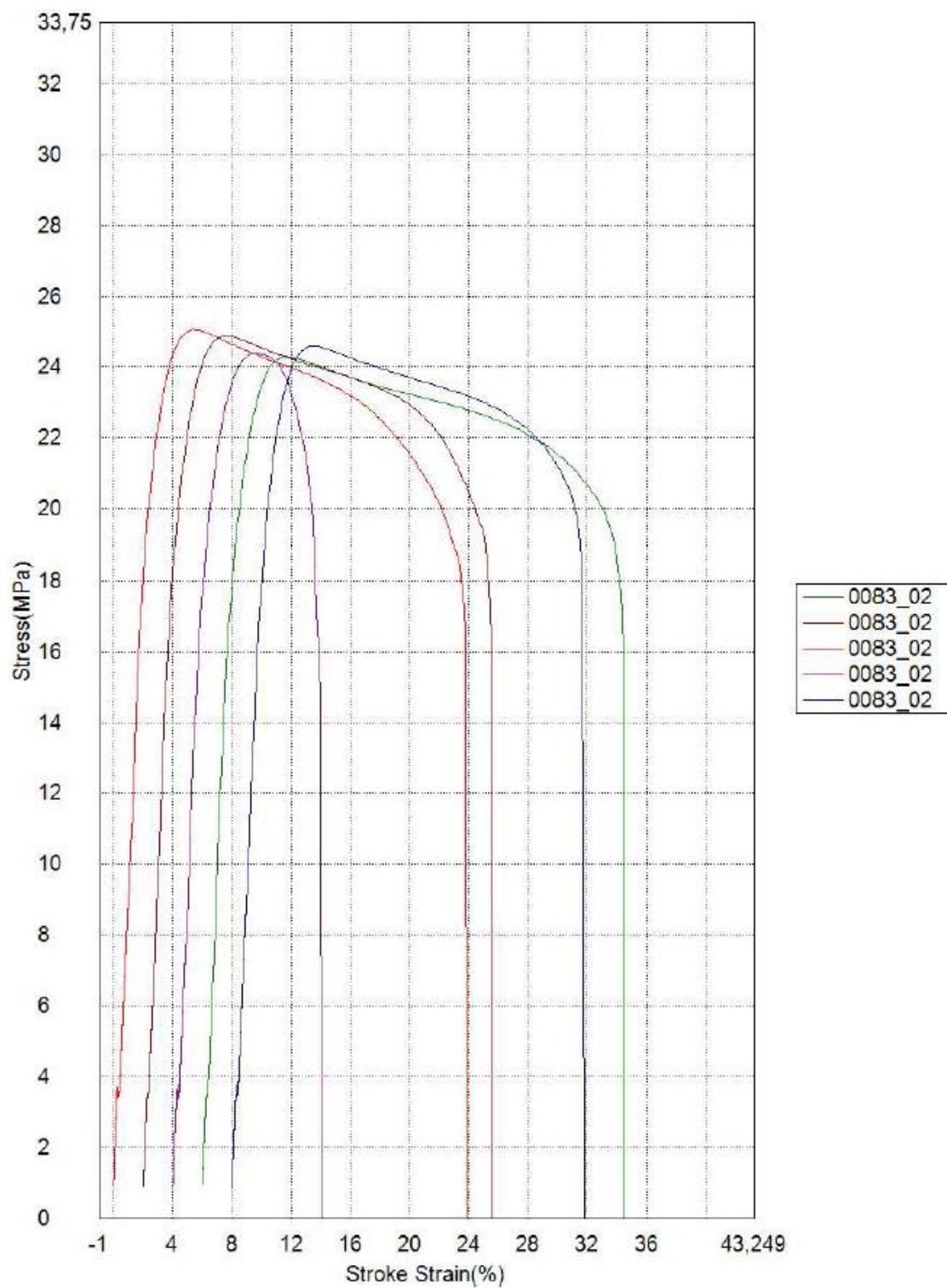
Priloga 1: Grafi nateznega preizkusa



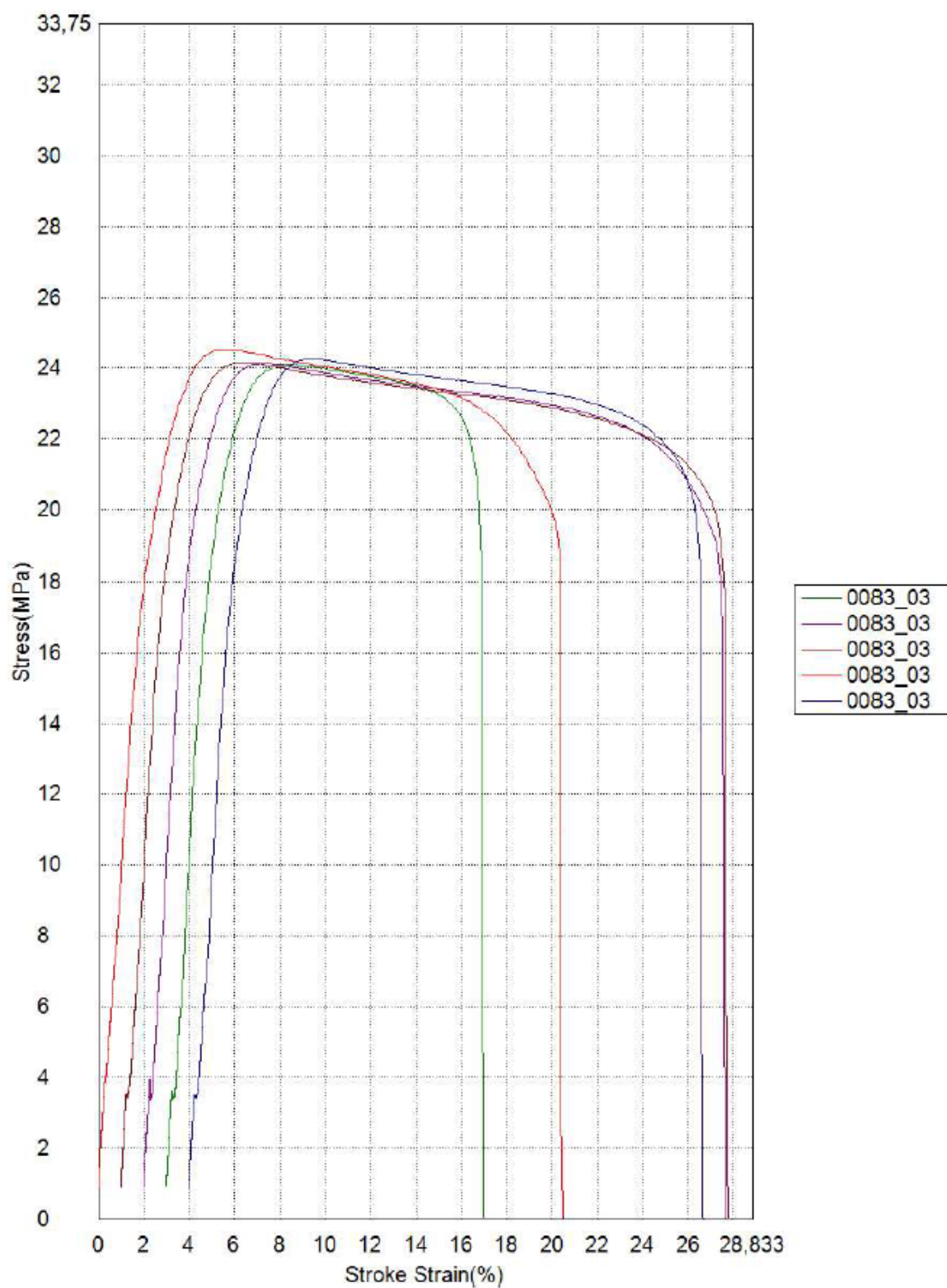
Slika 24: Graf nateznega preizkusa za vzorec 00



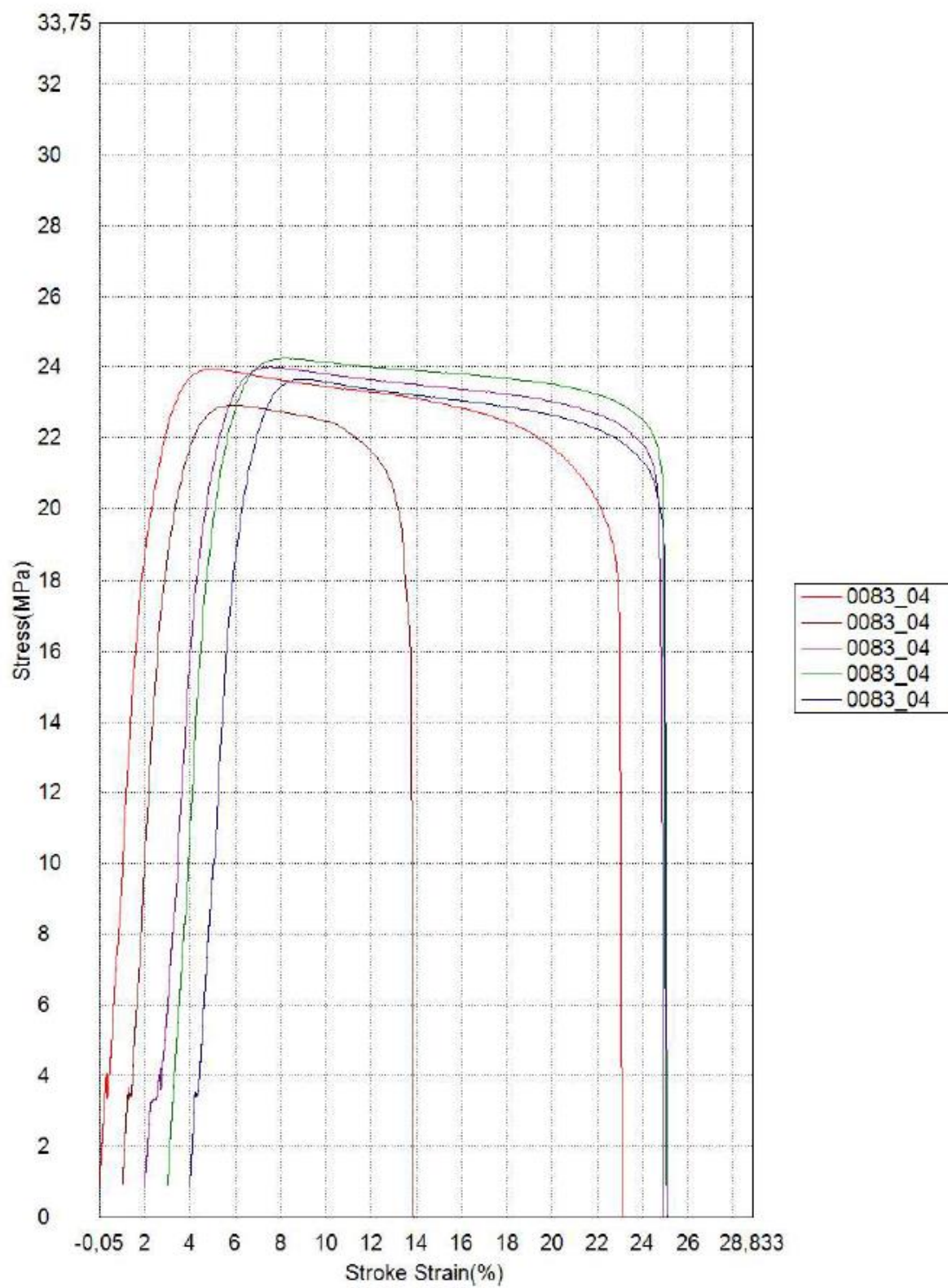
Slika 25: Graf nateznega preizkusa za vzorec 01



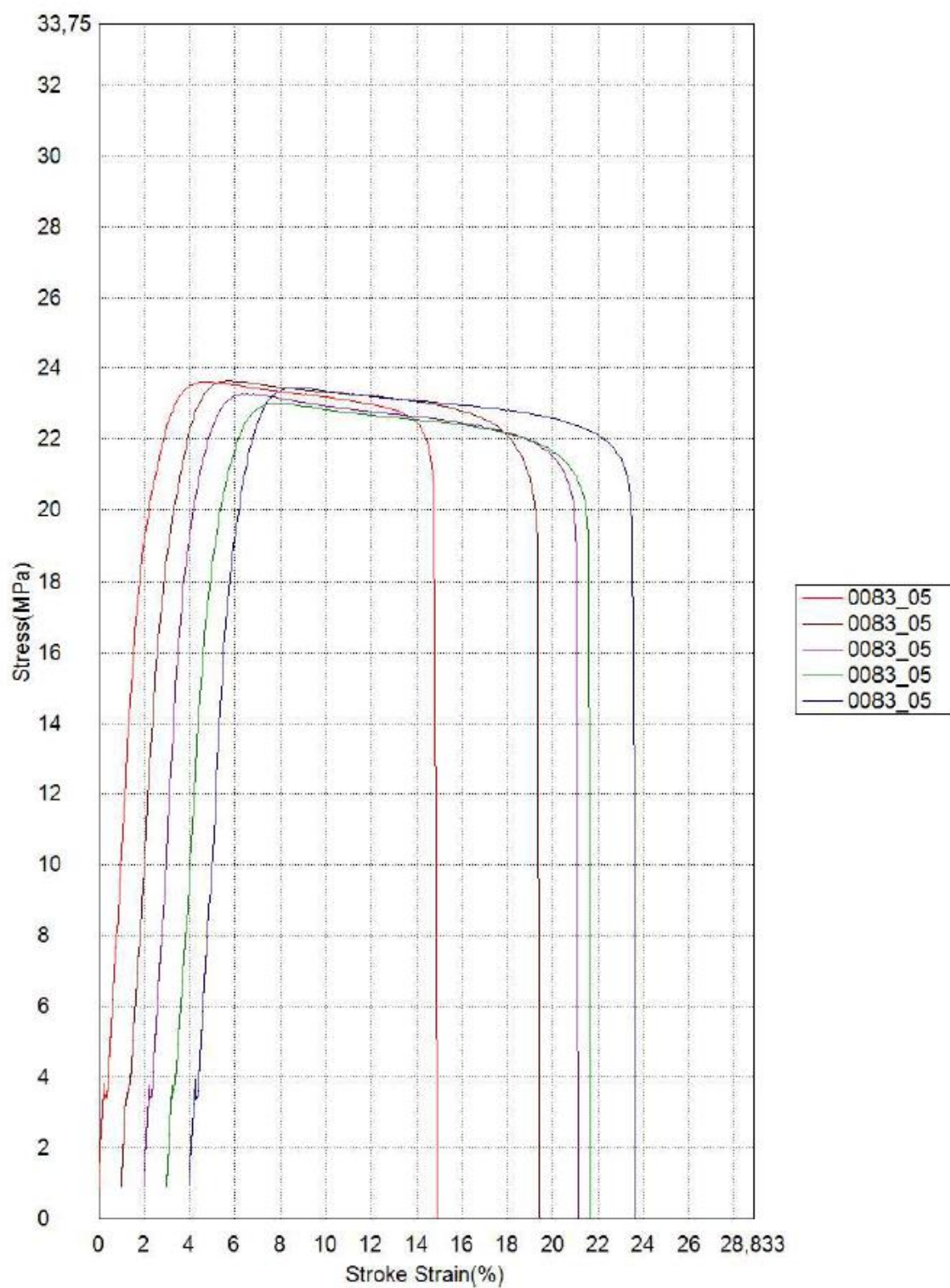
Slika 26: Graf nateznega preizkusa za vzorec 02



