

Maja Rujnić-Sokele
Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

Utjecaj parametara razvlačnog puhanja na svojstva PET boca

ISSN 0351-1871

UDK 678.027:678.742.2

Izvorni znanstveni članak / Original scientific paper

Primljeno / Received: 17. 1. 2008.

Prihvaćeno / Accepted: 27. 3. 2008.

Sažetak

U radu je prikazana analiza utjecajnih faktora u postupku izradbe boca od poli(etilen-tereftalata) za pakiranje jestivog ulja – injekcijskom razvlačnom puhanju. Razmatran je utjecaj pogonski prilagodljivih parametara izradbe na čimbenike koji su važni za izradbu PET boca za pakiranje jestivog ulja, obujam i naknadno stezanje boca. Primjenom centralno kompozitnog plana pokusa određeni su faktori koji utječu na obujam i naknadno stezanje PET boca.

KLJUČNE RIJEČI:

injekcijsko razvlačno puhanje
poli(etilen-tereftalat)
pogonski prilagodljivi parametri

KEY WORDS:

injection stretch blow moulding
poly(ethylene terephthalate)
manufacturing regulable parameters

Influence of the stretch blow molding processing parameters on PET bottles properties

Summary

The paper deals with the analysis of the influencing factors in the procedure of manufacturing poly(ethylene terephthalate) bottles for packaging of table oil - injection stretch blow moulding. The influence of individual manufacturing parameters on the quality guidelines important in the making of PET bottles for table oil packaging, final volume, and post-shrinkage have been studied. The influencing factors have been determined which affect the volume and shrinkage of PET bottles by using the central composite design.

Uvod / Introduction

Osnovna zadaća ambalaže je zaštita njezina sadržaja, omogućavanje transporta i informiranje potrošača o zapakiranom proizvodu. Ambalaža također mora biti ekonomična za proizvodnju, prijateljska za okoliš uz mogućnost uporabe te jednostavna i sigurna pri odlaganju. Poli(etilen-tereftalat) (PET) je plastični materijal koji udovoljava svim tim zahtjevima. Ambalaža od PET-a najčešće se upotrebljava za pakiranje raznovrsnih napitaka, mineralnu vodu, osvježavajuća pića, ulje i ocat, a u novije vrijeme i za pivo, pa i vino.

PET boce izrađuju se postupkom injekcijskoga razvlačnog puhanja. Predoblici napravljeni injekcijskim prešanjem dvoosno se razvlače u kalupu za puhanje, pri čemu parametri puhanja utječu na mehanička svojstva, svojstva barijernosti i prozirnost napravljene boce.

U tvornici za proizvodnju ulja, gdje je obavljen eksperimentalni dio rada, boce mogu biti napunjene uljem izravno nakon puhanja ili nakon skladištenja od nekoliko dana. Budući da prazna PET boca konačne dimenzije poprima nakon 72 sata, odnosno tijekom toga se razdoblja steže, na liniju za punjenje dolaze boce različitog obujma, koji ovisi o vremenu skladištenja. Količina ulja koja se ulijeva u bocu mjeri se prema razini ulja u boci pa se prilikom punjenja javlja problem neujednačene količine ulja u bocama.

Cilj rada bio je istraživanje utjecaja pogonski prilagodljivih parametara izradbe PET boca na njihov obujam i naknadno stezanje te optimiranje postupka radi dobivanja boca dovoljno velikog obujma i minimalnoga naknadnog stezanja tijekom razdoblja skladištenja tako da je pri punjenju što manja razlika u obujmu odležanih i svježe napravljenih boca. Utjecaji pojedinog faktora utvrđeni su u pogonskim uvjetima proizvodnje.

Izradba boca razvlačnim puhanjem / Manufacturing od bottles by injection stretch blow moulding procedure

Prvi korak izradbe boca razvlačnim puhanjem je zagrijavanje predoblika prolaskom ispred infracrvenih grijaćih elemenata koji ih dovode na potrebnu temperaturu za širenje i puhanje. Temperatura pojedinih grijala može se regulirati jer područje oko spoja grla s tijelom boce često zahtijeva višu temperaturu da se može pravilno napuhati. Grlo oblikovano injekcijskim prešanjem se ne zagrijava, a od previsoke temperature štiti se hlađenjem kalupa. Zbog loše toplinske provodnosti PET-a vanjske površine stijenke priprema moraju se hladiti kroz peč, inače postoji mogućnost pregrijavanja, a rezultat je nepoželjna kristalizacija. S pomoću zračnih ventilatora postavljenih između grijala moguće je optimalno temperirati pripremak.¹

Nakon zagrijavanja predoblika na potrebnu temperaturu slijedi vrijeme temperaturnog izjednačavanja, koje omogućuje izjednačavanje temperature stijenke predoblika po cijeloj dužini. Stijenka boce nejednoliko će se rastegnuti ako vrijeme temperaturnog izjednačavanja bude kraće od potrebnoga. Ako je ono dulje, postoji mogućnost da previše topline prijeđe u područje grla te tako uzrokuje njegovo vitoperenje.¹

Kada predoblik napušta peč temperatura njegove stijenke je između 90 i 110 °C. Dovoljno vremena za temperaturno izjednačavanje omogućuje pravilnu raspodjelu temperature u stijenci predoblika prije ulaska u kalup za puhanje. Predoblici koji pokazuju bitne razlike u temperaturnom profilu mogu dovesti do neravnomjernih stijenki boca. Do nepravilnoga temperaturnog profila može doći ako vrijeme izjednačavanja nije dovoljno dugo, a zbog slabe toplinske provodnosti stijenka predoblika uvijek ima mali temperaturni gradijent između vanjske strane (viša temperatura) i unutarnje strane (niža temperatura).²

Zagrijani pripremi prenose se do jedinice za puhanje. Kalup za puhanje obično se sastoji od tri dijela, s time što prvi i drugi dio kalupa oblikuju gornji, a treći dio kalupa donji dio boce. Tijekom zatvaranja kalupa razvlačna šipka ulazi u kalup, a razvlačenje počinje čim se kalup zatvori, što osigurava minimalno vrijeme ciklusa i minimalan gubitak topline. Tijekom razvlačenja priprema pri tlaku pretpuhanja (25 bara) oblikuje se 80 do 90 % konačnog proizvoda. U sljedećem koraku, pri tlaku puhanja (40 bara) boca poprimi konačni oblik. Nakon temperaturnog izjednačavanja i skrućivanja boca se vadi iz kalupa. Tlak koji se nalazi u boci odzrači se prije otvaranja kalupa kako bi se onemogućilo vitoperenje boce.¹

