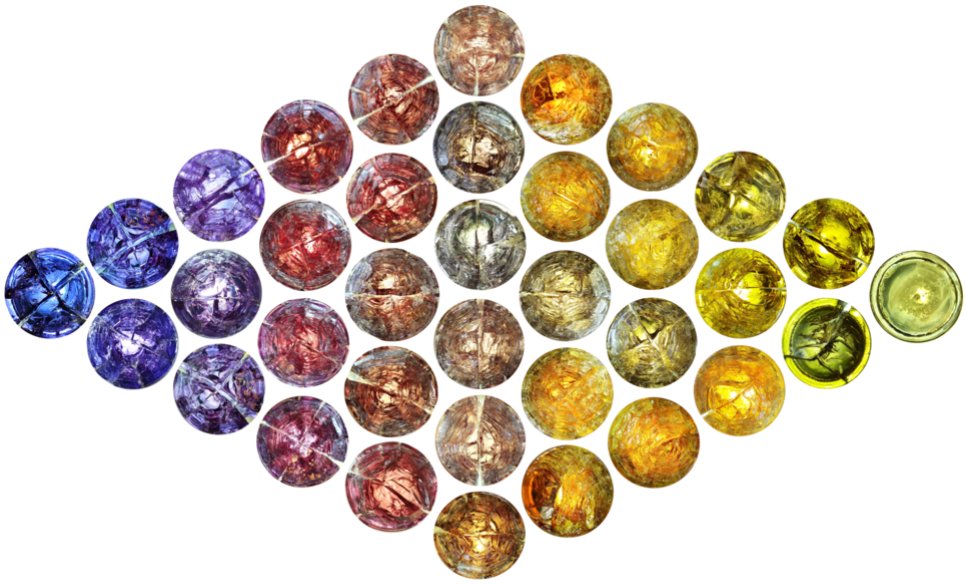
EXAMENSARBETE

Utredning av tillverkningsinducerade avvikelser i fiberförstärkt komposit genom blandningsexperiment

En fallstudie enligt DMAIC vid ABB Composites



Simon Larsson Turtola
Adam Rönnbäck

Civilingenjör, Industriell ekonomi
2020

Luleå tekniska universitet
Institutionen för ekonomi, teknik och samhälle

LULEÅ TEKNISKA UNIVERSITET

Förord

Detta examensarbete representerar det avslutande momentet på vår civilingenjörsutbildning inom Industriell ekonomi vid Luleå tekniska universitet. Arbetet är utfört inom ämnesområdet kvalitetsutveckling under våren 2020 på uppdrag av ABB Composites i Piteå.

Det har varit en minnesvärd vår, både på gott och ont, där många lyckosamma timmar kantats av den globala pandemi som spridits likt ett orosmoln över världen. Tursamt nog har inte vårt arbete, eller någon i vår närhet, blivit direkt drabbad av denna samhällsplåga.

Examensarbetet har varit en rolig, lärorik och inte minst utmanande del av utbildningen. Vi har fått tillämpa mycket av den kunskap som ackumulerats under studietiden, men har också behövt fördjupa oss i nya metoder och verktyg för att bemöta ett komplext problem i en för oss totalt främmande bransch. Detta har givit oss erfarenheter som vi med all säkerhet kommer ha nytta av i vårt framtida arbetsliv.

Det är många personer som förtjänar ett tack. Först och främst, ett stort tack till samtliga involverade i det förbättringsteam som vi varit del av på ABB, som oförtröttligt besvarat våra frågor och delgett kunskaper som varit ytterst värdefulla för arbetets fortskridande. Ett speciellt tack riktas till vår handledare på företaget, Andreas Rosén, som trots den ogynnsamma omvärldssituationen visat kontinuerligt intresse och engagemang för examensarbetet. Vi vill också tacka våra opponenter, Jacob Sundberg, Camilla Nilsson, Oskar Öberg och Peter Andersson, för värdefull återkoppling under arbetets gång. Avslutningsvis vill vi rikta ett stort tack till vår handledare vid Luleå tekniska universitet, Erik Vanhatalo, som trots rådande situation har inspirerat, engagerat och bidragit med värdefulla råd från början till slut. Din vägledning har varit ovärderlig.

Luleå, juni 2020

Simon Larsson Turtola

Adam Rönnbäck

Sammanfattning

Tillämpningen av fiberförstärkt polymerkomposit har senaste decenniet ökat kraftigt inom flertalet högteknologiska branscher. Trots framgången är förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser fortfarande en utmaning. Avvikelserna försämrar materialets mekaniska egenskaper och förkortar dess livslängd, vilket orsakar kassationer, miljöbelastningar och försvårad produktetablering för industriaktörer.

ABB Composites i Piteå står inför en liknande situation. Företaget producerar cylindriska isolatorer i fiberförstärkt komposit till högspänningsindustrin, och behöver utreda förekomsten av en specifik avvikelse, som under senaste tre åren medfört omfattande kvalitetsbristkostnader. Produkten tillverkas genom vakuuminjicering där en hartsblandning impregnerar en glasfiberform, för att sedan övergå från flytande till fast form genom en exoterm reaktion. Hartsblandningens reaktionsförlopp har länge misstänkts påverka avvikelsernas förekomst, men har inte bekräftats, på grund av flera svårkontrollerade egenskaper.

Examensarbetets syfte har därför varit att utreda om hartsblandningens egenskaper påverkar förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser vid tillverkning av cylindriska isolatorer. Arbetet har bedrivits som ett Sex Sigma-projekt enligt problemlösningsmetodiken DMAIC.

Ett blandningsexperiment med sex komponenter genomfördes i laborationsmiljö där en datagenererad design med 36 delförsök tillämpades, varav sex stycken egenskaper hos hartsblandningen undersöktes. Experimentet påvisade att samtliga egenskaper var möjliga att styra genom att förändra proportionerna av ingredienserna. Däremot visade sig flera av egenskaperna vara korrelerade och kan därav inte justeras oberoende av varandra. Kunskapen användes till att utveckla och testa två nya varianter av hartsblandningen vid tillverkning av cylindriska isolatorer.

Resultatet bekräftade att hartsblandningens egenskaper signifikant påverkar förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser. En viss kombination av egenskaperna som kännetecknade ett långsamt reaktionsförlopp minskade förekomsten av avvikelser på isolatorerna med 99.3 procent i jämförelse med den ordinarie hartsblandningen. Förbättringen förväntas medföra betydelsefulla besparingar, ökad konkurrenskraft och förhöjd kvalitetsmedvetenhet för ABB Composites. Examensarbetets kunskapsbidrag anses också betydelsefullt för kompositindustrin i strävan mot fortsatt reducering av tillverkningsinducerade avvikelser.

Abstract

The application of fibre-reinforced polymer composites (FRPC) have during the last decades increased in many high-tech industries. Despite the success, the existence of manufacturing-induced deviations has been a long-standing challenge. These deviations affect the lifetime and the mechanical properties of the composite, which in turn lead to scrap of products and environmental impact, obstructing market exploitation for industry stakeholders.

ABB Composites in Piteå is facing a similar scenario. The company produces cylindrical insulators in fibre-reinforced composite for the high-voltage industry and need to investigate a specific deviation, which has caused extensive costs during the last three years. The product is manufactured through vacuum assisted resin transfer molding (VARTM), where a resin blend impregnates a fibreglass preform, as the resin cures and transforms from liquid to solid form through an exothermic reaction. One suspected cause for the deviation has been the curing process of the resin. However, it is dependent on several difficult-to-control characteristics and is yet to be confirmed.

The purpose of this thesis has therefore been to investigate whether the characteristics of the resin blend affects the occurrence of manufacturing-induced deviations while producing cylindrical insulators. The work has been conducted as an internal Six Sigma-project following the DMAIC improvement cycle.

A mixture experiment with six components was performed, using a computer-generated design with 36 runs, in which six characteristics of the resin blend were examined. The experiment proved that all characteristics could be controlled by changing the proportions of the design factors. However, many of the characteristics were correlated, implying that the characteristics cannot be independently controlled. The knowledge from the experiment were used to develop two new resin blends, which were infused to cylindrical insulators in regular production environment.

The result confirmed that the characteristics of the resin blend significantly affects the quality of the insulator. One of the blends, which represented a slower curing process, reduced the deviations by 99.3 percent in relation to the original blend. The improvement is expected to generate substantial savings, increased competitiveness and enhanced quality awareness for ABB Composites. Possible contributions to the industry are related to the development of a method to experimentally investigate the resin blend with the objective of reducing manufacturing-induced deviations.

Innehållsförteckning

1 Introduktion **1**
- 1.1 Bakgrund . . . 1
- 1.2 Problembeskrivning . . . 2
- 1.3 Syfte och mål . . . 3
- 1.4 Avgränsningar . . . 3
- 1.5 Disposition och sekretess . . . 4

2 Metod **5**
- 2.1 Övergripande metod och angreppssätt . . . 5
- 2.2 Litteraturstudie . . . 7
- 2.3 Datainsamling . . . 8
- 2.4 DMAIC . . . 9
- 2.5 Validitet och reliabilitet . . . 11

3 Teoretisk referensram **13**
- 3.1 Vakuuminjicering . . . 13
- 3.2 Hartsblandning . . . 16
- 3.3 Tillverkningsinducerade avvikelser . . . 20
- 3.4 Blandningsexperiment . . . 23

4 Fallstudie - DMAIC vid ABB Composites **27**
- 4.1 Define . . . 27
  - 4.1.1 Besparingspotential . . . 28
  - 4.1.2 Förenklad processbeskrivning . . . 28
  - 4.1.3 Vakuuminjicering av cylindriska isolatorer . . . 30
  - 4.1.4 Tidigare förbättringsinitiativ . . . 31
- 4.2 Measure . . . 31
  - 4.2.1 Planering av experimentet . . . 32
  - 4.2.2 Pilotförsök . . . 36
  - 4.2.3 Utförande av experimentet . . . 38
- 4.3 Analyze . . . 44
  - 4.3.1 Korrelationsanalys . . . 45
  - 4.3.2 Förklarande modell . . . 46
  - 4.3.3 Hartsblandningens egenskaper . . . 51
  - 4.3.4 Sammanfattande analys . . . 53
- 4.4 Improve . . . 55
  - 4.4.1 Verifieringsförsök 1: Hartsblandningens egenskaper . . . 55
  - 4.4.2 Verifieringsförsök 2: Fullskalig produktion . . . 58
- 4.5 Control . . . 60

5 Slutsatser **63**

6 Diskussion **64**

Referenser **66**

Bilaga 1: Guide för planering av experiment **I**

Bilaga 2: Processkarta över tillverkningsprocessen **II**

Bilaga 3: Tidigare interna studier **III**

Bilaga 4: Försöksplan i randomiserad ordning **V**

Bilaga 5: Mätvärden från blandningsexperiment **VI**

Bilaga 6: Pearson korrelationsmatris **VII**

Bilaga 7: Residualanalys responsvariabler **VIII**

Bilaga 8: Trace-plot analys responsvariabler **XI**

Bilaga 9: Bedömningsmatris **XVI**

Begreppslista

Begrepp	Förklaring
Isolator	Material som inte leder elektrisk ström. I examensarbetet behandlas isolatorer tillverkade av kompositmaterial ämnade för högspänningsapplikationer.
Basharts	Inaktiv grundblandning i vätskeform innehållandes vinylester monomerer och styren.
Vinylesterblandning	Inaktiv blandning av basharts, två acceleratorer samt en promotor.
Hartsblandning	Den aktiva reaktionsprodukten efter att en initiator tillsätts i vinylesterblandningen.
Vakuuminjicering	Process för att impregnera hartsblandningen i fiberförstärkningen.
Gelpunkt	Processen då molekylstrukturen i hartsblandningen förändras och blandningen går från flytande till ett gelliknande stadie.
Kickpunkt	Processen då molekylstrukturen fortsatt förändras och hartsblandningen övergår från gelliknande form till ett glasliknande stadie.
Flödesfront	Hartsblandningens främsta flödesposition vid vakuuminjicering. Flödesfronten rör sig konstant från ingjutningslang till avluftningsslang vid injicering.
Dorn	Verktyg som används vid glasfiberlindning för att ge rätt dimensioner vid tillverkning av isolator.
Fläns	Metallkomponent som fogas på respektive sida av isolatorn. Flänsarna appliceras för att möjliggöra montering av isolatorn i dess slutgiltiga användningsområde.
Permeabilitet	Indikerar hur enkelt en vätska, i detta fall hartsblandningen, kan genomtränga porutrymmet.
Härdkrymp	Volymminskning av hartsblandning vid härdning.

1 Introduktion

I detta kapitel presenteras en litteraturbakgrund inom tillverkning av fiberförstärkt komposit tillsammans med examensarbetets problembeskrivning. Vidare beskrivs arbetets syfte, mål och avgränsningar innan rapportens fortsatta disposition slutligen introduceras.

1.1 Bakgrund

Tillämpningen av fiberförstärkta polymerkompositer har blivit allt mer populärt inom flertalet högteknologiska verksamhetsområden (Castellano, Fraddosio & Piccioni, 2018). Flyg-, fordons-, försvars- och vindkraftsindustrin är exempel på branscher där det fiberförstärkta kompositmaterialets fördelar – låg vikt i kombination med hög designfrihet och förbättrad mekanisk kapacitet – vunnit komposittillverkare allt fler marknadsandelar (Shah, Karuppanan, Megat-Yusoff & Sajid, 2019). Fiberförstärkt polymerkomposit är ett kompositmaterial bestående av fibrer som omsluts av en polymerharts, även kallad *hartsblandning*. Polymerhartsen, som går från flytande till fast form, binder och inkapslar fibrerna vilket ger fibrerna dess stärkande egenskaper på slutprodukten (Kutz, 2011). Den ökade tillämpningen av materialet har medfört ett ökat behov av att förbättra och utveckla befintliga tillverkningsmetoder (McCrary-Dennis & Okoli, 2012; Shah et al., 2019). En tillverkningsmetod som visat på ett brett användningsområde och lovande utvecklingsmöjligheter är *vakuuminjicering* (Bodaghi et al., 2020; McCrary-Dennis & Okoli, 2012).

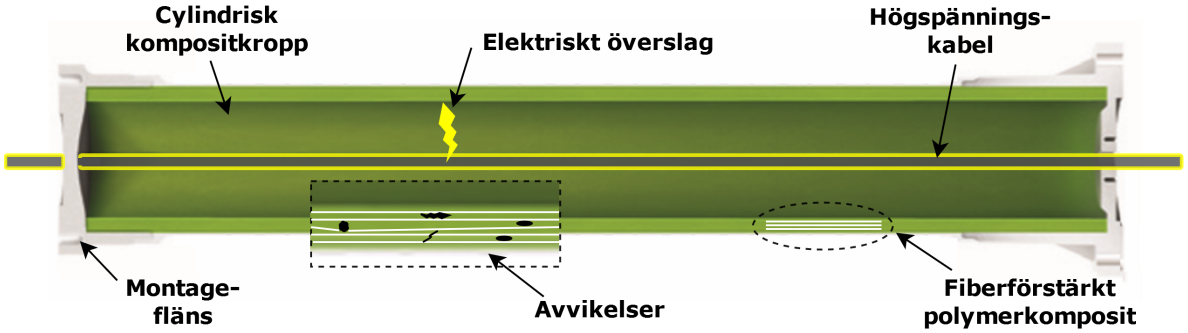
Vakuuminjicering är en sluten process vars syfte är att impregnera torra fibrer som monterats på en förform genom att en hartsblandning injiceras med hjälp av det undertryck som skapats av vakuum. Injiceringen av hartsblandningen inleds när en korrekt vakuumnivå uppnåtts och avslutas när hela förformen av fibrer har impregnerats och gelat (Hammami & Gebart, 2000; Mathuw et al., 2001; Šimáček & Advani, 2004). Den stora skillnaden från andra impregneringsmetoder är att vakuuminjicering enbart försluts från en kontaktyta med en tunn och formbar vakuumduk, vilket medför en designflexibilitet som är avgörande inom många användningsområden (Correia et al., 2005). Tillverkningsmetoden har visat sig lämplig för både stora och små konstruktioner, har lägre investerings- och tillverkningskostnader samt lägre hälsopåverkan än alternativa metoder (Brouwer, Van Herpt & Labordus, 2003; Hammami & Gebart, 2000). Trots metodens fördelar karaktäriseras vakuuminjicering av ett antal manuella moment och känsliga processparametrar, vilket ger upphov till variation vid tillverkning (Konstantopoulos, Hueber, Antoniadis, Summerscales & Schledjewski, 2019; Naik, Sirisha & Inani, 2014).

Under senaste decenniet har ökade kvalitetskrav ställts på industriaktörer som tillämpar vakuuminjicering (Bodaghi et al., 2020; Naik et al., 2014). Krav på färre defekter, högre mekanisk prestanda samt skärpta återvinningsdirektiv har drivit utvecklingen mot en djupare förståelse för processen och dess förbättringsområden (Rybicka, Tiwari, Del Campo & Howarth, 2015; Shah et al., 2019). Forskare och industriaktörer har konstaterat att förekomsten av *tillverkningsinducerade avvikelser*, deformationer i form av tomrum, torrfläckar eller sprickor som skapas under tillverkning, fortfarande är en utmaning (Johnson & Pitchumani, 2003; LeBel, Ruiz & Trochu, 2019; Park, Lebel, Saouab, Bréard & Lee, 2011). Dessa avvikelser är svåra att helt eliminera och blir speciellt påtagliga vid komplexa och tjockare former (Kosmann, Karsten, Schuett, Schulte & Fiedler, 2015; Yenilmez, Senan & Murat Sozer, 2009).

Förekomsten av avvikelser har en direkt inverkan på slutproduktens mekaniska egenskaper och livslängd, vilket föranleder kostsamma omarbetningar, kassationer och miljöbelastningar (Castellano et al., 2018; Kosmann et al., 2015). Kompositttillverkare behöver därför minimera förekomsten och specificera vilken mängd och typ av avvikelser som är tillåten för att inte riskera produktens funktionsduglighet (Kosmann et al., 2015). Att minska förekomsten av avvikelser har däremot visat sig vara en utmaning i praktiken, vilket försvårar fortsatt etablering av fiberförstärkta kompositprodukter inom flera högteknologiska marknadsområden (Carraro, Maragoni & Quaresimin, 2015; Konstantopoulos et al., 2019). Studier som ökar förståelsen om hur man i praktiken kan arbeta systematiskt för att minimera avvikelsernas förekomst är därmed av intresse.

1.2 Problembeskrivning

Inom högspänningsindustrin har tillämpningen av fiberförstärkta polymerkompositer ökat kraftigt de senaste 30 åren (Taherian & Kausar, 2018). Kompositmaterialets isolerande förmåga, låga vikt och minskade underhållsbehov utgör attraktiva egenskaper för att reducera driftkostnader av elektriska kraftöverförings- och distributionssystem (Gubanski, Dernfalk, Andersson & Hillborg, 2007; Gubanski & Hartings, 1995). Ett företag som tillverkar fiberförstärkta kompositprodukter till högspänningsindustrin är ABB Composites i Piteå. Företaget tillverkar isolatorer, en komponent vars syfte är att skydda mot elektriska överslag i högspänningsapplikationer. En isolator måste därmed klara av att motstå extrem elektrisk påfrestning, vilket ställer höga krav på kompositmaterialets kvalitet (Gubanski et al., 2007). ABB Composites tillverkar isolatorer inom ett antal olika produktgrupper, däribland en isolator av mindre cylindrisk form som tillverkas genom vakuuminjicering. Denna produktgrupp kommer fortsättningsvis att benämnas som *cylindrisk isolator*. En illustration av en cylindrisk isolator i drift och tillhörande termer kan ses i Figur 1 nedan.



Figur 1: Illustration av en cylindrisk isolator i drift. Justerad från ABB.com.

Förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser på de cylindriska isolatorerna har länge varit en utmaning som genererat höga kvalitetsbristkostnader. Till följd har i genomsnitt 30 procent av de cylindriska isolatorkropparna kasserats efter genomförd vakuuminjicering de senaste tre åren. Avvikelser på isolatorer ökar sannolikheten för elektriska urladdningar som i sin tur minskar isolatorns livslängd och funktionsduglighet (Ueta et al., 2012). Utmaningar med att reducera avvikelserna karaktäriseras av flera svårkontrollerade tillverkningsfaktorer, där samspel mellan faktorerna kombinerat med känslig processhantering komplicerar tillverkning av felfria produkter (Bodaghi et al., 2020; Konstantopoulos et al., 2019). Förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser har studerats i stor utsträckning. Det har

fastställts att hartsblandningens injiceringshastighet och impregnerande förmåga är faktorer som påverkar avvikelseutfallet (Johnson & Pitchumani, 2003; Ruiz, Achim, Soukane, Trochu & Bréard, 2006). Till följd har forskningen fokuserat på att optimera och simulera hartsblandningens flöde vid impregnering (Nguyen, Deléglise-Lagardère & Park, 2015; Park et al., 2011). Detta har etablerat ett antal egenskaper för hartsblandningen som behöver kontrolleras med precision vid tillverkning för att säkerställa jämn kvalitet. Viskositet och geltid är två centrala egenskaper, men fler egenskaper behöver beaktas för att uppnå önskat kvalitetsutfall (Cook, Lau, Mehrabi, Dean & Zipper, 2001; Naik et al., 2014). Däremot har det visat sig vara svårt att kontrollera hartsblandningens egenskaper i praktiken (McCrary-Dennis & Okoli, 2012; Yalcinkaya, Sozer & Altan, 2017), vilket leder till avvikande kvalitetsutfall och fler kassationer. En stor del av variationen antas bero på hartsblandningens sammansättning, hantering och framställning, men få studier har undersökt om så är fallet (Konstantopoulos et al., 2019). Förståelsen för hur förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser påverkas av hartsblandningens egenskaper är därmed bristfällig.

1.3 Syfte och mål

Syftet med examensarbetet är att utreda förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser vid framställning av fiberförstärkt polymerkomposit genom att experimentellt undersöka hartsblandningens egenskaper.

För att uppnå examensarbetets syfte har två mål konkretiserats. Examensarbetet skall:

- *Skapa förståelse för hur justering av ingrediensernas proportioner påverkar hartsblandningens egenskaper.*
- *Verifiera om hartsblandningens egenskaper påverkar förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser på cylindriska isolatorer.*

1.4 Avgränsningar

Examensarbetets tidsperiod omfattas av cirka 20 veckor. För att uppnå syftet under den givna tidsperioden har två avgränsningar gjorts. Båda avgränsningarna presenteras nedan.

Avgränsning 1: Studera produktgruppen cylindrisk isolator

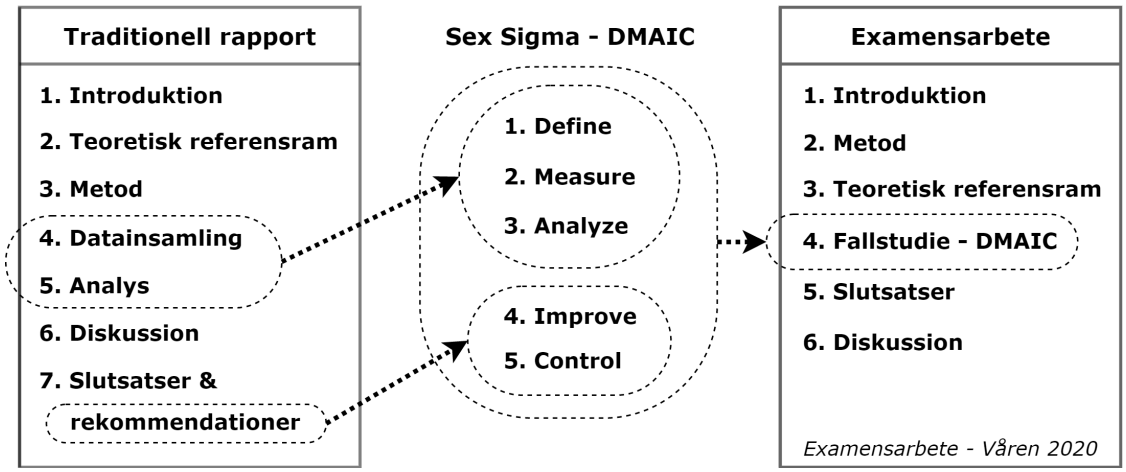
Examensarbetet undersöker enbart produktgruppen cylindrisk isolator. Avgränsningen är nödvändig då tillverkningsprocessen varierar för olika produktgrupper. Samtliga produkter inom gruppen cylindriska isolatorer följer samma tillverkningsprocess med vakuuminjicering och har en specifik hartsblandning. Vidare har produktgruppen störst besparingspotential i förhållande till dess försäljning. Detta indikerar att det finns möjlighet till att genomföra betydelsefulla förbättringar inom området och således minska verksamhetens övergripande kvalitetsbristkostnader.

Avgränsning 2: Undersöka den befintliga hartsblandningen

Examensarbetet avser att studera den befintliga sammansättningen av hartsblandningen och dess tillhörande kemikalier. Avgränsningen innebär att enbart de befintliga ingredienserna studeras i undersökningen. Eventuellt nya kemikalier som matchar tillverkningskraven undersöks inte. Denna avgränsning förväntas inte försvåra möjligheten till att studera hartsblandningens egenskaper, då små procentuella förändringar av enskilda ingredienser märkbart påverkar egenskaperna (Cook et al., 2001; Konstantopoulos et al., 2019). Därav är det av intresse att förstå hur egenskaperna förändras beroende på procentuella förändringar istället för närvaron av olika ingredienser. Dessutom är införandet av nya ingredienser en mycket tidskrävande och kostsam process som endast bör aktualiseras om nödvändigt.

1.5 Disposition och sekretess

Examensarbetets fortsatta disposition har justerats med hänsyn till den projektbaserade struktur som förekommer vid arbete enligt DMAIC. Delar från den traditionella strukturen för en vetenskaplig rapport, mer specifikt datainsamling, analys och rekommendationer, redogörs istället under kapitlet fallstudie inom de olika DMAIC-faserna. Kapitlen datainsamling samt analys behandlas under de initiala faserna define, measure och analyze. Vidare hanteras de praktiskt orienterade rekommendationerna via de avslutande faserna improve och control. En visualisering av de kontraster i disposition mellan en traditionell vetenskaplig rapport och detta examensarbete kan ses och jämföras i Figur 2 nedan.



Figur 2: Visualisering av skillnaden mellan den traditionella rapportstrukturen och examensarbetets disposition.

Examensarbetet behandlar viss sekretessbelagd information. I rapporten förekommer inga handelsnamn på material, ingående komponenter eller produkter. Kemiska ingredienser som ingår i hartsblandningen kommer inte att benämnas. Vidare nämns inte applikationsområde för den cylindriska isolator som behandlas i arbetet. Slutligen beskrivs inte heller dimensioner, konstruktion eller komponenter på de kommersiella isolatorerna. För att inte riskera rapportens läsbarhet kommer den berörda informationen formuleras i mer generisk form. I de fall där detta inte är möjligt tydliggörs vad som censurerats.

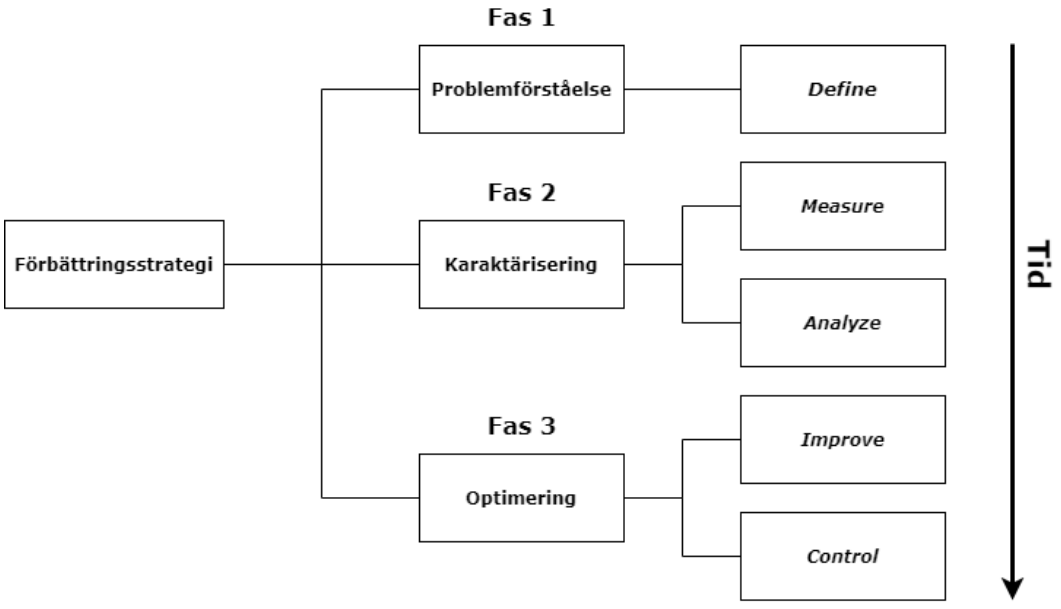
2 Metod

I detta kapitel presenteras examensarbetets övergripande metod, angreppssätt och tillvägagångssätt vid datainsamling och analys som använts för att uppnå det definierade syftet. Avslutningsvis diskuteras åtgärder gällande examensarbetets reliabilitet och validitet.

2.1 Övergripande metod och angreppssätt

Examensarbetet har genomförts som en fallstudie vid ABB Composites. Fallstudien har varit av experimentell karaktär med fokus på att utreda kausala samband för att utveckla ökad kunskap och rekommendationer kopplade till det definierade problemområdet. Examensarbetet har genomförts enligt problemlösningsmetodiken DMAIC, vanligt förekommande inom Sex Sigma-projekt. I kombination med arbetsmetoden DMAIC har verktyget försöksplanering använts, vilket har uppvisat en god förmåga att omvandla ett komplext kvalitetsproblem till ett mer påtagligt statistiskt problem (Goh, 2002).