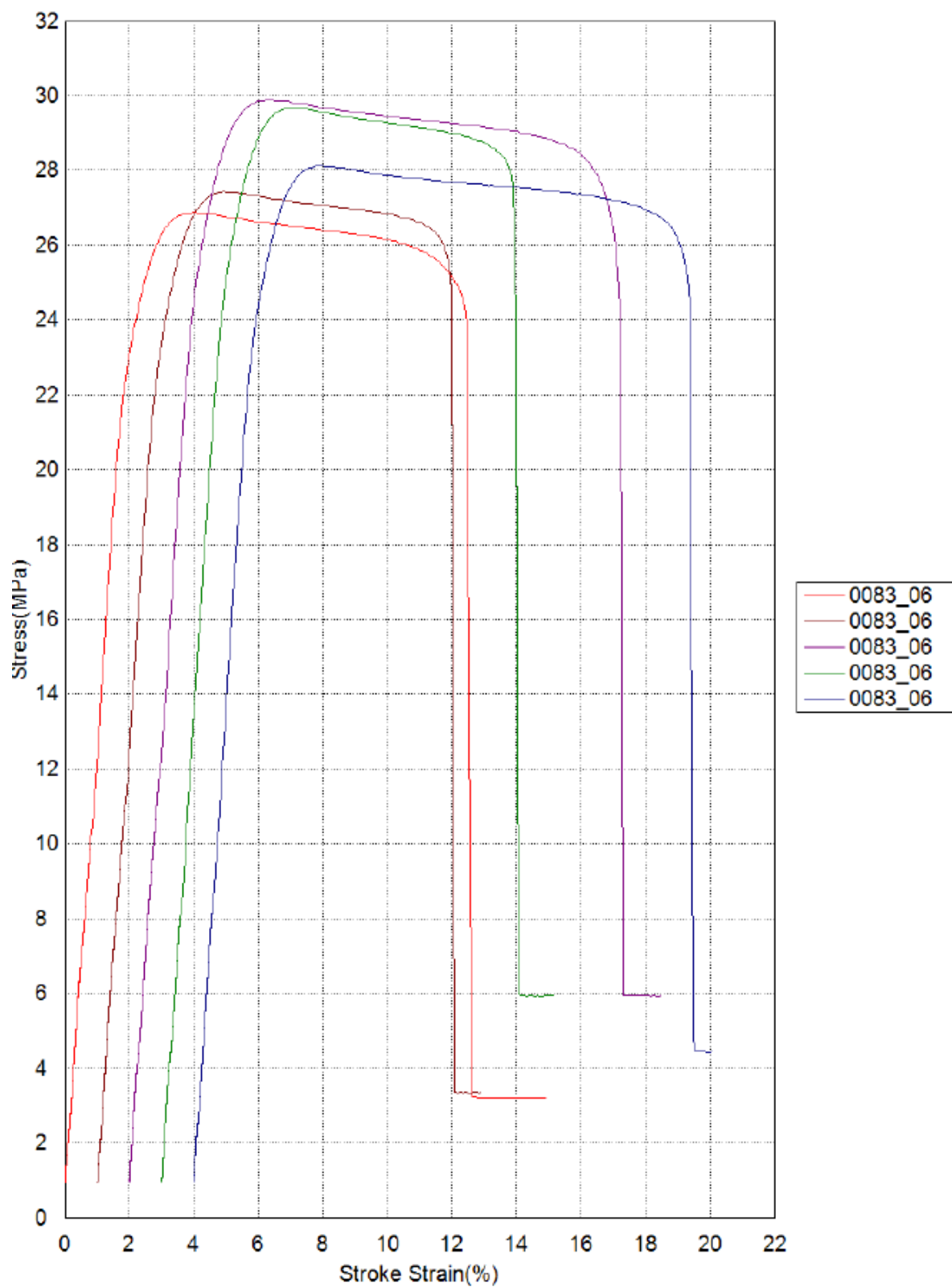
Slika 27: Graf nateznega preizkusa za vzorec 03



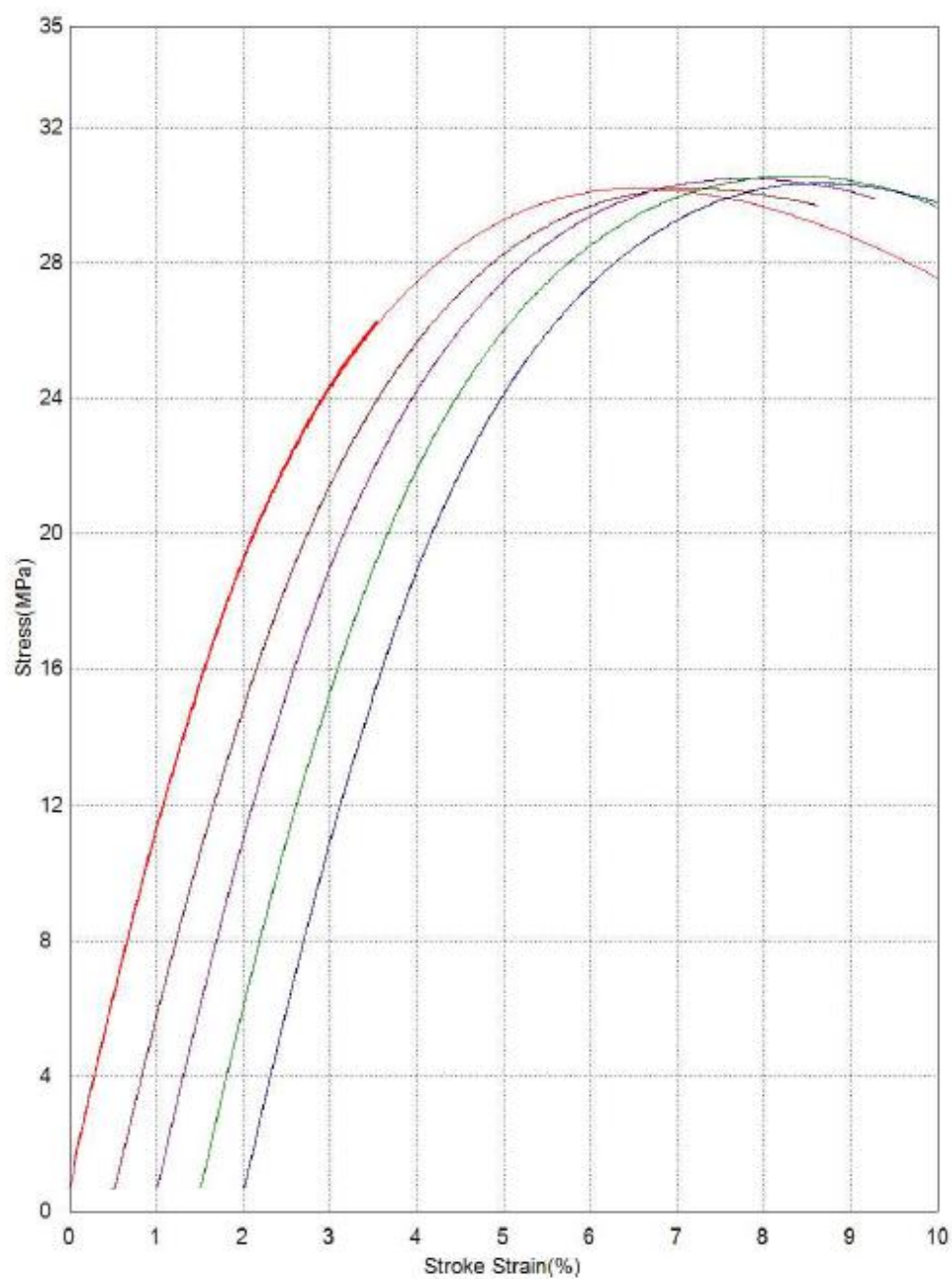
Slika 28: Graf nateznega preizkusa za vzorec 04



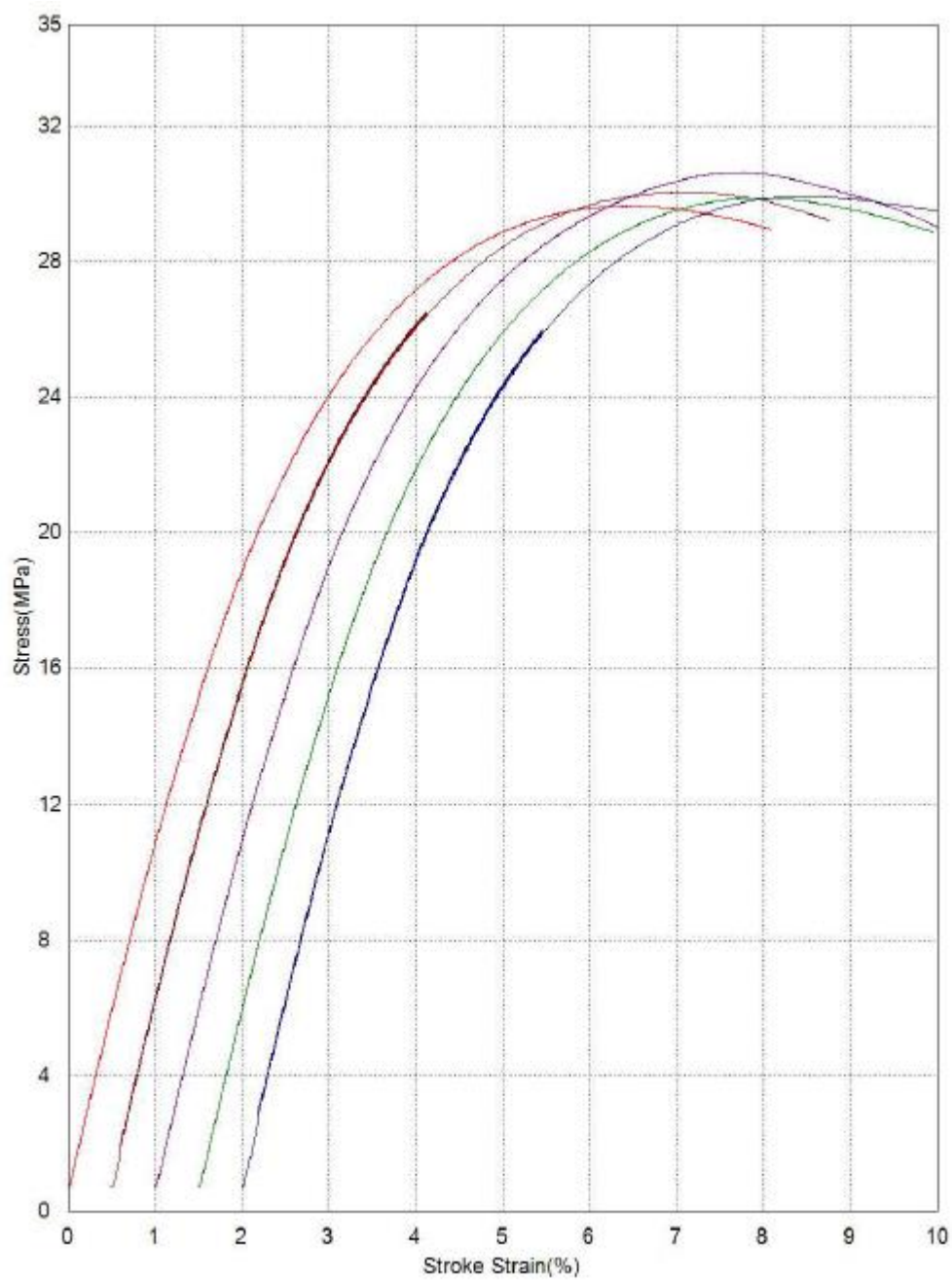
Slika 29: Graf nateznega preizkusa za vzorec 05