Najprikladniji raspon temperatura razvlačenja je između 90 i 110 °C, odnosno neposredno iznad staklišta. Svojstva PET boce ovise od udjelima amorfne i kristalaste faze u materijalu. Dobra mehanička svojstva s visokom čvrstoćom i krutošću postižu se orijentiranjem linearnih molekularnih lanaca uz istodobnu kristalizaciju.^{1,3} Kristalizacija uzrokovana orijentiranjem znatno povisuje čvrstoću PET-a, čak i kad kristalnost, kao kod boca za pića, nije veća od 25 %. Pogodnim vođenjem postupka razvlačenja veličina kristalita može biti u nanopodručju, tako da se ne rasipa vidljiva svjetlost, a PET je unatoč visokoj kristalnosti proziran.³

Nakon hlađenja i tijekom pohrane PET boca će se neznatno stegnuti pa je potrebna mogućnost kontroliranja brzine hlađenja grijanjem kalupa. Polaganim hlađenjem postiže se relaksacija materijala i manje naknadno stezanje. Također je važna dobra izmjena zraka u skladištu, izbjegavanje izlaganja boca izravnoj sunčevoj svjetlosti te minimalno izlaganje povišenim temperaturama. Te će mjere dovesti do manjeg stezanja i smanjivanja naprezanja u amorfnim područjima.^{1,4}

Planiranje pokusa / Design of experiments

U eksperimentalnom dijelu rada postavljen je cilj: sveobuhvatno ispitati djelovanje pogonski prilagodljivih faktora na obujam boce. Kontrolirano naknadno stezanje PET boca jedan je od preduvjeta njihove uspješne izradbe. Stoga je pokusom potrebno odrediti optimalne parametre izradbe kako bi se postigao najveći obujam i minimalno naknadno stezanje.

Odabran je centralno kompozitni plan pokusa, koji omogućuje modeliranje polinomom II. stupnja te je stoga moguće dobiti prikaz (oblik) odzivne površine koja se istražuje u odabranim granicama. Primjenom takvog pokusa omogućuje se pronalaženje optimalnih parametara izradbe PET boca.

Centralno kompozitni plan pokusa / Central composite design

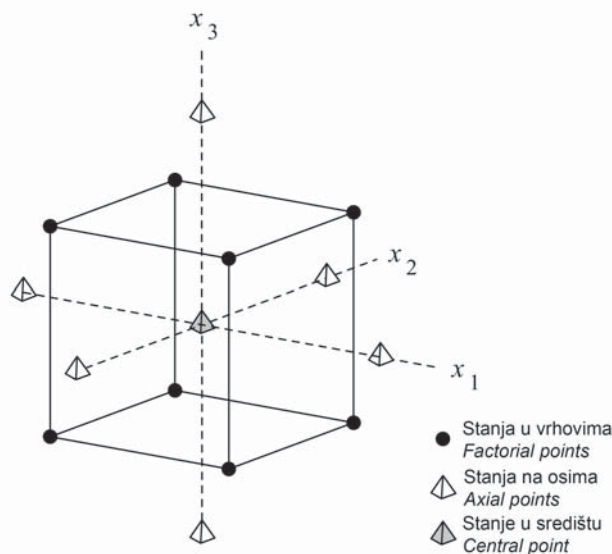
Centralno kompozitni plan pokusa pripada u skupinu planova pokusa višeg reda, tzv. metoda odzivne površine (e. *response surface methodology*). Metoda odzivne površine obuhvaća skup statističkih i matematičkih metoda koje se primjenjuju za razvoj, poboljšanje i optimiranje procesa. Mjerljiva veličina kvalitete proizvoda ili procesa naziva se *odziv*.⁵

Svrha plana pokusa je generiranje matematičkog modela, odnosno jednadžbe (polinoma II. stupnja) koja opisuje proces. Ako su proučavani faktori u pokusu doista oni koji utječu na proces, a podatci dobiveni pokusom prihvatljive točnosti i preciznosti, tada je moguće razviti model koji vjerodostojno opisuje proces.⁶

Centralno kompozitni plan pokusa je model I. reda (2^k) proširen dodatnim točkama (stanjima pokusa) u centru i točkama u osima da bi se omogućila procjena parametara modela II. reda. Centralno kompozitni plan pokusa sastoji se od 2^k stanja u vrhovima (faktorska stanja), $2k$ stanja u osima i stanja u središtu (k – broj faktora). Centralno kompozitni plan pokusa je alternativa 3^k modelu pri sastavljanju modela pokusa II. reda jer je broj izvođenja smanjen u usporedbi s potpunim faktorskim modelom pokusa.⁷

Za $k = 3$ (faktori su x_1 , x_2 i x_3) na slici 1 prikazan je model centralno kompozitnog pokusa za koji je potrebno 15 stanja pokusa

($2^3 + 2 \cdot 3 + 1$). U slučaju potpunoga faktorskog pokusa bilo bi potrebno 27 stanja pokusa.



SLIKA 1. Centralno kompozitni plan pokusa za tri faktora⁷

FIGURE 1. Central composite design for 3 factors⁷

Poželjna karakteristika svakoga pokusa je međusobna nezavisnost procjena glavnih efekata i njihovih interakcija, što se postiže ortogonalnošću i rotabilnošću pokusa. Pokus je ortogonalan ako je zbroj produkata kodiranih stanja bilo kojih dviju kolona u matrici pokusa jednak nuli. Rotabilnost centralno kompozitnog plana pokusa postiže se dodavanjem stanja pokusa tako da su sva stanja jednako udaljena od središta pokusa, odnosno rotabilnost ovisi o tzv. osnovj udaljenosti α (udaljenosti stanja u osima od centra).⁴

Pokus je rotabilan ako je:

$$\alpha = \sqrt[4]{F} \quad (1)$$

gdje je F broj faktorskih stanja ($F = 2^k$ u slučaju potpunoga faktorskog pokusa).⁵

Prema (1), u slučaju dva faktora $\alpha = 2^{2/4} = 1,414$, a u slučaju tri faktora $\alpha = 2^{3/4} = 1,682$.

Dodatna stanja u središtu pokusa služe da bi se mogle usporediti vrijednosti mjerenja zavisne varijable u središtu pokusa s aritmetičkom sredinom za ostatak pokusa. Ako je aritmetička sredina središta pokusa signifikantno različita od ukupne aritmetičke sredine svih ostalih stanja pokusa, tada se može zaključiti da veza između faktora pokusa i zavisne varijable nije linearna.⁸

Ako se pokus barem djelomično ponavlja, tada se može procijeniti pogreška pokusa iz varijabilnosti ponovljenih stanja. Budući da se ta stanja izvode pod identičnim uvjetima, odnosno identičnim razinama faktora, procjena pogreške pokusa iz tih podataka neovisna je o tome je li model pokusa linearan ili nelinearan te sadržava li interakcije višeg reda. Tako je procijenjena pogreška pokusa *čista pogreška* (e. *pure error*), odnosno ona je posljedica samo nesigurnosti mjerenja zavisne varijable.⁸

Jednadžba (polinom II. stupnja) kojom se opisuje proces (odzivna funkcija) za općeniti slučaj glasi (k faktora pokusa):

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + \dots + b_kx_k + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + \dots + b_{k-1,k}x_{k-1}x_k + b_{11}x_1^2 + \dots + b_{kk}x_k^2 \quad (2)$$

pri čemu se koeficijenti $b_0 \dots b_k$ određuju primjenom metode *minimalne sume kvadratnih odstupanja* računskih od stvarnih vrijednosti.⁹

Ispitni materijal i oprema / Testing material and equipment

U nastavku su opisani materijal i oprema koji su rabljeni tijekom izvedbe pokusa.