Park (2003) menar att samtliga fem steg i DMAIC-cykeln kan tilldelas två huvudsakliga syften, där de tre stegen *define*, *measure* och *analyze* utgör karaktärisering av problemet. Stegen *improve* och *control* utgör sedan optimering och uppföljningsåtgärder baserat på resultaten. Denna fallstudie har utgjorts bland annat av dessa två syften, översatt till faser, där en initial fas för problemförståelse har adderats. Respektive fas och dess sammankoppling till DMAIC-cykeln kan ses i Figur 3 nedan.

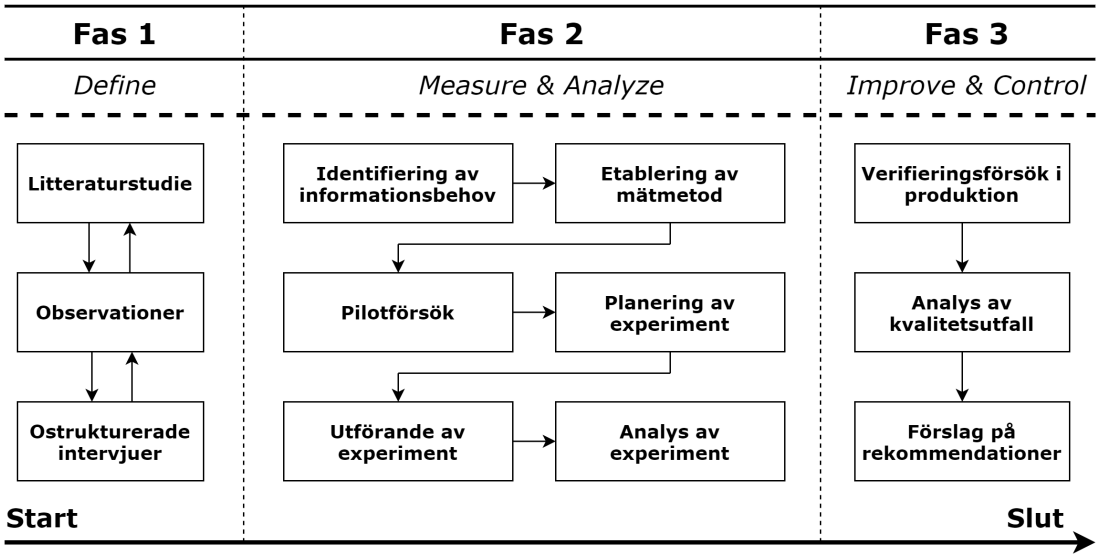


Figur 3: Schematisk översiktsbild av de tre faserna kopplat till DMAIC-cykeln. Justerad från (Park, 2003, s. 38).

Syftet med respektive fas var att:

- **Fas 1**: *skapa förståelse för problemet.*
- **Fas 2**: *generera kunskap om hur hartsblandningens egenskaper kan styras och kontrolleras.*
- **Fas 3**: *verifiera om hartsblandningens egenskaper påverkar kvalitetsutfallet hos de cylindriska isolatorerna.*

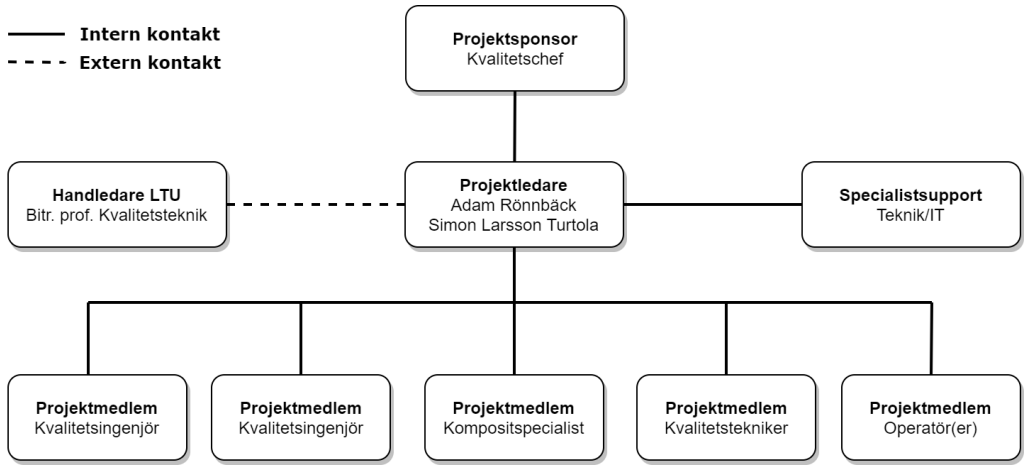
En schematisk översiktsbild av aktiviteter som genomfördes under respektive fas kan ses i Figur 4 nedan.



Figur 4: Illustration av examensarbetets övergripande metod.

Baserat på den förståelse som genererades under **Fas 1** identifierades att experiment i form av vanliga faktorförsök inte var lämpliga att genomföra för att undersöka hartsblandningen i **Fas 2**. Istället konstaterades att experimenten behövde utföras i form av blandningsexperiment, en gren inom försöksplanering, där en konstant mängd hartsblandning vidhölls medans proportionerna av de ingående kemikalierna varierades för att undersöka utfallet hos hartsblandningens egenskaper. En datorgenererad försöksdesign möjliggjorde planering, utförande och sedermera analys av experimentet. Baserat på utfallet togs de intressanta egenskaperna vidare till **Fas 3**, där två versioner av hartsblandningen testades i produktionen för att undersöka egenskapernas inverkan på kvalitetsutfallet.

Examensarbetet har bedrivits som ett internt Sex Sigma-projekt. Vi har varit del av ett tvärfunktionellt förbättringsteam där samtliga involverade arbetat mot ett gemensamt mål – att reducera förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser vid tillverkning av cylindriska isolatorer – där examensarbetets fokusområde varit hartsblandningen. En schematisk översikt av projektorganisationens struktur och de olika rollerna, kan ses i Figur 5 nedan.



Figur 5: Den temporära projektorganisationen baserat på det förbättringsinitiativ som examensarbetet hanterar.

Vidare har vi på daglig basis, närvarat vid daglig styrning på produktionsområdet för att erhålla kunskap om vilken typ av problematik som kan uppstå vid tillverkning. Kontinuerliga förbättringsmöten har skett varje vecka där uppföljning och förslag för vidare arbete har diskuterats med samtliga involverade i Sex Sigma-projektet.

2.2 Litteraturstudie

I det initiala stadiet av examensarbetet genomfördes en litteraturstudie inom det specifika problemområdet; avvikelser i fiberförstärkt polymerkomposit vid vakuuminjicering. Den litteratur som använts har huvudsakligen inhämtats via databaserna Google Scholar och Scopus och kommer från granskade artiklar publicerade i vetenskapliga tidskrifter för kompositlära. Vid sökning av litteratur användes nyckelorden såsom ”vacuum infusion”, ”vinyl ester resin” och ”mixture design”. En sammanställning av de vetenskapliga tidskrifter som förekommit minst två gånger i examensarbetet, samt tidsskrifternas CiteScore inhämtat från Scopus, återfinns i Tabell 1 nedan.

Tabell 1: Sammanställning av vetenskapliga tidskrifter som använts i examensarbetet.

Vetenskaplig tidskrift	**Antal**	**CiteScore (2018)**
Composites Part A: Applied Science and Manufacturing	15	6.90
Composites Science and Technology	8	6.63
Polymer	5	3.88
Polymer Composites	4	2.14
Composites Part B: Engineering	3	7.39
Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science	3	2.02
Journal of Applied Polymer Science	2	2.25
Journal of Cleaner Production	2	7.32
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation	2	2.83
Journal of Reinforced Plastics and Composites	2	2.07

CiteScore är Scopus interna mätetal för tidskrifters inflytande. Mätetalet beräknas utifrån antal citeringar för ett årtal, i detta fall 2018, dividerat med antal publicerade artiklar de tre tidigare åren. Tre av de tidskrifter som använts i detta examensarbete ligger på fjärde, femte respektive sjätte plats av totalt 103 tidskrifter baserat på CiteScore i kategorin *keramik och komposit*. I fall där informationen varit relevant, trots att den kommer från en tidsskrift med lägre CiteScore, har informationen ändå inkluderats. En tidsskrift CiteScore har därför inte varit avgörande i huruvida informationen inkluderats eller exkluderats, det har istället givit en riktlinje för hur hög trovärdighet informationen har hos övriga akademiker inom området. Utöver de granskade artiklarna har även interna studier genomförda vid ABB använts för att skapa en överblick av vad som gjorts tidigare samt vilka resultat de genererat.

2.3 Datainsamling

Datainsamlingen för examensarbetet har bestått av en kombination av kvalitativa- och kvantitativa data. En mer detaljerad beskrivning av de båda datainsamlingsmetoderna följer nedan.

Kvalitativ data

Den kvalitativa datan har inhämtats kontinuerligt, men var som mest intensiv i det tidiga stadiet för att skapa en bra förståelse för tillverkningsprocessen. Initialt ägnades fokus åt att observera produktionen och föra en dialog med operatörer på plats, i kombination med att bekanta oss med den laborationsmiljö som experimenten utförts i. Vidare genomfördes ostrukturerade intervjuer med experter inom området för att generera högre kunskap och förståelse för ämnet. Valet av ostrukturerade intervjuer baserades huvudsakligen på den initialt bristande kunskap vi besatt inom området, vilket möjliggjorde ett inlärningsmoment för oss, där intervjuobjekten fick tala fritt baserat på syftet med mötet. En sammanställning av de ostrukturerade intervjuer som genomförts och dess syfte kan ses i Tabell 2 nedan.

Tabell 2: Sammanställning av genomförda ostrukturerade intervjuer under examensarbetet.

Roll	Datum	Syfte med intervju	Resultat av intervju
Teknikspecialist	2020-01-29	Diskutera avvikelser och dess förekomst samt vilka eventuella tidigare försök och studier som genomförts för att reducera dessa	Gav riktning till litteraturstudien i form av tillverkningsinducerade avvikelser och tidigare interna studier
Kvalitetstekniker	2020-01-30	Diskutera och introduceras till de olika momenten som sker vid provtagning och kvalitetssäkring i laboratoriumet	Gav ökad förståelse för potentiella störfaktorer samtidigt som en metodstandard för genomförande och analys av delförsöken fastställdes
Kvalitetsingenjör	2020-02-04	Diskutera det tidigare experiment som respondenten har genomfört kring hartsblandningen	Resulterade i förslag på konkreta förbättringsåtgärder baserat på respondentens tidigare experiment
Kompositspecialist	2020-02-06	Diskutera generellt kring komposittillverkning och få en ökad förståelse kring hur processen fungerar	Gav en inblick i tillverkningsprocessen och hur hartsblandningens egenskaper kan påverka kvalitetsutfallet
Teknikspecialist & Kvalitetsingenjör	2020-03-09	Diskutera teorier kring avvikelsernas förekomst och tolkning av DSC-resultat	Gav förståelse för vilka egenskaper som kan tänkas påverka avvikelseförekomsten och hur resultatet från DSC-maskinen kan analyseras
Teknikspecialist	2020-03-20	Diskutera kring rimliga restriktioner för respektive försöksfaktor	Resulterade i restriktioner för respektive försöksfaktor utifrån ett tidsperspektiv

Kvantitativ data

Den kvantitativa datainsamlingen har huvudsakligen utgjorts av primärdata genom utförandet av experimentella försök. Valet av att samla in ny data grundades huvudsakligen i bristen på historisk data som kunde förklara kausala samband. Under **Fas 2** genomfördes blandningexperimentet, där proportionerna hos sex kemikalier varierades för att undersöka dess inverkan på hartsblandningens egenskaper. Tillvägagångssättet för det blandningsexperimentet beskrivs mer i detalj i Kapitel 2.4. Vidare har sekundärdata i form av historisk produktionsdata använts för att kunna uppskatta potentiella besparingar.

2.4 DMAIC

DMAIC är en akronym för de fem faserna **D**efine, **M**easure, **A**nalyze, **I**mprove, och **C**ontrol (Montgomery, 2012a). Dessa faser kan sägas representera de viktigaste framgångsfaktorerna i ett förbättringsarbete: *skapa förståelse för problemet*, *basera problemlösningen på fakta*, *identifiera bakomliggande orsaker*, *genomföra verkningsfulla lösningar* och *säkra uppnådda resultat* (Sörqvist & Höglund, 2017). De fem faserna har genomförts sekventiellt under hela examensarbetet, därav kommer metodval och aktiviteter kopplade till respektive fas att beskrivas mer i detalj nedan.

Define

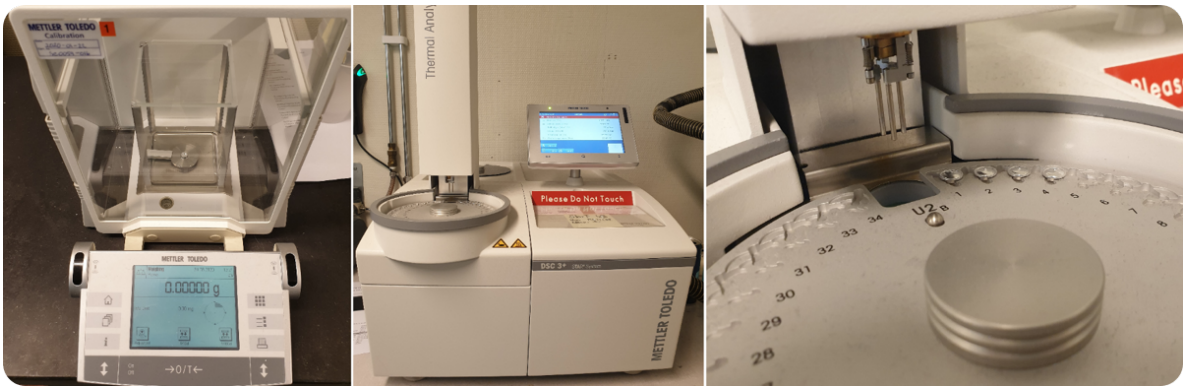
Define fasen bestod huvudsakligen av att generera ökad kunskap om det aktuella problemet. En litteraturgenomgång kombinerat med observationer och dialoger med operatörspersonal samt individer med hög kompetens inom området gav en god inblick i verksamhetens problematik. Därefter upprättades en problemformulering med tydligt definierade avgränsningar samtidigt som besparingspotential uppskattades. Vidare genomfördes en nulägesanalys för hur kvalitetssäkring och bedömning av de cylindriska isolatorerna går till. Ytterligare konkreta aktiviteter som utfördes var genomgång av tidigare studier, framtagandet av ett övergripande processflöde (SIPOC) över tillverkningsprocessen, varav huvudaktiviteterna ytterligare brutits ned genom processkartläggning.

Measure

Baserat på problemformuleringen som upprättades i Define så utgjordes detta steg initialt av att identifiera informationsbehovet för att uppfylla examensarbetets syfte. Efter en grundlig litteraturgenomgång samt dialog med den interna projektgruppen framkom att försöksplanering i form av blandningsexperiment skulle möjliggöra datainsamling och framtida analys för att generera ökad kunskap gällande hartsblandningens egenskaper. Vid framtagandet av försöksdesign användes programvaran Design-Expert 12 för att skapa en datagenererad försöksdesign med totalt 36 delförsök.

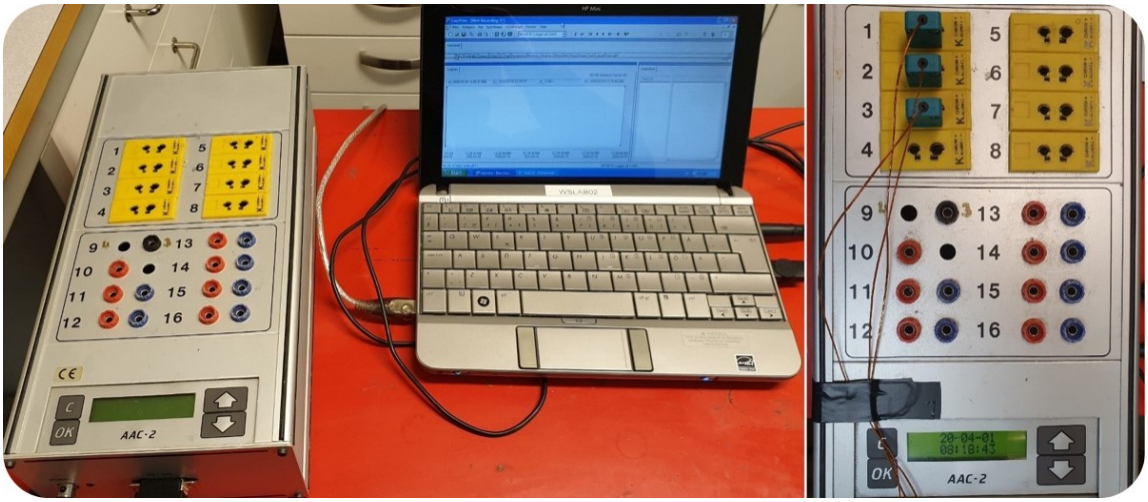
Parallellt med identifiering av informationsbehovet så etablerades ett antal kritiska mått i form av responsvariabler och konstanthållna faktorer samtidigt som störfaktorer listades. Planeringen av experimentet genomfördes enligt guiden framtagen av Montgomery (2012b), se Bilaga 1. Framtagandet av dessa mått möjliggjordes genom litteraturstudie och dialog med interna stödresurser varav ett antal intressanta parametrar etablerades. För att säkerställa att mätmetoden för respektive responsvariabel var praktiskt möjliga att mäta genomfördes pilotförsök.

Responsvariablerna mättes huvudsakligen via tre olika metoder. En liten mängd av hartsblandningen kördes genom DSC 3^+ från Mettler Toledo isotermt vid 50°C i 90 minuter. För att mäta upp en massa inom det tillåtna toleransintervallet (4–9 mg) till DSC-provet användes små aluminiumdeglar och en våg med en upplösning på 0.01 mg, även den från Mettler Toledo. Vågen, DSC-maskinen och en närbild på aluminiumdeglarna placerade i DSC-maskinen kan ses i Figur 6 nedan.



Figur 6: Våg och DSC-maskin som användes för att mäta mängden energi.

Vid mätning och loggning av temperaturförloppet användes en termologger av modell AAC-2 från Interface-Teknik AB (INTAB) med termotrådar från Pentronic som klarade av ett temperaturintervall från -260°C till 260°C. Termologgern och den tillhörande datorn med mjukvara för att logga temperaturförloppet, samt en närbild på termologgern, återfinns i Figur 7 nedan.



Figur 7: Termologger och tillhörande dator som användes för att logga temperaturförloppet.

Den tredje metoden innefattade manuella mätmoment med subjektiva inslag. Viskositeten uppmättes med hjälp av ett tidtagarur och en viskositetsbägare. Notera att denna egenskap mäts i sekunder, vilket är praxis hos fallföretaget. Slutligen bedömdes gelpunkt samt kickpunkt via okulär inspektion där kickpunkten är tydlig medans gelpunkten är mer subtil och medför en viss subjektivitet i bedömningen. Vågen som användes för att mäta upp den totala mängden kemikalier för respektive delförsök var från Mettler Toledo och hade en upplösning på 10 mg. Vid blandning av kemikalierna användes en magnetomrörare av okänd modell.

Analyze

Analysen av den insamlade primärdatan har huvudsakligen genomförts via programvarorna Minitab 18 och Design-Expert 12. Den kontinuerliga datahanteringen har skett genom programvaran Microsoft Excel och har sedan extraherats till respektive programvara. Analysen påbörjades genom en övergripande korrelationsanalys, där potentiella samband mellan responsvariablerna och övriga loggade parametrar undersöktes för att klargöra hur dessa eventuellt påverkar varandra. Vidare analyserades försökfaktorernas proportioner och dess inverkan på respektive responsvariabel genom att regressionsmodeller etablerades genom ett systematiskt tillvägagångssätt. Modellerna analyserades tillsammans med den insamlade litteraturen vilket föranledde att slutsatser kunde dras gällande hur hartsblandningens egenskaper kunde kontrolleras och styras. En mer detaljerad beskrivning av hur modellerna togs fram beskrivs mer ingående i Kapitel 4.3.

Improve

Baserat på den genererade kunskapen från Analyze-fasen etablerades två nya versioner av hartsblandningen med varierande sammansättningar, och således varierande egenskaper, för att verifiera om egenskaperna har en inverkan på förekomsten av avvikelser. Verifieringsförsöket genomfördes i reell produktion, där en cylindrisk isolator av mindre skala användes för att minska produktionstiden samt materialkostnaderna. De två versionerna karaktäriserades av ett snabbt respektive ett långsamt reaktionsförlopp i relation till det ordinarie receptet. Syftet med att testa två blandningar som skiljer sig från den ursprungliga blandningen baserades på förhoppningen om att kunna minska antalet avvikelser, eller alternativt kunna provocera fram dem för att förstå dess rotorsak. Ett ytterligare verifieringsförsök genomfördes därefter i fullskalig produktion för att bekräfta utfallet.

Control

Utifrån de resultat som påvisades i Improve-fasen konstruerades ett antal rekommendationer gällande hur ABB Composites fortsättningsvis kan arbeta med att förbättra hartsblandningen och minska förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser. Utöver dessa rekommendationer har förslag formulerats avseende hur man kan kontrollera förekomsten av avvikelser hos de cylindriska isolatorerna, för att sedermera utföra uppföljningsarbete.

2.5 Validitet och reliabilitet

Validitet behandlar relevansen hos de mätningar som utförts under datainsamlingen, vilket med andra ord kan beskrivas som förmågan att mäta det som avses att mätas (Saunders, Lewis & Thornhill, 2009). Reliabilitet behandlar hur väl datainsamling och analys resulterar i konsekventa slutsatser över tid, oberoende av observatör, om det utförs på ett enhetligt sätt (Saunders et al., 2009).

I syfte att säkerställa en konsekvent mätmetod och upptäcka potentiella störfaktorer i ett tidigt skede genomfördes pilotförsök. Vid momentet konstaterades att ett antal förbättringsåtgärder var nödvändiga för att generera objektiva resultat, varpå dessa åtgärder realiserades innan det faktiska experimentet. Under pilotförsöket etablerades även individspecifika uppgifter för att minska variationen från den mänskliga faktorn vid blandnings- och mätmoment. Vidare användes mätinstrument med hög precision för flera av responsvariablerna, ofta förekommande inom branschen för dessa typer av tester, vilket genererade objektiva mätresultat.

Granskningen av responsvariabler av mer subtil och subjektiv karaktär genomfördes enbart av en person i syfte att uppnå en mer konsekvent bedömning.

Vid experimentet etablerades även strategier för att hantera störfaktorer och kontrollera konstanta faktorer. De konstanta faktorerna loggades kontinuerligt för att säkerställa dess nivåer samt möjliggöra spårbarhet vid eventuella avvikelser. För att reducera inverkan från störfaktorerna utnyttjades fullständing randomisering vid utförandet av experimentet. Då utförandet av experimentet sträckte sig över en tidsperiod av tre veckor undersöktes även om några systematiska avvikelser skett, exempelvis om kemikalierna påverkats, genom att kontrollera residualernas storlek över tid. Vid verifieringsförsöken utnyttjades förmågan att planera experiment på ett systematiskt sätt, där ett antal konstanta faktorer definierades för att minimera bruset i testet. Vidare värderades utfallet av verifieringen i samråd med operatörer och specialistpersonal på plats för att säkerställa en samstämmighet i de slutsatser som kunde dras.

I litteraturstudien har, när så varit möjligt, flertalet källor använts för att verifiera tillförlitligheten hos informationen. Vidare har information främst letats i tidsskrifter med högt CiteScore inom det specifika ämnesområdet. Valet av att värdera tidsskrifter efter CiteScore gjordes på grund av dess inflytande inom ämnesområdet, vilket rimligtvis bör indikera en högkvalitativ granskning och hög trovärdighet hos övriga akademiker. I fall där informationen varit relevant, trots ett lägre CiteScore, har denna ändå inkluderats i litteraturstudien. Tillförlitligheten hos informationen har i dessa fall verifierats genom ytterligare källor.

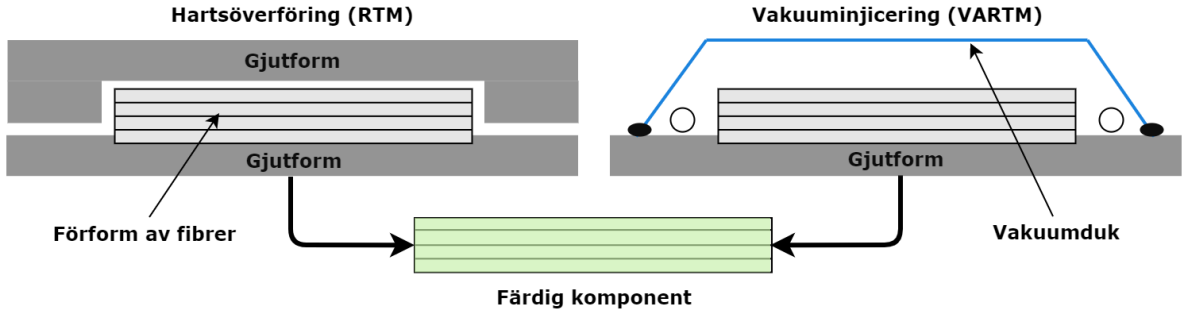
3 Teoretisk referensram

I detta kapitel presenteras litteratur gällande tillverkningsprocesser och den tillhörande hartsblandningen. Vidare följer ett kapitel om vanligt förekommande tillverkningsinducerade avvikelser vid tillverkning av fiberförstärkt polymerkomposit. Avslutningsvis introduceras konceptet blandningsexperiment. Samtliga teoriavsnitt inkluderar både generell och specifik information som tillämpats under examensarbetet med syfte att etablera centrala koncept, begrepp och ämnesspecifik information som är nödvändiga för fortsatt förståelse.

3.1 Vakuuminjicering

Gjutning av flytande komposit (eng: Liquid Composite Moulding (LCM)) hänvisar till ett antal tillverkningsprocesser som använder flytande hartsblandningar för att impregnera fibrer på en förform (Hindersmann, 2019; Šimáček & Advani, 2004). Två av de mer etablerade metoderna för gjutning av flytande komposit är *hartsöverföring* (eng: Resin Transfer Molding (RTM)) och *vakuuminjicering* (eng: Vacuum Assisted Resin Transfer Molding (VARTM)) (Hancioglu, Sozer & Advani, 2020; Šimáček & Advani, 2004). Gemensamt för denna grupp av tillverkningsmetoder är att de klassificeras som slutna, där injiceringen av hartsblandningen sker under kontrollerade former med reducerad exponering av flyktiga ämnen, vilket medför en bättre arbetsmiljö för operatörspersonal (Cucinotta, Guglielmino & Sfravara, 2017; Govignon, Bickerton & Kelly, 2010). Ytterligare fördelar med denna typ av injiceringsmetoder är att de anses vara kostnadseffektiva jämfört med traditionella metoder som handlaminering eller autoklavering (Brouwer et al., 2003).

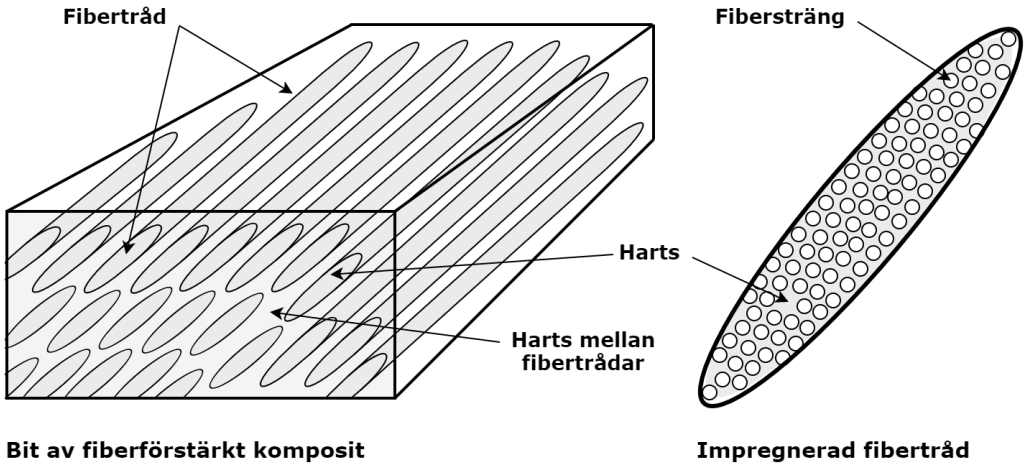
Den huvudsakliga skillnaden mellan hartsöverföring och vakuuminjicering är designen av gjutningsformarna och injiceringen av hartsblandningen. Vid hartsöverföring placeras den fiberförstärkta förformen i hålrummet på en dubbelsidig gjutningsform. Därefter tätas gjutningsformen innan hartsblandningen injiceras med hjälp av tryck för att impregnera fiberförstärkningen (Hancioglu et al., 2020; Šimáček & Advani, 2004). Vid vakuuminjicering placeras istället den fiberförstärkta förformen på en gjutningsform med en kontaktyta som försluts med hjälp av förbrukningsmaterial och en vakuumduk. Sedan vakuumpumpas systemet för att kompaktera förformen innan injicering av hartsblandningen påbörjas med hjälp av det genererade undertrycket (Šimáček & Advani, 2004). En visuell illustration av de två tillverkningsmetoderna kan ses i Figur 8 nedan.



Figur 8: Översiktlig illustration av tillverkningsprocesserna hartsöverföring och vakuuminjicering. Anpassad från Ali, Umer, Khan och Abdul Samad (2017, s. 2).