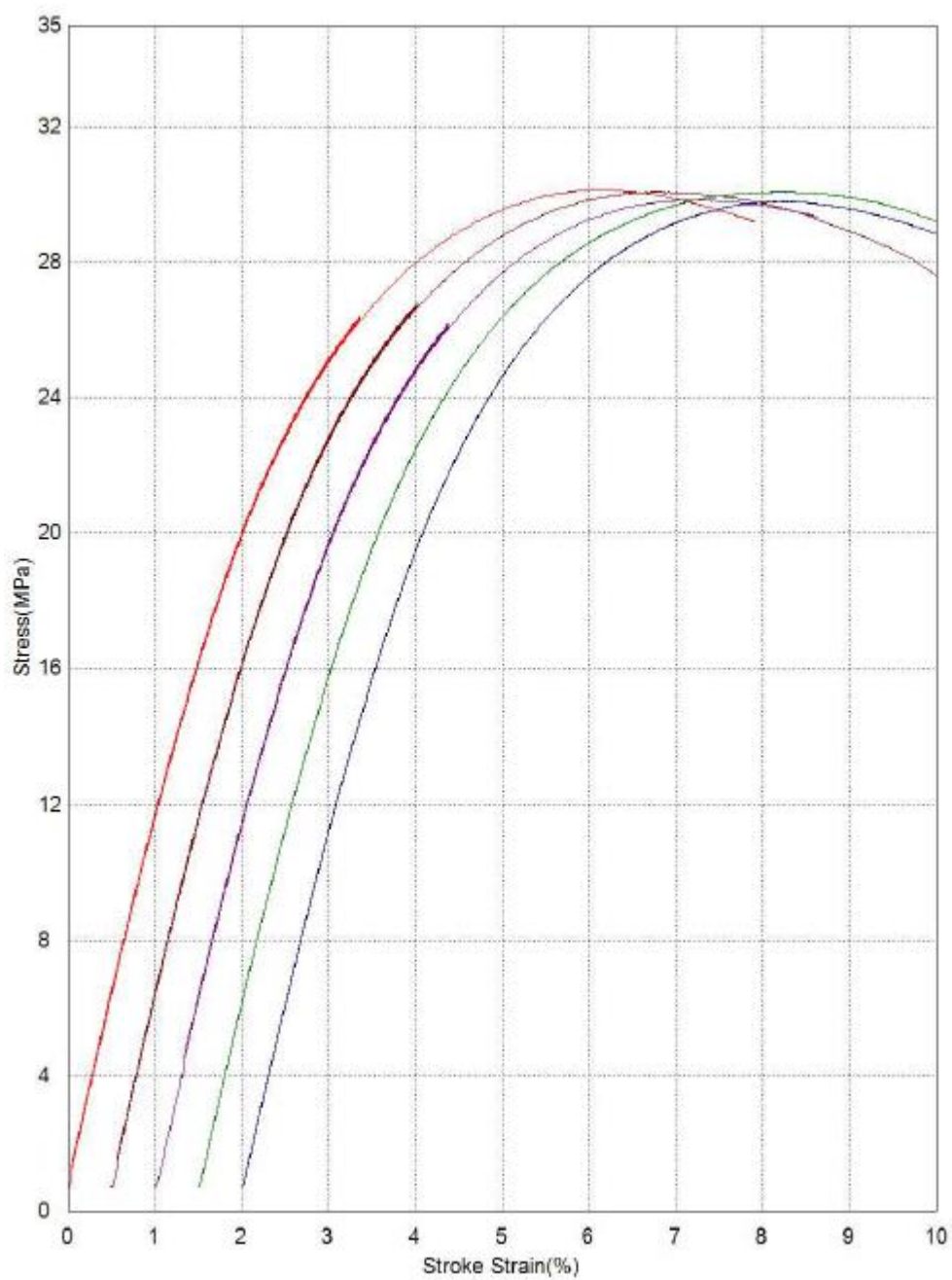
Slika 30: Graf nateznega preizkusa za vzorec 06

Priloga 2: Grafi upogibnega preizkusa

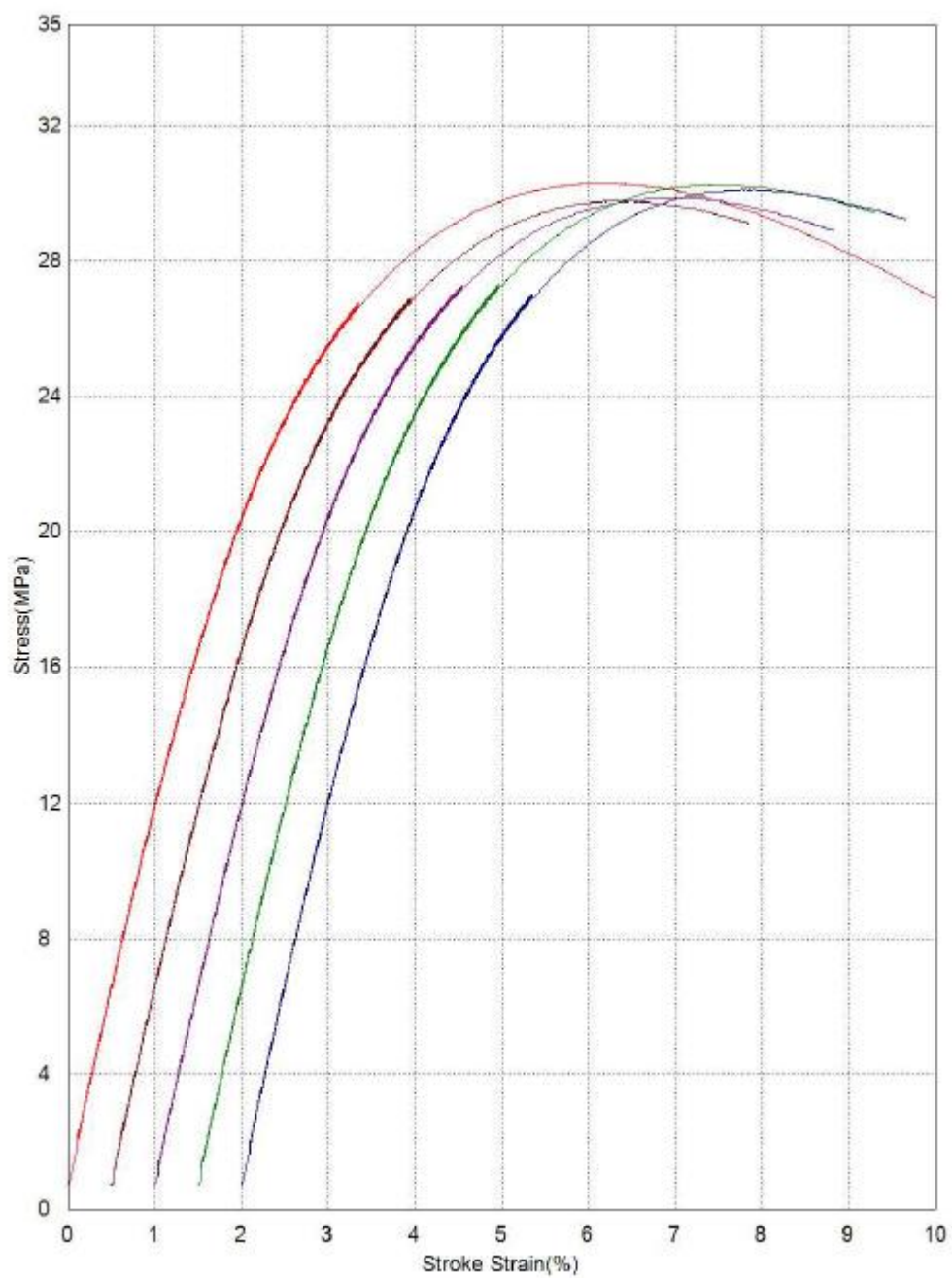
Slika 31: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 00



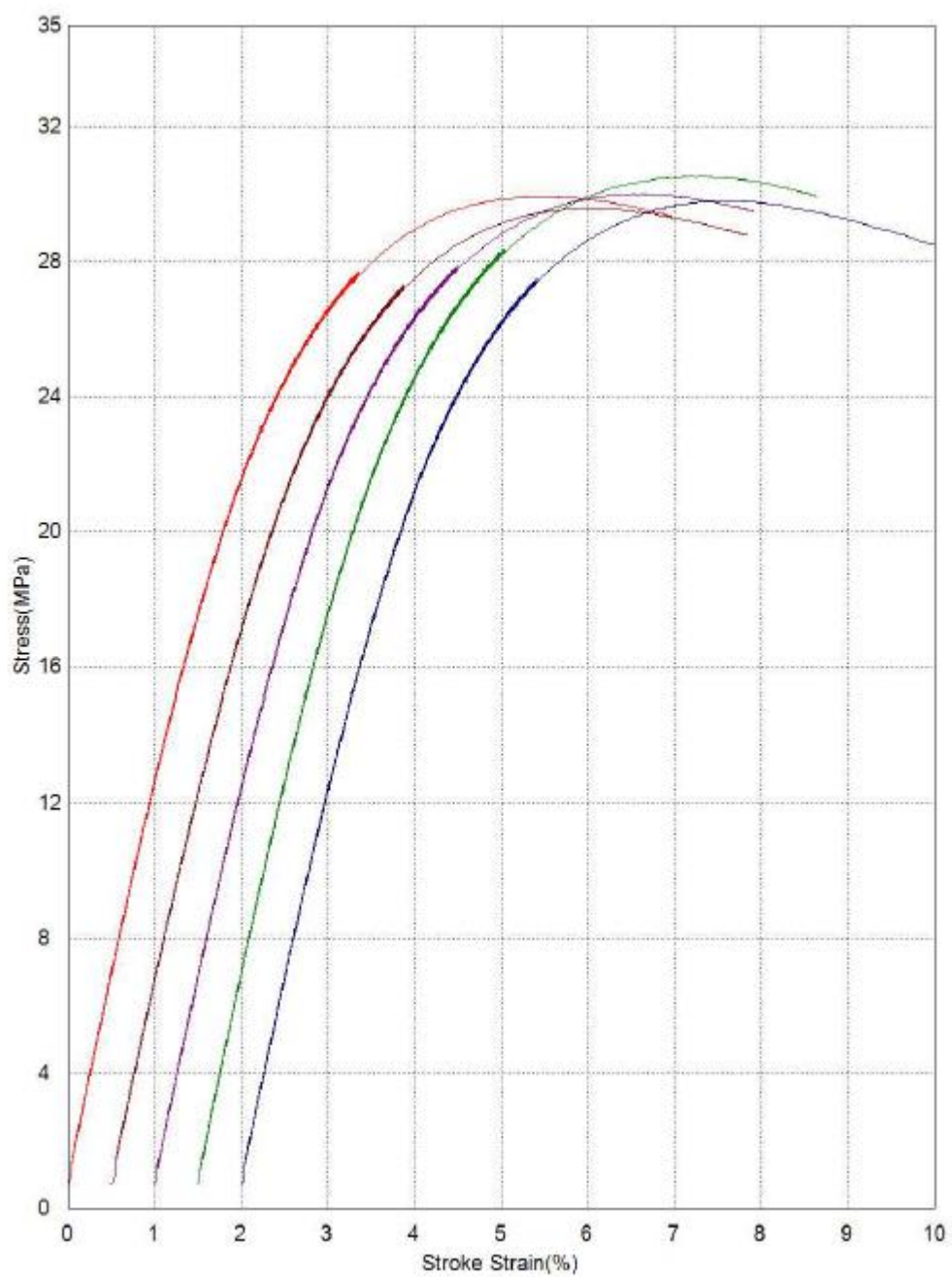
Slika 32: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 01



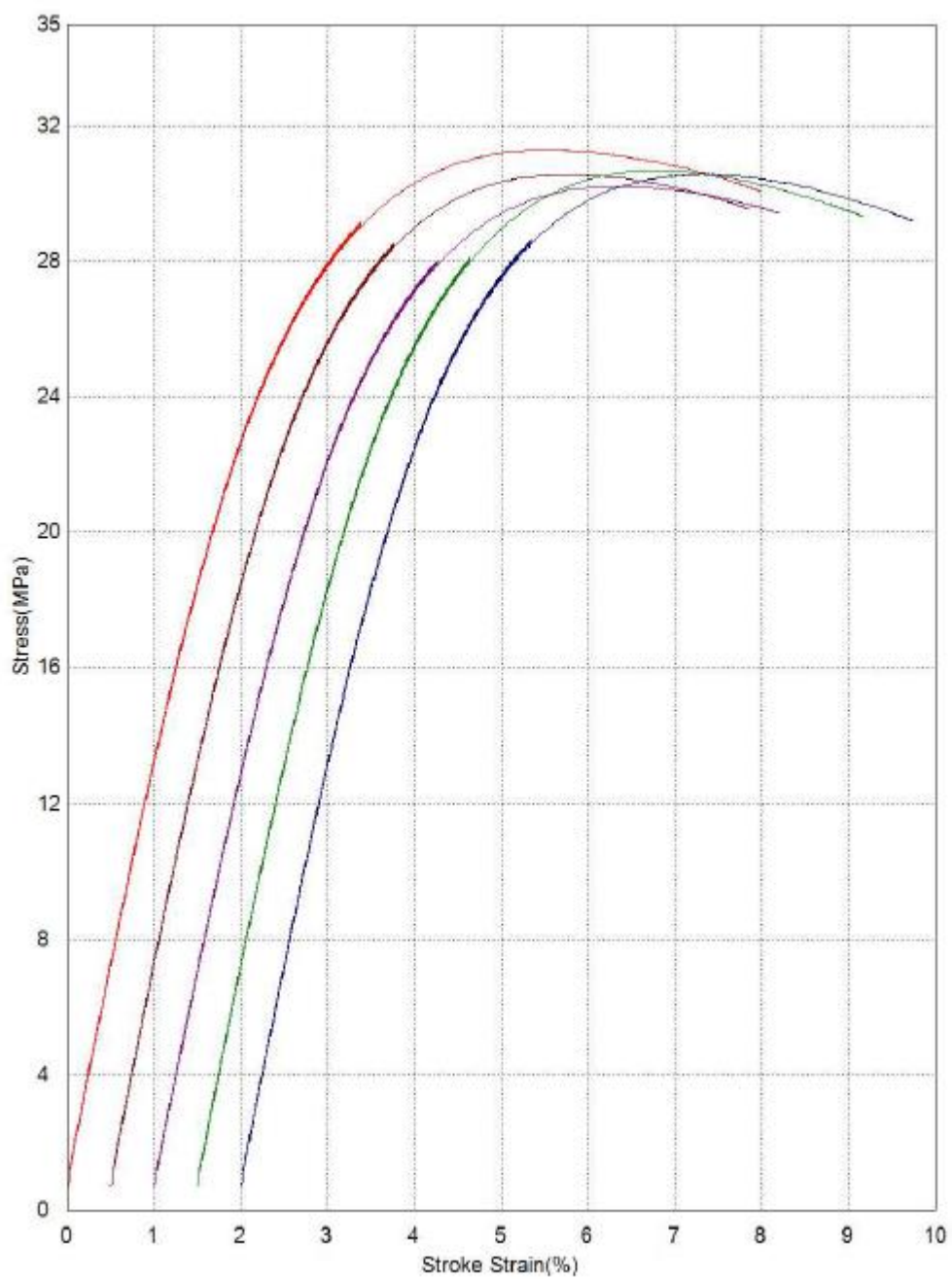
Slika 33: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 02