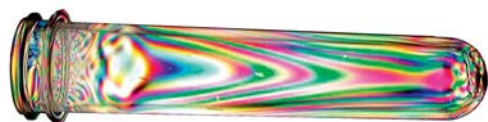
Materijal / Material

Pri izradbi ovog rada upotrijebljene su boce napravljene od predoblika mase 26 g, od PET-a svojstava navedenih u tablici 1.

TABLICA 1. Svojstva PET-a¹⁰
TABLE 1. PET properties¹⁰

Svojstvo / Property	Vrijednost / Value
Intrinzična viskoznost / Intrinsic viscosity	0,81 ± 0,02 dl/g
Sadržaj acetaldehida / Acetaldehyde content	< 1 ppm
Sadržaj vlage / Moisture content	≤ 0,2 %
Talište / Melting temperature	245 ± 2 °C
Gustoća / Density	1,41 g/cm ³

Kvaliteta strukture stijenke (jednoličnost raspodjele materijala duž stijenke) i naprezanja u stijenci predoblika provjeravaju se na polarizatoru. Na slici 2 prikazan je izgled dobro oblikovanoga predoblika.



SLIKA 2. Izgled dobro oblikovanoga predoblika na polarizatoru
FIGURE 2. Appearance of well-formed preform on light polarizer

Oprema / Equipment

Svi pokusi izvedeni su u pogonskim uvjetima, a mjerenje obujma boca u laboratoriju.

Pokusi su izvedeni na pihalici tvrtke *Sidel*, tip SBO 6/10. Temperiranje kalupnih šupljina provodilo se uređajem *Vulcatherm*. Medij za temperiranje je voda, koja se može zagrijati na maksimalnu temperaturu od 90 °C. Krug za vodu sastoji se od kruga s hladnom vodom za hlađenje grla i dna kalupa te kruga s toplom vodom za grijanje sredine kalupa. Za tu vrstu proizvoda temperatura hladne vode je 10 – 12 °C, a tople oko 50 °C.

Postupak dvoosnog razvlačenja podrazumijeva grijanje predoblika i mehaničko aksijalno razvlačenje te radialno razvlačenje upuhivanjem stlačenog zraka.

Iznad linije za punjenje smješten je silos za skladištenje, u kojemu je moguće pohraniti 14 000 boca, što je količina boca dovoljna za punjenje uljem tijekom dvije smjene. Iz silosa za skladištenje, boce odlaze na liniju za punjenje. Punilica se sastoji od 48 mlaznica za punjenje. Mlaznica ulazi u bocu, pri čemu odstoynici omogućuju da uđe dublje ili pliće, a cilindar mlaznice pomiče se prema gore i oslobađa otvore kroz koje prolazi ulje. Na dnu mlaznice je otvor kroz koji prolazi zrak koji je u boci. U trenutku kad ulje dođe do tog otvora, prestaje punjenje. Zadnja četvrtina ciklusa je podtlučno isisavanje ulja koje je preostalo u donjem dijelu mlaznice i u cijevima (koje su spojene s rezervoarom). Isisavanje počinje u trenutku kad se boca skida s mlaznice, jer bi se inače izvuklo ulje iz boce, a provodi se radi sprječavanja kapanja ulja po bocama.

Nakon punjenja boce se začepuju, etiketiraju te pakiraju u kartonske kutije. Kapacitet punjenja je prosječno između 10 500 i 11 000 boca/h, a maksimalno se može napuniti 12 500 boca/h.

Tijekom ispitivanja i obradbe rezultata upotrijebljena je sljedeća oprema:

- laboratorijska vaga za mjerenje mase boca, proizvođač *Mettler*, Švicarska, tip *PM 4600*, točnost očitavanja 0,01/0,1 g
- zračne termostatske komore, proizvođač *Hospitalija*, Hrvatska, i
- digitalni termometar *Hasco*, Z 251, proizvođač *Hasco*, SR Njemačka, mjerno područje -50 – 200 °C.

Provedba pokusa / Conducting of experiments

U eksperimentalnom dijelu rada ispitalo se djelovanje pogonski prilagodljivih faktora na obujam boce. Odabran je centralno kompozitni plan pokusa, koji omogućuje modeliranje polinomom II. stupnja te je stoga moguće dobiti prikaz (oblik) odzivne površine koja se istražuje u odabranim granicama. Primjenom takvog pokusa omogućuje se pronalaženje optimalnih parametara izradbe PET boca.

Bilo je potrebno ustanoviti kombinaciju parametara na pihalici kako bi se dobio što je moguće veći obujam boce (radi ispunjenja zahtjeva napunjenosti boce količinom ulja od 1 000 ml) i minimizirati naknadno stezanje (radi smanjenja neujednačenosti obujma pojedinih boca na liniji za punjenje). Na punilici su odstoynici na mlaznicama za punjenje postavljeni na najveću moguću udaljenost, odnosno nije moguće puniti veću količinu ulja.

Pokus I / Experiment No 1

Za prvi pokus izabrana su tri faktora:

- x_1 – tlak puhanja, p_p
- x_2 – temperatura predoblika, ϑ_p
- x_3 – temperatura medija za temperiranje kalupa, ϑ_t

Brzina rada pihalice (kapacitet proizvodnje) bila je tijekom cijelog izvođenja pokusa ista – 6 250 boca/h. Razine faktora (tablica 2) određene su prema matrici stanja pokusa za centralno kompozitni plan pokusa s tri faktora.

TABLICA 2. Faktori i njihove razine
TABLE 2. Levels of factors

Razine Levels	x_1 Tlak puhanja Blowing pressure, p_p / bar	x_2 Temperatura predoblika Preform temperature, ϑ_p / °C	x_3 Temperatura medija za temperiranje Temperature of heat exchange medium, ϑ_t / °C
-1,68	33	86	40
-1	34	90	44
0	36	96	50
+1	38	102	56
1,68	39	106	60

Bilo je potrebno provesti 19 stanja pokusa (stanje u središtu ponavljalo se pet puta). Temperatura okoline bila je 24 – 26 °C. Pokus se izvodio statistički slučajno, prema tablici slučajnih brojeva.