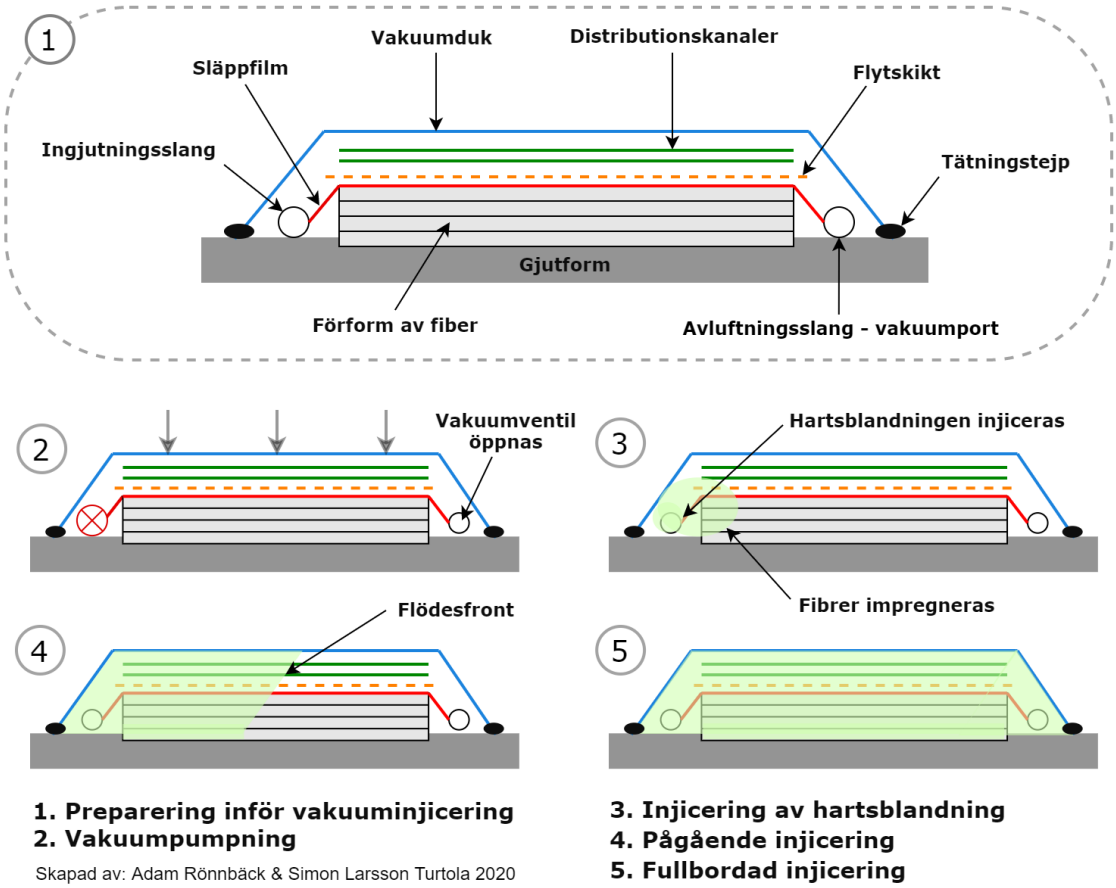
Respektive tillverkningsmetod har visat sig vara vara mer eller mindre lämplig beroende på situation. Hartsöverföring har blivit mer eftertraktat för tillverkare som ämnar att producera högre volymer på grund av möjligheten till automation (Rimmel, Becker & Mitschang, 2016). Vakuuminjicering lämpar sig istället bättre vid produktion av lägre volymer på grund av den stora mängden manuellt arbete som krävs (Yenilmez et al., 2009). Båda metoderna har visat sig fungera vid tillverkning av större formstrukturer (Bodaghi et al., 2020; Hancioglu et al., 2020; Šimáček & Advani, 2004). Däremot innebär behovet av rättdimensionerade dubbelsidiga gjutningsformar, vilket behövs vid hartsöverföring, dyra investeringskostnader och designsvårigheter då formstrukturen blir mer komplex (Bodaghi et al., 2020). Vakuuminjicering medför därav lägre investeringskostnader och en ökad flexibilitet eftersom gjutningsformen enbart har en kontaktyta och istället försluts med hjälp av anpassningsbart förbrukningsmaterial (ibid).

Vakuuminjiceringsprocessen påbörjas genom att en fiberförstärkt förform placeras på en solid gjutningsform (Correia et al., 2005). Förstärkningarna utgörs ofta av vävda eller sydda fibermattor, eller tredimensionella vävar (Bickerton & Advani, 1999), ofta konstruerade av glas-, aramid- eller kolfiber (Šimáček & Advani, 2004). Glasfiber har på senare tid blivit allt mer populärt som förstärkningsmaterial på grund av dess låga kostnad, höga drag- och slaghållfasthet, låga vikt och höga korrosionsmotstånd (Hossain, Hossain, Hosur & Jeelani, 2011). Vävarna är i sin tur uppbyggda av fibertrådar som innehåller tusentals små fibersträngar (Adams & Cawley, 1988), se Figur 9 nedan.



Figur 9: Illustration av impregnerade fibertrådar. Inspirerad av Adams och Cawley (1988, s. 208).

Efter placeringen av fiberförstärkningen monteras ett flytskikt för att reducera fylltiden och en släppfilm appliceras för att underlätta borttagning av förbrukningsmaterialet. Ingjutning- och avluftningsslang samt distributionskanaler för hartsblandningen placeras sedan innan vakuumduken försluts med hjälp av tätningstejp (Šimáček & Advani, 2004). Förslutningsmaterialet och fiberförstärkningen kompakteras sedan ihop med förformen med hjälp av vakuumpumpar innan hartsblandningen sugs in med hjälp av det genererade undertrycket. Därefter fördelas hartsblandningen ut över formen via distributionskanaler och impregnerar fibrerna i förformen (ibid.). Processen är klar när hela förformen och dess fibertrådar är impregnerade, se processtegen i Figur 10 nedan.



Figur 10: Illustration av vakumminjiceringsprocessen. Anpassad från Govignon, Bickerton, Morris och Kelly (2008, s. 1413).

Efter vakuuminjiceringsprocessen inleds härdningstadiet där man låter hartsblandningen gela i dess gjutform med alla omgivande förbrukningsmaterial. Gelningen tar olika lång tid beroende på hartsblandningens egenskaper, produktens storlek och andra omgivande faktorer, men kan variera mellan några timmar till flera dagar (Cook et al., 2001). När hartsblandningen har gelat är den fiberförstärkta kompositprodukten klar och förbrukningsmaterialet kan avlägsnas och produkten kan demonteras från gjutformen.

I syfte att säkerställa lyckad impregnering och fyllningsgrad har flertalet studier fokuserat på att modellera och simulera flödesfronten, placering av ingjutningsslang och hartsblandningens beteende vid impregnering av fibrerna (Hancioglu et al., 2020; Ruiz et al., 2006; Trochu, Ruiz, Achim & Soukane, 2006). Dessa modeller baseras till hög grad av Darcys lag, vilket beskriver den genomsnittliga hastighet som en vätska flödar genom ett poröst medium, se (1) nedan.

$$\bar{u} = -\frac{K}{\mu} \cdot \nabla P \tag{1}$$

Där $\bar{u}$ representerar vätskans genomsnittliga hastighet, K är permeabiliteten hos det porösa mediet, μ är viskositeten hos vätskan och ∇P är den lokala tryckgradienten (Hancioglu et al., 2020; Naik et al., 2014; Sas, Šimáček & Advani, 2015; Yun, Carella, Simacek & Advani, 2017). Permeabilitet är ett mått på den relativa lättheten som vätskan, i detta fall hartsblandningen, rör sig genom porutrymmet i det porösa mediet (Johnson & Pitchumani, 2003;

Naik et al., 2014). Vid vakuuminjicering är det porösa mediet den fiberförstärkta förformen, där förstärkningens struktur, porositet och geometri har en inverkan på permeabiliteten (Naik et al., 2014). Vidare har hartsets egenskaper, specifikt dess viskositet, ytspänning och kontaktvinkel mellan fiber och harts vid injicering, en inverkan på permeabiliteten (ibid.). Processegenskaper som påverkar permeabilitet är injiceringstryck, flödeshastighet och temperatur (Naik et al., 2014). Permeabiliteten hos materialet är följaktligen en dynamisk, och således komplex, variabel att kontrollera och styra. Vidare utgörs den lokala tryckgradienten (∇P) av fyra kvantiteter: injiceringstryck, vakuumtryck, kapillärtryck och gravitationstryck (Naik et al., 2014). Vid vakuuminjicering är de två drivande trycken kapillärtryck och vakuumtryck (ibid.).

Konstantopoulos et al. (2019) hävdar att variationer vid tillverkning av fiberförstärkt polymerkomposit kan delas in i två kategorier gällande tillverkningsprocesser och tillhörande moment. Dessa är *fiberförskjutning och deformationer hos förformen* samt *olämpliga geometriska egenskaper mellan förform och gjutningsform*. Den första kategorin hanterar brister hos den förstärkta textilen från leverantör, avvikelser orsakade vid framställning av fiberförstärkningen på grund av den stora mängden manuella moment, samt komprimeringen av förformen vid vakuum. Den andra kategorin hanterar istället kanteffekter, en kanal med lägre flödesmotstånd för hartset som uppstår mellan kanterna på förformen och gjutningsformen, och förändringar i gjutformen på grund av komprimeringstrycket (Konstantopoulos et al., 2019).

3.2 Hartsblandning

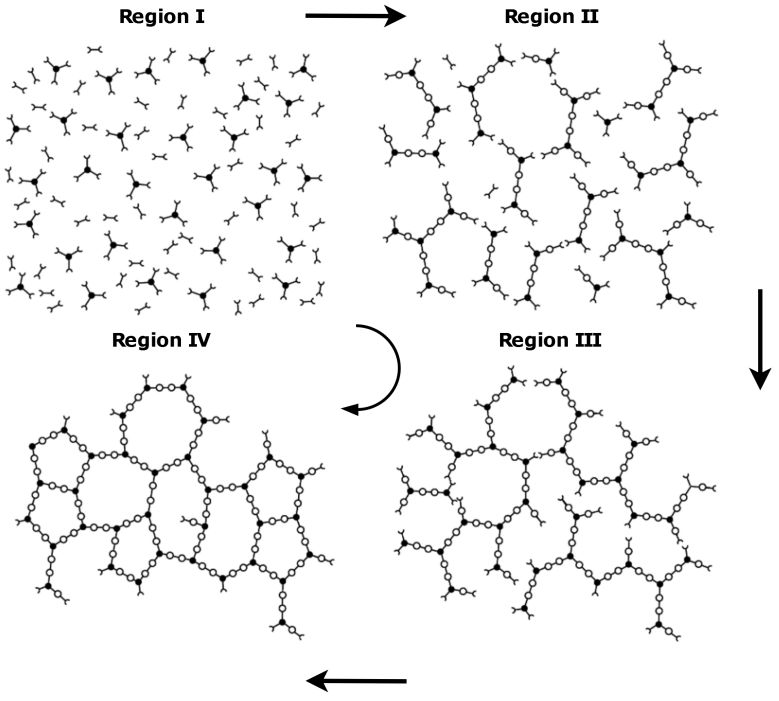
Idag tillverkas majoriteten av fiberförstärkta polymerkompositer med hjälp av härdplaster (Kazemi et al., 2019). En härdplast är ett polymert material där molekylkedjorna är så starkt sammanbundna att materialet inte kan smälta eller omformas, även vid hög värmebehandling (Alauddin, Choudhury, Baradie & Hashmi, 1995). Dessa plaster besitter vanligtvis bra värmebeständighet, kemikaliebeständighet och mekaniska egenskaper (Sjögren, 2010). Funktionella och mer miljövänliga komplement till härdplaster existerar i form av termoplaster, däremot passar de inte alla användningsområden samtidigt som de kräver höga bearbetningstemperaturer och kostsam utrustning (Bhudolia, Perrotey & Joshi, 2018). Vidare är det enklare att erhålla bra vätning av fibrer med härdplaster på grund av dess relativt låga viskositet (Sjögren, 2010).

En härdplast som ofta används tillsammans med glasfiber är vinylester (Scott, Cook & Forsythe, 2002; Sjögren, 2010). Vinylester anses vara en bra hybrid för att generera snarlika mekaniska egenskaper som dyrare härdplaster, samtidigt som en enklare processbearbetning kan erhållas (Abadie, Mekhissi & Burchill, 2002). Detta har medfört att vinylester frekvent förekommer i fall där tillverkningen sker genom vakuuminjicering på grund av dess låga viskositet, vilket underlättar injiceringsprocessen (Scott et al., 2002; Thostenson, Ziaee & Chou, 2009). En översikt av vinylesters positiva (+) och negativa (−) utmärkande attribut kan ses i Tabell 3 nedan. För ytterligare information kring dess innebörd, se Sjögren (2010).

Tabell 3: Summering av vinylesters utmärkande attribut. Sammanställd utifrån Sjögren (2010, s. 19).

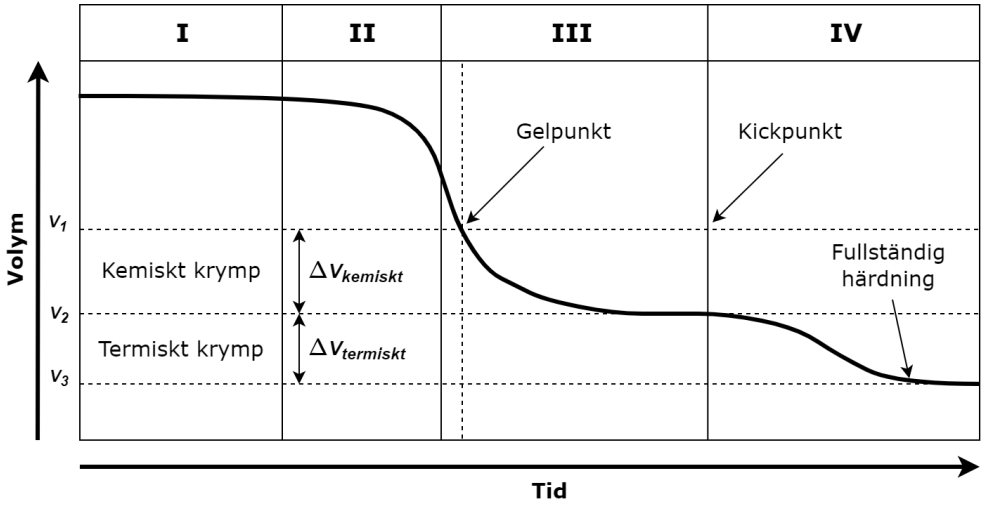
Utmärkande attribut (+/-)	**Vinylester**
Snabb och enkel härdning	+
Bra mekaniska egenskaper	+
Mycket bra kemikaliebeständighet	+
Stort härdkrymp	−
Arbetsmiljöproblem p.g.a. styrenavgång	−

Flertalet varianter av vinylesterharts, även kallat basharts, finns tillgänglig på den industriella marknaden. Gemensamt är att dessa utgörs av vinylester monomerer och ett reaktivt utspädningsmedel, vanligtvis styren (Cook et al., 2001; Scala et al., 2005). För att kunna härda vid normal omgivningstemperatur behövs även en initiator och en accelerator (Cook et al., 2001; Li & Lee, 2001; Silva, Teixeira, Widal & Coutinho, 2001). Reaktionsprodukten av bashartsen, initiatorn och acceleratorn kommer vidare benämnas som hartsblandning. Vid tillsats av initiatorn, ofta en peroxid, uppstår en exoterm reaktion som medför att hartsblandningen värms upp och sedermera gelar (Scott et al., 2002). Det är därav nödvändigt att tillsätta initiatorn i vinylesterblandningen precis innan användning för att undvika oönskad förtida härdning (ibid.). Acceleratorn, ofta en koboltblandning, reagerar tillsammans med initiatorn för att öka reaktionshastigheten (Li & Lee, 2001; Martin, Laza, Morrás, Rodríguez & León, 2000). Reaktionen sker genom polymerisation, där monomerer sammanfogas till långa kedjor som bildar en polymer (Silva et al., 2001). En förenklad illustration av molekylstrukturens förändring under reaktionen kan ses i Figur 11 nedan.



Figur 11: Illustration av förändringen i molekylstrukturen vid härdning då hartset går från flytande till solid form. Justerad från Gotro och Prime (2017, s. 2).

Härdningsförloppet av hartsblandningen från flytande till fast form, som sker vid tillsats av initatorn, är ett fundamentalt steg vid tillverkning av komposit (Skrifvars, Niemelä, Koskinen & Hormi, 2004). Parallellt med att reaktionsförloppet initeras påbörjas också en volymförändring hos hartset, vilket kan beskrivas genom fyra konceptuella regioner. I Region I är hartset ohärdat och i vätskeform, där monomererna klassificeras som diskreta och oberoende kemiska enheter (Tilbrook, Pearson, Braden & Coveney, 2003). Region II representerar det stadium när hartset börjar härda, utan att det har gelat, där monomererna förgrenas och sammanlänkas till längre kedjor genom polymerisation (Garstka, Ersoy, Potter & Wisnom, 2007). Vid Region III har ytterligare förgrening skett samtidigt som materialet har gelat, trots att det inte är fullständigt tvärbundet (Gotro & Prime, 2017). Övergången från Region III till Region IV representeras av en kickpunkt där materialet övergår till helt solid form. Region IV representerar den tid då materialet slutligen härdat klart (ibid.). Polymerisationen som sker leder till att de tidigare diskreta och oberoende monomererna blir tätt packade polymerenheter, vilket resulterar i en ökad styvhet i materialet (Shah, 2010). Trots att hartset under Region II antar solid form (vid gelpunkt) så fortsätter materialet att krympa, ett fenomen känt som kemiskt krymp (Shah, 2010). Det kemiska krympet kan, beroende på användningsområde, resultera i betydande konsekvenser då det skapas spänningar i materialet (Schoch, Panackal & Frank, 2004). Om ett system härdas vid en förhöjd temperatur eller utstår en signifikant exoterm reaktion, och således kyls ned efter härdning, så kan även ett termiskt krymp uppstå (Shah, 2010). Det kemiska och termiska krympet representerar det härdkrymp som en en härdplast utstår vid tillverkning. En visualisering av volymförändringen för respektive region kan ses i Figur 12 nedan.



Figur 12: Volymförändring under hartsblandningens härdningsförlopp på grund av härdkrymp. Justerad från Schubel, Warrior och Rudd (2007, s. 429).

För att säkerställa hög kvalitet är det viktigt att reaktionen sker på ett kontrollerbart sätt (Skrifvars et al., 2004). Två användbara mått för att styra och kontrollera processen är *Geltid* och mängden *Energi* som avges under den exoterma reaktionen (Abadie et al., 2002). Li och Lee (2001) konstaterade att ett snabbare reaktionsförlopp, och följaktligen en kortare geltid, kan uppnås genom att öka andelen av acceleratorn. Cook et al. (2001) identifierade att geltiden kan antas vara proportionell mot koncentrationen av både initiatorn och acceleratorn. Vidare upptäckte Silva et al. (2001) att förhållandet mellan initiatorn och acceleratorn kan ha en positiv effekt på slutproduktens mekaniska egenskaper. I likhet med Cook et al.

(2001) fann Abadie et al. (2002) att geltiden beror på både initiatorn och acceleratorn, men de konstaterade även att omgivningstemperaturen har en påverkan.

Den enklaste metoden för att mäta geltid utförs genom att en mindre mängd harts blandas i en bägare, sedan klockas tiden från att initiatorn tillsätts till dess att hartsen uppnått solid form (Skrifvars et al., 2004). Mätning av energi är mer komplex och kräver ofta avancerade verktyg (ibid.). Flertalet studier har använt sig av *Differential Scanning Caliometry* (DSC) (Scott et al., 2002, 2003; Skrifvars et al., 2004) där ett mycket litet prov försluts i en temperaturstyrd cell, vilket möjliggör mätning av den totala mängden energi som krävs för att bibehålla utrymmet isotermt vid en förbestämd temperatur samtidigt som den exoterma reaktionen sker.

Viskositeten hos hartsblandningen kan styras genom att förändra mängden styren, då komponenten agerar som ett aktivt lösningsmedel (Ziaee & Palmese, 1999). En hög koncentration kan därför förenkla injiceringsprocessen av hartsen, men kan resultera i lägre mekaniska, termiska och kemiska egenskaper i det härdade materialet (Scott et al., 2003). Blandningsförhållandet karaktäriseras därför av en viss avvägning mellan viskositet och det färdighärdade materialets önskade egenskaper (ibid.).

Vid hantering och framställning av hartsblandningen finns ett antal faktorer som är viktiga att beakta. Välutvecklade tillverkningsprocesser för högteknologiska produkter innefattar ett avgasningssteg, där vinylesterblandningen placeras under vakuum för att reducera mängden luft som ackumulerats vid blandning av bashartsen och de övriga kemikalierna (Li, 2004). Genom att avgasa vinylesterblandningen och sedan tillsätta initiatorn innan injicering påvisades att fiberhalten för produkten ökade samtidigt som andelen mikroskopiska tomrum minskade (ibid.). Vidare menar Konstantopoulos et al. (2019) att osäkerhet vid hantering och framställning av hartsblandningen kan dessa delas in i två kategorier, *variationer i den kemiska sammansättningen* och *variationer i temperaturen.*

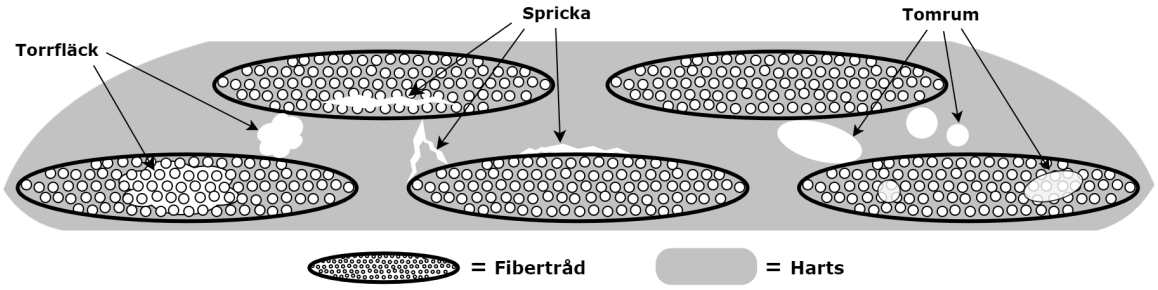
Variationer i den kemiska sammansättningen kan ha en inverkan på både injicering och härdning av hartsblandningen eftersom att det kan påverka blandningens viskositet och dess kinetiska energi (Konstantopoulos et al., 2019). Ett av det mest kritiska stegen vid hantering och framställning av hartsblandningen är blandningen av hartsets beståndsdelar; basharts, initiator och accelerator (ibid.). Blandningsförfarandet genomförs vanligtvis via manuell eller automatisk blandning. Trots att det manuella handhavandet ger upphov till fler felkällor har erfarenhet visat att automatiska blandningsprocesser ofta kan utstå dåligt underhållsarbete, vilket sedermera resulterar i föroreningar i hartsblandningen och andra injiceringsproblem (Konstantopoulos et al., 2019). Tidigare studier har uppvisat att en avvikelse på enbart en procentenhet av massfraktionen hos hartsblandningens beståndsdelar kan påverka den totala mängden energi, glasomvandlingstemperatur och den exoterma temperaturtoppen (Kuppusamy & Neogi, 2014; Nuiiez, Fraga, Fraga, Salgado & Aiion, 1995).

Andra faktorer som kan påverka hartsblandningens effektivitet är limiterad hållbarhet i form av hylltider och variation mellan batcher (Konstantopoulos et al., 2019). På grund av att många hartsblandningar ofta består av reaktiva beståndsdelar karaktäriseras dessa ofta av gradvisa försämringar av dess egenskaper som kan uppstå vid olika tider i produktlivscykeln (Konstantopoulos et al., 2019). Vidare tillverkas hartsblandningar i batcher, vilket kan innebära att en viss variation mellan dem kan förekomma (ibid.).

Variationer i temperatur hänvisar till det faktum att härdningsförloppet av hartsblandningen är en termiskt aktiverad och kontrollerad kemisk reaktion som influerar både geltid och härdrelaterade avvikelser (Konstantopoulos et al., 2019). När kompositkomponenten härdar vid normal omgivningstemperatur kan fluktuationer i temperaturen, både över kort och lång tid, påverka härdförloppet. Vid härdning av större strukturer, som i vissa fall kan ta upp till 2–3 dygn (Cook et al., 2001), kan temperaturskillnader från dag till natt ha en inverkan på utfallet. Över en längre tid kan istället större temperaturskillnader beroende på säsong påverka utfallet (Konstantopoulos et al., 2019).

3.3 Tillverkningsinducerade avvikelser

Senaste decennierna har omfattande satsningar genomförts för att studera avvikelser orsakade under tillverkning av fiberförstärkta kompositmaterial genom vakuuminjicering (Bodaghi et al., 2020). Det har resulterat i att ett flertal avvikelser och parametrar har uppmärksammats och studerats. Tre vanligt förekommande typer av tillverkningsinducerade avvikelser är *tomrum*, *torrfläckar* och *sprickor* (Adams & Cawley, 1988; LeBel et al., 2019). Dessa kan förekomma i olika storlekar, både i en mikroskopisk skala som inte är synlig för ögat och i makroskopisk skala som är optiskt urskiljbara. Vidare kan avvikelserna förekomma både i fibertrådarna och mellan dem (ibid.). En illustration av dessa tre avvikelser kan ses i Figur 13 nedan.



Figur 13: Illustration av torrfläckar, sprickor och tomrum i fiberförstärkt komposit. Inspirerad av Adams och Cawley (1988, s. 214)

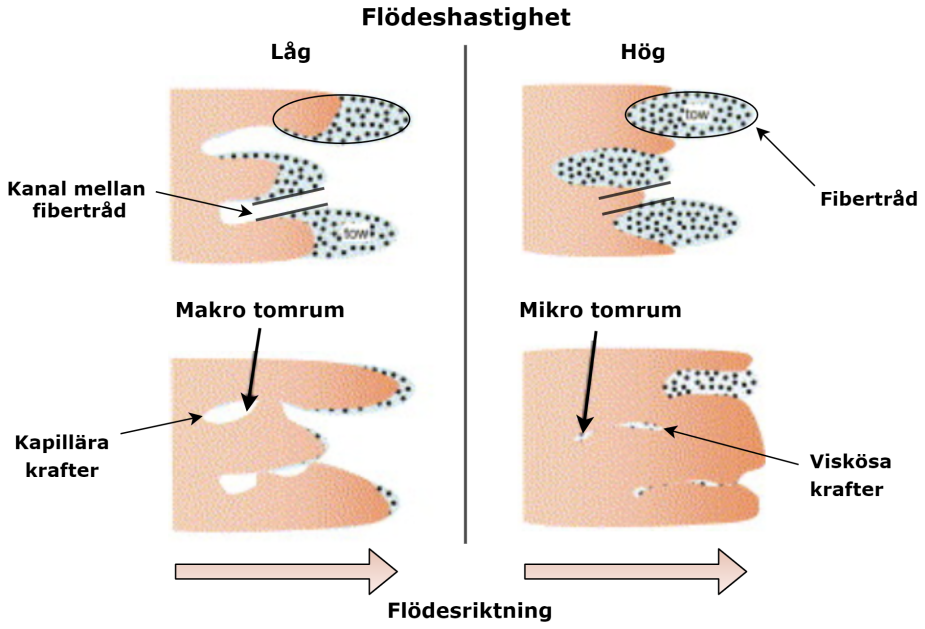
Till följd av kompositmaterials unika egenart är det svårt och dyrt att producera felfria komponenter; i synnerhet är närvaron av mikroskopiska tomrum, även kallat porer, nästan oundvikligt i komplexa kompositstrukturer (Kosmann et al., 2015). I processer där flytande hartsblandningar används, som vakuuminjicering, bildas tomrum av luft. Luft finns infångad i hartsblandningen, under vakuumduken, inuti ingjutningslangarna, fiberbuntarna och i kanalerna mellan buntarna (Carraro et al., 2015). Tomrum kan också bildas genom luftinträngning på injiceringsfronten, genom gaser som skapas av kemiska reaktioner i hartsblandningen, genom volymförändringar vid härdkrympning, genom bubblor skapade av upplöst luft eller flyktiga organiska föreningar, vatten eller lösningsmedel i den flytande hartsblandningen (LeBel et al., 2019).

Närvaron av mikroskopiska tomrum i en sammansatt komponent är skadlig för dess mekaniska egenskaper. Formen och storleken på tomrummen, fördelningen samt den totala andelen tomrum som existerar i kompositmaterialet påverkar den mekaniska hållfastheten (Kosmann et al., 2015). Tomrum reducerar styrkan vid bindningen mellan fiber och härdad komposit, vilket leder till högre spänningskoncentration vid belastning, som ökar sannolikheten för

bristningar i materialet (ibid.). Industriaktörer har därför ofta specificerat en tillåten mängd i materialet, ofta mellan 0–2 procent för högteknologiska användningsområden (Carraro et al., 2015; Park et al., 2011). Större tomrum är mer kritiska än små och uppträder ofta i sfäriska eller cylindriska former. Däremot beror andelen tomrum också av en kombination mellan komponentens form, fiberstrukturen och hartsblandningens impregneringsförmåga (LeBel et al., 2019). Mikroskopiska tomrum kan också vara resultatet av inneboende variationer och skador i fiberförstärkningen, vilket försvårar observation och prognos av den totala mängden tomrum (ibid.).