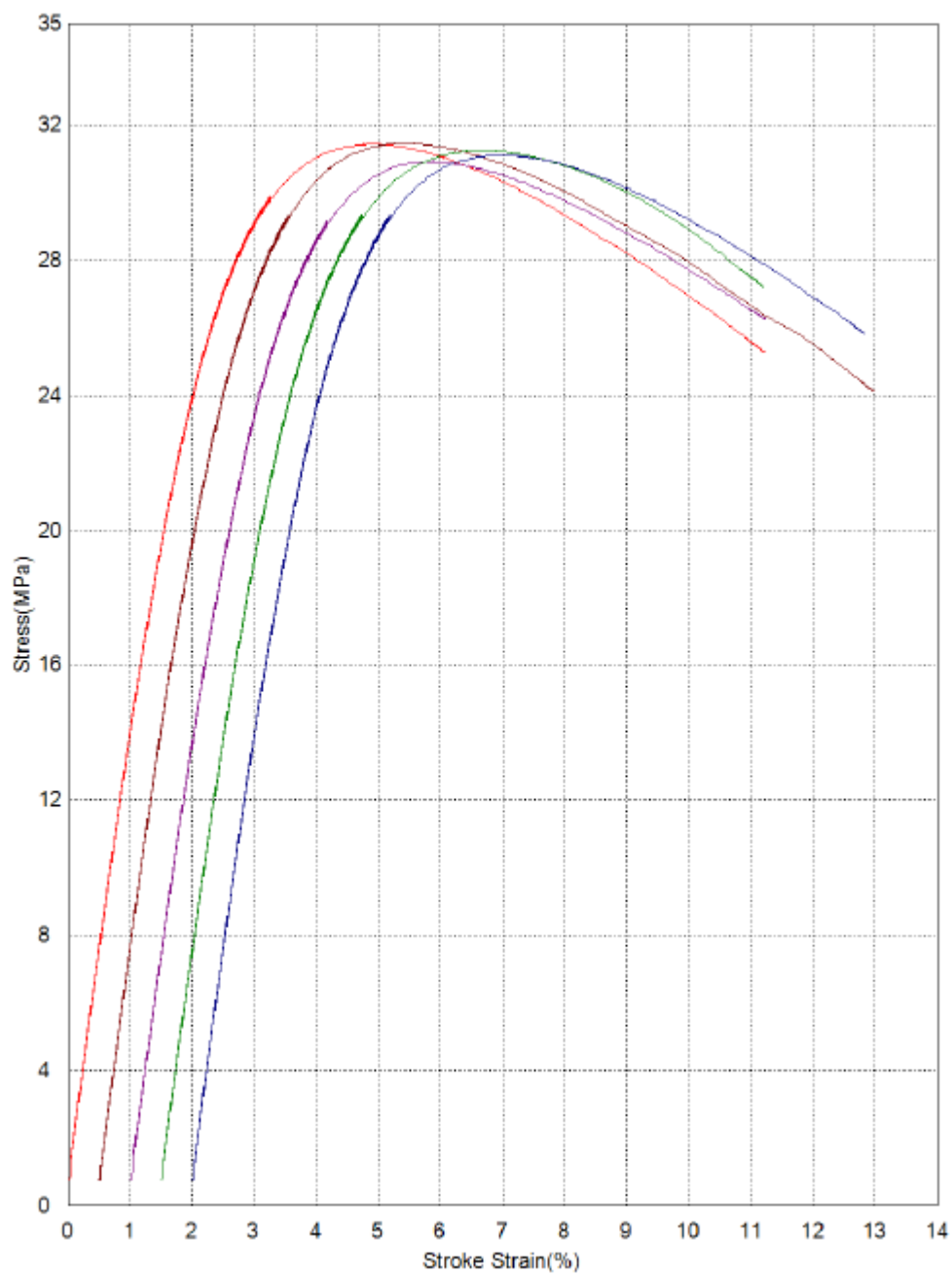
Slika 34: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 03



Slika 35: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 04

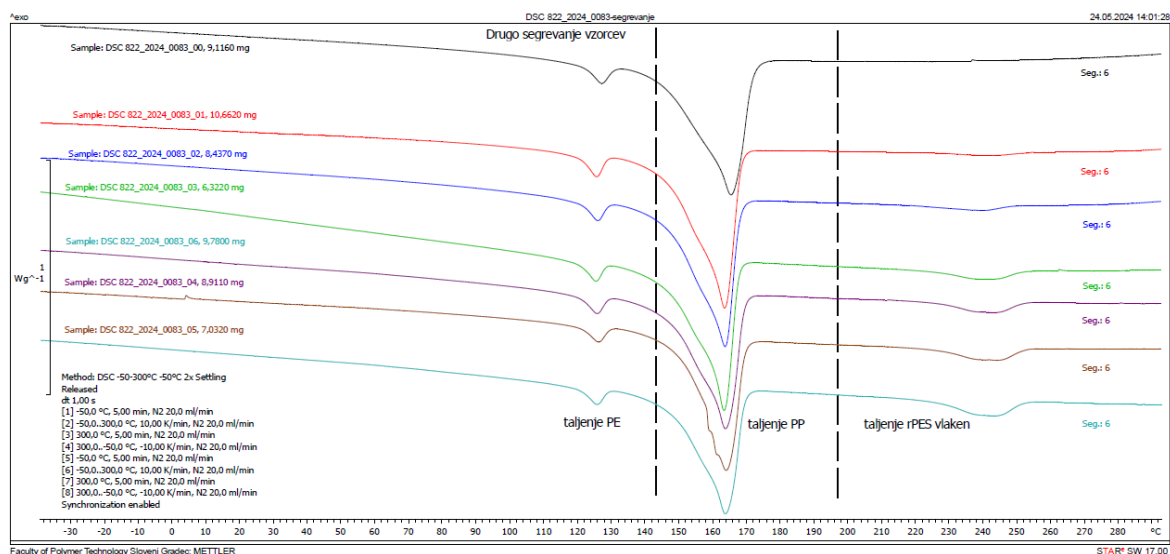


Slika 36: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 05

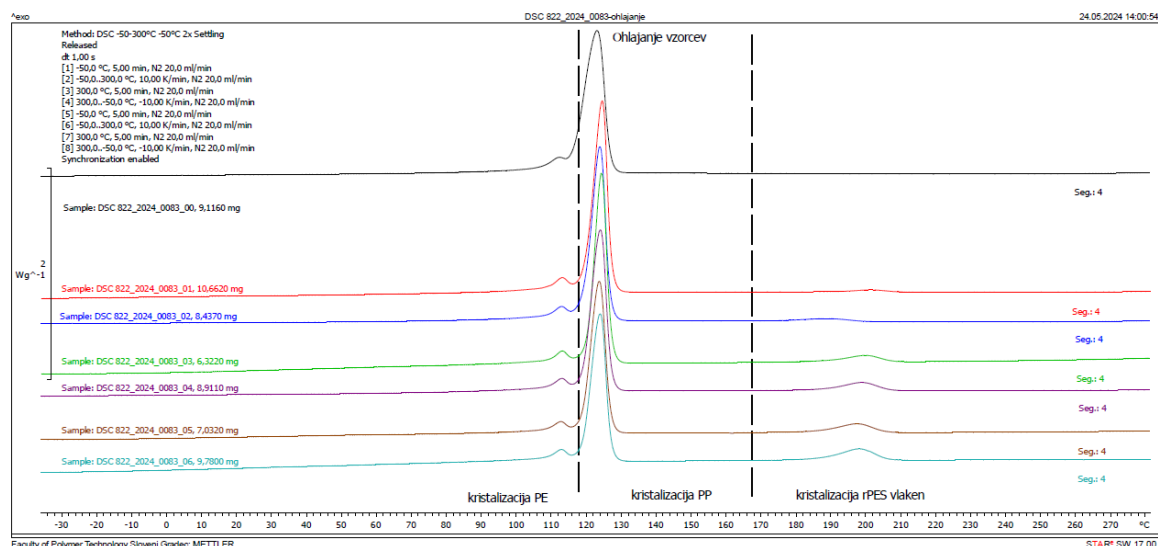


Slika 37: Graf upogibnega preizkusa za vzorec 06

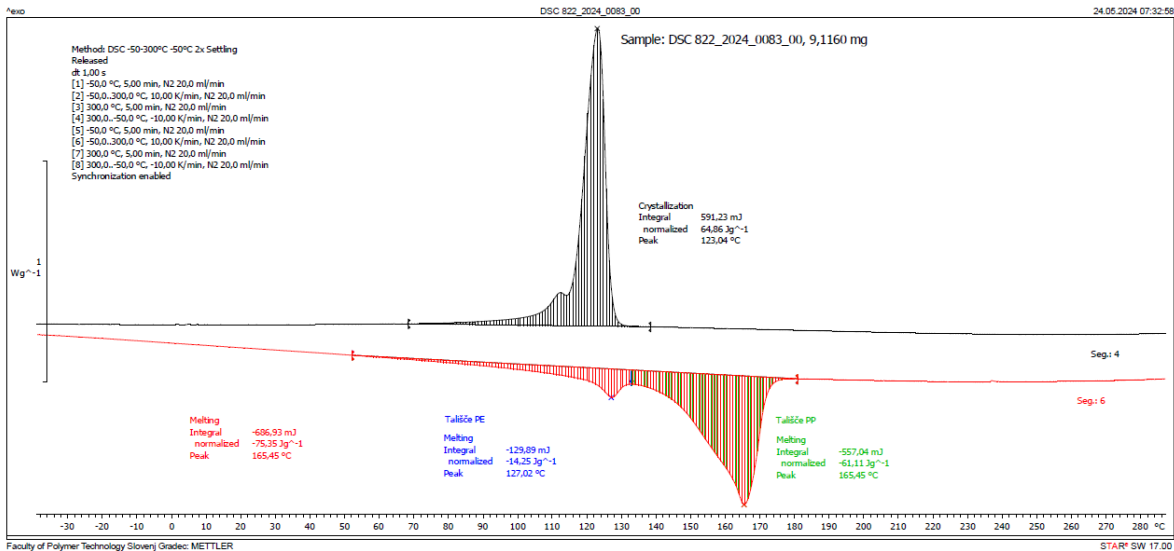
Priloga 3: Grafi DSC analiz



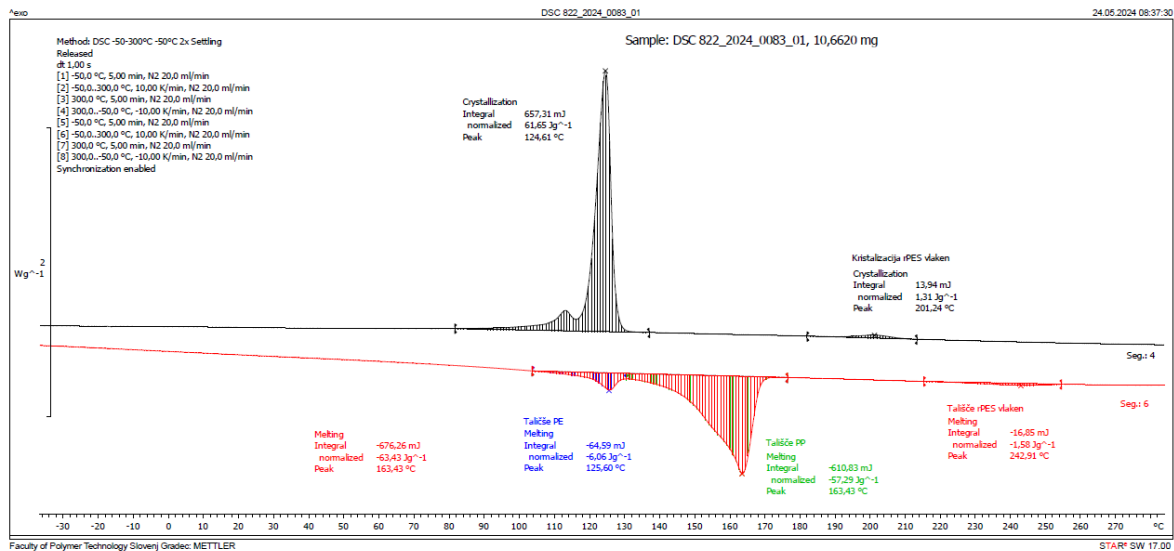
Slika 38: Krivulje DSC analiz pri drugem segrevanju za vse vzorce