Za svako stanje pokusa odabrano je po 8 boca, pri čemu je 5 boca (za svako stanje pokusa) skladišteno u silosu (temperatura skladištenja 25 – 40 °C, ovisno o vremenskim prilikama i o količini boca koje se nalaze u silosu), a 3 boce (za svako stanje pokusa) ostavljene su pri sobnoj temperaturi u laboratoriju (temperatura oko 22 °C).

Obujam boce u svim sljedećim pokusima mjerio se vaganjem boce napunjene vodom iz vodovoda do izlivanja i preračunavanjem u ml prema sljedećoj jednadžbi:

$$V_b = \frac{m_{pu} - m_{pr}}{\rho_v} \text{ ml} \quad (3)$$

gdje je V_b – obujam boce, m_{pu} – masa boce do vrha napunjene vodom, m_{pr} – masa prazne boce, ρ_v – gustoća vode pri 17 °C = 0,9979 g/ml.

Rezultati pokusa I / Results of experiment No 1

U tablici 3 navedene su izračunane vrijednosti obujma boca nakon skladištenja u silosu za skladištenje i laboratoriju duljeg od 72 sata.

U tablici 4 prikazani su rezultati obradbe u programskom paketu *DesignExpert* modulom ANOVA (analiza varijance). Stanje pokusa br. 11 izbačeno je iz obradbe jer je statistička analiza pokazala da odziv u toj točki ne odgovara modelu. To stanje pokusa provedeno je pri vrlo niskoj temperaturi predoblika, koja nije bila primjerena za postizanje zadovoljavajuće kvalitete boca.

U ovom slučaju signifikantni faktori su x_1, x_2, x_3, x_2^2 i x_1x_2 , pri čemu je najutjecajniji faktor x_2 , odnosno temperatura predoblika. Analiza varijance za slučaj skladištenja pri nižoj temperaturi pokazala je da su signifikantni faktori x_2, x_3 i x_2^2 .

TABLICA 3. Vrijednosti obujma boca nakon skladištenja duljeg od 72 sata

TABLE 3. Values of bottle volumes after storage longer than 72 hours

Stanje pokusa <i>Run</i>	Tlak puhanja <i>Blowing pressure</i> p_p / bar	Temperatura predoblika <i>Preform temperature</i> ϑ_p / °C	Temperatura medija za temperiranje <i>Temperature of heat exchange medium</i> ϑ_t / °C	Obujam boce nakon skladištenja u silosu za skladištenje / <i>Bottle volume after storage in storage silo,</i> V_b / ml	Obujam boce nakon skladištenja u laboratoriju / <i>Bottle volume after storage in laboratory,</i> V_b / ml
1	34	90	44	1 010,61	1 016,42
2	34	90	56	1 011,51	1 017,21
3	34	102	44	1 018,54	1 023,05
4	34	102	56	1 020,44	1 024,33
5	38	90	44	1 011,90	1 017,20
6	38	90	56	1 013,33	1 018,54
7	38	102	44	1 017,51	1 022,10
8	38	102	56	1 020,57	1 023,64
9	33	96	50	1 016,21	1 021,04
10	39	96	50	1 017,66	1 021,96
11	36	86	50	1 000,30	1 008,26
12	36	106	50	1 021,12	1 025,18
13	36	96	40	1 015,60	1 020,13
14	36	96	60	1 018,50	1 022,82
15	36	96	50	1 016,84	1 020,43
16	36	96	50	1 016,66	1 021,57
17	36	96	50	1 017,38	1 021,81
18	36	96	50	1 016,86	1 021,96
19	36	96	50	1 016,08	1 021,37

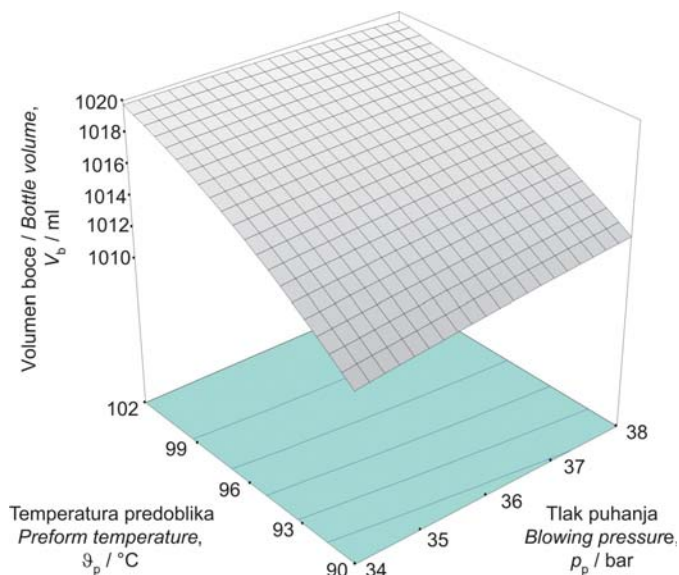
TABLICA 4. Rezultati analize varijance – obujam boce, boce skladištene u silosu za skladištenje

TABLE 4. Analysis of variance table – bottle volume, bottles stored in storage silo

		Suma kvadrata odstupanja <i>Sum of squares</i>	Stupnjevi slobode <i>Degrees of freedom</i>	Srednji kvadrat odstupanja <i>Mean square</i>	Varijable F <i>F value</i>	Rizik odbacivanja hipoteze H_0 * / <i>Risk of rejection of H_0</i>
Model / <i>Model</i>		154,63	9	17,18	62,46	< 0,0001
	x_1	1,54	1	1,54	5,60	0,0456
	x_2	129,81	1	129,81	471,93	< 0,0001
	x_3	10,82	1	10,82	39,34	0,0002
	x_1^2	0,093	1	0,093	0,34	0,5766
	x_2^2	7,15	1	7,15	25,99	0,0009
	x_3^2	$3,716 \cdot 10^{-3}$	1	7,15	0,014	0,9103
	x_1x_2	2,03	1	2,03	7,40	0,0263
	x_1x_3	0,36	1	0,36	1,32	0,2845
	x_2x_3	0,86	1	0,86	3,14	0,1145
Ostatak <i>Residual</i>		2,20	8	0,28		
	Odstupanje od modela <i>Lack of fit</i>	1,33	4	0,33	1,52	0,3470
	Pogreška / <i>Pure error</i>	0,87	4	0,22		
Ukupno <i>Cor Total</i>		156,83	17			