Andelen tomrum i ett kompositmaterial har visat sig kunna minskas genom ett antal processparametrar, såsom avgasning av hartset, temperatur, tryck och injiceringstid (Ruiz et al., 2006). Fördelen med vakuuminjicering är att en stor del av luften pumpas ut före injicering genom vakuumpumpning, men trots det behöver fler åtgärder göras för att minska förekomsten av luft i systemet (Bodaghi et al., 2020). Avgasning av hartsblandningen är en effektiv metod som avlägsnar luftpartiklar från blandningen som i sin tur minskar förekomsten av tomrum (Afendi, Banks & Kirkwood, 2005). Däremot kan avgasning enbart göras före injicering, vilket gör att flera möjliga källor till luft kvarblir, såsom härdkrymp och kemiska reaktioner som sker under injicering.

Luftinträngning vid injiceringsfronten kan huvudsakligen relateras till injiceringstid som beror på hartsblandningens flödeshastighet, där en optimal flödeshastighet enligt Darcys lag eftersträvas för att minimera andelen tomrum (LeBel et al., 2019). Flödeshastigheten påverkar både formationen och positionen på tomrummen genom samspelet mellan kapillära- och viskösa-krafter i den flytande hartsen (Ruiz et al., 2006). När flödeshastigheten är låg domineras hartsets flöde av kapillärkrafter och impregneringen sker snabbare i fibertrådarna, vilket skapar makro-tomrum i de öppna kanalerna mellan trådarna. I det motsatta fallet uppstår mikro-tomrum inuti fibertrådarna då hartset flödar snabbare i kanalerna för att den viskösa kraften är högre i fibertråden, se Figur 14.

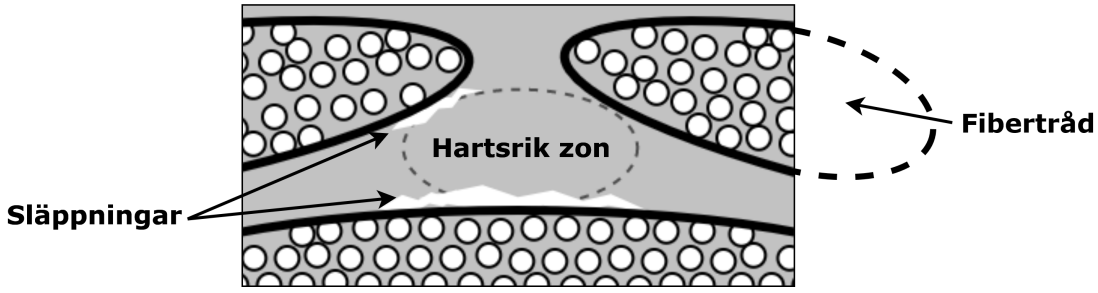


Figur 14: Illustration av flödeshastighetens inverkan på luftinträngning vid injiceringsfronten. Justerad från Ruiz, Achim, Soukane, Trochu och Bréard (2006, s. 477)

En optimal flödeshastighet uppstår när hartsen flödar lika snabbt genom kanalerna som i fibertrådarna, vilket minimerar luftinträngning vid injiceringsfronten (Ruiz et al., 2006). I praktiken vid vakuuminjicering justerar man antingen vakuumtrycket, fibermaterialets peremabilitet eller hartsens viskositet för att uppnå lämplig injiceringshastighet (ibid.). Lokal variation i fibermaterialets peremabilitet vid flödesfronten kan orsaka tomrum genom ökad luftinträngning (Naik et al., 2014). Lägre viskositet på hartset, uppnådd genom värmebehandling, kan förbättra avgasningsprocessen såväl som impregnering och flödeshastigheten. Däremot förkortar också denna åtgärd livslängden på hartsblandningen, vilket resulterar i att geltiden minskar och tidsfönstret för att hinna med en fullbordad injicering minskar (Carraro et al., 2015).

En annan väsentlig utmaning som kan relateras till permeabilitet är mikroavvikelser i form av torrfläckar, torra zoner där hartsblandningen misslyckats impregnera fibrerna vid injicering (Adams & Cawley, 1988; Naik et al., 2014). Torrfläckar kan likt tomrum förekomma i olika storlekar och har negativa effekter på kompositens mekaniska egenskaper (Elhajjar, Grant & Ashforth, 2018). Däremot är formen ofta mer oregelbunden i jämförelse med tomrum skapade av luft (ibid.). Torrfläckar kan innehålla luft om den torra zonen fyllts med luft under injicering men består annars av tomt vakuum (Adams & Cawley, 1988). Variationer i förformen kan skapa zoner av hårt packade vävar eller skadade fibertårdar som i kombination med trögflytande harts som har låg impregnerande förmåga eller lågt injiceringstryck, kan förorsaka mycket torrfläckar i det härdade materialet (Correia et al., 2005; Elhajjar et al., 2018; Konstantopoulos et al., 2019).

Härdkrymp är ett ofrånkomligt fenomen som skapas av både kemisk- och termisk volymförändring under hartsens härdningsförlopp. Härdkrympet orsakar residuala spänningar, krafter som koncentreras i materialet, då hartset intar fast form och samtidigt krymper (Plepys & Farris, 1990; Shah, 2010). Vid flytande form är spänningarna minimala men desto mer solid hartset blir, vilket sker genom att fler tvärbindningar skapas, desto mer potentiella spänningskrafter genereras (ibid.). Om spänningarna är tillräckligt stora kan dessa orsaka sprickor i materialet (Kravchenko, Kravchenko & Pipes, 2017; Plepys & Farris, 1990; Shimbo, Ochi & Shigeta, 1981). I fiberförstärkta kompositmaterial förekommer sprickorna inuti eller mellan fibertrådarna och medför sämre mekaniska egenskaper och kemikaliebeständighet på slutprodukten (Gentz et al., 2004). Sprickor utgör ett hålrum och kan likt torrfläckar både innehålla luft eller tomt vakuum. Sprickor skapade av residuala spänningar har visat sig uppstå mer i anslutning till eller inuti hartsrika zoner, då kallat släppningar (Adams & Cawley, 1988; Elhajjar et al., 2018). En hartsrik zon är ett område fyllt med enbart harts, ofta mellan vävar och fibertrådar där det bildas större fiberfria utrymmen (ibid.), se Figur 15 nedan.



Figur 15: Illustration av en hartsrik zon mellan fibertrådar med släppningar som bildats längst fibertrådarnas kanter. Inspirerad från Adams och Cawley (1988, s. 212)

Trots att fibertrådarna ansamlar spänningskrafter vid härdkrymp, agerar de också som barriär för sprickor. Sprickbildning tenderar därmed att ske runt fibertrådarna, i form av släppningar (Adams & Cawley, 1988). I en hartsrik zon finns det inget som kan ansamla spänningskrafter, vilket skapar större koncentrationer av spänningar och ökad risk för sprickor (ibid.). Dessutom är härdningsförloppet i en hartsrik zon mer reaktivt, då värmeenergin från den exoterma reaktionen kan spridas fritt i det hartsfyllda utrymmet, vilket accelererar polymerisering och kemiskt krymp (Elhajjar et al., 2018; Wu, Huang, Shevtsov & Chinchan, 2014). Koncentrationen av energi är därför större i en hartsrik zon än i omgivande delar. Det innebär att stora hartsrika zoner är mer problematiska än små (ibid.). Att eliminera förekomsten av hartsrika zoner är önskvärt men i stort sätt omöjligt (Adams & Cawley, 1988). Däremot, genom att automatisera montering av fiberväv och öka precisionen kan man minimera variationen och storleken på fiberfria utrymmen (Elhajjar et al., 2018). Vidare kan mer komplexa förformar samt deformationer i gjutformen skapa fiberfria utrymmen som sedermera blir hartsrika zoner (ibid.).

Vid användning av hartser som signifikant ökar i temperatur vid härdning, kan man minska residuala spänningar skapade av termiskt krymp genom att kontrollera temperaturen under och efter härdning. Plepys och Farris (1990) påvisade att om man ökar omgivningstemperaturen linjärt efter gelning, bibehåller en förhöjd temperatur vid härdning, för att sedan låta provet sakta svalna till rumstemperatur, kunde spänningar skapade av termisk expansion minskas och sprickor elimineras helt. Fenomenet kallas avspänningsentalpi som uppstår genom att tillåta härdplast svalna långsamt från temperaturer över härdningstemperaturen. Då tillåts polymerkedjorna möjligheten att hitta fördelaktiga orienteringar som är närmare termodynamisk jämnvikt än de som kyls snabbt (Hodge, 1994; Jensen & Jakobsen, 2016). Tillika har temperaturskillnaden mellan gjutformen och den hartsfyllda förformen uppmärksammats som en källa till residuala spänningar (Elhajjar et al., 2018). Gjutformen som ofta är gjord av metall överför värmeenergi från omgivningen till den hartsfyllda fiberkroppen, något som pådrivs om större metallytor inte är isolerade (ibid.).

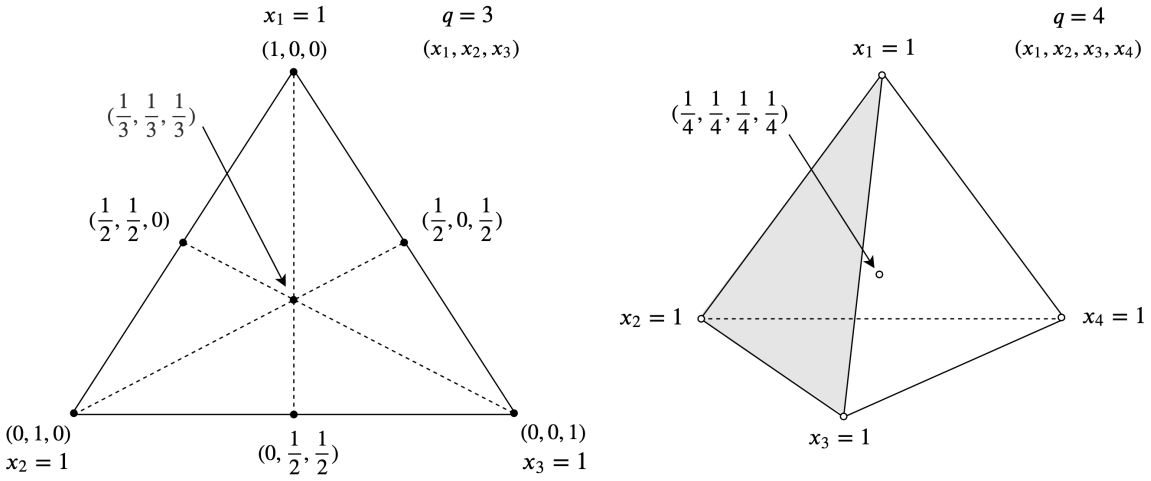
3.4 Blandningsexperiment

Experiment för blandningar är en gren inom försöksplanering där försöksfaktorer representeras av blandningskomponenter, även benämnt ingredienser, som varieras för att möjliggöra mätningar av en eller flera responsvariabler. Definitionen av ett blandningsproblem är att den uppmätta responsvariablen beror på proportionerna av ingredienserna som finns i blandningen, inte blandningens mängd (Cornell, 2000). Detta utgör ett fundamentalt antagande vid blandingexperiment: om den totala mängden av en blandning hålls konstant, samtidigt som värdet på responsvariabeln förändras när ingrediensernas proportioner varierar, sägs responsvariabelns beteende vara en funktion av den gemensamma blandningsegenskapen hos ingredienserna i blandningen. Till skillnad mot vanliga faktorförsök, där faktorerna kan justeras oberoende av de andra faktorernas nivåer, karaktäriseras blandningsexperiment av ett fullständigt beroende mellan försöksfaktorerna (Leardi, 2009). Detta innebär att summan av samtliga blandningskomponenter måste vara 1, eller motsvarande 100 procent, av den totala blandningen (Cornell, 2000). Om q representerar antalet blandningskomponenter och om andelen av en komponent i blandningen representeras av x_i gäller:

$$x_i \geq 0 \qquad i = 1, 2, \ldots, q \tag{2}$$

$$\sum_{i=1}^{q} x_i = x_1 + x_2 + \ldots + x_q = 1 \tag{3}$$

Beroendevillkoret innebär att vid förändring av en komponents proportion behöver också andelen av de andra komponenterna ändras (Cornell, 2000, 2011; Leardi, 2009). Beroendet mellan blandningens ingredienser skapar ett försöksområde som skiljer sig geometriskt från andra designer inom försöksplanering, där en blandning kan anta alla kombinationer av komponenterna mellan områdets gränser. När $q = 2$ är försöksområdet en rak linje. Med tre komponenter ($q = 3$) uppstår försöksområdet i form av en liksidig triangel på ett plan, och med fyra komponenter ($q = 4$) är området en tetraeder med fyra plan (Cornell, 2011), se Figur 16 nedan.



Figur 16: Simplex region för $q = 3$ respektive $q = 4$. Justerad från Cornell (2011, s. 6–7).

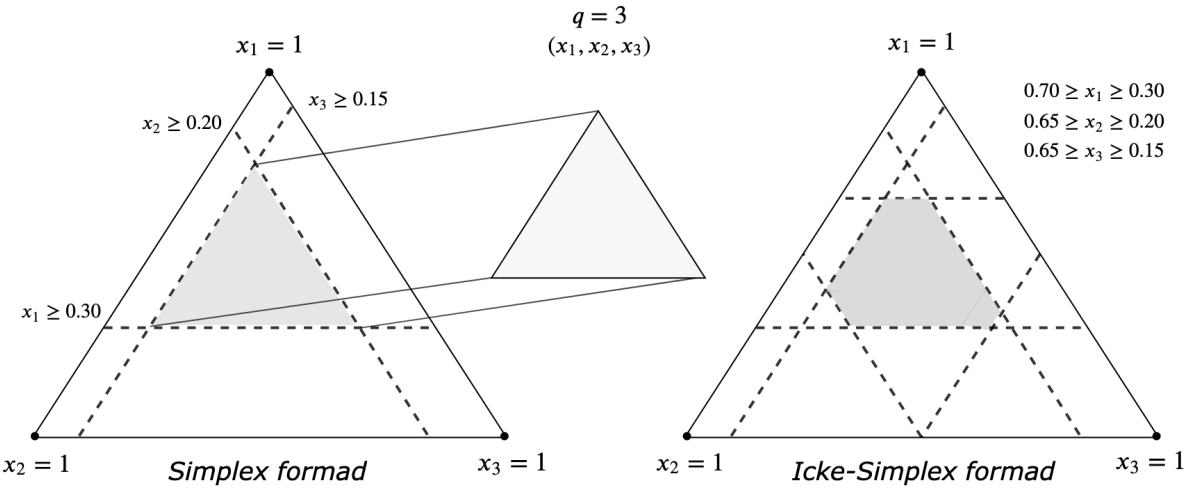
Vid blandningsexperiment definierar man det fullständiga försöksområdet som en *simplex region*. En simplex region är fullständig då den innehåller hela spektrummet från 0 till 1 av varje komponent. Försöksområden för blandningsexperiment förekommer i två huvudsakliga former. En *simplex formad* region som är symmetrisk där försökspunkterna är likformigt fördelade, och dess motsats, en *icke-simplex formad* region inuti det fullständiga försöksområdet (Cornell, 2011). Försöksdesigner som är simplex formade, även kallade *simplex designer*, genereras relativt enkelt då både antalet designpunkter och dess position kan förutsägas tack vare dess symmetriska form (ibid.).

Observera att en blandning som uppfyller ekvation (2) och (3) kan bestå av en enda ingrediens, i form av en försökspunkt i simplex regionens hörn. En sådan blandning kallas binärblandning och kan tillämpas vid specifika fall (Cornell, 2011). Däremot behöver många blandningar bestå av ett visst antal ingredienser för att blandningsprodukten överhuvudtaget ska kunna framställas och studeras (ibid.). Exempelvis, om man vill studera hårdheten hos en komposit där minst tre ingredienser krävs för att kunna tillverka materialet måste villkor upprättas för att ta hänsyn till dessa tre ingredienser.

Detta hanteras genom etablering av restriktioner för blandningens ingredienser, som beskriver det tillåtna försöksområdet inom den totala försöksregionen. Bestämmelsen av restriktioner kräver god process- och komponentkunskap för att säkerställa experimentets syfte och undvika misslyckade försök (Leardi, 2009). Det är inte ovanligt att alla ingredienser i blandningen både har en övre restriktion (U_i) och nedre restriktion (L_i), ofta benämnt som *multipla restriktioner* (Cornell, 2011). Med ett antal komponenter q beskrivs multipla restriktioner genom:

$$0 \leq L_i \leq x_i \leq U_i \leq 1 \qquad i = 1, 2, \ldots, q \tag{4}$$

När ingredienser enbart har nedre restriktioner (L_i) är det enkelt att uppskatta försöksområdet som förblir simplex formad, men när ingredienserna behöver både nedre och övre restriktioner blir det betydligt svårare (Montgomery, Loredo, Jearkpaporn & Testik, 2007). Då uppträder försöksområdet i en oregelbunden geometrisk form, en oregelbunden polyeder, vilket är vanligt förekommande vid blandningsexperiment (ibid.). Se Figur 17. Vid en sådan situation är försöksområdet inte längre simplexformad och en simplex försöksdesign kan då inte tillämpas (Cornell, 2011; Montgomery et al., 2007)



Figur 17: Simplex formad och en icke-simplex formad region, båda inuti det fullständiga simplex försöksområdet för $q = 3$. Justerad från Cornell (2011, s. 133).

När ett blandningsexperiment frångår en simplex design kan inte försökspunkternas position förutsägas och försöksdesignen blir svårgenererad. Detta blir mer påtagligt när antalet blandningskomponenter är större än fyra ($q > 4$) då antalet plan, kanter och hörnpunkter i designens försöksrymd ökar markant (Piepel, Cooley & Jones, 2005). Ett sådant försöksområde kan inte föreställas, då den existerar över det tredimensionella planet. Behovet av att kunna generera, utföra och analysera sådana blandningsexperiment har lett till utvecklingen av olika datagenererade försöksdesigner (Cornell, 2011).

Datagenererade försöksdesigner kallas ofta för *optimala designer*, där en algoritm genererar försökspunkter i syfte att uppfylla ett givet kriterium. Ett vanligt förekommande kriterium är D-optimalitet (de Aguiar, Bourguignon, Khots, Massart & Phan-Than-Luu, 1995). D-kriteriet ämnar att maximera determinanten av informationsmatrisen, vilket minimerar

volymen av regressionskoefficienternas konfidensregion. Detta innebär att regressionskoefficienternas standardfel för försökfaktorerna minimeras och desto mer tillförlitlig blir skattningen av ingrediensernas påverkan på responsvariabeln. Därmed rekommenderas en D-optimal design för karaktäriseringsexperiment (ibid.). Se D-kriteriet i ekvation (5) nedan.

$$max\ |(X'X)| \tag{5}$$

För blandningsexperiment med multipla restriktioner tillämpas D-kriteriet av en algoritm kallad *point exchange* som utgår från ett kandidatset av punkter som täcker hela försöksregionen (Piepel et al., 2005). Parallellt behöver önskat antal försökspunkter bestämmas. Principiellt tar algoritmen hänsyn till önskat antal försökspunkter och byter ut en punkt i taget från kandidatsetet tills kriteriet är uppfyllt. De punkter som kvarstår är den förslagna försöksdesignen.

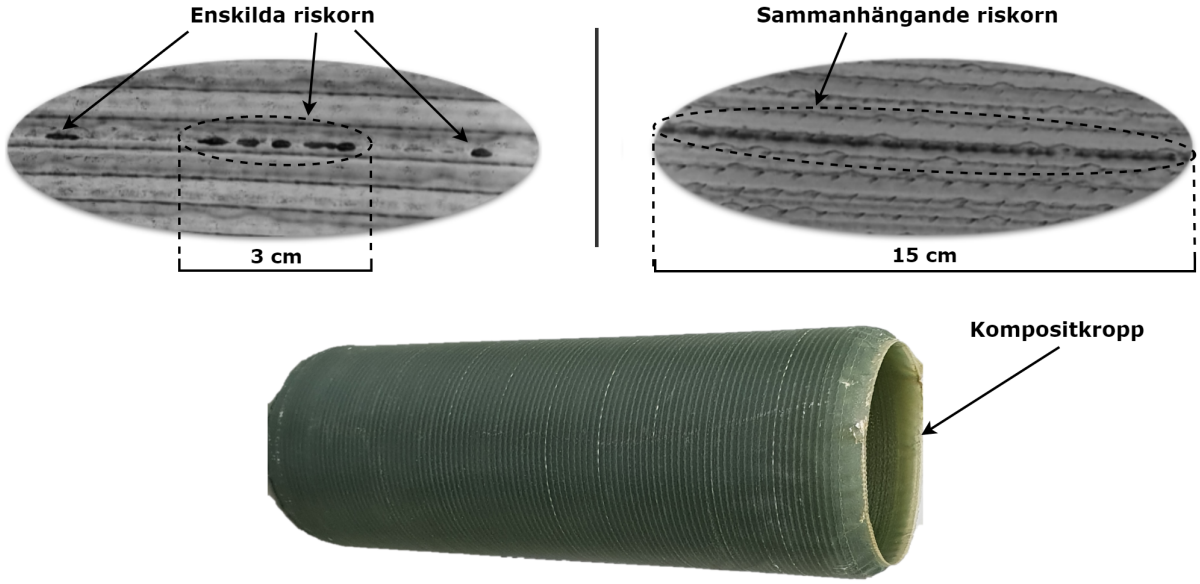
Vid analys av ett blandningsexperiment, skiljer sig både funktionen och tolkningen av responsvariabelns regressionskoefficienter från tvånivåers faktorförsök. Då ingrediensernas nivåer är fullt beroende av varandra representerar inte koefficienterna den verkliga effekten på responsen. Det är inte ovanligt att den komponent med störst effekt på responsvariabeln har lägst koefficient i regressionsmodellen (Leardi, 2009). Därmed kan man enbart förstå modellen fullt ut genom analys av responsytor (Cornell, 2011). Vid blandningsexperiement där $q > 4$ är responsytmetodik inte praktiskt användbart. Däremot är det fortfarande möjligt att förstå ingrediensernas effekter och samband genom ett spårdiagram (eng: Trace plot), som studerar ingrediensernas påverkan på responsvariablen från en vald referensblandning (ibid.).

4 Fallstudie - DMAIC vid ABB Composites

I detta kapitel presenteras samtliga DMAIC faser med tillhörande aktiviteter. Initialt erhålls en mer detaljerad presentation av fallföretagets problembeskrivning samt tillverkningsprocces, vilket sedan mynnar ut till fallstudiens utförande och resultat.

4.1 Define

Vid tillverkning av cylindriska isolatorer i fiberförstärkt polymerkomposit har ABB Composites under en längre tid haft varierande kvalitetsutfall. Företaget har haft svårigheter med en viss typ av visuell avvikelse, internt benämnd som *riskorn*. Avvikelsen går att identifiera efter momentet vakuuminjicering och förekommer i makroskopisk skala. Kvalitetskontroll av kompositkroppen sker genom okulärbesiktning där förekomsten av riskorn har visat sig variera, varpå en helhetsbedömning utförs av erfarna specialister och operatörer. Om kompositkroppen har för många av dessa avvikelser graderas produkten som defekt och kasseras, då efterbearbetning som avlägsnar avvikelserna inte är möjlig. Två illustrationer av riskorn och en vakuuminjicerad kompositkropp kan ses i Figur 18 nedan.



Figur 18: Två illustrationer av riskorn betraktade från insidan på en kompositkropp.

Det har historiskt varit svårt att bekräfta vad avvikelserna är och vilka exakta konsekvenser de har på slutprodukten. Däremot anses de vara negativa ur ett kundperspektiv och total eliminering av avvikelserna eftersträvas. Därmed kan företaget inte riskera leverans av produkter med för stor förekomst av riskorn. Till följd blir kvalitetbrist- och miljökostnader mycket påtagliga. Internt har det spekulerats om huruvida dessa visuella avvikelser kan tillhöra någon av de allmänt kända avvikelsetyperna vid vakuuminjicering, exempelvis tomrum, torrfläckar eller släppningar (Adams & Cawley, 1988; Elhajjar et al., 2018), däremot har det inte kunnat bekräftas eller dementeras.

4.1.1 Besparingspotential

Baserat på historisk produktionsdata från år 2017 till 2019 påvisas att i genomsnitt ca 31 procent av kompositkropparna till de cylindriska isolatorerna har kasserats efter intern kvalitetskontroll. En sammanställning av totala antalet producerade enheter och antalet kassationer kan ses i Tabell 4 nedan. De totala kvalitetsbristkostnaderna är censurerade i denna version av rapporten.

Tabell 4: Historisk produktionsdata och andelen kassationer.
Kvalitetsbristkostnaderna är censurerade i denna version av rapporten.

År	Producerade (st)	Kasserade (st)	Andel kassationer (%)	Kvalitetsbristkostnader (kr)
2017	264	88	33.3 %	*Censurerat*
2018	99	21	21.2 %	*Censurerat*
2019	156	51	32.7 %	*Censurerat*
Totalt	519	160	30.8 %	*Censurerat*

Kostnaderna består av arbets-, material- och återvinningskostnader. Andra typer av kvalitetsbristkostnader, exempelvis väntetid, överarbete, badwill och bristande planering beaktas inte. Enligt A. Rosén (personlig kommunikation, 7 april 2020), kvalitetschef vid ABB Composites, har ungefär 60 procent av kassationerna orsakats av en för stor mängd visuella avvikelser i form av riskorn. Då kvalitetsbristkostnaden för respektive enhet är hög motsvarar den totala förlusten en signifikant summa, vilket utgör en tilltalande besparingspotential som är avgörande för fortsatt konkurrenskraft och utveckling. Avvikelserna har även under 2020 föranlett en ökad andel kassationer än normalt, vilket aktualiserar problematiken.

4.1.2 Förenklad processbeskrivning

Den övergripande processen för tillverkningen av cylindriska isolatorer består av åtta huvudsakliga processteg. I majoriteten av dessa steg är kunden av intern karaktär, där respektive huvudprocess agerar leverantör till nästkommande process. En förenklad processbeskrivning med de olika huvudstegen presenteras via ett SIPOC-diagram (Suppliers, Inputs, Process, Outputs och Customers) i Figur 19 nedan.

SIPOC

Supplier	Input	Process	Output	Customer
Censurerat	Dorn	Glasfiber-lindning	Glasfiberkropp	**Vakuuminjicering**
Censurerat	Glasfiberväv			
Censurerat	Rivväv			
Glasfiberlindning	Glasfiberkropp	Vakuum-injicering	Kompositkropp	**Efterhärdning**
Censurerat	Hartsblandning			
Censurerat	Förbrukningsmaterial			
Vakuuminjicering	Kompositkropp	Efterhärdning	Härdad kompositkropp	**Kapning och svarvning**
Efterhärdning	Härdad komposit-kropp	Kapning och svarvning	Bearbetad komposit-kropp	**Flänsfogning**
Kapning och svarvning	Bearbetad komposit-kropp	Flänsfogning	Bearbetad isolator	**Trycktest**
Censurerat	Flänsar			
Censurerat	Fogningsmaterial			
Flänsfogning	Bearbetad isolator	Trycktest	Trycktestad isolator	**Lackering**
Trycktest	Trycktestad isolator	Lackering	Färdigställd isolator	**Kontroll och emballering**
Censurerat	Epoxylack			
Censurerat	Lackmaterial			
Lackering	Färdigställd isolator	Kontroll och emballering	Förpackad isolator	**Slutkund**
Censurerat	Förpackningsmaterial			

Figur 19: SIPOC-diagram för tillverkningsprocessen av cylindriska isolatorer.

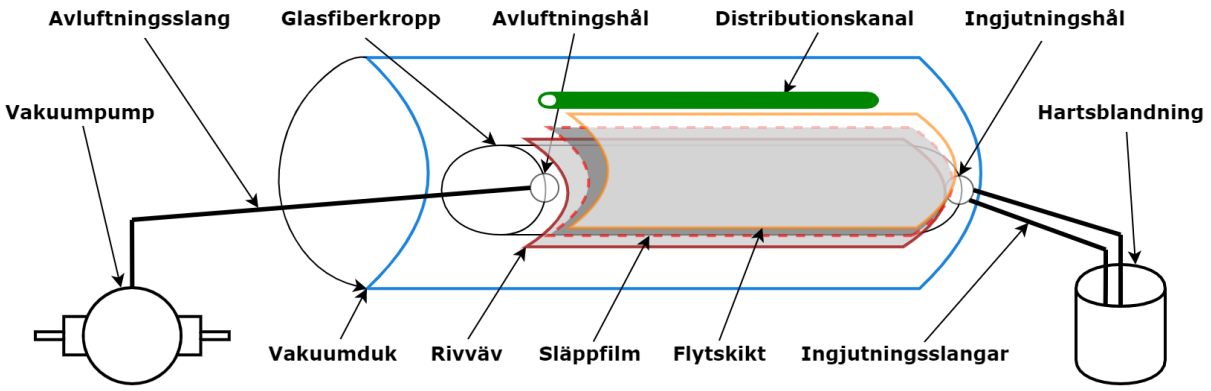
Fallstudien fokuserar på processteget vakuuminjicering, mer specifikt den hartsblandning som används vid injiceringsmomentet. Samtliga huvudprocesser har ytterligare brutits ned genom en processkartläggning, se Bilaga 2. För att tydliggöra skillnader mellan termer med likartad benämning förtydligas dessa i Tabell 5 nedan.

Tabell 5: Förklaring av centrala termer med likartade benämningar.