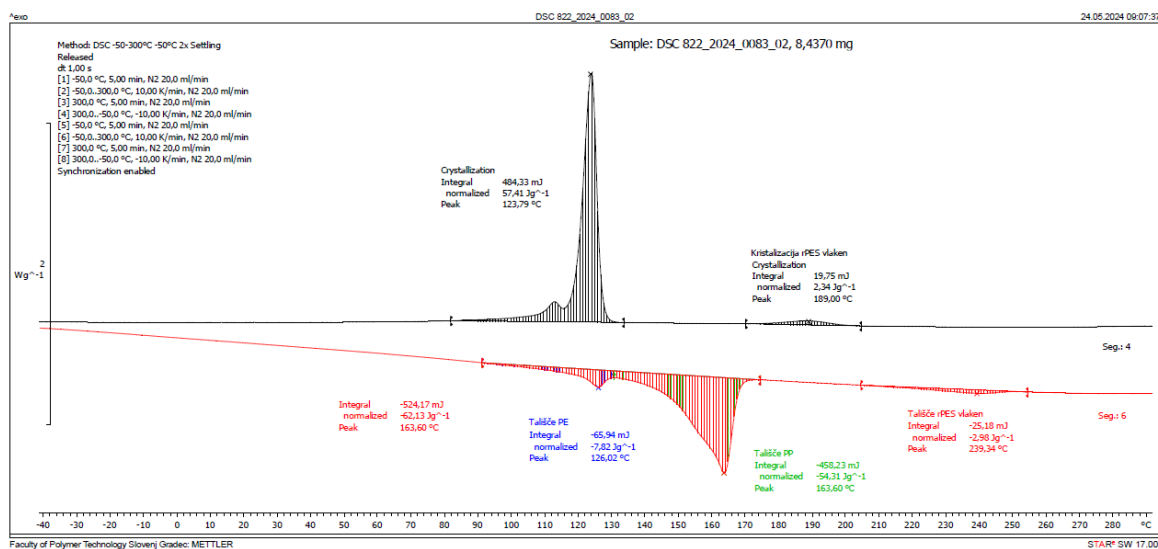
Slika 39: Krivulje DSC analiz pri drugem ohlajanju za vse vzorce