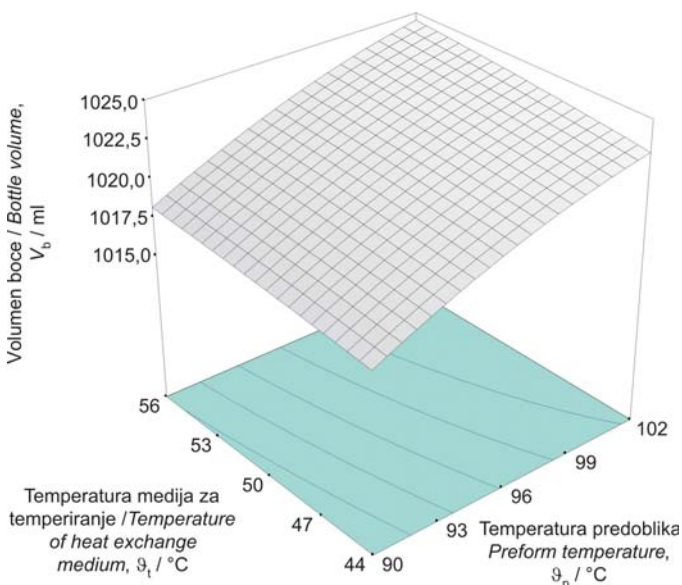
* H_0 : nulta hipoteza – nema signifikantnog utjecaja faktora / *null hypothesis – there are no factor effects*

Slika 3 prikazuje ovisnost obujma boce o promjenama tlaka puhanja i temperature predoblika pri temperaturi medija za temperiranje od 50 °C (srednja razina temperature medija za temperiranje) za slučaj skladištenja u silosu za skladištenje, a slika 4 prikazuje ovisnost obujma boce o promjenama temperature predoblika i temperature medija za temperiranje kalupa pri tlaku od 36 bara (srednja razina tlaka) za slučaj skladištenja u laboratoriju.



SLIKA 3. Prikaz ovisnosti obujma boce o tlaku puhanja i temperaturi predoblika (pri temperaturi medija za temperiranje od 50 °C)

FIGURE 3. The dependence of the bottle volume on the blowing pressure and the preform temperature (at the temperature of the heat exchange medium of 50 °C)



SLIKA 4. Prikaz ovisnosti obujma boce o temperaturi predoblika i temperaturi medija za temperiranje kalupa (pri tlaku puhanja od 36 bara)

FIGURE 4. The dependence of the bottle volume on the temperature of the preform and the temperature of the heat exchange medium (at the blowing pressure of 36 bar)

U tablici 5 prikazani su osnovni statistički podatci o modelu. Koeficijent determiniranosti r^2 je mjera odstupanja od aritmetičke sredine koja je objašnjena modelom. Što je r^2 bliži 1, to model bolje slijedi podatke, odnosno pojava je bolje objašnjena. Računa se prema sljedećoj jednadžbi:

$$r^2 = 1 - \frac{SKO \text{ ostatka}}{SKO \text{ modela} + SKO \text{ ostatka}} \quad (4)$$

gdje je SKO – suma kvadrata odstupanja.

TABLICA 5. Pregled statističkih podataka o modelu
TABLE 5. Summary statistics for the model

	Skladišteno u silosu za skladištenje <i>Stored in storage silo</i>	Skladišteno u laboratoriju <i>Stored in laboratory</i>
Standardno odstupanje <i>Standard deviation</i>	0,52	0,60
Aritmetička sredina <i>Mean</i>	1 016,52	1 021,15
Koeficijent determiniranosti <i>Coefficient of determination</i>	0,986	0,972

Model se za slučaj skladištenja u silosu za skladištenje (za varijablu obujma boce) može opisati sljedećom jednadžbom (vrijednosti x_1 , x_2 i x_3 upisuju se u kodiranom obliku):

$$\hat{y} = 1016,82 + 0,035x_1 + 3,83x_2 + 0,89x_3 - 0,10x_1^2 - 0,95x_2^2 - 0,017x_3^2 - 0,50x_1x_2 + 0,21x_1x_3 + 0,33x_2x_3 \quad (5)$$

odnosno, za slučaj skladištenja u laboratoriju, sljedećom jednadžbom:

$$\hat{y} = 1021,487 + 0,15x_1 + 3,09x_2 + 0,70x_3 - 0,14x_1^2 - 0,72x_2^2 + 0,10x_3^2 - 0,47x_1x_2 + 0,10x_1x_3 + 0,087x_2x_3 \quad (6)$$

Npr., za $x_1 = 37$ bar (kodirana vrijednost = 0,5), $x_2 = 102$ °C (kodirana vrijednost = 1) i $x_3 = 55$ °C (kodirana vrijednost = 0,83) očekivana vrijednost obujma boca u slučaju skladištenja u silosu bit će 1 020,7 ml, a u slučaju skladištenja pri sobnoj temperaturi 1 024,3 ml.

Rasprava o rezultatima pokusa I / Discussion about results of experiment No 1

Na temelju analize rezultata pokusa zaključuje se kako je temperatura predoblika najutjecajniji faktor, čijim se povišenjem bitno povećava obujam boce. Izračunana je prosječna razlika između obujma boca koje su skladištene u silosu i obujma boca koje su skladištene u laboratoriju, koja iznosi 0,47 %. Drugim riječima, boce skladištene pri nižoj temperaturi imale su veći obujam, odnosno manje su se naknadno stezale, pa je u drugom pokusu odlučeno ispitati utjecaj temperature skladištenja na konačni obujam i naknadno stezanje boca.

Pokus II / Experiment No 2

U prvom pokusu ustanovljeno je da se razlikuju vrijednosti obujma boca ovisno o temperaturi skladištenja pa je za sljedeći pokus odabran centralno kompozitni plan pokusa s dva faktora:

x_1 – temperatura predoblika, T_p

x_2 – temperatura skladištenja, T_s

Ostali parametri rada puhalice navedeni su u tablici 6.

Boce su se skladištile više od 72 sata (oko 90 sati) u komorama koje imaju mogućnost namještanja temperature s pomoću termostata. Razine faktora navedene su u tablici 7.

TABLICA 6. Parametri razvlačnog puhanja
TABLE 6. Parameters of the stretch blow moulding

Parametri razvlačnog puhanja / Stretch blow moulding parameters	Iznos / Value
Kapacitet proizvodnje / Productivity, q	6 250 boca/h / bottles/h
Tlak puhanja / Blowing pressure, p_p	36 bar
Temperatura medija za temperiranje / Temperature of heat exchange medium, ϑ_1	50 °C

TABLICA 7. Faktori i njihove razine
TABLE 7. Levels of factors

Razine / Levels	x_1 Temperatura pre- dobljka / Preform temperature, ϑ_p / °C	x_2 Temperatura skladištenja / Storage temperature, ϑ_s / °C
-1,414	90	16
-1	92	20
0	98	30
+1	104	40
1,414	106	44

Bilo je potrebno provesti 11 stanja pokusa (stanje u središtu ponavljalo se tri puta). Za svako stanje pokusa odabrano je po 8 boca,

TABLICA 8. Izračunane vrijednosti obujma boca i naknadnog stezanja
TABLE 8. Calculated values of bottle volumes and bottle post-shrinkage