Term	Förklaring	Användningsområde
Basharts	Ingående kemikalie som köps in från leverantör och består av vinylester monomerer och styren.	Används som bas i vinylesterblandningen.
Vinylesterblandning	Blandning som består utav basharts, ytterligare tillsatt styren, båda acceleratorerna samt promotorn.	Förblandas för att sedan kunna användas tillsammans med initiatorn.
Hartsblandning	Den slutliga blandningen efter tillsats och omrörning av initiatorn i vinylesterblandningen.	Används vid vakuuminjicering för att tillsammans med förformen skapa fiberförstärkt komposit.

4.1.3 Vakuuminjicering av cylindriska isolatorer

Tillverkningen initieras av att glasfiberväv lindas på ett cylindriskt dorn till önskad diameter och tjocklek. Dornet är i detta fall gjutningsformen och den lindade glasfiberkroppen är förformen. Vidare prepareras glasfiberkroppen för momentet vakuuminjicering, där förbrukningsmaterial, vakuumduk samt ingjutnings- och avluftningsslangar monteras för hand. Därefter vakuumpumpas systemet under en angiven minimumtid, beroende på storlek och tjocklek på produkten, för att säkerställa både täthet samt för att avlägsna luft innanför vakuumduken. Parallellt avgasas vinylesterblandningen för att extrahera luftbubblor i den flytande blandningen. När den angivna tiden passerat förbereds en hartsblandning genom att en initiator, i detta fall en peroxid, tillsätts i den förblandade vinylesterblandning. Därefter placeras den initierade hartsblandningen i hinkar samtidigt som ingjutningsslangarna placeras i hartset. En förslutning som tidigare suttit på ingjutningsslangarna tas bort och hartsblandningen sugs in i förformen genom det genererade undertrycket. En schematisk bild av processen kan ses i Figur 20 nedan.



Figur 20: Illustration av vakuuminjiceringsprocessen med tillhörande material.

En exoterm reaktion påbörjas samtidigt som hartsblandningen i flytande form impregnerar glasfiberväven. När hela glasfiberkroppen har impregnerats gelar den injicerade hartsblandningen och skapar en isolatorkropp i fiberförstärkt kompositmaterial. Kompositkroppen dras sedan av från dornet innan en initial okulärbesiktning av produkten genomförs av operatörspersonal, varpå riskorn i vissa fall kan förekomma. Efter inspektion efterhärdas produkten i ugn innan den skickas för att kapas och svarvas. Flänsar fogas sedan på respektive sida av cylindern för att därefter härdas ytterligare en gång. Slutligen trycktestas, ytlackeras och kvalitetssäkras produkten innan den emballeras och skickas till kund.

4.1.4 Tidigare förbättringsinitiativ

På uppdrag av ABB Composites anlitades år 2017 en extern konsult inom materialteknik i syfte att utreda och klassificera riskornen. Sjögren (2017) undersökte exemplar av riskorn genom mikroskopering och efter analys konstaterades att avvikelserna mest troligt består av släppningar mellan fiber och harts som bildats i närheten av hartsrika zoner och att sprickorna troligtvis uppstått på grund av inre spänningar i materialet vid härdning. Resultatet indikerar avvikelsernas identitet, däremot har rotorsaken till riskornens förekomst inte kunnat fastställas.

Under sommaren 2019 genomfördes en multivariat analys av hartsblandningens egenskaper baserat på försöksplanering av Thulin (2019). Baserat på de slutsatser som drogs av Sjögren (2017) föranleddes misstankar om att härdningsförloppet av hartsblandningen skedde för fort, alternativt för okontrollerat. På grund av detta undersöktes effekten av de ingående kemikalierna i hartsblandningen på egenskaperna *geltid* och *kicktid*. Undersökningen bekräftade att små förändringar av kemikaliernas proportioner förändrade härdningsförloppet markant, däremot kunde inga konkreta slutsatser dras gällande hur hartsblandningens egenskaper kan justeras för att reducera mängden riskorn. Thulin (2019) konstaterade att ytterligare experiment bör utföras, däremot föreslog han ett antal förändringar:

- Komponenterna bör blandas ihop från grunden så att mängderna av respektive komponent är säkerställd, istället för att använda sig av en förblandad vinylesterblandning som bas.
- En magnetomrörare bör användas för att säkerställa en konsekvent och tillräcklig omrörning.
- Bedömningen av härdförloppet är subjektiv och ger utrymme för en viss variation beroende på observatör. En temperaturloggning av blandningen från start till fullbordad härdning hade varit önskvärt för att få en mer objektiv beskrivning.

En mer utförlig sammanfattning av den interna studien återfinns i Bilaga 3.

4.2 Measure

Measure-fasen har övervägande utgjorts av planering och utförande av experimentet. Planeringen av försöket har genomförts enligt tilläggsmaterial från Montgomery (2012b), se Bilaga 1. Parallellt med planeringen utfördes pilotförsök i syfte att bekanta oss med metodiken samtidigt som det gav möjlighet att upptäcka potentiella felkällor i ett tidigt skede. Nedan följer en beskrivning av planeringen, pilotförsöket och utförandet av experimentet.

4.2.1 Planering av experimentet

Syftet med experimentet är att generera ökad kunskap och förståelse om hur hartsblandningens egenskaper kan kontrolleras och styras. De egenskaper hos hartsblandningen som undersökts representeras i form av responsvariabler, se Tabell 6 nedan.

Tabell 6: Responsvariabler för experimentet.

Responsvariabel (enhet)	Normal nivå	Mätprecision	Önskad nivå	Mätinstrument
Viskositet (s)	23-28 s	± 1 s	23-28 s	Viskositetsbägare
Geltid (min)	110-180 min	± 1 min	Okänd	Okulärt/Termologger
Delta-tid (min)	Okänd	± 1 min	Okänd	Okulärt/Termologger
Energi (J/g)	≈ 200 J/g	± 0.01 J/g	Okänd	DSC-maskin
Onset (min)	4-6 min	± 0.1 min	Okänd	DSC-maskin

Egenskaper som ordinärt följs upp vid kvalitetssäkringen av hartsblandningen är viskositet, geltid, samt mängden exoterm energi. Dessa egenskaper är centrala vid tillverkningsprocessen, inte minst vid momentet vakuuminjicering. Vid kontrolltillfällena eftersträvas en viskositet mellan 23–28 sekunder i syfte uppnå lämplig injiceringshastighet. Den normala nivån för en geltid tillåts variera mellan 110-180 minuter, där den låga gränsen ska agera skydd mot att materialet härdar innan hela glasfiberkroppen har injicerats. Mängden exoterm energi följs upp för att säkerställa ett kontrollerat härdförlopp. Antalet responsvariabler som undersöks i detta försök har således utökats från ordinarie provtagning.

I undersökningen genomförd av Thulin (2019) undersöktes även egenskapen *Kicktid*. Denna variabel definierades som tiden från start till kickpunkt, vilket innebar att geltiden var inkluderad i samtliga mätvärden. Detta resulterar i att de två responsvariablerna är direkt beroende av varandra. Därav togs beslutet att inte inkludera den responsvariabeln i detta experiment, utan istället undersöka tidsdifferensen mellan kickpunkt och gelpunkt, uttryckt i *Delta-tid* (eller *D-tid*). Utöver ovan nämnda responsvariabler loggas även ett antal andra parametrar i syfte att möjliggöra undersökning av eventuella korrelationer. Dessa parametrar kan ses i Tabell 7 nedan.

Tabell 7: Övriga parametrar som loggas under experimentet.

Parameter (enhet)	Normal nivå	Mätprecision	Mätinstrument
Omgivningstemperatur (°C)	≈ 22 °C	± 0.1 °C	Termologger
Kicktemp (°C)	Okänd	± 0.1 °C	Termologger
DSC-Vikt (mg)	4–9 mg	± 0.01 mg	Våg
Peak (min)	19-21 min	± 1 min	DSC-maskin
Endset (min)	24-26 min	± 1 min	DSC-maskin

De försöksfaktorer som testas är samtliga ingående kemikalier som utgör den slutgiltiga hartsblandningen. Vid ordinarie produktion blandas en stor batch, ca 250 kg, av de kemikalier som utgör vinylesterblandningen. Vid framtagning av dessa blandningar extraheras en mindre mängd vinylesterblandning, ca 1 kg, för att kvalitetssäkras i laboratorium. Detta innebär att de kvalitetskontroller som vanligtvis genomförs baseras på en förblandad vinylesterblandning. I detta experiment, i linje med rekommendationen från Thulin (2019), kommer samtliga ingående kemikalier att blandas som fristående ämnen till en total massa av 100 g. En sammanställning av kemikalierna som utgör försöksfaktorerna, dess procentuella mängd i den ordinarie blandningen samt restriktionerna för respektive faktor återfinns i Tabell 8 nedan.

Tabell 8: Försöksfaktorer för experimentet.

Försöksfaktor	**ID**	**Originalmängd (%)**	**Restriktioner (%)**
Basharts	A	86.00	$82.50 \leq X_A \leq 95.00$
Styren	B	13.50	$3.00 \leq X_B \leq 15.00$
Accelerator A	C	0.13	$0.05 \leq X_C \leq 0.30$
Promotor	D	0.20	$0.08 \leq X_D \leq 0.50$
Accelerator B	E	0.33	$0.10 \leq X_E \leq 0.50$
Initiator	F	1.00	$0.50 \leq X_F \leq 2.50$

Valet av min- respektive max-värde för restriktionerna baserades på det tidigare försöket genomfört av Thulin (2019), där dessa restriktioner är något utökade för att vidga försöksområdet ytterligare. Vidare drogs slutsatsen att samtliga kemikalier behöver finnas med i respektive delförsök, huvudsakligen av praktiska skäl för att härdningsforloppet ska ske inom rimlig tid, vilket resulterar i att samtliga försöksfaktorer innehar multipla restriktioner. Vid uppskattning av potentiella samspel mellan försöksfaktorer är det rimligt att anta, i enlighet med Ziaee och Palmese (1999), att en ökad mängd styren resulterar i en lägre viskositet. Vidare är det troligt, i överensstämmelse med både Cook et al. (2001) och Abadie et al. (2002), att en förhöjd mängd av acceleratorerna och initiatorn resulterar i kortare geltid. I syfte att minimera oförklarlig variation och således minska bruset i experimentet har faktorer som inte undersökts, men som fortfarande är möjliga att styra och kontrollera, hanterats som konstanta faktorer. De konstanta faktorerna kan ses i Tabell 9 nedan.

Tabell 9: Konstanta faktorer för experimentet.

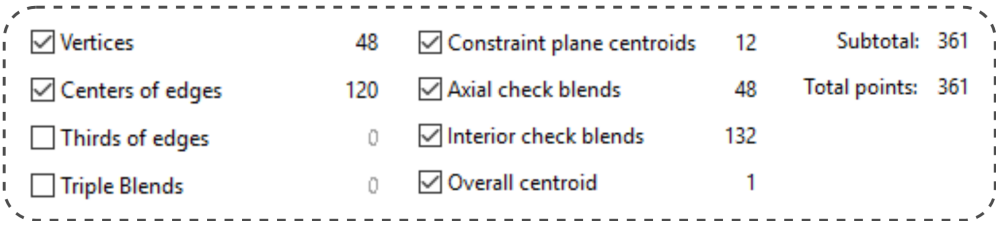
Konstant faktor (enhet)	Önskad nivå	Tillåten spridning	Mätprecision	Kontroll av faktor
Mängd hartsblandning (g)	100 g	± 0.02 g	± 0.01 g	Väg totala massan
Konstanta kemikaliebatcher	Oföränderlig	Okänd	Okänd	Kemikalier från samma batch
Omrörningstid 1 (min)	5 min	± 1 s	± 0.01 s	Klocka omrörning för varje delförsök
Omrörningstid 2 (min)	1 min	± 1 s	± 0.01 s	Klocka omrörning för varje delförsök
Varvtal omrörning (rpm)	500 rpm	Ingen	± 0 rpm	Samma inställning samtliga delförsök
Mätintervall temp (s)	3 s	Ingen	± 0 s	Kontrolleras via termologger

De faktorer som kan tänkas påverka utfallet hos responsvariablerna men som inte är möjliga att styra och kontrollera kategoriseras som störfaktorer. I detta fall, då samtliga delförsök utförs i en relativt kontrollerad laborationsmiljö, är dessa till stor grad kopplad till de mät- och blandningsmoment som är av manuell karaktär. En sammanställning av samtliga störfaktorer återfinns i Tabell 10 nedan.

Tabell 10: Störfaktorer för experimentet.

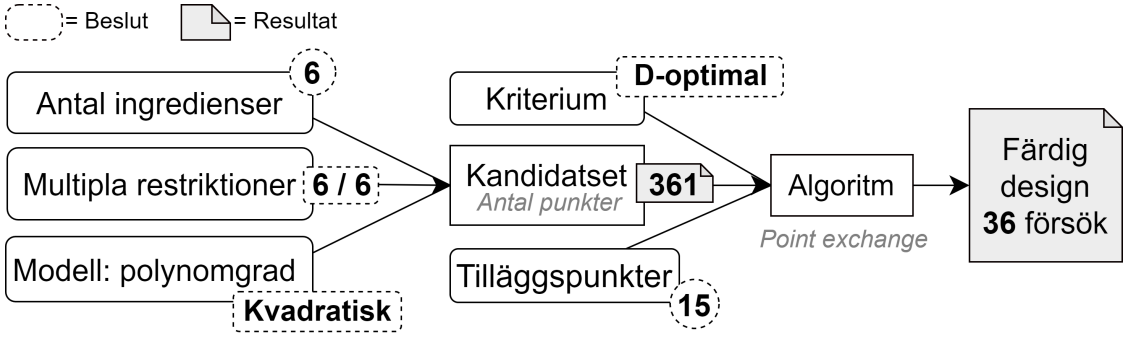
Störfaktor	Mätprecision	Strategi för hantering	Förväntad effekt
Varierande omgivnings-temperatur	± 0.1 °C	Kontrollera temperatur inför varje delförsök	Kan påverka
Bedömning av gelpunkt	Subjektiv	Samma person utför bedömning	Minimal
Mätning av viskositet	Subjektiv	Samma person utför mätning	Minimal
Bortfall av flyktiga ämnen	Okänd	Förvaras i slutna bägare varav öppen tid minimeras	Kan påverka
Förlust av harts som fastnar på instrument	Okänd	Droppa tillbaka det som är möjligt	Minimal
Blandas in luftbubblor vid omrörning	Okänd	Logga och notera stora avvikelser	Kan påverka
Termotråd i spricka	Okänd	Om möjligt använd två termotrådar	Kan påverka
Kylning från metall i dragskåp	Okänd	Ställ plastbägare på träspatlar	Minimal
Upplösning på våg	± 0.01 g	Samma person blandar och lär sig hantera vågen	Kan påverka
Varierande tidsspann till DSC	Okänd	Samma person utför momentet och stora avvikelser noteras	Kan påverka
Tolkning av DSC-kurva	Subjektiv	Justering av kurvan sker vid behov	Kan påverka

Baserat på de identifierade responsvariablerna och de etablerade försöksfaktorerna genererades en försöksplan. Eftersom samtliga sex försöksfaktorer innehar multipla restriktioner uppstår försöksområdet i en oregelbunden form, vilket innebär att algoritmen *point exchange* behöver tillämpas för att generera en försöksdesign (Piepel et al., 2005). Algoritmen utgår från ett kandidatset av försökspunkter som representerar hela försöksområdet. Kandidatsetet beror på antalet försöksfaktorer, restriktionerna samt den angivna modellen. En kvadratisk modell valdes för att möjliggöra skattning av kurvatur och kvadratiska samband mellan ingredienser (Cornell, 2011). Termer av högre ordning än kvadratiska överlagras, något som väldigt sällan påverkar bladningsexperimentets resultat negativt (ibid.). Det slutliga kandidatsetet bestod av totalt 361 försökspunkter innehållande bland annat 48 hörnpunkter, 120 centrala kantpunkter, vilket innebär att försöksområdet har 48 unika hörn och 120 kanter. Se hela kandidatsetet i Figur 21 nedan.



Figur 21: Försöksområdets kandidatset. Bild extraherad från Design Expert 12.

När kandidatsetet är etablerat, behöver algoritmen ett kriterium att utgå ifrån samt önskat antal försök som ska utgöra den slutliga försöksplanen. Kriteriet D-optimalitet valdes då den har hög predikterande förmåga av ingrediensernas regressions-koefficienter, vilket tillåter god förståelse för hur ingredienserna påverkar responsvariablerna (de Aguiar et al., 1995). Detta förväntas medföra resultat där man tydligt kan karaktärisera och urskilja ingrediensernas effekter. 21 modellpunkter valdes förslagna av programvaran. Utöver dessa inkluderades även fem lack-of-fit punkter för att möjliggöra statistisk bedömning av hur väl en modell beskriver responsvariablen. Fem replikatförsök valdes för att skatta naturlig variation, samt fem centrumpunkter för att erhålla en tillförlitlig skattning av kurvatur vid analys. Därmed valdes totalt 36 delförsök och algoritmen kunde generera försöksplanen. Se tillvägagångsättet i Figur 22 nedan.



Figur 22: Illustrativ beskrivning av tillvägagångsätt vid skapande av försöksplan.

Körordningen ordnades till fullständig randomisering för att minimera påverkan av störfaktorer. Vidare gjordes ingen blockindelning då samtliga kemikalier kommer från samma batch och då samma personer genomför experimenten under en relativt kort och kontinuerlig tidsperiod. En fullständig försöksplan återfinns i Bilaga 4.

4.2.2 Pilotförsök

Vid planeringen av experimentet utfördes ett pilotförsök i syfte att bekanta oss med metodiken samt för att fånga eventuella störfaktorer i ett tidigt skede. Pilotförsöket utfördes genom total nio separata delförsök enligt originalreceptet, se Tabell 8, och baserades på förblandade vinylesterblandningar. För att vara tidseffektiva utnyttjades även pilotförsöket som ett tillfälle för att undersöka huruvida momentet avgasning, vilket utförs innan injicering av hartsblandningen i produktionen, kan påverka vissa av responsvariablernas utfall. Detta moment genomförs vanligtvis inte innan kvalitetssäkringen av hartsblandningen, vilket gjorde hypotesen intressant för fallföretaget. Av de totalt nio delförsök som genomfördes var de fem första proven icke-avgasade (IA), följt av fyra stycken avgasade (A) prov. En sammanställning av pilotförsöket kan ses i Tabell 11 nedan.

Tabell 11: Försöksuppställning vid pilotförsök.

Prov	Viskositet (s)	Geltid (min)	Delta-tid (min)	Kicktemp (°C)	Exoterm energi (J/g)
1 (IA)	23.40	150	30	240	214.33
2 (IA)	23.07	156	31	223	211.63
3 (IA)	23.92	184	29	237	157.68
4 (IA)	23.60	175	30	243	200.54
5 (IA)	24.10	176	29	201	188.02
6 (A)	24.66	146	29	191	203.67
7 (A)	24.50	168	29	170	188.74
8 (A)	23.38	152	29	203	199.66
9 (A)	24.50	157	29	-	195.49

Vid pilotförsöket användes en termogivare med termotråd av okänd modell. Denna termogivare gav inte möjligheten att logga temperaturförloppet, vilket medförde att en manuell loggning var nödvändig. Detta var ineffektivt både ur ett tidsperspektiv på grund av den aktiva närvaron som krävdes, men resulterade även i svårtolkad data vid kickpunkten när temperaturen växte snabbt exponentiellt. Vidare noterades att termotråden inte nödvändigtvis visade korrekt temperatur. Vid mätning i kokande vatten, vilket teoretiskt sätt borde ligga runt 100°C, visade sig temperaturen variera runt 110-115°C. En annan typ av termotråd testades vilket gav en betydligt mindre variation, $\pm$ 0.5°C, från det teoretiska värdet. Detta resulterade i att vi från och med prov nummer 5 bytte termotråd. Det är därför inte rimligt att jämföra potentiella skillnader mellan populationerna för egenskapen *Kicktemp*. De övriga responsvariablerna påverkades inte av vilken typ av termotråd som användes och var därav fortfarande av intresse att undersöka.

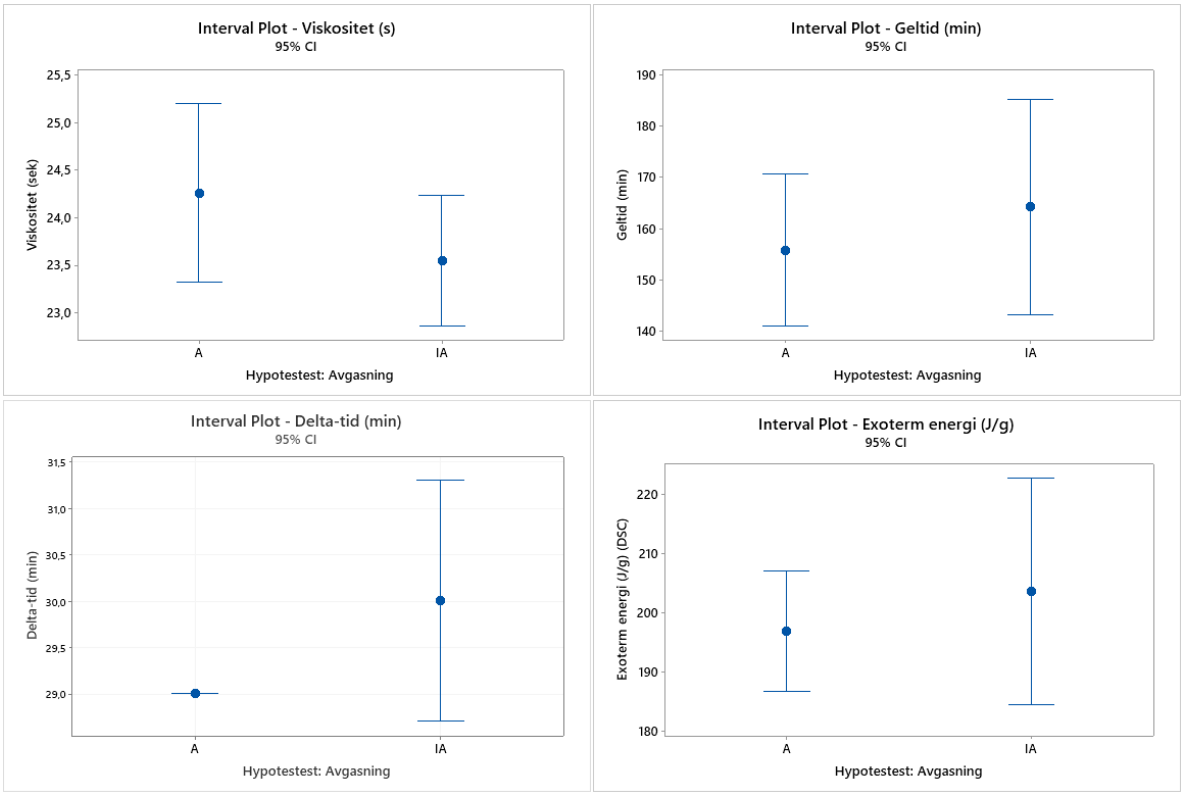
Vidare påvisades en betydligt högre geltid samt en lägre mängd energi vid prov nummer 3, vilket genomfördes under en måndag, än de två initiala försöken som genomfördes i slutet av den föregående veckan. Därav skapades en misstanke om att den vinylesterblandning som användes eventuellt kunde ha skiktat sig under helgen. Vid delförsök nummer fyra rördes vinylesterblandningen om med hjälp av en träspatel, efter genomförande konstaterades att geltiden gått ned något från föregående delförsök, samtidigt som mängden energi återgått

till en mer liknande nivå sett till de två initiala försöken. Detta indikerade att det troligtvis berodde på en skiktning av de kemikalier som utgör vinylesterblandningen. Mätvärdena för prov nummer 3 exkluderades därför från undersökningen angående avgasning.

Baserat på datainsamlingen under pilotförsöket genomfördes fyra separata t-tester, på 5 % signifikansnivå, för att urskilja om populationernas medelvärden är signifikant lika eller skilda beroende på avgasningsprocessen. T-testen formulerades enligt följande hypoteser:

$$H_0 : |\mu_1 - \mu_2| = 0$$
$$H_1 : |\mu_1 - \mu_2| \neq 0$$

Där μ_1 representerar den avgasade hartsblandningen och μ_2 representerar den icke-avgasade. Hypotesprövningen genomfördes via programvaran Minitab 18. En sammanställning av samtliga t-tester, med 95 % konfidensgrad, kan ses i Figur 23 nedan.

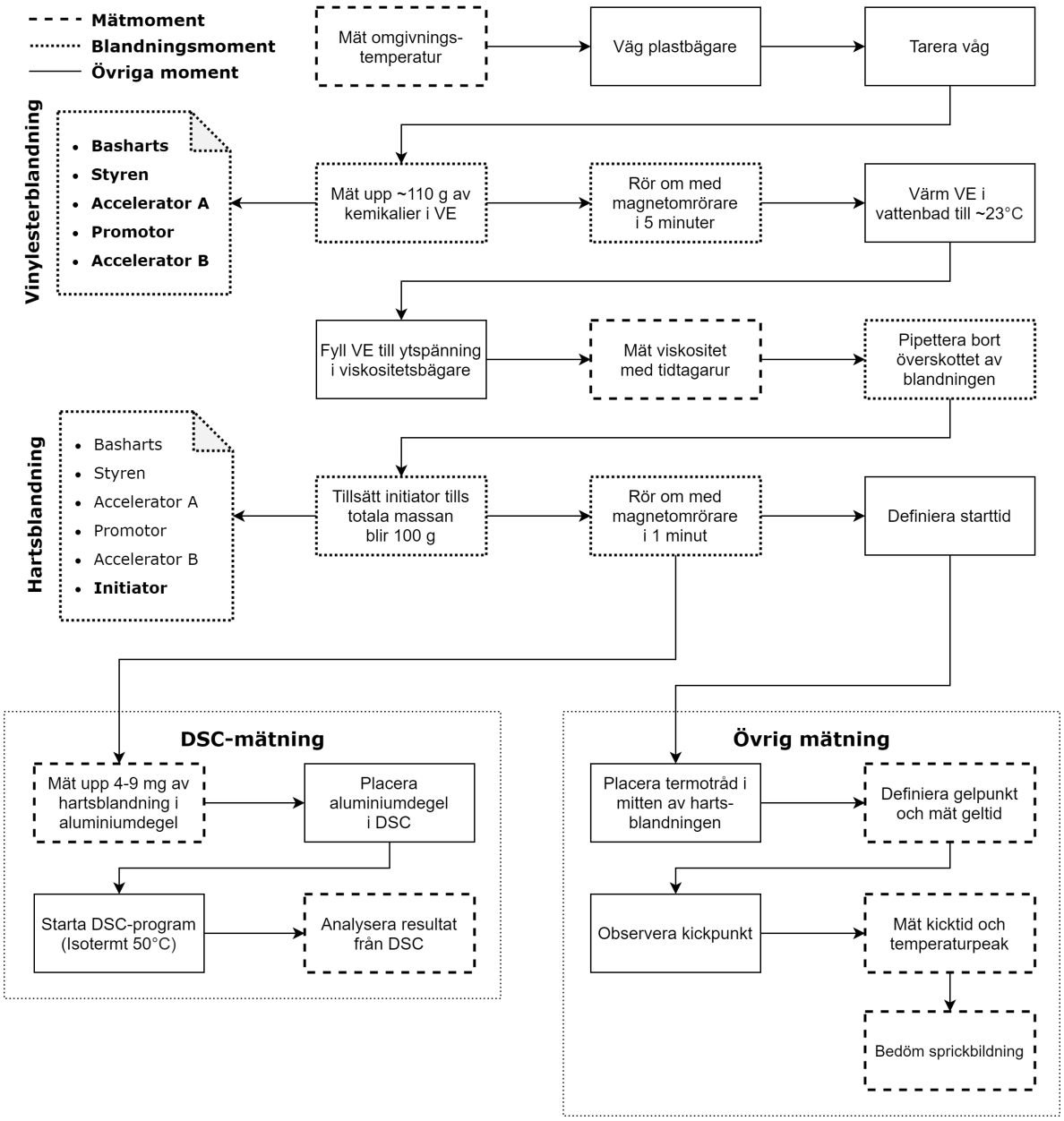


Figur 23: Sammanställning av hypotestester för avgasning (A) samt icke-avgasning (IA) för vissa av responsvariablerna.

Resultatet av t-testerna påvisar att samtliga konfidensintervall överlappar varandra, därav kan vi inte förkasta nollhypotesen om att populationen för de prövade egenskaperna kommer från samma fördelning. Detta indikerar att avgasning av vinylesterblandningen inte är nödvändig för de egenskaper som undersöks i detta experiment och momentet kan exkluderas från kommande delförsök.