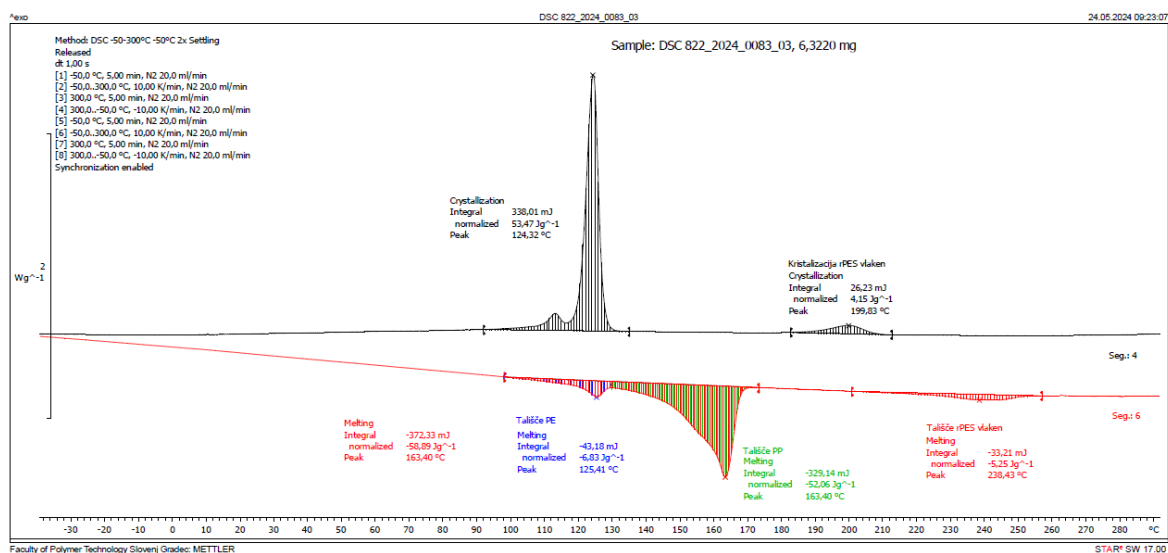
Slika 40: Graf DSC analize za vzorec 00



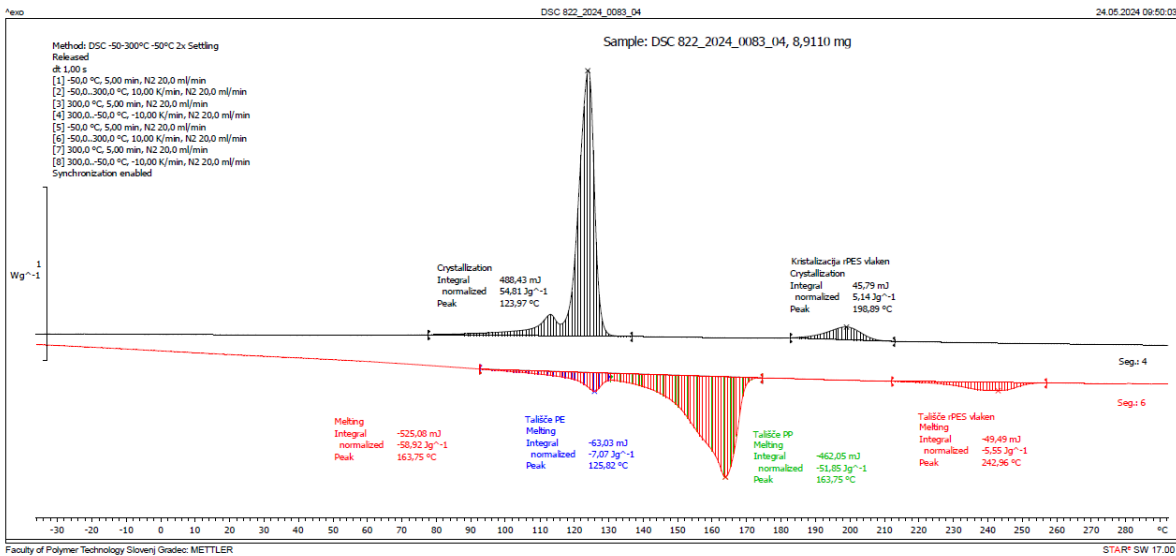
Slika 41: Graf DSC analize za vzorec 01



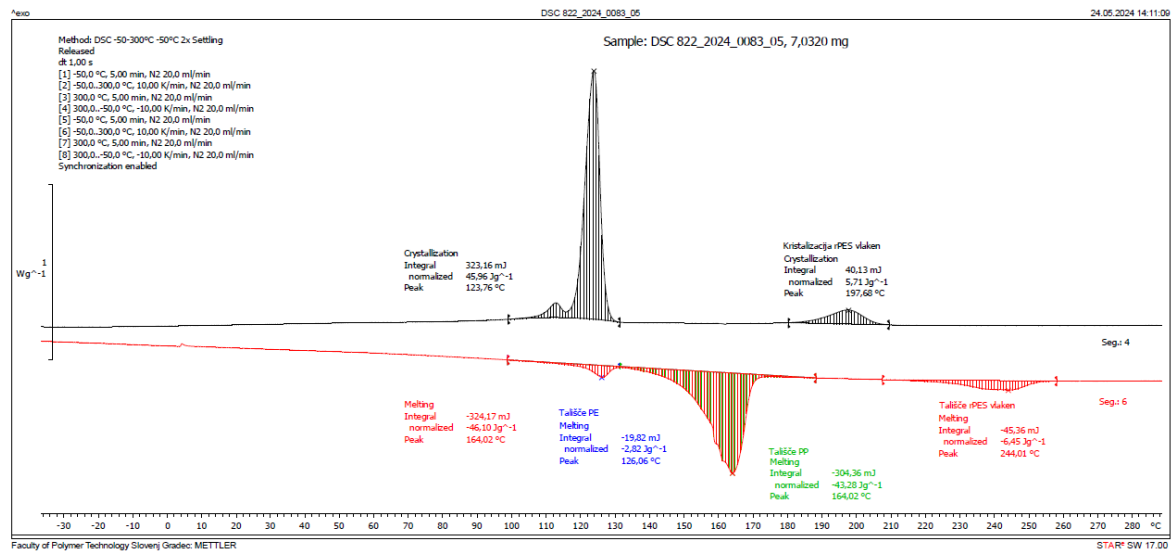
Slika 42: Graf DSC analize za vzorec 02



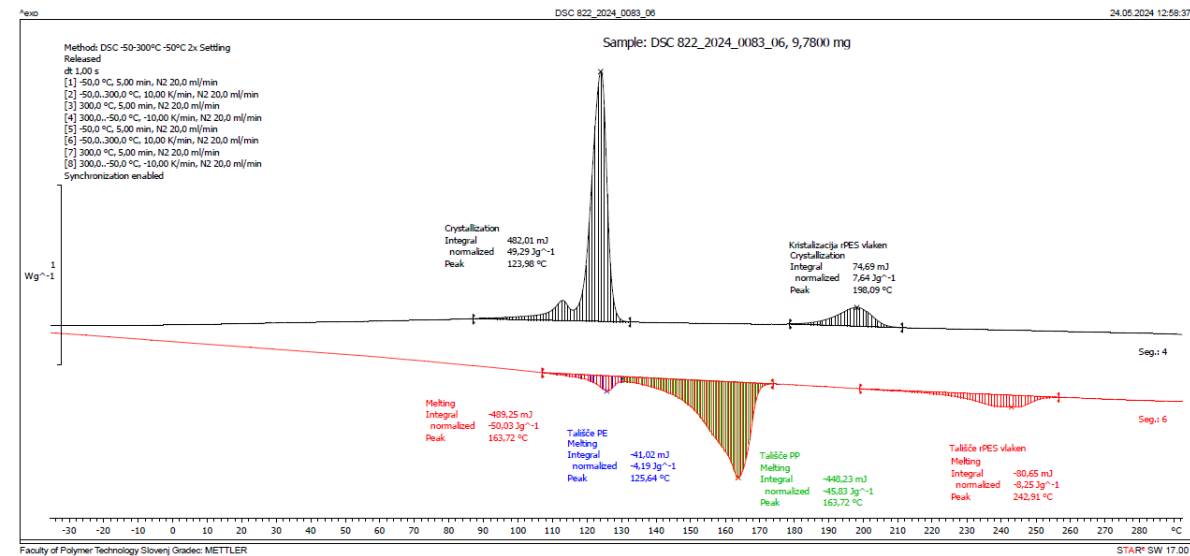
Slika 43: Graf DSC analize za vzorec 03



Slika 44: Graf DSC analize za vzorec 04

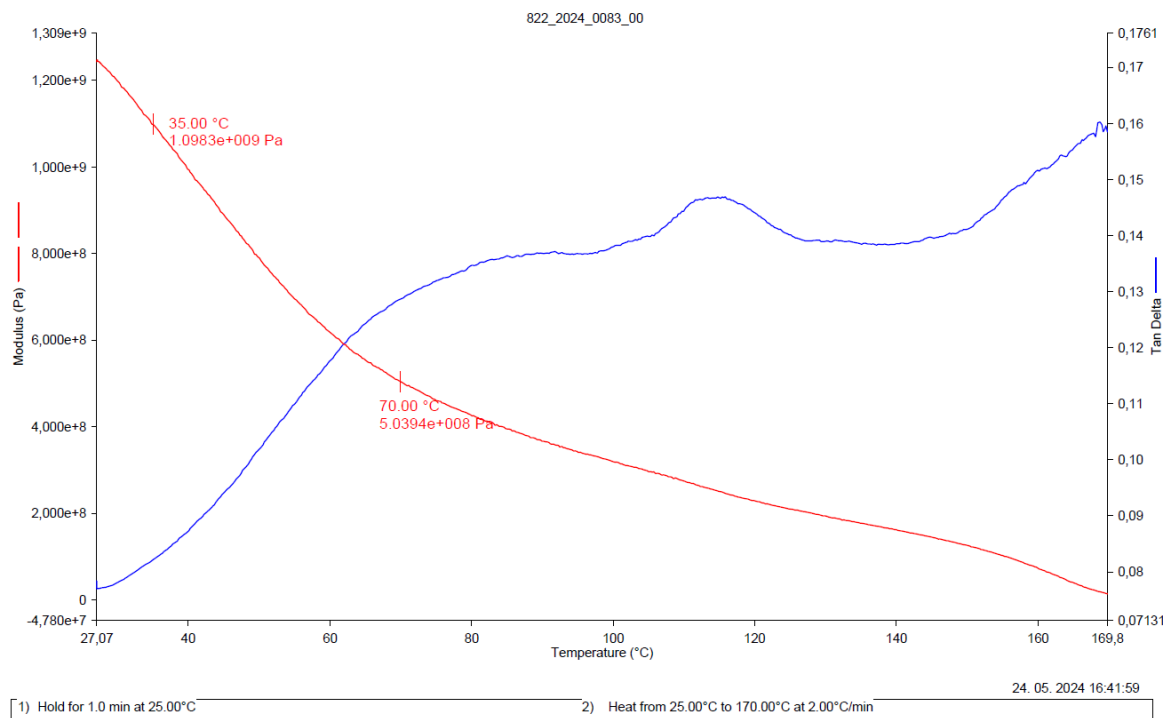


Slika 45: Graf DSC analize za vzorec 05

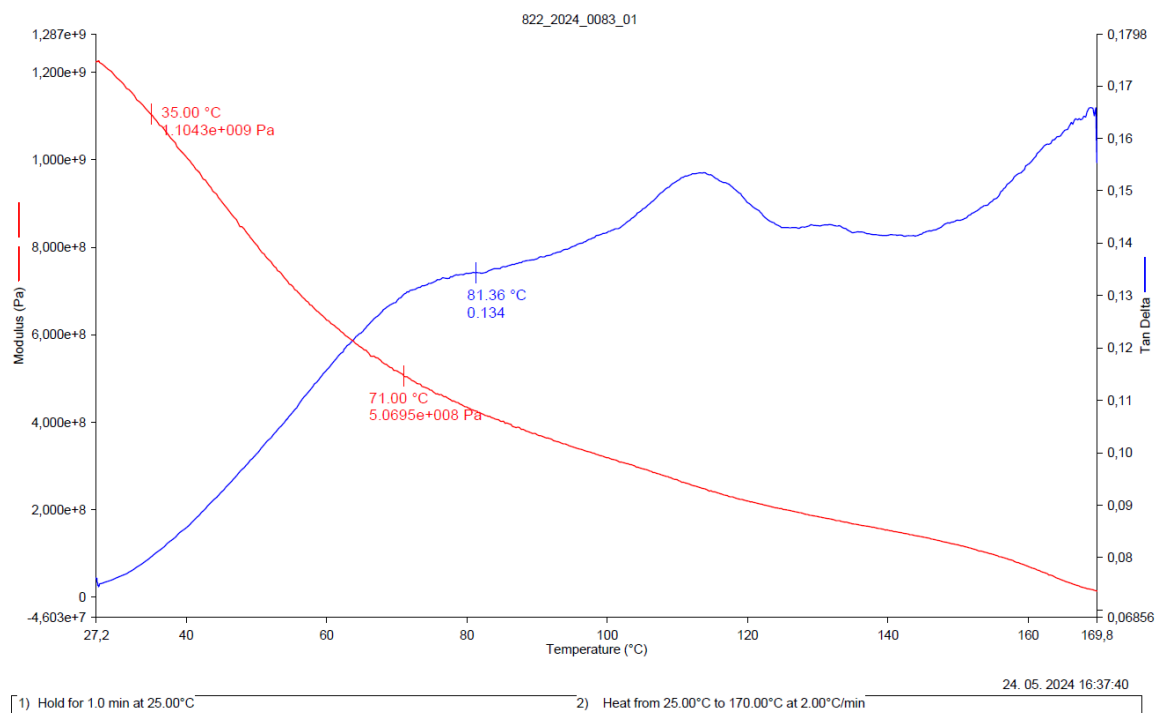


Slika 46: Graf DSC analize za vzorec 06

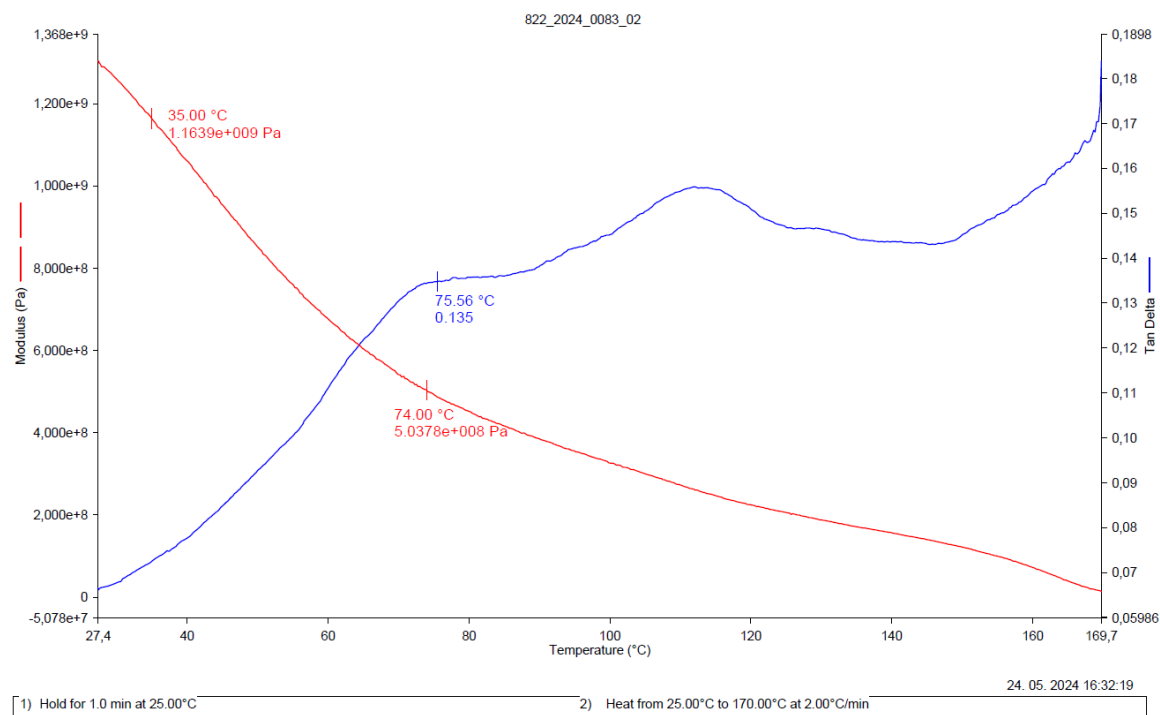
Priloga 4: Grafi DMA analiz



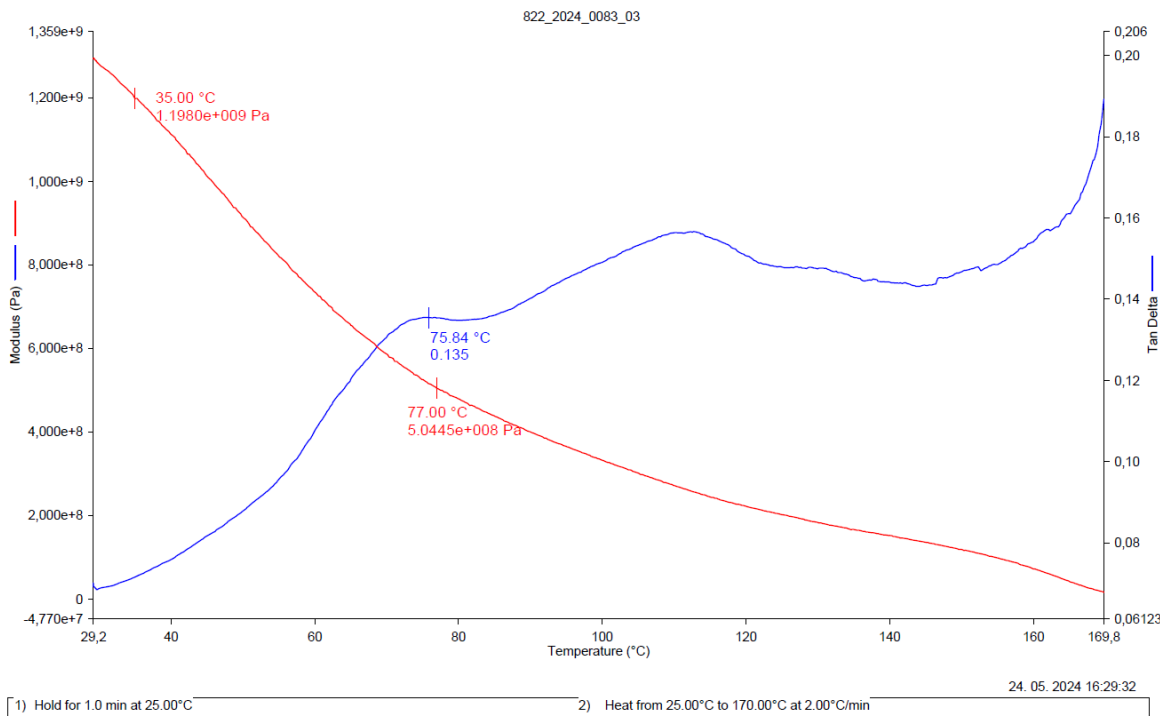
Slika 47: Graf DMA analize pri vzorcu 00



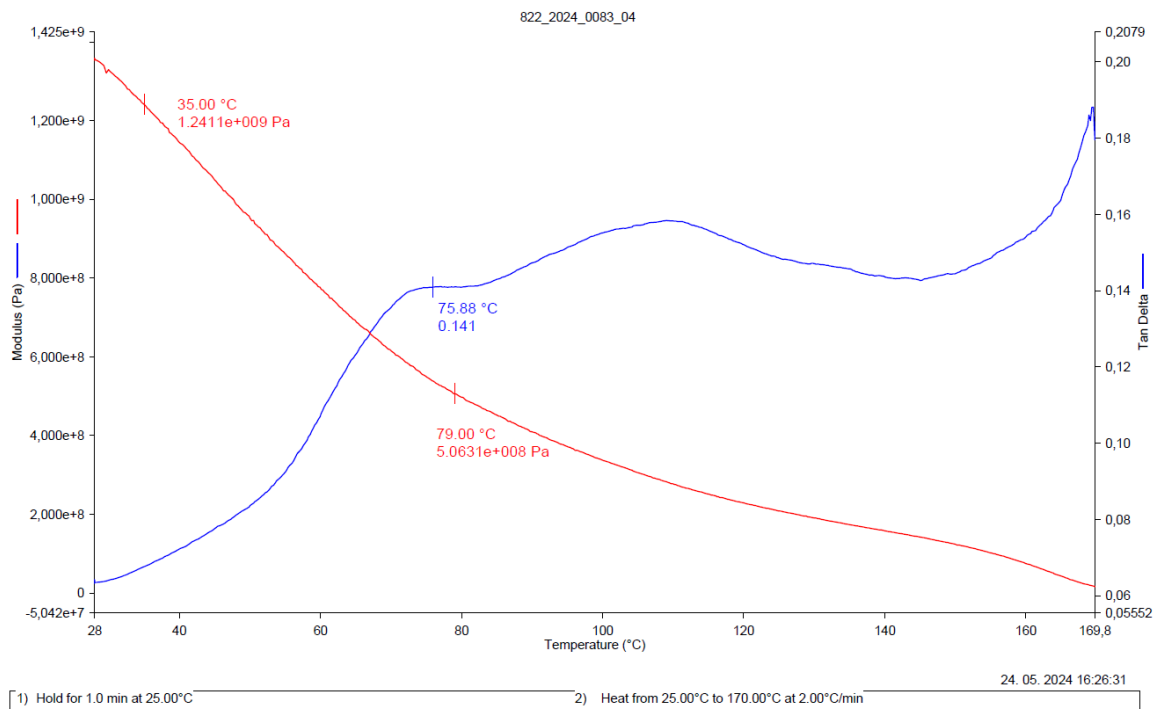
Slika 48: Graf DMA analize pri vzorcu 01



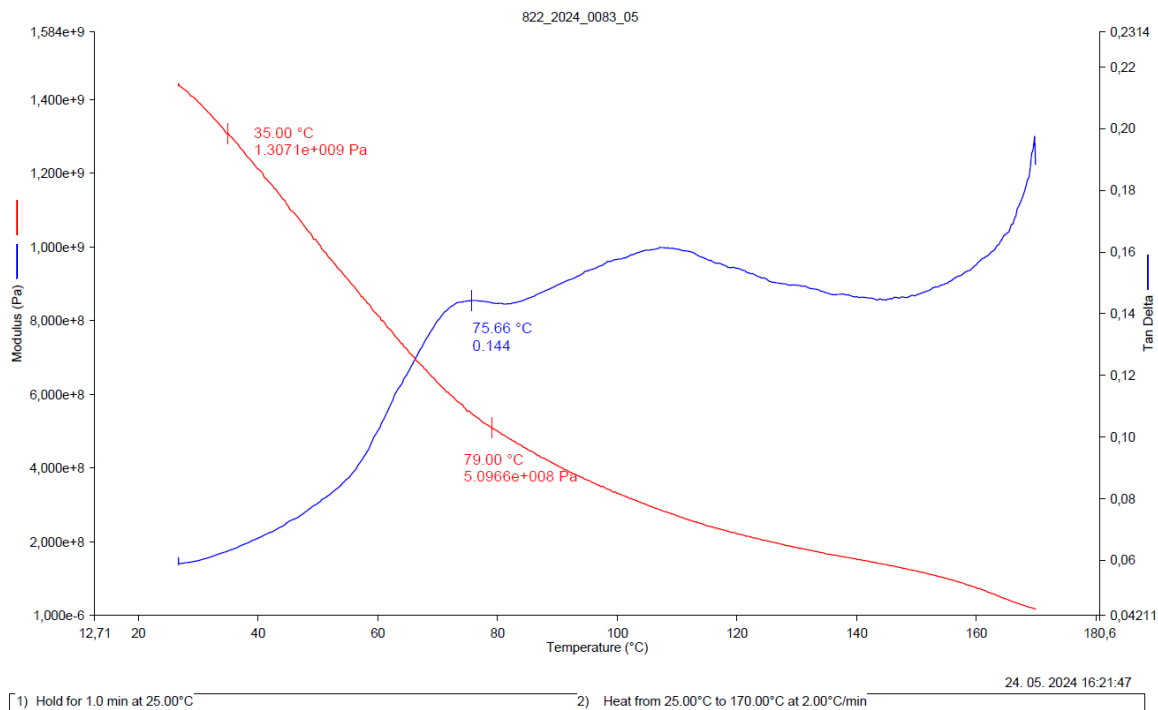
Slika 49: Graf DMA analize pri vzorcu 02