Stanje pokusa Run	Temperatura predobljka / Preform temperature ϑ_p / °C	Temperatura skladištenja Storage temperature ϑ_s / °C	Obujam boce izravno nakon puhanja Bottle volume, V_{b1} / ml	Obujam boce nakon skladištenja >72 h Bottle volume after storage >72 h, V_{b2} , ml	Stezanje Volume shrinkage, S_V / %
1	92	20	1 020,48	1 017,38	0,30
2	92	40	1 020,21	1 006,75	1,32
3	104	20	1 028,14	1 026,02	0,21
4	104	40	1 027,67	1 020,04	0,74
5	90	30	1 018,97	1 010,82	0,80
6	106	30	1 029,65	1 024,54	0,50
7	98	16	1 024,92	1 023,14	0,17
8	98	44	1 024,87	1 010,14	1,44
9	98	30	1 024,03	1 018,47	0,54
10	98	30	1 024,45	1 018,46	0,58
11	98	30	1 024,47	1 018,60	0,57

TABLICA 9. Rezultati analize varijance – obujam boce
TABLE 9. Analysis of variance table – bottle volume

	Suma kvadrata odstupanja Sum of squares	Stupnjevi slobode Degrees of freedom	Srednji kvadrat odstupanja Mean square	Varijabla F F value	Rizik odbacivanja hipoteze H_0 Risk of rejection of H_0
Model Model	371,29	5	74,26	3 923,57	< 0,0001
x_1	145,47	1	145,47	7 686,29	< 0,0001
x_2	127,92	1	127,92	6 758,83	< 0,0001
x_1^2	1,04	1	0,093	54,87	0,0018
x_2^2	4,91	1	7,15	259,35	< 0,0001
x_1x_2	1,09	1	2,03	57,33	0,0016
Ostatak Residual	0,076	4	0,019		
Odstupanje od modela / Lack of fit	0,065	2	0,032	5,86	0,1458
Pogreška Pure error	0,011	2	$5,52 \cdot 10^{-3}$		
Ukupno Cor Total	371,37	9			

pri čemu su za 3 boce (za svako stanje pokusa) izmjerene mase napunjenih boca vodom do izlivanja odmah nakon puhanja, a 5 boca (za svako stanje pokusa) skladišteno je u termostatskim komorama.

Obujam boca računao se prema jednadžbi (3), a stezanje prema:

$$S_V = \frac{V_{b1} - V_{b2}}{V_{b1}} \cdot 100\% \quad (7)$$

gdje je: S_V – iznos stezanja u %, V_{b1} – obujam boce mjeren neposredno nakon puhanja, V_{b2} – obujam boce mjeren nakon skladištenja > 72 h.

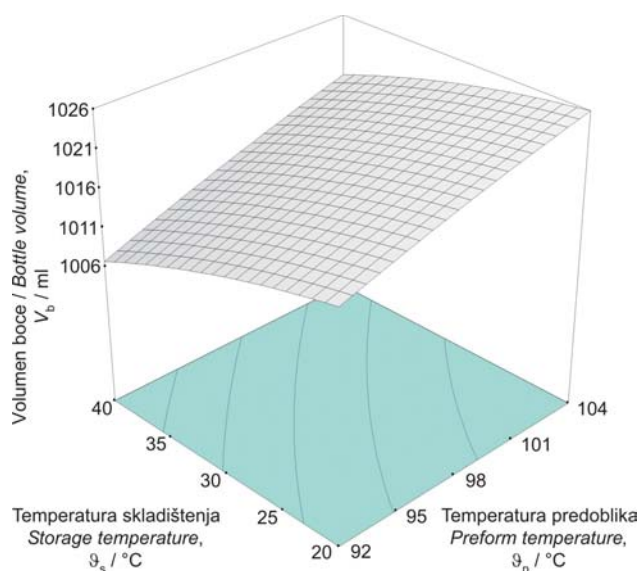
Rezultati pokusa II / Results of experiment No 2

U tablici 8 navedene su vrijednosti obujma izračunane prema (3) izravno nakon puhanja i nakon skladištenja duljeg od 72 h te izračunano prosječno stezanje boca s obzirom na razlike u obujmu boca mjenom izravno nakon puhanja i nakon skladištenja duljeg od 72 h pri različitim temperaturama skladištenja.

U tablici 9 prikazani su rezultati obradbe modulom ANOVA. Stanje pokusa br. 4 izbačeno je iz obradbe jer je statistička analiza pokazala da odziv u toj točki ne odgovara modelu.

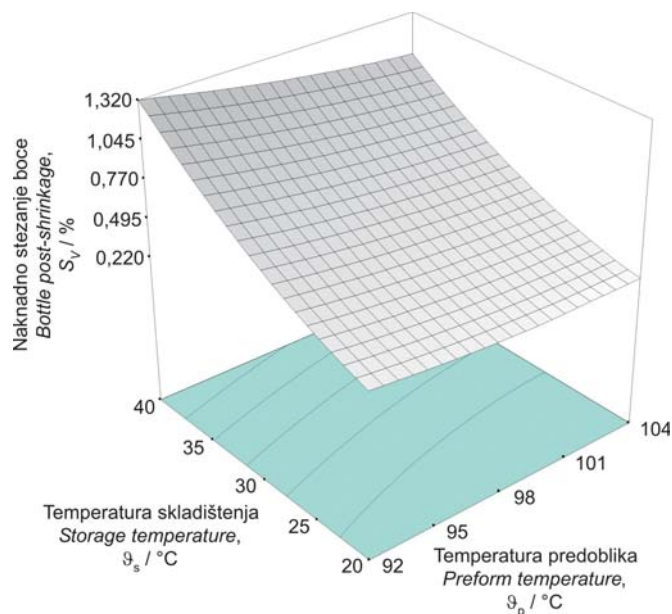
U ovom slučaju svi faktori su signifikantni.

Slika 5 prikazuje ovisnost obujma boca o promjenama temperature predobljka i temperature skladištenja.



SLIKA 5. Prikaz ovisnosti obujma boce o temperaturi predoblika i temperaturi skladištenja

FIGURE 5. The dependence of the bottle volume on the temperature of the preform and the storage temperature



SLIKA 6. Prikaz ovisnosti naknadnog stezanja boce o temperaturi predoblika i temperaturi skladištenja

FIGURE 6. The dependence of the bottle post-shrinkage on the temperature of the preform and the storage temperature

U tablici 10 prikazani su rezultati obradbe modulom ANOVA. Ovisnost naknadnog stezanja boca o temperaturi predoblika i temperaturi skladištenja prikazana je na slici 6.

U tablici 11 prikazani su osnovni statistički podatci o modelu. Model se za varijablu obujma boce može opisati sljedećom jednažbom (vrijednosti x_1 i x_2 upisuju se u kodiranom obliku):

$$\hat{y} = 1018,51 + 4,92x_1 - 4,62x_2 - 0,44x_1^2 - 0,96x_2^2 + 0,67x_1x_2 \quad (8)$$

pa će npr. za $x_1 = 101$ °C (kodirana vrijednost = 0,5) i $x_2 = 27$ °C (kodirana vrijednost = - 0,3) procjena iznosa obujma iznositi 1022,1 ml.