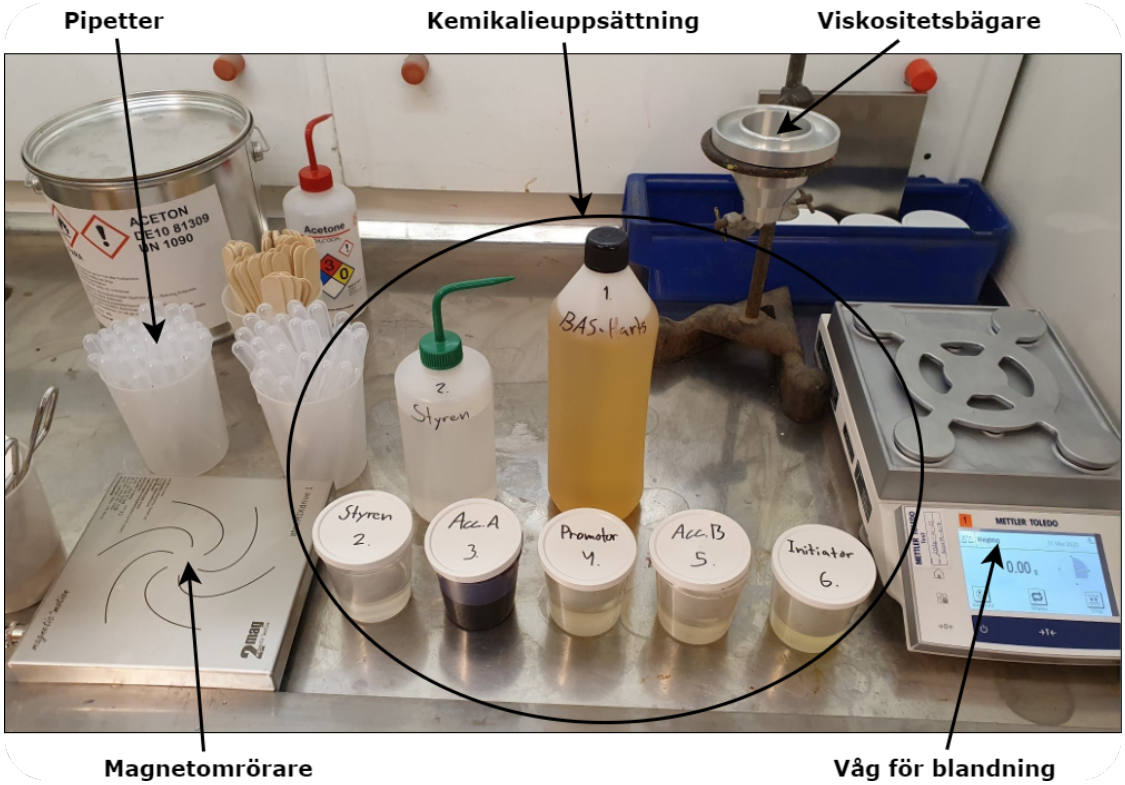
4.2.3 Utförande av experimentet

Utförandet av experimentet följer praxis vid ordinarie kvalitetssäkring av hartsblandningen i laboratorium där blandningen utgör 100 gram placerad i en plastbägare, vilket rekommenderas av (Skrifvars et al., 2004) för att enkelt studera reaktionen. Tillika har några justeringar gjorts enligt rekommendationerna från Thulin (2019). Till skillnad mot ordinarie kontrolltillfällen blandas de homogena kemikalierna som utgör vinylesterblandningen en i taget, i kontrast mot den förblandade vinylesterblandning som vanligtvis används. Vidare används en magnetomrörare för att blanda kemikalierna i motsats till den träspatel som vanligen används för att manuellt röra om blandningen. Avslutningsvis används en termologger för att följa hela härdförloppet på ett objektivt sätt. En schematisk beskrivning av de moment som genomförs för respektive delförsök kan ses i Figur 24 nedan.



Figur 24: Schematisk beskrivning av moment som utförs vid framställning av hartsblandningen och mätning av dess egenskaper.

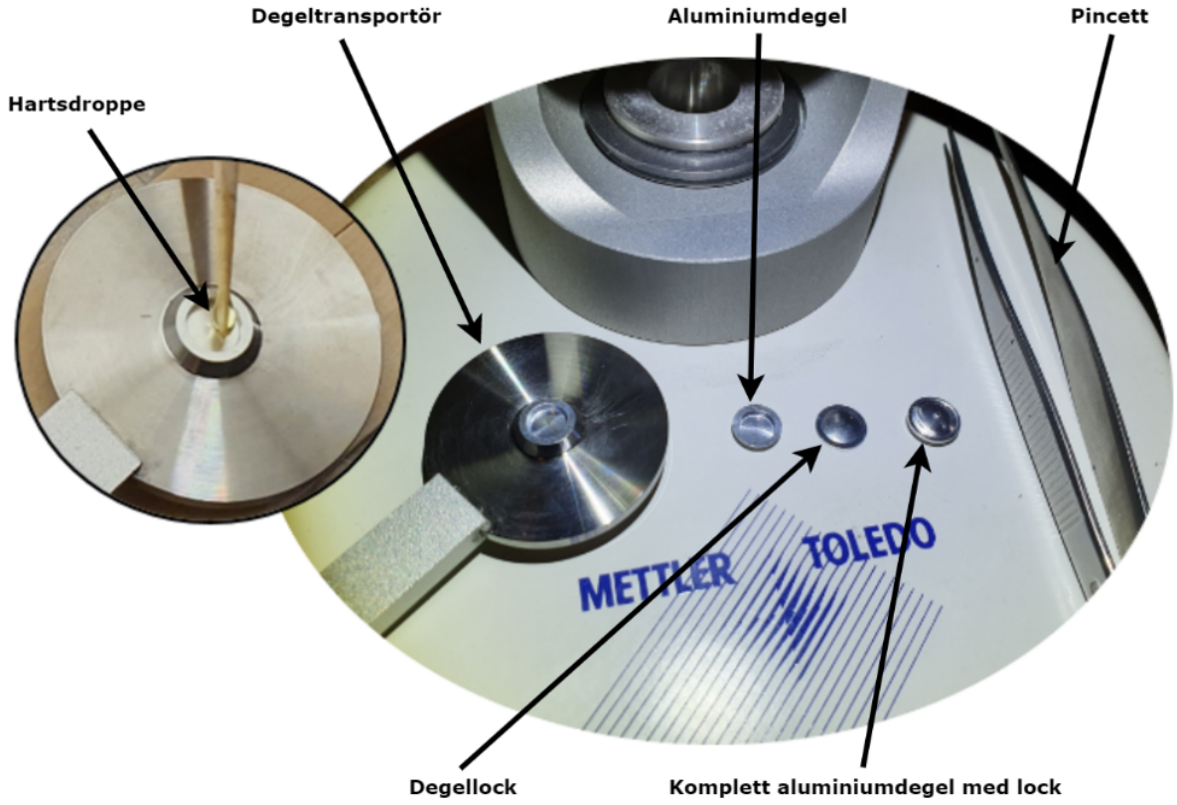
Eftersom alla delförsök är av destruktiv karaktär, på grund av att hartsblandningen härdar vid tillsats av initiatorn, är samtliga moment kritiska. Därav etablerades individspecifika uppgifter under pilotförsöken som efterföljdes under hela utförandefasen. Syftet med att en individ utför samma moment för respektive delförsök var att minska den variation som tillkommer på grund av den mänskliga faktorn, då ett mer konsekvent tillvägagångssätt kan uppnås genom den erfarenhet som genererades under pilotförsöken och kontinuerligt under utförandefasen. En översiktsbild av kemikalierna och de instrument som används vid blandningsmomenten kan ses i Figur 25 nedan.



Figur 25: Bild på den utrustning som användes vid experimentet.

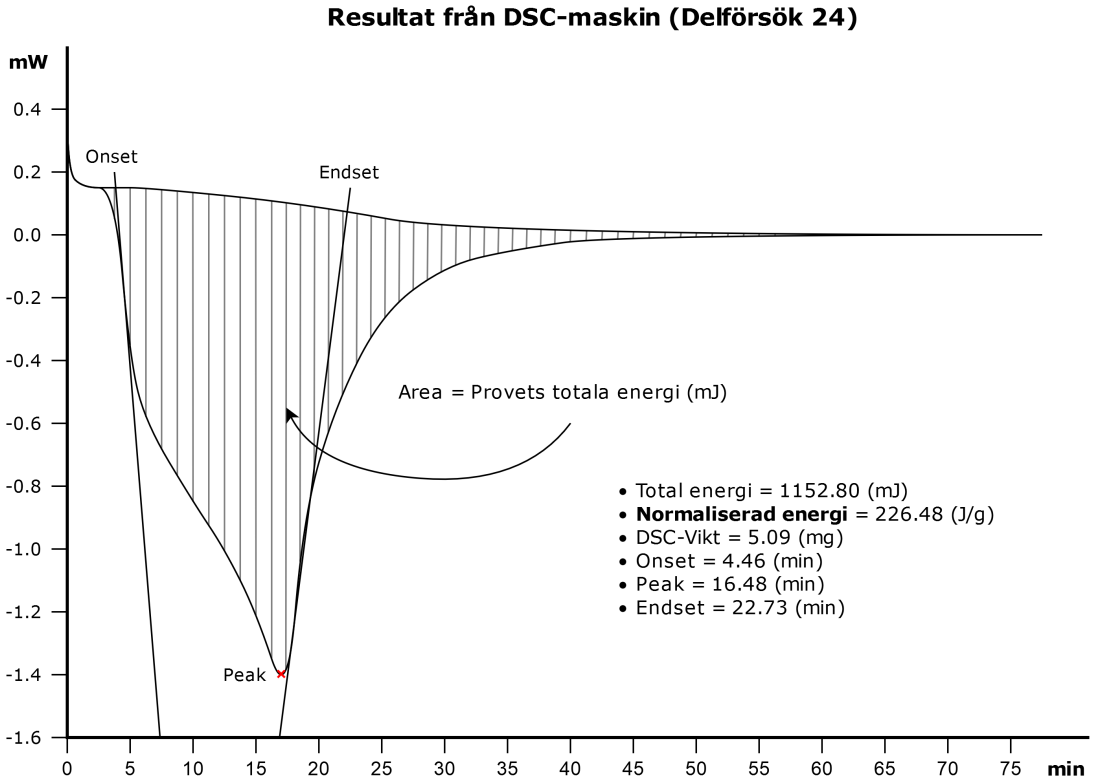
Under blandningen av kemikalierna mättes viskositeten genom en viskositetsbägare. I syfte att uppnå en så konsekvent volym som möjligt i bägaren så blandades alltid ett överskott av de kemikalier som utgör vinylesterblandningen, eftersom det krävs ca 105 g för att uppnå ytspänning. Därefter behandlades vinylesterblandningen som en homogen blandning och överskottet pippetterades bort innan initiatorn tillsattes. Detta innebär att initiatorn inte inkluderas i mätningen av viskositeten. Delvis på grund av att inte riskera förtida härdning, men även för att den anses vara försumbar i relation till den stora mängd basharts och styren som utgör vinylesterblandningen och således bör ha störst inverkan på viskositeten.

Efter tillsats och omrörning av initiatorn definierades starttiden för delförsöket. Parallellt med att starttiden noterades extraherades även en marginell del av hartsblandningen, mellan 4–9 mg, bort från provet. Vid extrahering användes en avbruten träspatel för att placera en droppe i aluminiumdegeln och en pincett nyttjades för att förflytta degeln till och från degeltransportören. Därefter mättes mängden för att säkerställa att vikten på provet var inom det specificerade intervallet innan degeln förslöts med ett lock. En översiktsbild av de verktyg som användes för att placera hartset i aluminiumdegeln och därefter i DSC-maskinen kan ses i Figur 26 nedan.



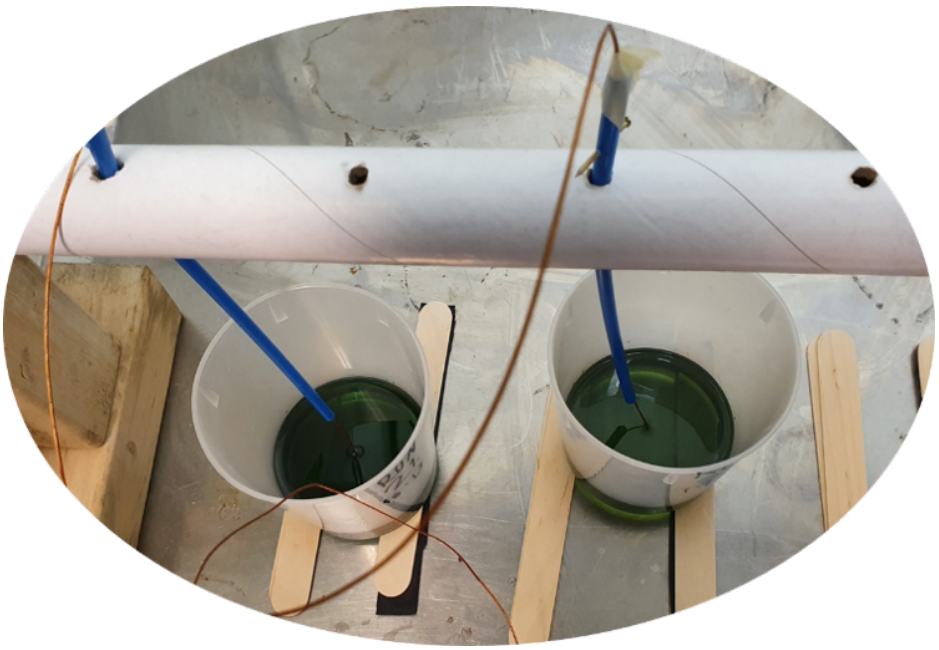
Figur 26: Aluminiumdegel och tillhörande instrument.

Efter att aluminiumdegeln med innehållande hartsblandning hade placerats i DSC-maskinen registrerades vikten i tillhörande programvara. Vid start värms en temperaturstyrd cell upp till 50°C i vilken aluminiumdegeln positioneras automatiskt. Vid denna förhöjda omgivningstemperatur påbörjas reaktionen hos hartsblandningen snabbare än vid normal rumstemperatur, vilket innebär att den lilla mängden harts hinner härda klart under ett kortare tidsintervall. Det program som körs i DSC-maskinen är inställt att gå under 90 minuter, men vanligtvis är provet klart inom ett tidsintervall på 40-70 minuter. En illustration av en DSC-kurva, där responsvariabeln *Energi* representeras av den normaliserade energin som tar hänsyn till provets vikt, kan ses i Figur 27 nedan.



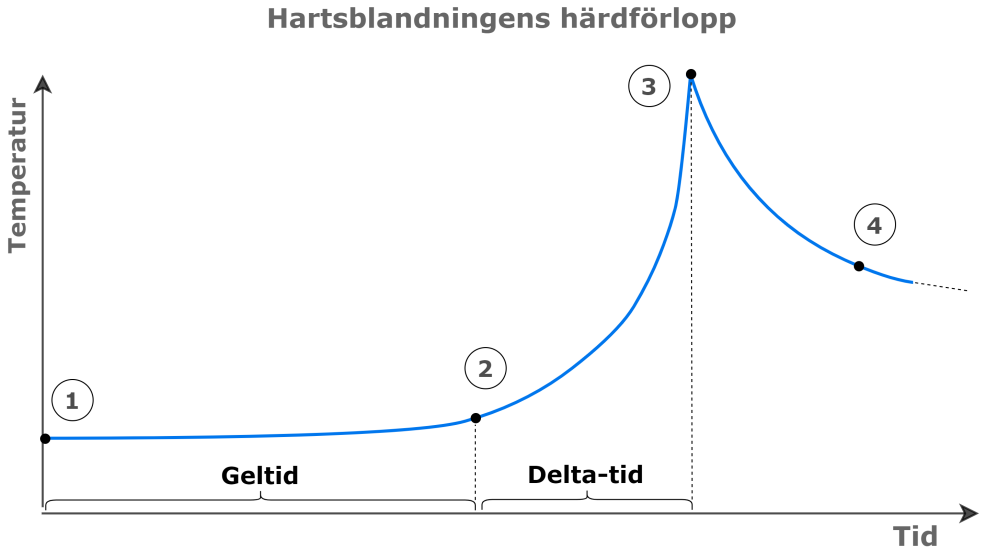
Figur 27: Resultat från DSC-kurva för delförsök 24.

Parallellt med att DSC-provet initierades placerades en termotråd i den plastbägare som utgjorde mätning via okulär inspektion och termologgern. För att undvika oönskade rörelser från termotråden under delförsöken konstruerades en ställning med tre stycken sugrör placerade horisontellt ovanför plastbägarna. Termotråden placerades ner i hartsblandningen genom sugrören, därefter var det möjligt att arrangera termotrådarna i mitten av bägaren. En visualisering av placeringen kan ses i Figur 28 nedan.



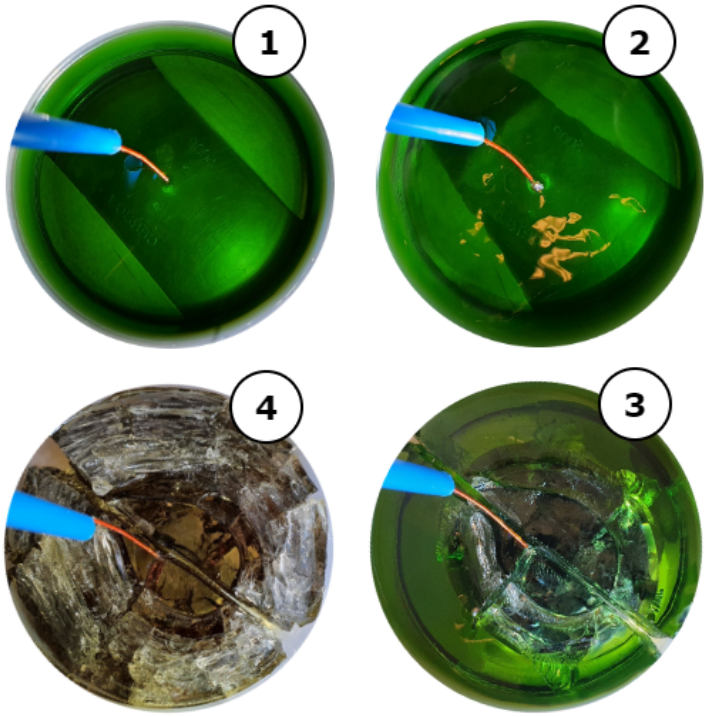
Figur 28: Placering av termotråd i plastbägare med innehållande hartsblandning.

Varje delförsök kategoriseras av fyra distinkta stadier där hartsblandningens tillstånd i plastbägaren förändras. Två av dessa stadier utgörs av responsvariabler och innefattar tiden det tar för hartset att övergå till det andra, respektive det tredje, stadiet. Övergången mellan dessa stadier representeras av responsvariablerna *Geltid* och *Delta-tid*. Trots att dessa responsvariabler mättes genom okulär inspektion är det möjligt att illustrera dem i tidsaxeln genom den temperaturkurva som genererades via termologgern. En visualisering av temperaturförloppet kopplat till respektive stadie kan ses i Figur 29 nedan.



Figur 29: Responsvariabler visualiserade i temperaturkurvan för delförsök 24.

Respektive stadie i dess reella form återfinns i Figur 30 nedan.



Figur 30: Reell representation av de fyra stadierna för delförsök 24.

Vid stadie 4 är hartset färdighärdat och materialet är i ett glasliknande stadium. Dessa stadium representeras av de fyra stadier som sker vid polymerisation (Silva et al., 2001). Ur figuren ovan går att tyda att sprickbildningen påbörjas vid stadie 3 och ökar sedan kontinuerligt tills dess att stadie 4 uppnåtts. Då stora skillnader i sprickbildning kunde uppmärksammas, skapades responsvariabeln *Sprickbildning*. När samtliga delförsök har nått stadie 4 utvärderas sprickbildning på en skala från 1–10, där 1 är minst och 10 mest sprickor. En representation av graderingen innehållandes 1, 5 respektive 10 kan ses i Figur 31 nedan.

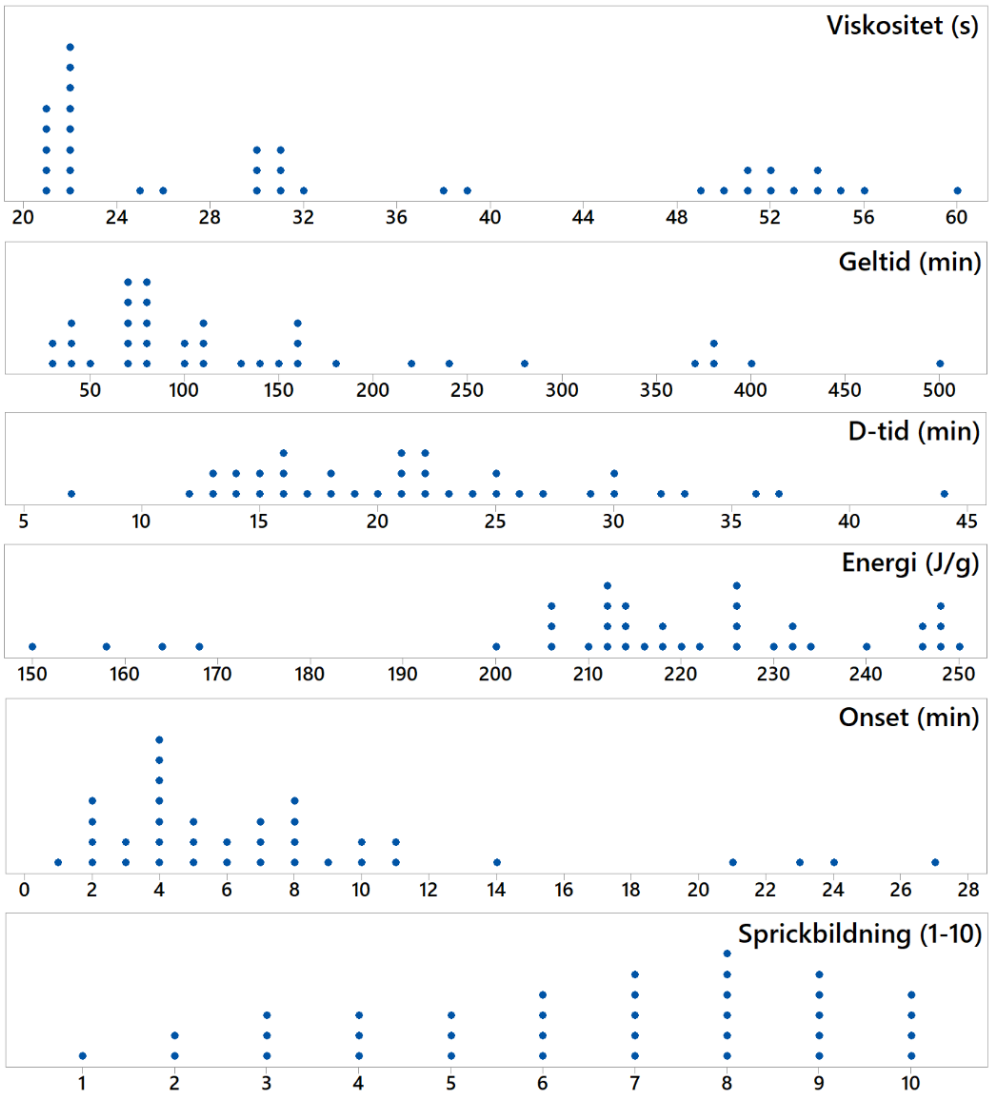
Figur 31: Bilder tagna på tre delförsök som representerar olika skalor av sprickbildning.

Bedömningen av sprickor är av subjektiv karaktär men har genomförts på ett konsekvent sätt för samtliga delförsök. Bilderna är tagna med en ljuskälla både under- och ovanifrån och har bedömts beroende på mängden ljus som släpps igenom samt en visuell granskning av sprickbildningen. I de fall där en högre grad sprickor existerar släpps mindre ljus igenom materialet på grund av reflektion. Under genomförandet av försöket påvisades också att färgen på materialet varierade mycket beroende på ingrediensernas proportioner i blandningen. Vidare studerades sprickbildning för prover från pilotförsöken med ordinarie blandningsproportioner, se Figur 32. Samtliga prover representerade gradering 9 på den bedömningsskala som användes till delförsöken.

Figur 32: Bild på ett prov med ordinarie blandningsproportioner.

4.3 Analyze

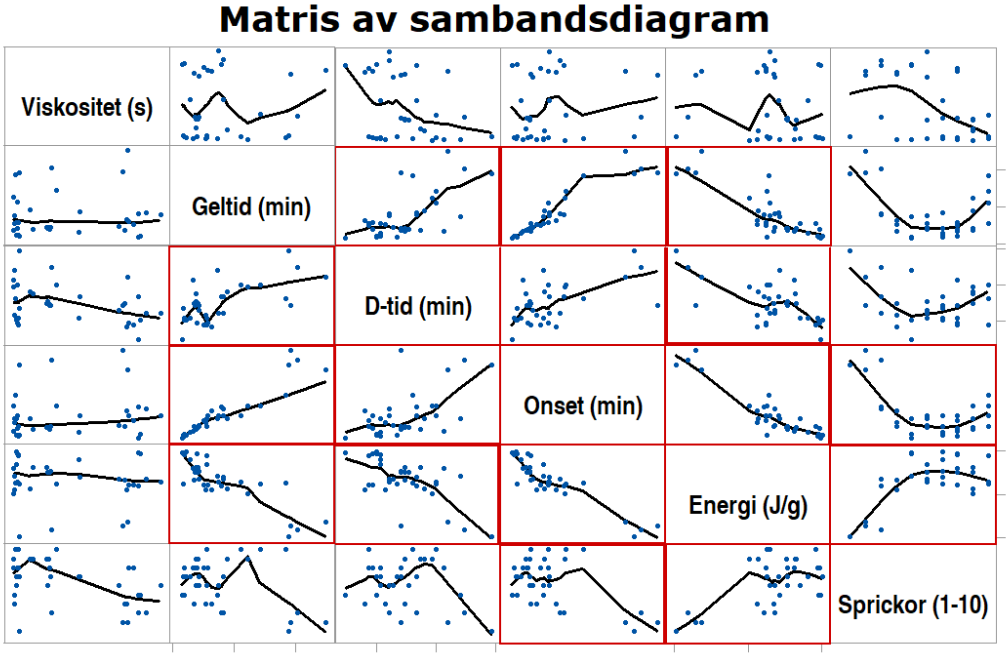
För att erhålla en första överblick av samtliga 36 delförsök har ett punktdiagram skapats för respektive responsvariabel, se Figur 33 nedan. I diagrammen kan man se den numeriska fördelningen av de 36 uppmätta mätvärdena. Det går att urskilja två olika fördelningar ur de sex diagrammen. För *D-tid* och *Sprickbildning* uppvisar datan en någorlunda jämn fördelning. Medan för resterande responsvariabler, uppstår en fördelningen med ett antal extrempunkter som skiljer sig från majoriteten av mätvärdena. Fenomenet kan möjligtvis bero på att det är relativt få datapunkter där en jämn fördelning inte kunnat uppstå. Det finns också skäl att misstänka försöksdesignen. Med nästintill alla försökspunkterna i försöksområdets hörn och utkanter, finns mindre blandningsutfall som systematiskt undersöker områdets olika plan, vilket resulterar i en mer extrem fördelning. Detta är mest troligt ett resultat av en D-optimal design som syftar till att karaktärisera försöksfaktorerna. Det är ingenting som motverkar analys av datan, men är viktigt att notera. Se samtliga datapunkter och dess mätvärden i Bilaga 5.



Figur 33: Punktdiagram för samtliga responsvariablers mätvärden.

4.3.1 Korrelationsanalys

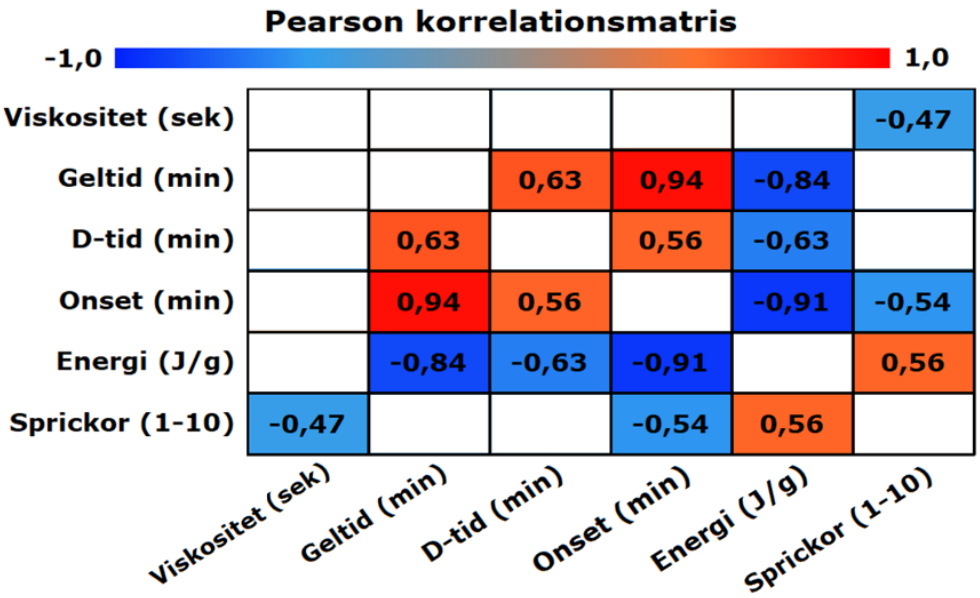
I syfte att möjliggöra identifiering av eventuella samband mellan responsvariablerna har en korrelationsanalys genomförts. Identifiering av samband är nödvändigt för att förstå huruvida det är möjligt att styra hartsblandningens egenskaper beroende varandra. För att bilda en initial helhetsbild av situationen visualiserades respektive variabel mot de övriga genom sambandsdiagram där en stödlinje har inkluderats för att underlätta tolkning. En positiv korrelation representeras av en växande linje och indikerar att ett högre värde av egenskapen resulterar i ett högre värde för den jämförda egenskapen. En negativ korrelation indikeras genom en avtagande linje där högre värden av egenskapen minskar den andra egenskapen. Samtliga sambandsdiagram har sammanfattats i en matris där de tydligaste sambanden har markerats i rött, se Figur 34 nedan. Parametrarna *Omgivningstemperatur*, *Kicktemp*, *Peak* och *Endset* har exkluderats från korrelationsanalysen då inga tydliga korrelationer identifierades.



Figur 34: Matris av sambandsdiagram för responsvariablerna och övriga loggade parametrar.

Ur figuren ovan går det att urskilja att både positiva och negativa korrelationer mellan egenskaperna existerar. Initialt finns en indikation om att variabeln *Energi* har en negativ korrelation med de tre egenskaperna, geltid, delta-tid och onset, vilket antyder att egenskapen är central för reaktionstiden.