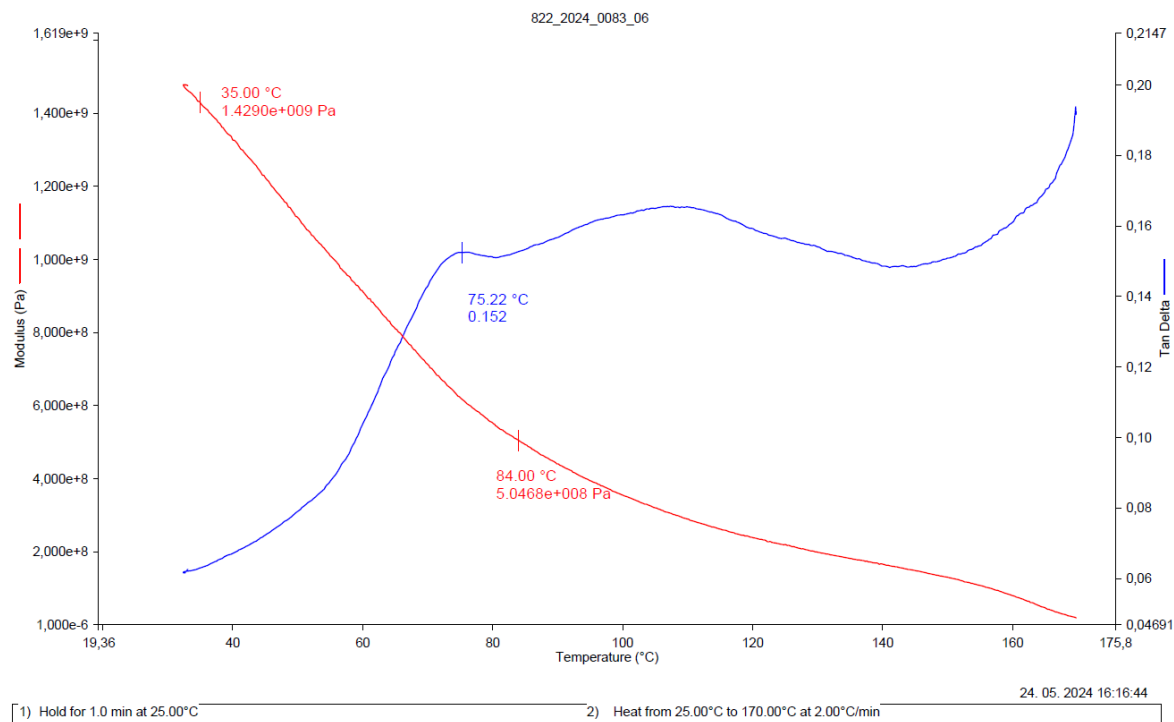
Slika 50: Graf DMA analize pri vzorcu 03