TABLICA 10. Rezultati analize varijance – naknadno stezanje boce
TABLE 10. Analysis of variance table – bottle volume shrinkage

		Suma kvadrata odstupanja / Sum of squares	Stupnjevi slobode / Degrees of freedom	Srednji kvadrat odstupanja / Mean square	Varijabla F / F value	Rizik odbacivanja hipoteze H_0 / Risk of rejection of H_0
Model / Model		1,68	5	0,34	793,05	< 0,0001
	x_1	0,065	1	0,065	153,74	0,0002
	x_2	1,22	1	1,22	2 890,16	< 0,0001
	x_1^2	$7,165 \cdot 10^{-3}$	1	$7,165 \cdot 10^{-3}$	16,95	0,0146
	x_2^2	0,071	1	0,071	166,84	0,0002
	x_1x_2	$6,405 \cdot 10^{-3}$	1	$6,405 \cdot 10^{-3}$	15,15	0,0176
Ostatak / Residual		$1,691 \cdot 10^{-3}$	4	$4,227 \cdot 10^{-4}$		
	Odstupanje od modela / Lack of fit	$7,623 \cdot 10^{-4}$	2	$3,811 \cdot 10^{-4}$	0,82	0,5491
	Pogreška / Pure error	$9,284 \cdot 10^{-4}$	2	$4,642 \cdot 10^{-4}$		
Ukupno / Cor Total		1,68	9			

TABLICA 11. Pregled statističkih podataka o modelu
TABLE 11. Summary statistics for the model

	Obujam boce / Bottle volume	Naknadno stezanje boce / Bottle volume shrinkage
Standardno odstupanje / Standard deviation	0,14	0,021
Aritmetička sredina / Mean	1 017,43	0,64
Koeficijent determiniranosti / Coefficient of determination	0,9998	0,999

Za varijablu naknadnog stezanja boce model se može opisati sljedećom jednadžbom (vrijednosti x_1 i x_2 upisuju se u kodiranom obliku):

$$\hat{y} = 0,57 - 0,1x_1 + 0,45x_2 - 0,037x_1^2 - 0,11x_2^2 - 0,052x_1x_2 \quad (9)$$

pa će npr. za $x_1 = 101$ °C (kodirana vrijednost = 0,5) i $x_2 = 27$ °C (kodirana vrijednost = -0,3) procjena iznosa naknadnog stezanja iznositi 0,41 %.

Rasprava o rezultatima pokusa II / Discussion about results of experiment No 2

Iz prikaza ovisnosti obujma boca o temperaturi predoblika i temperaturi skladištenja vidljivo je da faktori imaju suprotne efekte, odnosno s rastom temperature predoblika obujam boca raste, a s rastom temperature skladištenja opada.

Faktorom koji najviše utječe na naknadno stezanje boca pokazala se temperatura skladištenja. Povišenjem temperature skladištenja povećava se naknadno stezanje boca, a povišenjem temperature predoblika, koja je manje utjecajna, naknadno se stezanje smanjuje.

Na temelju analize rezultata pokusa zaključuje se kako je temperatura predoblika faktor koji najviše utječe na obujam boca, a temperatura skladištenja najviše utječe na njihovo naknadno stezanje.

Fizikalno objašnjenje rezultata pokusa II / Physical explanation of results of experiment No 2

Tijekom postupka puhanja/razvlačenja, u stijenci boce dolazi do naprezanja zbog razvlačenja, odnosno orijentiranja segmenata molekularnih lanaca. Pri niskoj temperaturi preradbe povećavaju se naprezanja u amorfnim područjima, a i manja je kristalnost PET-a jer se pri niskoj temperaturi razvlačenja kristaliti stvaraju uglavnom zbog kristalizacije uzrokovane orijentiranjem, a u manjoj mjeri zbog toplinski izazvane kristalizacije.

Viša temperatura predoblika omogućuje višu brzinu razvlačenja zbog niže viskoznosti materijala, a izaziva relaksaciju naprezanja u stijenci boce, što ima za posljedicu manje naknadno stezanje boce. Ako se dopusti relaksacija naprezanja u kalupu, sprječava se stezanje jer se molekularni lanci drže u napregnutom stanju.

Boca napravljena pri višim temperaturama predoblika i kalupa ima relaksirana zaostala naprezanja pa se i pri višim temperaturama skladištenja manje stegne. U slučaju boce koja ima zamrznuta zaostala naprezanja, na višim temperaturama skladištenja dolazi do relaksacije tih naprezanja, što rezultira većim ukupnim stezanjem.

Optimiranje / Optimization

Provedbom pokusa uočeni su faktori koji najviše utječu na obujam i naknadno stezanje boca. U programskom paketu *Design Expert* postoji mogućnost optimiranja, koje se provodi na temelju tzv. funkcije poželjnosti (e. *desirability*), pri čemu se u postupku optimiranja uzimaju u obzir želje i prioritete ispitivača s obzirom na odzivne vrijednosti. Tražena vrijednost odziva može biti maksimalna ili minimalna, ili točno određene vrijednosti.

U slučaju kada odziv treba biti maksimalan, ako odziv ima vrijednosti A (minimalna vrijednost odziva), B (točno određena vrijednost odziva) i C (maksimalna vrijednost odziva), pri čemu je $A \leq B \leq C$, odabire se vrijednost odziva B tako da je $d = 1$ za svaki $\hat{y} > B$. Proizvod nije prihvatljiv ako je $\hat{y} < A$. U tom slučaju $B = C$.

Funkcija poželjnosti d definira se prema:⁶

$$d = \left\{ \frac{\hat{y} - A}{B - A} \right\}^s, A \leq \hat{y} \leq B \quad (10)$$

Ako odziv treba biti minimalan, vrijednost B odabire se tako da je $\hat{y} B$ uz $d = 1$. Vrijednost za $\hat{y} > C$ nije prihvatljiva i daje vrijednost

$d = 0$. U tom slučaju $A = B$.

Funkcija poželjnosti d u tom je slučaju:⁶

$$d = \left\{ \frac{\hat{y} - C}{B - C} \right\}^s, B \leq \hat{y} \leq C \quad (11)$$

Vrijednosti A , B i C biraju se prema željama ispitivača, a vrijednost s prema tome koliko je važno da je vrijednost odziva \hat{y} što bliže B . Funkcija poželjnosti računala se s uobičajenom vrijednošću $s = 1$.

Provedeno je optimiranje pokusa I i II. Uvjeti optimiranja za pokus I navedeni su u tablici 12, a za pokus II u tablici 13.