För att vidare undersöka korrelationerna genererades en Pearson korrelationsmatris som statistiskt säkerställer linjära samband mellan två variabler, uttryckt genom en korrelationskoefficient. Matrisen underlättar jämförande analys mellan då många variabler beaktas. Koefficienten kan anta värden mellan -1 och 1, där värden under 0 representerar en negativ linjär korrelation och värden över 0 representerar en positiv linjär korrelation. Parallellt med utvärderingen av korrelationerna undersöktes även vilka av sambanden som är signifikanta på 1 % signifikansnivå. Korrelationsmatrisen kan ses i Figur 35 nedan, där de samband som inte var signifikanta har exkluderats från figuren för att underlätta tolkning.

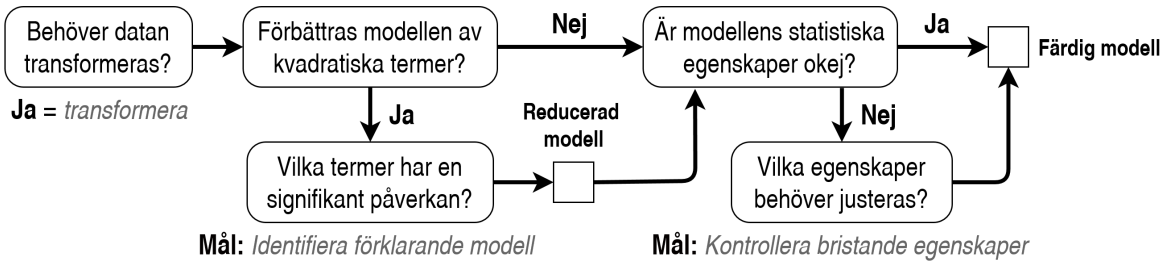


Figur 35: Pearsonkorrelationsmatris.

Ur korrelationsmatrisen ovan påvisas att samtliga av de tidigare identifierade sambanden är signifikanta och innehar antingen en relativt stark eller stark korrelation. Ytterligare en signifikant korrelation framkom mellan egenskaperna *Viskositet* och *Sprickbildning*, vilket indikerar att en högre viskositet genererar mindre sprickor. En sammanställning av samtliga korrelationers p-värden återfinns i Bilaga 5. I likhet med sambandsdiagrammen verifierar korrelationsmatrisen att egenskapen *Energi* innehar en negativ linjär korrelation med *Geltid*, *D-tid* och *Onset*, samtidigt som det finns en positiv linjär korrelation med *Sprickbildning*. Detta antyder att en hög *Energi* resulterar i ett kortare reaktionsförlopp i form av minskad *Geltid*, *D-tid* och *Onset* samtidigt som en högre andel sprickor genereras. I motsats resulterar en låg *Energi* ett längre reaktionsförlopp i form av en ökad *Geltid*, *D-tid* och *Onset* och en mindre andel sprickor.

4.3.2 Förklarande modell

Det första steget för att möjliggöra analys av ingrediensernas påverkan på hartsblandningens egenskaper var att skapa en förklarande modell för respektive responsvariabel. En regressionsmodell innehållande termer som förklarar responsvariabelns varierande beteende inom det givna försöksområdet. Då en kvadratisk modell valdes vid skapande av försöksdesign tillåts modellen bestå av både linjära- och kvadratiska termer som kan förklara samspel mellan två ingredienser. Processen för skapandet av en förklarande modell innehåller flera centrala steg och genomförs på samma sätt för respektive responsvaribel, se processen i Figur 36 nedan.

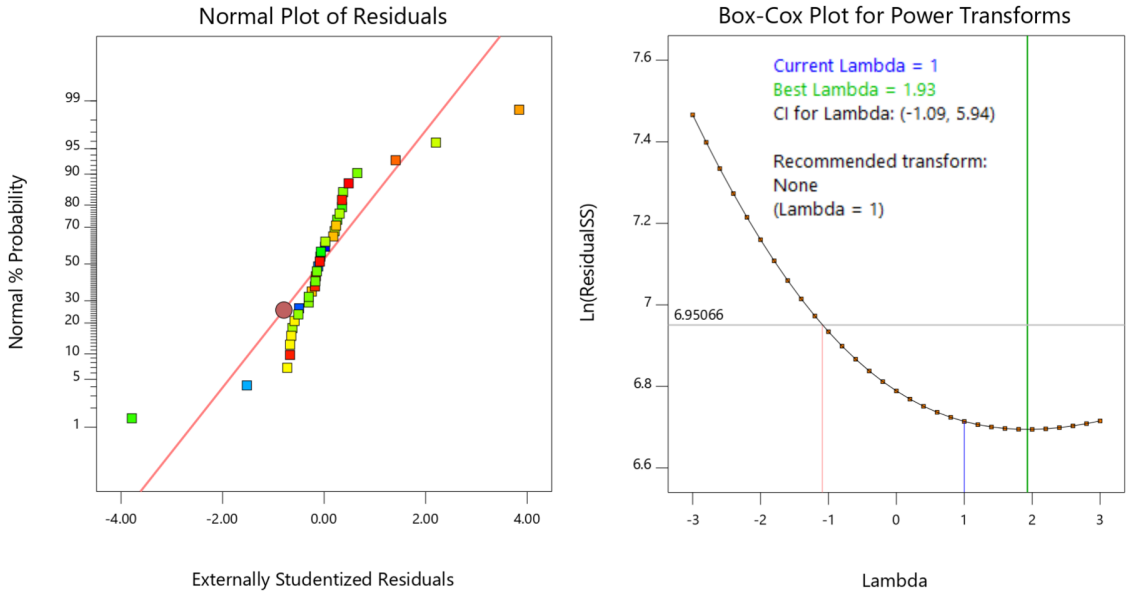


Figur 36: Process för skapande av förklarande modell.

För att redogöra mer ingående hur processen har genomförts presenteras respektive steg i detalj för responsvariablen *Energi*.

Förklarande modell för *Energi*

Initialt undersöktes residualernas normalfördelningsdiagram och Box-Cox diagram för att utreda om transformation av datan är nödvändigt, se diagrammen i Figur 37 nedan. Detta görs på en i förväg utvald modell av programvaran där alla termer inkluderas. Residualerna beskriver modellens prediktionsfel och beräknas genom att det predikterade värdet subtraheras från det observerade mätvärdet. Om residualerna inte är normalfördelade ges en indikation att en transformation kan vara nödvändig. I detta fall följer majoriteten av residualerna en rak linje med ett antal uteliggare vilket antyder att datan är normalfördelad. Däremot kan vi notera att uteliggarna orsakar en brantare lutning och kan komma att influera den förklarande modellen. Tillsammans med Box-Cox diagrammet, som påvisar att det nuvarande lambda värdet är nära minimum, är slutsatsen att datan inte behöver transformeras.



Figur 37: Normalfördelningsdiagram för residualerna och Box-Cox diagram.

Nästa steg är att utreda om kvadratiska termer behöver inkluderas i modellen. Detta kan göras genom att studera modellanpassingen sekventiellt. Programvaran undersöker hur mycket bättre modellen blir med kvadratiska termer i jämförelse med en modell som enbart inkluderar linjära termer. I Figur 38 kan man se att både justerad- och predikterad förklaringsgrad ökar vid tillägg av kvadratiska termer på en linjär modell. Tillika framgår det att en linjär

modell inte kan förklara responsvariabeln med ett signifikant p-värde på 0.0036 (< 0.05) för bristande passning. Dessutom påvisas ingen signifikant förbättring vid tillägg av högre ordningens termer, med ett p-värde på 0.4134 (> 0.05). Därmed bör den förklarande modellen för *Energi* innehålla både linjära och kvadratiska termer.

Source	Sequential p-value	Lack of Fit p-value	Adjusted R^2	Predicted R^2	
Linear	< 0.0001	0.0036	0.5974	0.4801	
Quadratic	**0.0001**	**0.4134**	**0.9103**	**0.7490**	**Suggested**
Special Cubic	0.4134		0.9150		Aliased

Figur 38: Statistik för sekventiell modellpassning

Som utgångspunkt inkluderas alla sex linjära termer samt alla 15 kvadratiska termer i den förklarande modellen. För att se vilken ingrediens som representeras av termerna, se Tabell 8. Däremot är det inte rimligt att anta att *Energi* kan förklaras av alla termer. Därför behöver vi reducera den förklarande modellen genom att förkasta termer som inte har en signifikant påverkan på responsvariablens beteende. Det mest objektiva angreppsättet är att använda sig av automatisk modellselektion, där en algoritm väljer ut signifikanta termer givet ett kriterium. Två informationskriterium rekommenderas vid blandingsexperiment; Akaike's Information Criterion (AICc) och Bayesian Information Criterion (BIC). Båda uppskattar den relativa mängden information som förloras av en given modell, ju mindre information en modell förlorar, desto högre är kvaliteten på modellen. Därför vill algoritmen minimera informationskriteriet. Det är en fördel att köra algoritmen med båda kriterier samt både framåt (lägger till termer) och bakåt (tar bort termer) för att jämföra resultaten. För *Energi* generade AICc det minsta värdet genom tillägg av termer. Den reducerade modellen uppvisar dessutom god förklarande förmåga av responsen, se utfallet i Figur 39 nedan.

Direction	AICc	BIC
Backward	277.496	279.207
Forward	270.220	275.657

R^2	0.9370
Adjusted R^2	0.9042
Predicted R^2	0.8424

Figur 39: Värden genererade av automatisk modellselektion.

Den nya reducerade modellen inkluderar samtliga sex linjära termer och analyseras som en enhet till följd av fullständigt beroende vid blandningsexperiment. Det betyder inte att alla ingredienser har lika stor inverkan på responsvariablen, däremot finns det blandningskombinationer där en eller flera ingredienser har en signifikant individuell påverkan. Gällande kvadratiska termer har sju av de tidigare 15 inkluderats, vilket påvisar att flera tvåkomponentsamspel har en signifikant påverkan på responsvariabeln. Se inkluderade termer i Figur 40 nedan. Som förväntat har modellen en god förklarande förmåga då en signifikant bristande passning kan förkastas, vilket innebär att modellens residualer till stor del beror på statistiskt brus och inte av en dåligt förklarande modell. En bra förklarande modell för den insamlade datan har därmed identifierats.

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	20092.67	12	1674.39	28.52	< 0.0001	**significant**
Linear Mixture	14043.35	5	2808.67	47.83	< 0.0001	
AB	1244.05	1	1244.05	21.19	0.0001	
BD	192.87	1	192.87	3.28	0.0830	
BE	266.78	1	266.78	4.54	0.0440	
CE	791.12	1	791.12	13.47	0.0013	
CF	965.06	1	965.06	16.44	0.0005	
DF	2606.42	1	2606.42	44.39	< 0.0001	
EF	818.99	1	818.99	13.95	0.0011	
Residual	1350.55	23	58.72			
Lack of Fit	882.03	14	63.00	1.21	0.3966	**not significant**
Pure Error	468.52	9	52.06			
Cor Total	21443.22	35				

Figur 40: ANOVA-tabell för reducerad modell.

För att säkerställa om den nya modellen är fungerande, har en residualanalys för delförsöken genomförts, se Figur 41 nedan. Återigen inspekteras residualernas normalfördelningsdiagram som fortfarande uppvisar att majoriteten av residualerna följer en rak linje. Dessutom har antalet uteliggare minskat, vilket antyder att modellen kan förklara responsvariabeln för ett större urval av blandningar. Dock uppstår en avvikelse för delförsök 3, som har högre *Energi* än vad modellen predikterat. Detta indikerar att delförsök 3 antingen är ett missvisande mätvärde eller en naturlig avvikelse från modellen. Mätvärdet kunde kontrolleras i efterhand då mätinstrumentet sparat hela reaktionsförloppet för varje prov. Vid kontroll noterades ingen systematisk avvikelse och därmed tillåts delförsök 3 kvarstå och dess inflytande på modellen accepteras. Slutligen studerades residualerna i körordning för att observera om avvikande trender uppstått under experimentets genomförande. Förutom delförsök 3 har residualerna en tillsynes jämn spridning utan avvikande trender och den förklarande modellen för *Energi* kan betraktas som fastställd.

Figur 41: Residualanalys av reducerad modell.

Modellsammanfattning

Alla sex responsvariablers förklarande modeller skapades enligt processen ovan. Resultatet blev en linjär modell för *Viskositet* och fem kvadratiska modeller för resterande egenskaper. Samtliga förklarande modeller inkluderar alla delförsök, då inga avvikelser identifierades vid analys av residualerna. En sammanställning av samtliga residualanalyser för respektive modell kan ses i Bilaga 6. Se en sammanfattning av responsvariablerna, dess data och förklarande modell i Figur 42 nedan.

Response	Units	Minimum	Maximum	Mean	Std. Dev.	Transform	Model
Viskositet	sek	20.91	60.29	35.08	13.81	Inverse	Linear
Geltid	min	28	497	148.58	121.00	Natural Log	Reduced Quadratic
D-tid	min	7	44	22.03	8.04	Square Root	Reduced Quadratic
Energi (DSC)	J/g	150.39	250.08	216.90	24.75	None	Reduced Quadratic
Onset (DSC)	min	1.30	26.60	7.78	6.35	Inverse Sqrt	Reduced Quadratic
Sprickbildning	(1-10)	1	10	6.47	2.56	None	Reduced Quadratic

Figur 42: Sammanfattning av data från responsvariabler och förklarande modell.

Vidare presenteras modellstatistik för samtliga egenskaper i Figur 43 nedan. En bristande passning kan förkastas för samtliga modeller då p-värdet är större än 0.05. Dessutom anses den förklarande förmågan för modellerna vara bra, även om *Sprickbildning* har noterbart sämre justerad- och predikterad förklaringsgrad. Däremot anses den vara tillräckligt bra för vidare analys. En viktig aspekt gällande den förklarande modellen för *Viskositet* är att den inkluderar ingrediens F: initiator. Vid mätning av viskositet användes samtliga kemikalier förutom initiatorn, vilket skapar en felkälla i modellen som betraktar den som inkluderad. Därför ignoreras initiatorns effekt vid analys av *Viskositet*.

Response	R^2	Adjusted R^2	Predicted R^2	Lack of fit P-value < 0.05
Viskositet	0.9971	0.9967	0.9958	0.1935
Geltid	0.9873	0.9766	0.8568	0.3435
D-tid	0.9918	0.9864	0.9809	0.2495
Energi (DSC)	0.9370	0.9042	0.8424	0.3966
Onset (DSC)	0.9836	0.9771	0.9671	0.6884
Sprickbildning	0.8460	0.7754	0.6472	0.7092

Figur 43: Modellstatistik för samtliga responsvariabler.

Vid blandningsexperiment representerar inte modellens koefficienter storleken av den verkliga effekten på responsvariabeln (Cornell, 2011). Däremot representerar de inkluderade termerna vilka effekter och samspel som påverkar responsen. I Figur 46 nedan presenteras de termer som inkluderas för respektive förklarande modell. Många olika tvåkomponentsamspel har en effekt, vilket betyder att det finns flera icke-linjära samband mellan två ingredienser. För att förstå hur mycket vardera ingrediens påverkar responsvariabeln behöver djupare analys genomföras.

Response	Linear terms	AB	AC	AD	AE	AF	BC	BD	BE	BF	CD	CE	CF	DE	DF	EF
Viskositet	X															
Geltid	X		X	X	X	X	X		X	X	X	X	X			X
D-tid	X	X	X		X		X				X	X	X		X	X
Energi (DSC)	X	X						X	X			X	X		X	X
Onset (DSC)	X								X			X	X		X	
Sprickbildning	X	X	X				X	X					X			X

Figur 44: Inkluderade termer för respektive modell.

4.3.3 Hartsblandningens egenskaper

För analys av samtliga responsvariabler har spårdiagram (Trace Plot) studerats. Diagrammet presenterar hur mycket responsvariabeln förändras vid ökning eller minskning av en ingrediens från en referensblandning inom försöksområdet. Viktigt att notera är att diagrammet representerar en ögonblicksbild för en specifik referensblandning. Därför gäller storleken på effekterna enbart för den valda referensblandningen. Vid analys av respektive responsvariabel har många olika referensblandningar analyserats, för att skapa full förståelse för ingrediensernas effekter. Nedan presenteras analysresultatet för *Energi*.

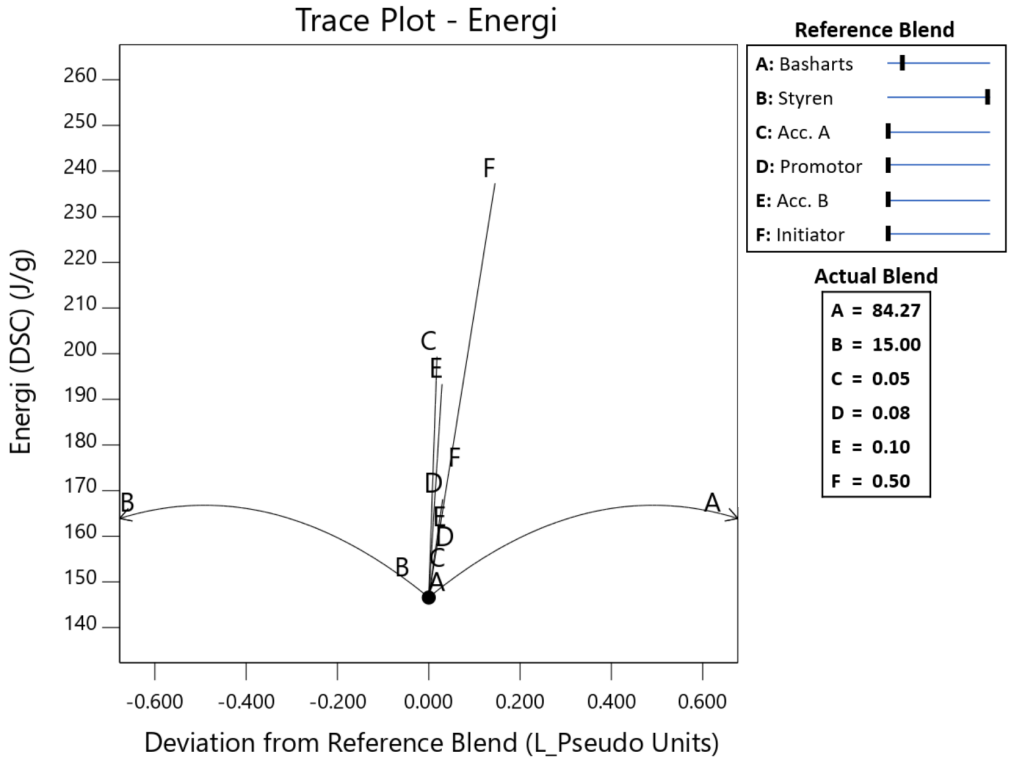
Trace Plot - Energi

Ingrediensernas effekter på responsvariabeln *Energi* kan ses i Figur 45 nedan. Den relativa förändring av Energin synliggörs av linjer som representerar ingrediensernas effekter. Ingrediensens effekt beror på linjens lutning och längd. Linjerna passerar genom en responspunkt som påvisar responsvariablens värde på Y-axeln. X-axeln representerar ingrediensernas (linjernas) proportionella ändring från referensblandningen, i en enhetlig skala.

Diagrammet visar en referensblandning som motsvarar delförsök 17, den blandning som generade lägst energi under experimentet. Faktum är att från den blandningen kan bara energin bli högre då samtliga ingredienser har en positiv effekt, alla linjer är riktade i uppåt. Initiatorn (F) har den största positiva effekten på energin, följt av accelerator A (C) och accelerator B (E). Även promotorn (D) ger en högre energi om dess proportion ökar.

Däremot finns det två undantag som inte visualiseras i diagrammet. Vid analys av en referensblandning där initiatorn har en hög proportion får promotorn en kraftigt negativ effekt på mängden energi. Även initiatorns effekt kan bli negativ då båda acceleratorerna och promotorn har höga proportioner i blandningen, där promotorn har störst bromsande effekt på initiatorns förmåga att öka energin.

Gällande proportionsförhållandet mellan basharts (A) och styren (B), finns en positiv effekt om man ökar mängden basharts och minskar styren. Däremot har förhållandet ett effektmaximum, då linjen är böjd. Överstiger man 8 % styren har förhållandet en negativ effekt. För att uppnå en maximal energi, behöver accelerator A och B samt initiatorn maximeras, promotorn minimeras medans proportionen för styren är 8 %.



Figur 45: Spårdiagram för responsvariabeln *Energi*.

Nedan i Figur 46 kan en generisk sammanställning för ingrediensernas effekter betraktas översiktligt. Ingrediensernas numeriska effekt på responsvariablen beskrivs med + och - tecken, där flera tecken indikerar en starkare effekt. Exempelvis har initiatorn den största positiva effekten för *sprickbildning*, vilket betyder att en större proportion av ingrediensen ökar sprickbildningen. Vid intresse av effekternas härkomst, se analysresultat för respektive responsvariabel i Bilaga 8.

+ = positiv effekt − = negativ effekt ( ) = undantag

Response	Enhet	Basharts	Styren	Acc. A	Promotor	Acc. B	Initiator
Viskositet	sek	+ + +	− − −				
Geltid	min			− − −	+ +	− −	− − −
D-tid	min	−	+	−	+ +	− − −	− − −
Energi	J/g	−	+	+ +	+ (− −)	+	+ + + (−)
Onset (DSC)	min			− − −	− (+)	−	− −
Sprickbildning	1-10	−	+	+ +	+	+ +	+ + +

Figur 46: Generisk sammanställning av ingrediensernas effekter.

Flera av ingrediensernas påverkan på egenskaperna överensstämmer med tidigare studier. Exempelvis visar resultaten att ökad proportion av acceleratorerna ger kortare reaktionsförlopp och därför också kortare geltid som Silva et al. (2001) bekräftat. Initiatorns bromsande effekt på geltiden, har också konstaterats tidigare av Abadie et al. (2002). Även små förändringar på 0.1 procentenheter i den kemiska sammansättningen har visat på tydliga skillnader av egenskaperna, något som både stödjer och utmanar resultat från Konstantopoulos et al. (2019) och Kuppusamy och Neogi (2014) som framhåller att en förändring på 1.0 procentenheter ger märkbara effekter. Detta påtalar vikten av noggrann blandning och hantering av ingrediensernas batcher. Viskositeten har likt (Ziaee & Palmese, 1999) påvisats bero på mängden styren i blandningen. Däremot visar analysen att det är proportionsförhållandet mellan styren och den ingrediens som har högst viskositet av de andra ingredienserna, i detta fall bashartsen, som påverkar viskositeten, vilket kan ses i Figur 46 ovan.

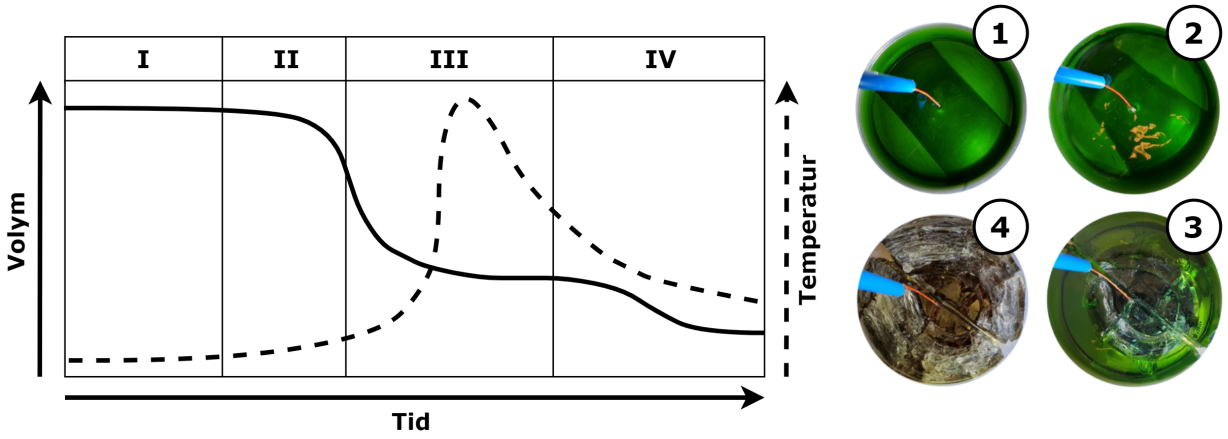
Uppdelningen av reaktionstiden i form av geltid och delta-tid visade intressanta resultat gällande hartsblandningens reaktionsförlopp. Accelerator A har en större effekt på gel- än på delta-tiden, samtidigt som accelerator B har en större effekt på delta- än geltiden. Däremot har promotorn en positiv effekt, bromsande påverkan på både gel- och delta-tid om dess proportion ökar. Sprickbildningen visade sig öka vid förhöjd proportion av alla ingredienser förutom bashartsen, vilket liknar ingrediensernas effekter för energi.

4.3.4 Sammanfattande analys

Genom analys av de 36 delförsöken har god förståelse för hartsblandningens egenskaper genererats. Förutom vetskap om hur man kontrollerar och styr egenskaperna har kunskap gällande hartsblandningens reaktion skapats. *Energi* tillsammans med *Geltid*, *D-tid* och *Onset* speglar hartsblandningens reaktionstid, vilket ger en representation av hartsblandningens reaktionsförlopp.

Vid samtliga delförsök observerades alla fyra stadier av polymerisation under reaktionsförloppet (Gotro & Prime, 2017; Silva et al., 2001). Dessutom uppnådde alla delförsök en temperaturtopp närmare 200 grader (Celsius) som motsvarar fullständig polymerisation (Shah, 2010). Trots detta varierade reaktionstiden och *Sprickbildning* drastiskt mellan de olika blandningarna. Det resultat som förvånade mest var att några blandningar hade få eller inga sprickor alls, medans majoriteten av blandningarna skapade kraftig sprickbildning. Vid första anblick av mätvärdena och korrelationsanalysen identifierades att desto kortare reaktionstid och högre energi, desto mer sprickbildning.

Den möjliga förklaringen till sprickbildningens variation är förekomsten av härdkrymp och residuala spänningar. Hartsblandningar baserade på vinylester karaktäriseras av ett stort härdkrymp (Sjögren, 2010) och följaktligen påtagliga spänningar när hartsen härdar vid förhöjd temperatur (Plepys & Farris, 1990). Om spänningskrafterna är tillräckligt stora förekommer ofta sprickbildning i materialet (Kravchenko et al., 2017), ett fenomen som har observerats under blandningsexperimentet. I Figur 47 nedan presenteras den teoretiska volymförändringen av härdkrymp under förloppets fyra stadier tillsammans med den faktiska temperatur som observerades under respektive stadie för ett av delförsöken.



Figur 47: Visualisering av hartsblandningens volym- och temperaturförändring vid härdkrymp inom reaktionsförloppets fyra stadier. Inspirerad av Schubel, Warrior och Rudd (2007, s. 429).

Det finns skäl att anmärka sprickbildning som en konsekvens av ett snabbt reaktionsförlopp. En hartsblandning med kort reaktionstid har också ett påskyndat härdnings- och energiavgivande förlopp, vilket skapar större koncentrationer av spänningar i materialet under en kortare tid (Plepys & Farris, 1990; Schoch et al., 2004). Dessutom påskyndas temperaturförloppet som blir mer exponentiellt ökande, vilket också skapar större spänningar till följd av termiskt krymp (Shah, 2010). Resultatet blir därmed kraftig sprickbildning, vilket kan ses i Figur 47 ovan i stadie fyra.

För det motsatta fallet med en hartsblandning vars reaktionstid är lång, förekommer spänningskrafterna under en längre tid tack vare ett långsammare härdnings- och temperaturförlopp. I likhet påvisade Plepys och Farris (1990) att hartsblandningar med långsam temperaturförändring under härdningsförloppet erhåller lägre spänningskrafter. Detta tillåter polymerkedjorna möjligheten att positionera mer fördelaktig orientering till omgivande förhållanden (Gotro & Prime, 2017; Hodge, 1994). Något som stödjer experimentets utfall, att delförsök med lång reaktionstid uppvisar få eller inga sprickor.

Den hartsblandning som används vid tillverkning av cylindriska isolatorer har en relativt snabb reaktionstid och hög energi, vilket uppvisade mycket sprickor under experimentet, se Figur 32. Tillsammans med resultatet från Sjögren (2017) som påvisade att riskornen mest troligt är släppningar i anslutning till hartsrika zoner, pekar på att dagens hartsblandning skapar för stora spänningar vid härdning. Det faktum att residuala spänningar skapade av härdkrymp orsakar släppningar (Kravchenko et al., 2017; Plepys & Farris, 1990) och att dessa uppstår mer i anslutning till hartsrika zoner stödjer detta. Det finns således starka belägg att riskornens rotorsak är stora spänningar på grund av en hartsblandning med snabbt och därmed kraftfullt reaktionsförlopp.

Lyckligtvis, har delförsöken påvisat att inre spänningar kan bli lägre genom justering av hartsblandnings sammansättning och egenskaper, samtidigt som hartsrika zoner är oundvikliga (Elhajjar et al., 2018). Det mest rationella förblir att genomföra ett experiment där man testar hartsblandningar med olika reaktionsförlopp och följaktligen olika spänningskrafter vid vakuuminjicering av cylindriska isolatorer. För att utreda om förekomsten av riskorn påverkas av hartsblandningens egenskaper.

4.4 Improve

Nedan beskrivs de verifieringsförsök som genomförts baserat på utfallet från measure- och analyze-fasen. Verifieringsförsöken har skett i reell produktionsmiljö parallellt med den dagliga produktionen.

4.4.1 Verifieringsförsök 1: Hartsblandningens egenskaper

För att utreda om hartsblandningens egenskaper har en inverkan på förekomsten av riskorn utvecklades två nya hartsblandningar med varierande reaktionsförlopp, som testades på en cylindrisk isolator av mindre skala. Blandningarna togs fram baserat på de förklarande modellerna, med målsättningen att erhålla två olika reaktionsförlopp, ett snabbt och ett långsamt, i relation till det ordinarie. En sammanställning av respektive blandning och dess komponenter kan ses i Tabell 12 nedan.