Slika 51: Graf DMA analize pri vzorcu 04

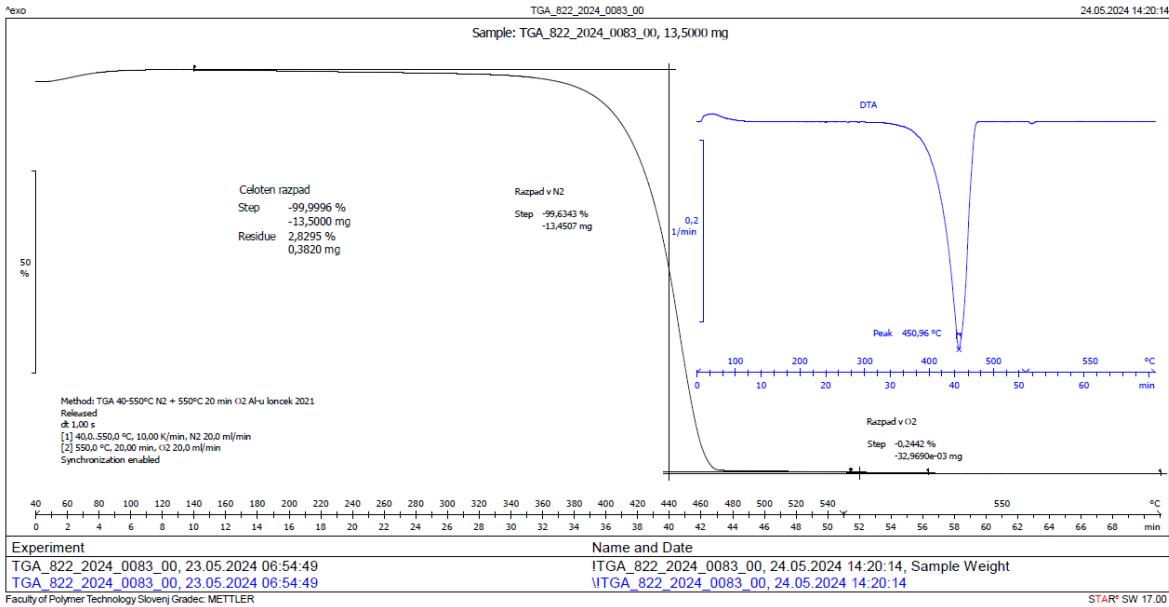


Slika 52: Graf DMA analize pri vzorcu 05

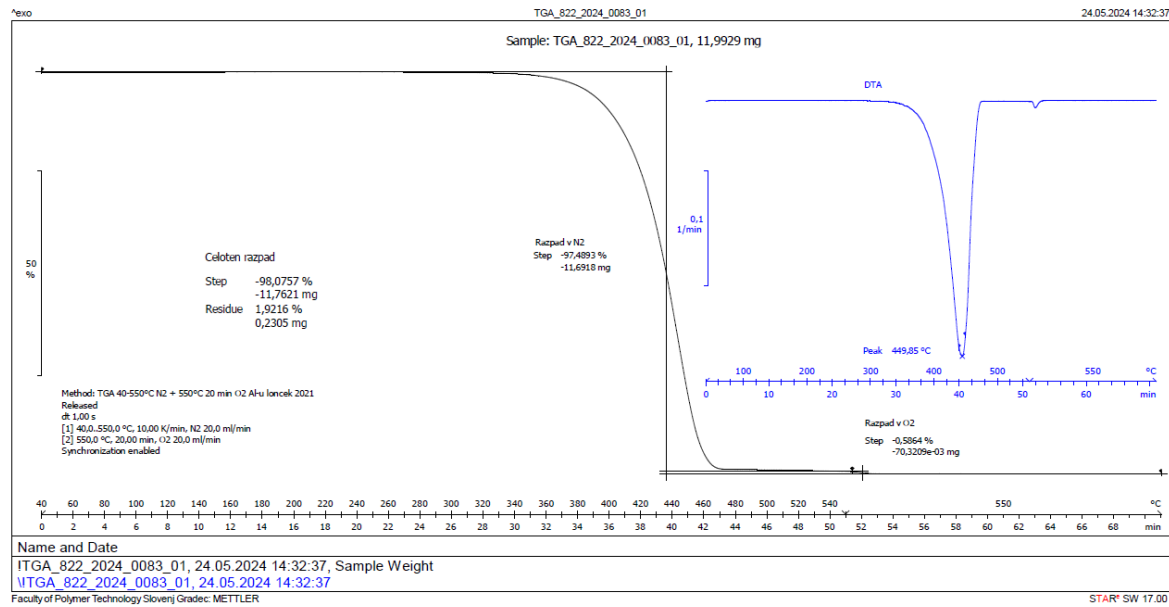


Slika 53: Graf DMA analize pri vzorcu 06

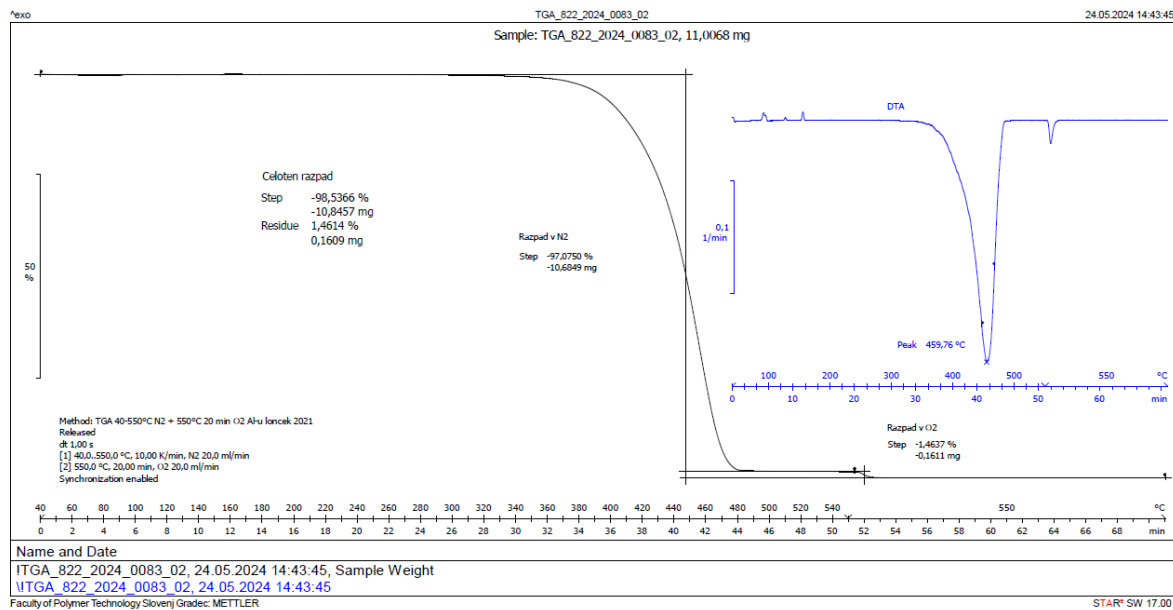
Priloga 5: Grafi TGA analiz



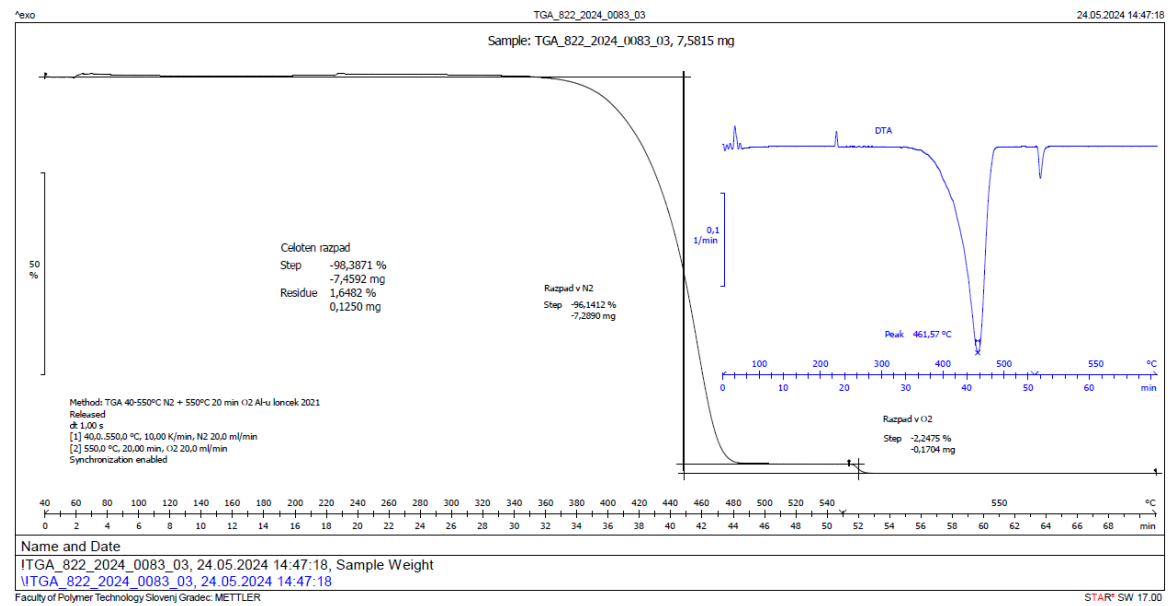
Slika 54: Graf TGA analize za vzorec 00



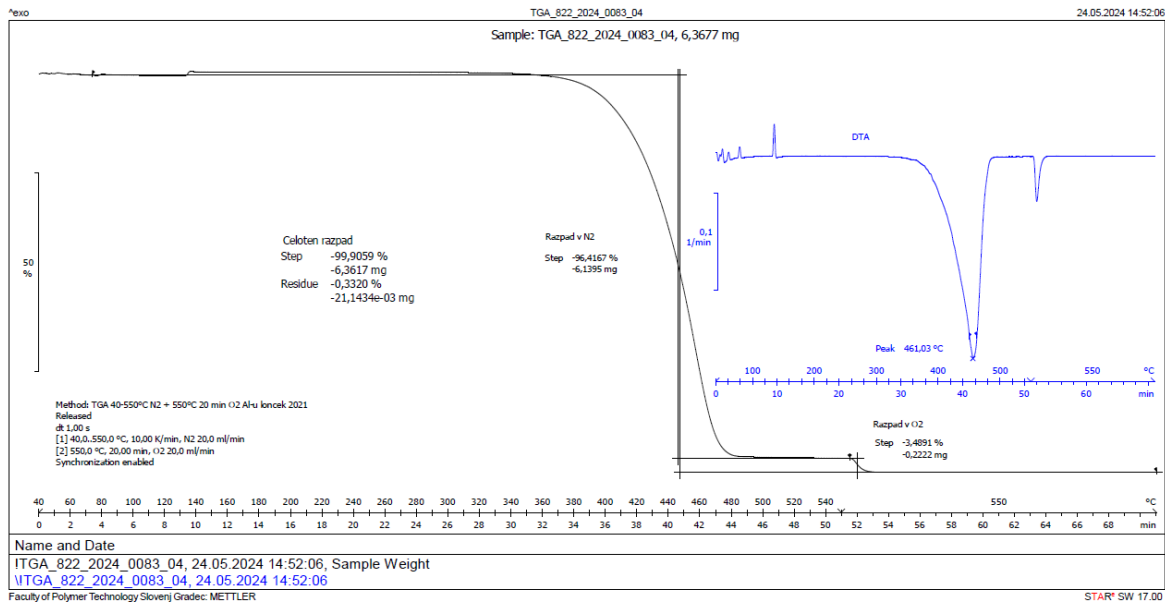
Slika 55: Graf TGA analize za vzorec 01



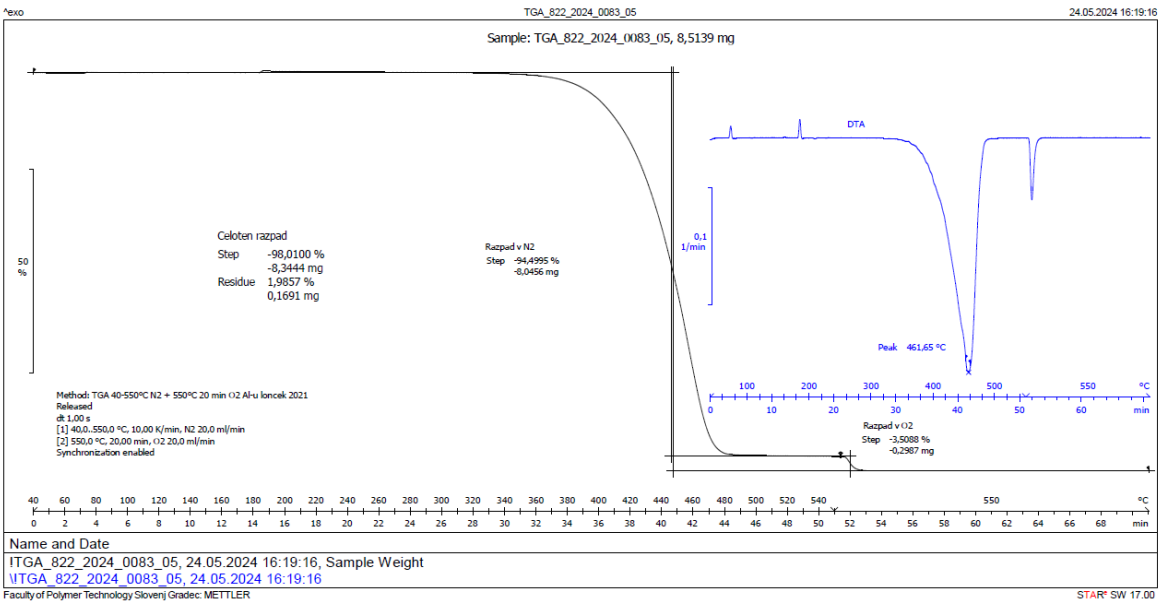
Slika 56: Graf TGA analize za vzorec 02



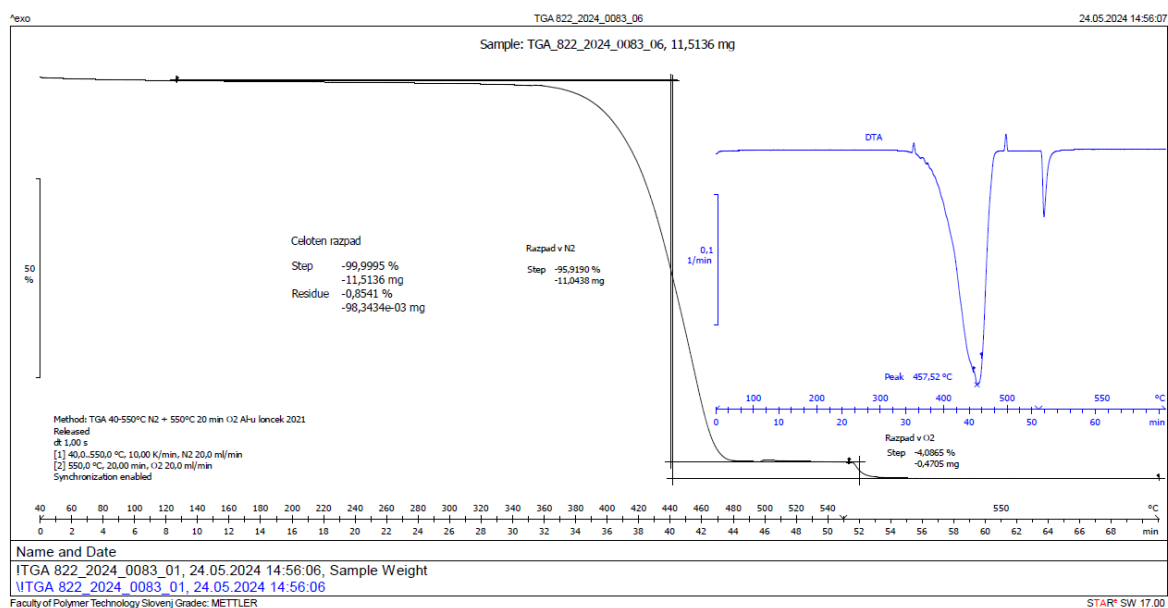
Slika 57: Graf TGA analize za vzorec 03



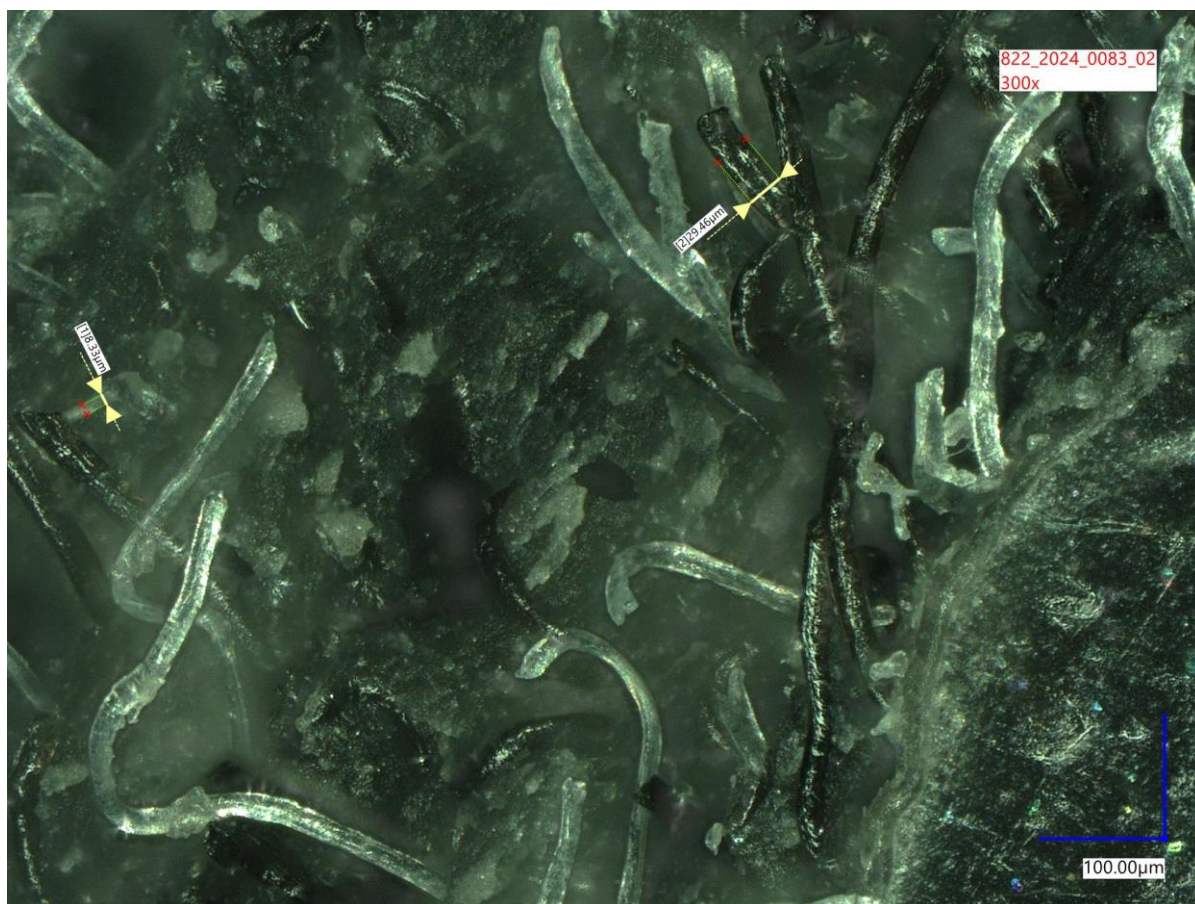
Slika 58: Graf TGA analize za vzorec 04



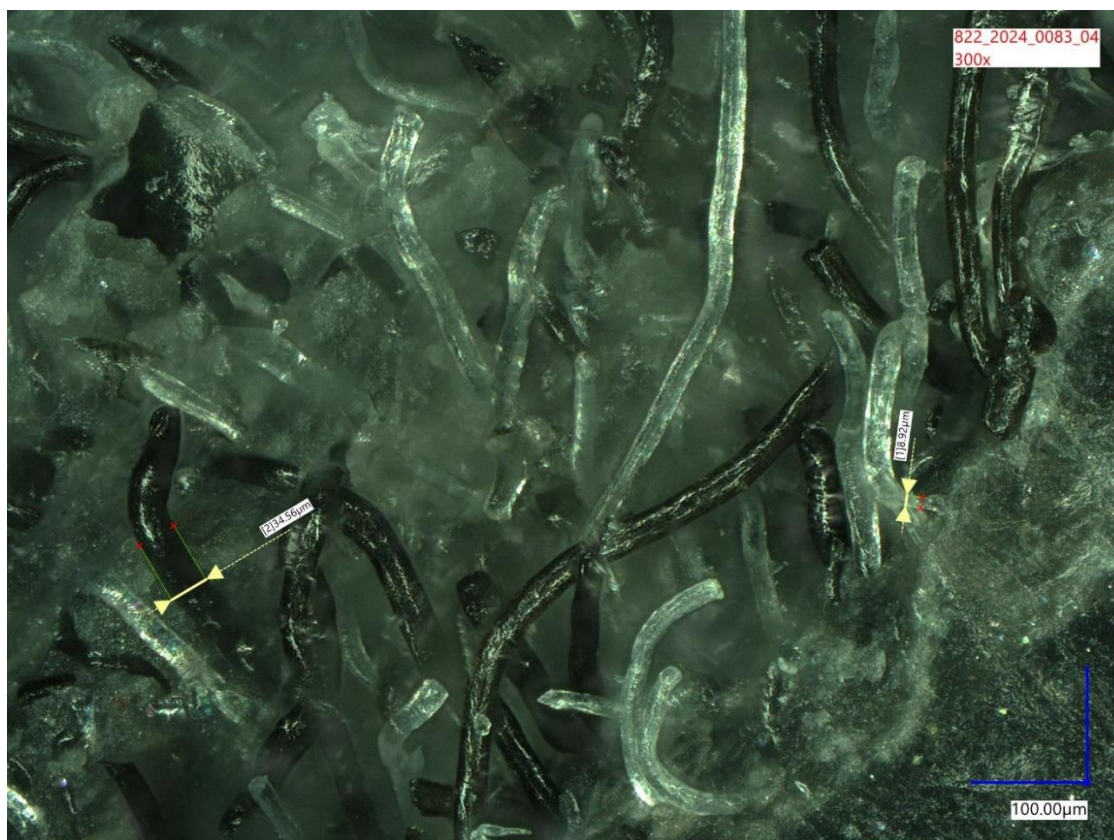
Slika 59: Graf TGA analize za vzorec 05



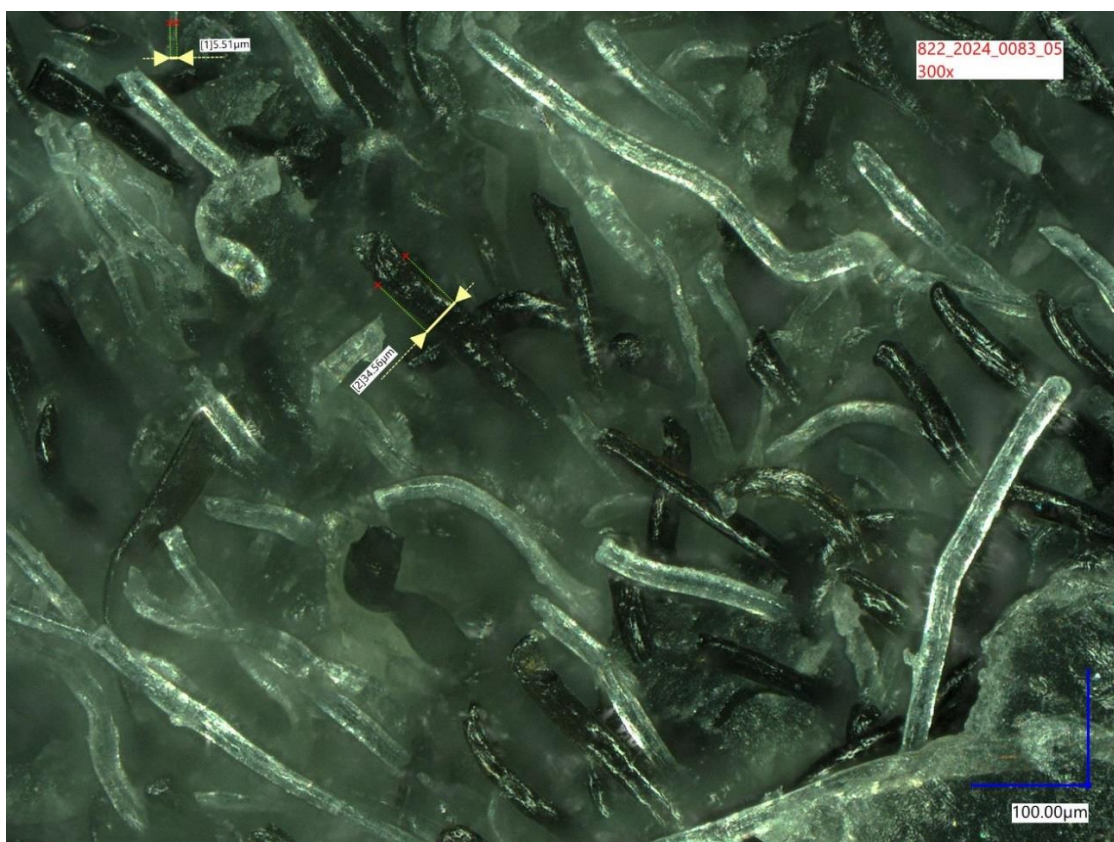
Slika 60: Graf TGA analize za vzorec 06

Priloga 6: Slike pri analizi z mikroskopom

Slika 61: Površina vzorca 02 pri 300-kratni povečavi



Slika 62: Površina vzorca 04 pri 300-kratni povečavi



Slika 63: Površina vzorca 05 pri 300-kratni povečavi