TABLICA 12. Uvjeti optimiranja za pokus I
TABLE 12. Constraints for experiment No 1

Ime / Name	Cilj / Goal	Donja granica Lower limit	Gornja granica Upper limit
Tlak puhanja <i>Blowing pressure</i>	u rasponu <i>is in range</i>	34	38
Temperatura predoblika <i>Preform temperature</i>	u rasponu <i>is in range</i>	90	102
Temperatura medija za temperiranje <i>Temperature of the heat exchange medium</i>	u rasponu <i>is in range</i>	44	56
Volumen boce <i>Bottle volume</i>	maksimalni <i>maximize</i>	1 010,61	1 021,12
Volumen boce 2 <i>Bottle volume 2</i>	maksimalni <i>maximize</i>	1 016,42	1 025,18

TABLICA 13. Uvjeti optimiranja za pokus II
TABLE 13 Constraints for experiment No 2

Ime / Name	Cilj / Goal	Donja granica Lower limit	Gornja granica Upper limit
Temperatura predoblika <i>Preform temperature</i>	u rasponu <i>is in range</i>	92	104
Temperatura skladištenja <i>Storage temperature</i>	u rasponu <i>is in range</i>	90	102
Volumen boce <i>Bottle volume</i>	maksimalni <i>maximize</i>	1 006,75	1 026,02
Naknadno stezanje <i>Bottle volume shrinkage</i>	minimalni <i>minimize</i>	0,17	1,44

Za prvi pokus nađeno je pet rješenja koja su navedena u tablici 14.

Iz tablice 14 vidljivo je da su najpoželjnija rješenja ona pri kojima su temperatura predoblika i temperatura medija za temperiranje maksimalne, dok tlak puhanja u ovom slučaju ne igra veliku ulogu.

Za drugi pokus nađeno je samo jedno rješenje, koje je navedeno u tablici 15.

Vidljivo je da će tražena vrijednost maksimalnog obujma i minimalnoga naknadnog stezanja biti pri najvišoj temperaturi predoblika i

TABLICA 14. Rješenja postupka optimiranja za pokus I
TABLE 14. Optimization solutions for experiment No 1

Broj Number	Tlak puhanja <i>Blowing pressure, bar</i>	Temperatura predoblika / <i>Preform temperature, °C</i>	Temperatura medija za temperiranje <i>Temperature of the heat exchange medium, °C</i>	Obujam boce <i>Bottle volume, ml</i>	Obujam boce 2 / <i>Bottle volume 2, ml</i>	Funkcija poželjnosti <i>d</i> <i>Desirability</i>
1.	35	102	56	1 020,86	1 024,58	0,953
2.	36	102	56	1 020,89	1 024,54	0,952
3.	36	102	56	1 020,90	1 024,52	0,952
4.	34	102	56	1 020,71	1 024,58	0,946
5.	36	102	56	1 020,81	1 024,45	0,943

TABLICA 15. Rješenje postupka optimiranja za pokus II
TABLE 15. Optimization solution for experiment No 2

Temperatura predoblika <i>Preform temperature, °C</i>	Temperatura skladištenja <i>Storage temperature, °C</i>	Obujam boce <i>Bottle volume, ml</i>	Stezanje boce / <i>Bottle volume shrinkage, %</i>	Funkcija poželjnosti <i>d</i> <i>Desirability</i>
104,00	20,00	1 025,98	0,215	0,982

najmanjoj temperaturi skladištenja u promatranim granicama, što je već zaključeno iz statističke analize.

Zaključak / Conclusion

Postizanje dovoljno velikog obujma PET boca te njihovo kontrolirano naknadno stezanje tijekom razdoblja skladištenja koje prethodi punjenju uljem, osnovni su preduvjeti izradbe kvalitetnih boca za pakiranje ulja. Faktori koji utječu na konačni obujam boce su, prema redu utjecajnosti, temperatura predoblika, temperatura skladištenja, temperatura medija za temperiranje kalupa za puhanje i tlak puhanja. Faktor koji najviše utječe na naknadno stezanje boce je temperatura skladištenja, pri čemu se njezinim povišenjem bitno povećava iznos naknadnog stezanja pa se preporučuje sniziti je koliko je god to moguće. Temperatura predoblika ima suprotan učinak te se njezinim povišenjem boca manje naknadno steže. Najbolje rješenje bilo bi izbjegavanje primjene silosa za skladištenje, odnosno punjenje boca izravno nakon puhanja, čime bi se u potpunosti uklonio problem naknadnog stezanja.

Zahvala / Acknowledgement

Autorica zahvaljuje tvrtki Zvijezda koja je omogućila provedbu istraživanja, a posebno njezinim zaposlenicima – Tomislavu Domijan, dipl. ing. bioteh., i Jasni MARTIĆ, dipl. ing. preh. teh., na mnogobrojnim savjetima i velikoj pomoći tijekom pogonskih ispitivanja i mjerenja. Rad je dio istraživanja koje je financiralo

Ministarstvo znanosti, obrazovanja i športa u sklopu projekata Optimiranje fraktalne proizvodnje polimernih tvorevina i Povišenje učinkovitosti razvoja i preradbe polimernih proizvoda. Autorica zahvaljuje Ministarstvu na novčanoj potpori projektu.

LITERATURA / REFERENCES

- O'Neill, T.: *Dressed to fill: Producing and filling PET bottles*, PETplanet Publisher GmbH, Heidelberg, Germany, 2000, ISBN 3-9807-0-3.
- Priručnik za korisnike Sidel puhalica, Sidel, 1994.
- Blumschein, H.-W.: *PET – ein Werkstoff in voller Fahrt*, u Die Blasformtechnik: Herausforederung durch Wirtschaftlichkeit und Qualität, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf, 1995, 229-243.
- Stress crack prevention in PET carbonated soft drink bottles*, International Society of Beverage Technologists, July 2000, http://www.bevtech.org/stress_crackpaper.htm, 21. 1. 2002.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C.: *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*, John Wiley & Sons, Inc., 1995.
- Del Vecchio, R. J.: *Understanding Design of Experiments: A Primer for Technologists*, Carl Hanser Verlag, Munich, 1997.
- Alvarez, L. F.: *Design optimization based on genetic programming*, University of Bradford, UK, 2000.
- Statistica for Windows (Volume IV): Industrial Statistics*, StatSoft, Inc., 1995.
- Šakić, N.: *Metode znanstveno-istraživačkog rada*, predavanja na poslijediplomskom studiju FSB-a, 1994.
- Analysenzertifikat*, Polytrade GmbH, Frankfurt, 13. 9. 2000.

DOPISIVANJE / CONTACT

Mr. sc. Maja Rujnić-Sokele
Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje
Katedra za preradu polimera
Ivana Lučića 5, 10002 Zagreb
Tel. +385-1-61-68-191, faks: +385-1-651-00-81
mrujnic@fsb.hr