Tabell 12: Mängd av de olika ingredienserna vid verifiering i produktion.

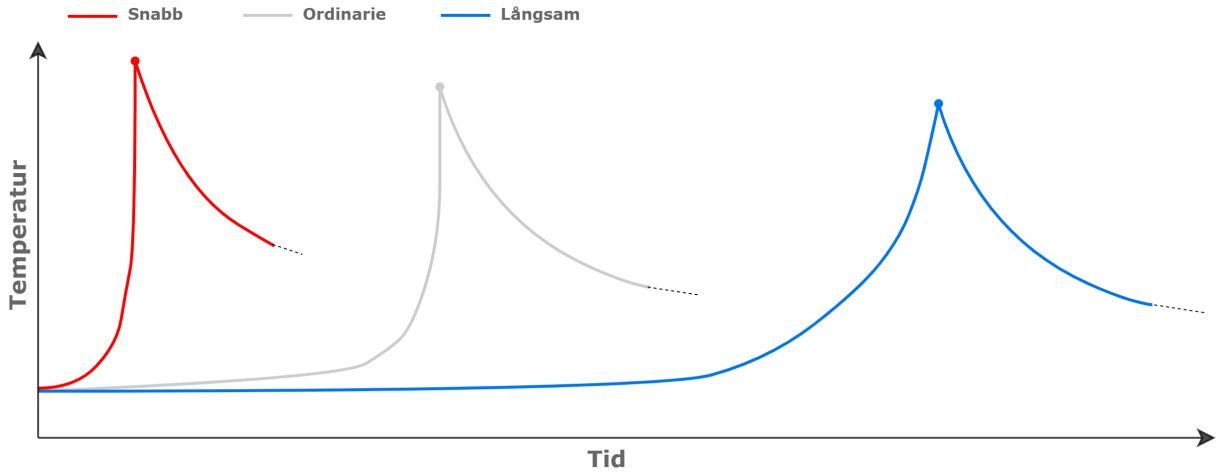
Version	Basharts (%)	Styren (%)	Acc. A (%)	Promotor (%)	Acc. B (%)	Initiator (%)
Ordinarie	86.00	13.50	0.13	0.20	0.33	1.00
Snabb	83.22	13.54	0.16	0.08	0.50	2.50
Långsam	85.77	13.50	0.05	0.08	0.10	0.50

Syftet var att erhålla en blandning som maximerar och en som minimerar närvaron av residuala spänningar vid härdning, med förhoppningen att kunna provocera fram och motverka förekomsten av riskorn. Därmed beaktades de tidigare identifierade korrelationerna, vilket genererade låg respektive hög *Energi*, som föranleder ett långsamt och ett snabbt reaktionsförlopp med predikterad låg och hög *Sprickbildning*. Vidare valdes förhållandet mellan basharts och styren att hållas relativt konstant hos de båda blandningarna för att generera en viskositet som är anpassat till normala förutsättningar i produktionen, samt för att undvika avvikelser i form av luftinneslutningar och tomrum (Ruiz et al., 2006). Vid test i laboratorium kunde respektive egenskap uppmätas, se avrundade heltal i Tabell 13 nedan.

Tabell 13: Uppmätt värde för egenskaperna i laborationsform.

Version	Geltid (min)	D-tid (min)	Onset (min)	Energi (J/g)	Sprickor (1-10)	Viskositet (s)
Ordinarie	150	28	6	200	8	25
Snabb	34	9	2	255	8	26
Långsam	430	38	30	150	2	26

Ur tabellen ovan påvisas att egenskaperna *Geltid*, *D-tid*, *Onset* och *Energi* innehar stora kontraster mellan blandningarna, vilket resulterar i två distinkt skilda reaktionsförlopp. En illustration av de olika reaktionsförloppen kan ses i Figur 48 nedan.



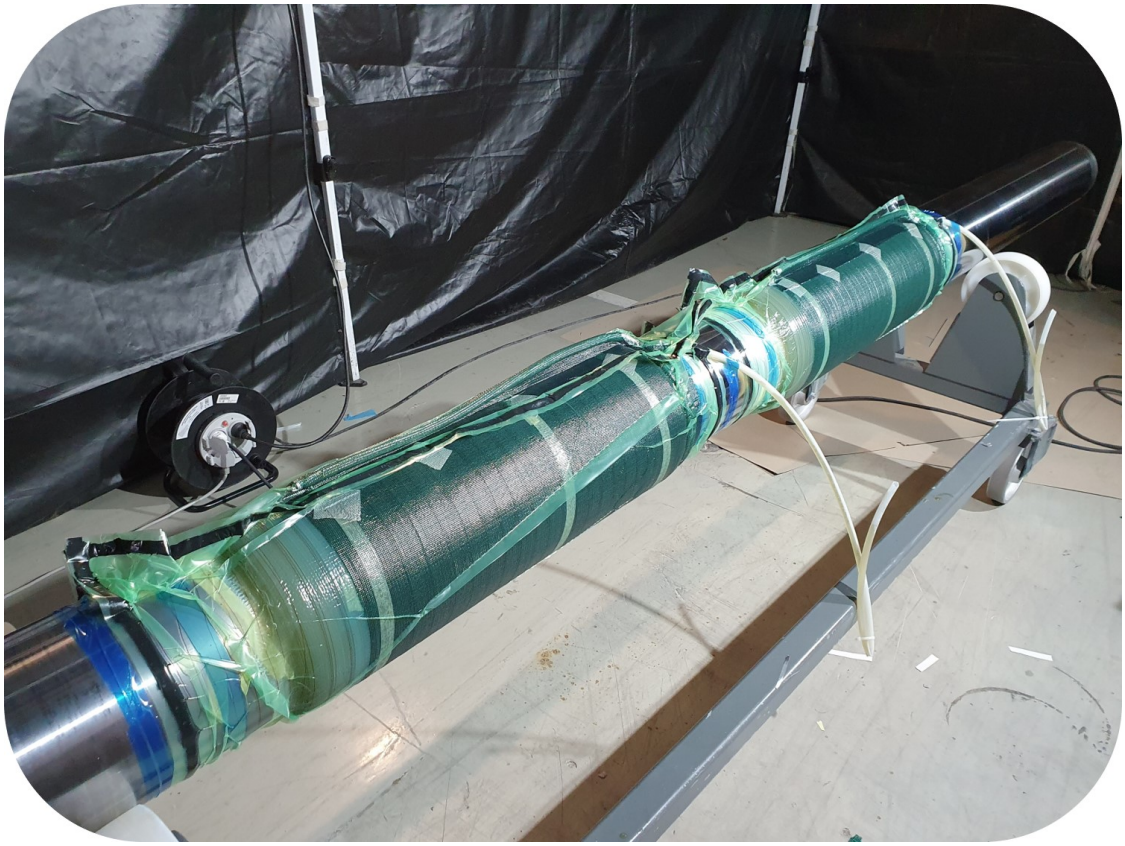
Figur 48: Illustration av reaktionsförloppen för de olika varianterna av hartsblandningen.

Trots att verifieringen inte genomfördes enligt försöksplanering är det snarlikt ett OFAT-experiment, där enbart en faktor varieras åt gången. I detta fall varierades hartsblandningen för att undersöka dess effekt på responsvariabeln *antal riskorn* på den cylindriska isolatorn. För att reducera bruset i testet valdes därför ett antal faktorer som var möjliga att styra och kontrollera till specifika nivåer. Exempelvis behöver temperaturen vara konstant då den påverkar reaktionshastigheten (Abadie et al., 2002). Även fiberlindningens tjocklek och metodik behöver vara konstant för att inte ändra peremabiliteten i fiberkroppen som kan orsaka varierad fiberimpregnering och flödeshastighet vid injicering (Elhajjar et al., 2018; Naik et al., 2014). Framförallt har ingrediensernas batcher varit densamma, då små skillnader kan förekomma, vilket orsakar variationer i reaktionsförloppet (Konstantopoulos et al., 2019). En sammanställning av de konstanta faktorerna återfinns i Tabell 14 nedan.

Tabell 14: Konstanta faktorer för verifiering i verklig produktionsmiljö.

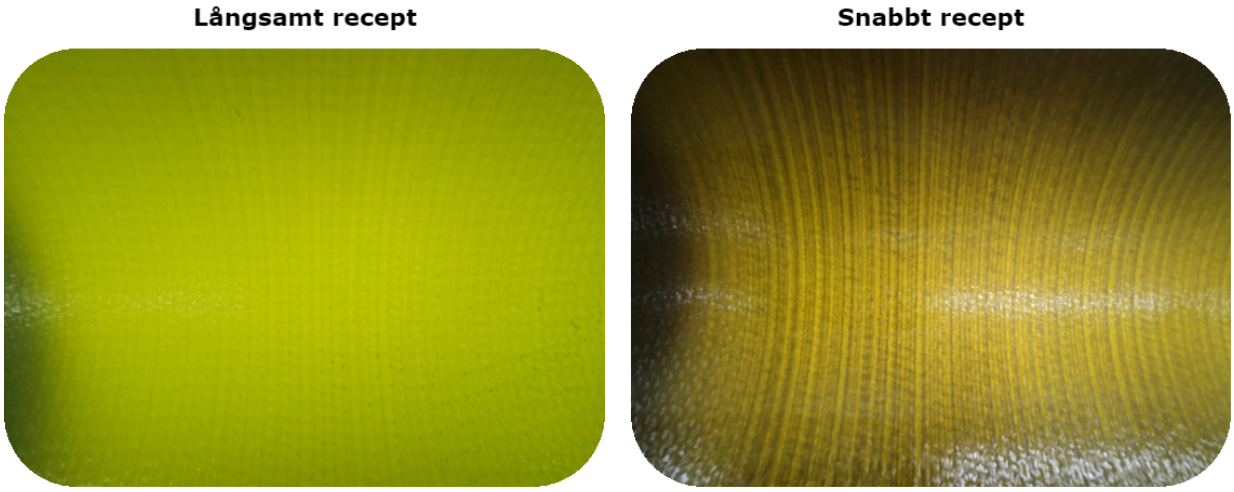
Konstant faktor (enhet)	**Önskad nivå**	**Kontroll av faktor**
Omgivningstemperatur	21 °C	Kontrollera innan test
Hartstemperatur	21 °C	Kontrollera innan test
Operatör vid lindning	Konstant	-
Vakuumtid (h)	2 h	Klocka tid under vakuum
Avgasningstid (h)	1 h/10 kg	Klocka tid för avgasning
Lindningstjocklek	16 slag	Samma metod vid lindning
Batcher kemikalier	Konstant	Alla kemikalier plockas ut batchvis
Batch glasfiber	Konstant	Glasfiber läggs undan så samtliga försök använder samma batch
Omrörningstid (min)	1 min	Klocka tid vid omrörning
Minimumtid innan avdragning (h)	12 h	Notera tid från härdning

För att genomföra testet inom en rimlig tidsram och samtidigt minska materialkostnaderna användes en mindre prototyp av den cylindriska isolatorn. Denna prototyp kräver kortare lindningstid och uppbindning av resurser i form av operatörer, samtidigt som en mindre cylindrisk kompositkropp är svårare att producera i avvikelsesynpunkt (Kompositspecialist, personlig kommunikation, 18 mars 2020). Därav bör stora kontraster gå att urskilja mellan de två blandningarna. Vidare genomfördes duplikat av respektive blandning för att minimera inverkan från eventuella felkällor vilket resulterade i totalt fyra stycken isolatorer. En visualisering av två färdiglindade och vakuuminjicerade glasfiberkroppar inpackade i förbrukningsmaterial kan ses i Figur 49 nedan.



Figur 49: Bild från verifieringsförsöket på två injicerade prototyper som fortfarande är vakuumpackade i början av hartsblandningens härdningsprocess.

Utvärderingen av de två olika varianterna av hartsblandningen genomfördes via okulär inspektion och följde liknande tillvägagångssätt som vid ordinarie kvalitetskontroll, där en belysningskälla användes för att tydligt kunna urskilja eventuella avvikelser. Vid initial inspektion noterades stora kontraster mellan de olika recepten där det långsamma receptet genererade ett mer fördelaktigt utfall sett till antalet riskorn, se Figur 50 nedan. Bilden är tagen från insidan av den cylindriska isolatorn med ljuskälla från utsidan.



Figur 50: Bild på isolatorernas inneryta för de två hartsblandningarna.

För att få ett kvantifierbart resultat räknades även mängden riskorn på de fyra isolatorerna, där medelvärdet mellan de två varianterna jämfördes. Efter summering påvisade att det snabba receptet genererade ett medelvärde på totalt 217 stycken riskorn, i kontrast genererade det långsamma receptet ett medelvärde på totalt 5 stycken riskorn. Vid okulär inspektion konsulterades också operatörer där det uttrycktes att det långsamma receptet såg väldigt lovande ut på en dessutom utmanade mindre cylindrisk storlek, varav intresset av att fortsatt undersöka receptet var stort.

> *”Det här är ett väldigt lovande utfall. Det skulle vara mycket intressant att testa receptet på en fullskalig produkt.”*
>
> – Processoperatör

Resultatet från verifieringsförsöket påvisade att hartsblandningens sammansättning, som föranleder skillnader i reaktionsförloppet genom varierande egenskaper, har en inverkan på förekomsten av riskorn. Tack vare det långsamma receptet mycket lovande kvalitetsutfall stärktes intresset för att validera om ett liknande utfall kan åstadkommas på en fullskalig produkt där förutsättningarna är annorlunda. Innan valideringen påbörjas på en fullskalig produkt bör man också säkerställa att de mekaniska kvalitetsparametrarna för receptet är inom de specificerade toleransgränserna, då materialkostnaderna och resursbehovet är avsevärt mycket högre.

4.4.2 Verifieringsförsök 2: Fullskalig produktion

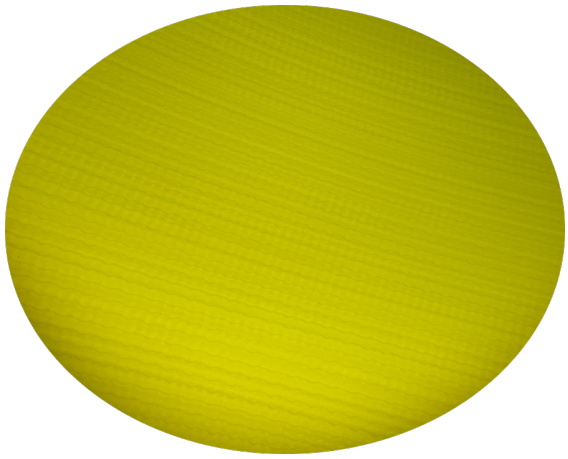
För att säkerställa att det långsamma receptet är aktuellt att testa i fullskalig produktion genomfördes tre stycken kvalitetstester kopplat till materialets mekaniska egenskaper. För att genomföra kvalitetstesterna användes provbitar från prototypen som injicerades med det långsamma receptet, varav de olika parametrarna kontrollerades på varierande sätt. En sammanställning av de kvalitetsparametrar som testades och dess uppmätta värden återfinns i Tabell 15 nedan.

Tabell 15: Testade kvalitetsparametrar och dess uppmätta mätvärden.

Kvalitetsparameter	**Mätvärde**
Glasomvandlingstemperatur (°C)	157.60 °C
Glashalt (%)	69.2 (%)
Porositet (OK/NOK)	OK

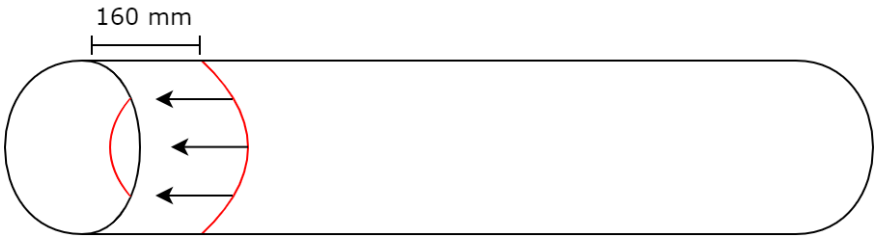
Då de undersökta kvalitetsparametrarna visade sig generera bra värden över det specificerade toleransgränserna togs beslutet att fortskrida med att testa det långsamma receptet på en fullskalig produkt av den cylindriska isolatorn. Genomförandet för testet gick till enligt praxis vid tillverkning av de ordinarie produkterna, där samma operatör utförde lindningen av glasfiber samt injicering av hartsblandningen som i det tidigare verifieringsförsöket. Vidare användes samma kemikaliebatcher som vid det tidigare verifieringsförsöket för att undvika oönskad variation.

Injicering av blandningen i dess flytande form gick som planerat och injiceringstiden kunde likställas med det ordinarie receptet. Geltiden visade sig även vara omkring 400 minuter, vilket överensstämde med laborationstesterna. En temperaturökning kunde också urskiljas fastän något lägre än det ordinarie. Vid okulär inspektion, efter fullbordad härdning, påvisades att liknande kvalitet som på den tidigare undersökta prototypen kunde erhållas på en fullskalig produkt, där mängden riskorn var marginell i förhållande till det ordinarie receptet. En visualisering av ytans insida från den fullskaliga cylindriska isolatorn kan ses i Figur 51 nedan.



Figur 51: Bild på kompositmaterialet från insidan av cylindrisk isolator tillverkad med långsamt recept.

I likhet med utvärderingen av prototyperna räknades antalet riskorn på det långsamma receptet och jämfördes med medelvärdet på tre stycken fullskaliga isolatorer som injicerats i närtid med det ordinarie receptet. På grund av att en fullskalig cylindrisk isolator utgör en stor yta att kontrollera räknades antalet avvikelser på en mindre definierad del av kompositkroppen. Ytan bestod av totalt 16 cm från ena sidan, då det ansågs vara tillräckligt för att urskilja förekomsten. En principiell skiss av ytan där riskornen räknades kan ses i Figur 52 nedan.



Figur 52: Principiell illustration av den yta där riskornen räknades.

Efter räkning konstaterades att de tre isolatorerna som injicerats med den ordinarie hartsblandningen genererade totalt 830, 915 och 780 riskorn över den definierade ytan. Detta genererade en genomsnittlig mängd på 842 stycken riskorn. I kontrast påvisade den fullskaliga isolatorn som injicerats med den långsamma blandningen enbart 6 stycken riskorn, vilket resulterar i en minskning med totalt 99.3 procent gentemot den ordinarie blandningen. Vid konsultation av processoperatörer uttrycktes entusiastiskt att kvalitetsutfallet på den cylindriska isolatorn ansågs mycket positivt.

> *”Det här är ett av det bästa resultat vi har haft sedan en lång tid tillbaka. Det finns knappt några riskorn överhuvudtaget.”*
>
> – Processoperatör

Trots att riskorn kvarstår anses mängden vara försumbar då kompositkroppen är godkänd med stor marginal ur avvikelsesynpunkt. En justerad sammansättning av hartsblandningen med längre reaktionsförlopp förefaller därför vara ett lyckat tillvägagångssätt för att minska förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser i form av riskorn. Därmed rekommenderas fortsatt förbättringsarbete ägnas åt validering av en justerad sammansättning tillsammans med slutkund för att implementera den förbättrade hartsblandningen.

4.5 Control

I detta avsnitt presenteras rekommendationer avsedda för fortsatt utveckling och uppföljning vid tillverkning av cylindriska isolatorer på ABB Composites.

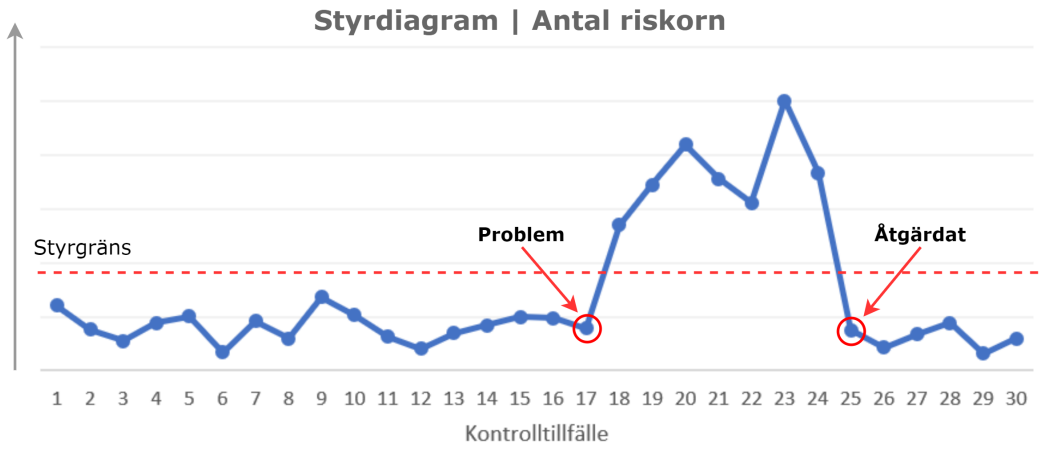
Implementering av justerad hartsblandning

Att frångå den ordinarie sammansättningen till en hartsblandning som genererar ett längre reaktionsförlopp och bättre kvalitetsutfall är högst angeläget. För att lyckas behöver ett flertal aktiviteter aktualiseras i ett separat projekt, där nödvändiga befattningar från organisationen deltar med målet att införa den nya hartsblandningen i försörjningskedjan. Initialt förväntas branschspecifika tester av kompositmaterialet tillsammans med slutkund utföras för att säkerställa befintliga kvalitetskrav. Under förutsättning att hartsblandningen uppfyller kraven tillkommer ett längre härdningsförlopp och ändrade produktionsförutsättningar. Ledtiden för produkten kommer förlängas med minst 4 timmar, vilket är en liten ökning till den normalt 72 timmar långa ledtiden och vars kostnad anses överkomlig i förhållande till besparingspotentialen. Däremot behöver förändringens effekt på både resurs- och produktionsplanering kontrolleras, för att undvika eventuella slöserier och dolda kostnader. Vidare interna tester rekommenderas för att undvika följdproblem av en längre reaktionstid. Exempelvis om vakuumutrustning och förpackningsmaterial klarar att bibehålla vakuumtryck under den förlängda härdtiden. Rimligtvis bör också kompositkroppens dimensioner

undersökas, då en hartsblandning med lägre spänningar vid härdning kan orsaka förändrad diameter. En lyckad implementering ska inte enbart kännetecknas av hartsblandningens godkännande och införande, utan förväntas också medföra involvering, acceptans och lärande hos medarbetare, där vidare utvecklingsförslag välkomnas i strävan mot ständig förbättring.

Standardiserad bedömningmatris och styrdiagram

För att säkerställa att en ny hartsblandning erhåller önskat kvalitetsutfall behöver kontinuerlig uppföljning genomföras. Till en början krävs en kvantifierbar datainsamling för varje producerad isolator. Att räkna och identifiera alla avvikelser på respektive kompositkropp är en prestation som kräver tid, men är ett rationellt och viktigt steg mot nollkassation och långsiktig lönsamhet. En aktivitet som kan underlättas genom en standardiserad bedömningsmatris, se Bilaga 9. Denna matris föreslås inkluderas vid normal okulär kvalitetskontroll, där riskorn och andra avvikelser ska räknas och dokumenteras manuellt. Datainsamlingen skapar ett standardiserat beslutsunderlag för godkännande och statistisk uppföljning. På kort sikt förväntas bedömningsmatrisen i detalj synliggöra hartsblandningens effekt och införliva ökad kvalitetsmedvetenhet. Med tiden, när tillräckligt många isolatorer har kontrollerats, kommer en bredare tillämpning av datainsamlingen möjliggöras. Styrdiagram för individuella mätvärden rekommenderas att upprättas, vilket möjliggör uppföljning av förändringar i kvalitetsutfallet. Se exempel på ett styrdiagram i Figur 53 där ett ökat antal avvikelser synliggörs.



Figur 53: Illustration av ett styrdiagram och dess tillämpning.

Tillämpningen av en bedömningsmatris tillsammans med styrdiagram förväntas leda till ytterligare förståelse om eventuella rotorsaker och påverkande faktorer avseende förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser. Framöver kan även digital avvikelseidentifiering övervägas. Initiativet kommer, om grundligt utfört och förmedlat, att skapa lärande för hela organisationen och med all säkerhet värdefulla utvecklingsmöjligheter och besparingar.

Säsongsstyrd hartsblandning

Beroende på den nya hartsblandningens resultat är ambitionen att generera en robust sammansättning av hartsblandningen som är konstant över tid. Detta kan dock vara svårt att genomföra i praktiken, där reaktionsförloppet har bekräftats variera till följd av förändrade omgivningsförhållanden. Exempelvis har omgivningstemperaturen och luftuktigheten i produktionslokalen en signifikant påverkan (Cook et al., 2001; Konstantopoulos et al., 2019), vilket fluktuerar naturligt, inte minst i den del av Sverige där produktionsanläggningen är belägen. Istället för att investera i ett klimatsystem, vilket medför stora kostnader, kan en viss justering av blandningen göras för att korrigera reaktionen i relation till de förändrade omgivningsförhållandena. Vid en högre omgivningstemperatur bör en lägre mängd *Energi* eftersträvas, och således ett långsammare reaktionsförlopp. I motsats bör en högre mängd *Energi* vara önskvärt när omgivningstemperatur istället är lägre. För att på ett systematiskt sätt kunna identifiera vid vilken omgivningstemperatur man bör justera receptet kan det vara lämpligt att använda sig av tidigare nämnda styrdiagram för riskorn, samtidigt som temperaturen loggas, för att se vid vilken temperatur förekomsten ökar eller minskar. Därefter kan unika varianter av hartsblandningen konstrueras som är anpassade till sommar- och vinterhalvåret vid temperaturförändring i lokalen.

Förslag på ytterligare blandningsexperiment

Ett ytterligare blandningsexperiment rekommenderas att genomföras i syfte att generera mer kunskap om hur hartsblandningens egenskaper kan kontrolleras och styras. Detta experiment skall införliva hög predikterande förmåga av egenskaperna, vilket kan komplettera examensarbetets experiment med hög karaktäriserande förmåga. Däremot bör man inte inkludera samtliga ingredienser i det försöket, det vore istället fördelaktigt att låsa förhållandet mellan basharts och styren, vilket huvudsakligen påverkar hartsblandningens viskositet, och enbart undersöka de fyra övriga komponenterna. Detta resulterar i ett tredimensionellt försöksområde som representeras av en tetraeder (se Figur 16). Vidare kan de tidigare restriktionerna förändras för att undersöka ett mindre område närmare det långsamma receptets sammansättning. Genom att reducera antalet komponenter kan analys av responsytor möjliggöras, vilket kan vara fördelaktigt i flera hänseenden. Vidare tordes det vara rimligt att använda ett annat optimalitetskriterium, exempelvis V-optimalitet, där försökspunkterna sprids ut jämnt över försöksområdet i syfte att generera bättre prediktioner av responsvariabeln.

Uppdatera metodbestämmelse för reaktionsförlopp

Ytterligare förändring och standardisering är nödvändig vid rutinkontroll av hartsblandningen före injicering. Till redan befintlig metodbestämmelse av denna kontroll behöver gränser för *Geltid*, *Onset* och *Energi* anpassas för den nya sammansättningen. Särskild vikt bör läggas på mätvärdet *Energi*, där en rimlig nivå bör vara mellan 145 och 160 J/g enligt nuvarande mätmetod. Dessutom bör *Sprickbildning* som tidigare inte noterats även uppmärksammas vid kontroll tillsammans med exempelbilder på icke-godkänd nivå för bedömningsstöd. Ett fotografi av provet kan också tillägas den befintliga dokumentationen för att eventuellt urskilja visuella förändringar över tid. Man bör också överväga investering av en temperaturlogger för att underlätta mätning av nämnda parametrar. Implementering av styrdiagram för individuella mätvärden är också en rekommendation som möjliggör statistisk uppföljning både på kort och lång sikt.

5 Slutsatser

I detta kapitel presenteras slutsatser kopplat till examensarbetets syfte och definierade mål.

Examensarbetet har genererat kunskap om hur hartsblandningens egenskaper påverkas av de sex ingående komponenterna och skapat förståelse för hur egenskaperna påverkar förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser. De fyra industrispecifika egenskaperna, *Geltid*, *Onset*, *Viskositet* och *Energi* samt de två egenutvecklade egenskaperna, *Delta-tid* och *Sprickbildning* kan samtliga justeras och kontrolleras av komponenternas proportioner. Däremot har enskilda komponenter en större effekt på några av egenskaperna. Tillika har ett antal samspel mellan komponenterna fastställts. Vidare påvisades att små förändringar för vissa av ingredienserna på enbart 0.1 procentenheter genererade märkbara skillnader hos egenskaperna. Det har också konstaterats att flertalet av egenskaperna är starkt korrelerade, vilket föranleder att dessa inte kan varieras oberoende av varandra. Hartsblandningens *Energi* uppvisar signifikant korrelation med *Geltid*, *Onset* och *Delta-tid*, som tillsammans med *Sprickbildning* kan beskriva och styra hartsblandningens reaktionsförlopp.

Blandningsexperimentet uppenbarade att reaktionstiden, där hartset övergår från flytande till fast form, varierade mellan 35 och 530 minuter inom det studerade försöksområdet. Vidare bekräftades att en hartsblandning med långsamt reaktionsförlopp och låg energi resulterade i minimal sprickbildning, medans en blandning med snabbt reaktionsförlopp och hög energi orsakade kraftig sprickbildning. Två nya blandningar med varierande egenskaper utvecklades och testades i verklig produktionsmiljö, varav distinkta skillnader i kvalitetsutfall kunde urskiljas. Skillnaderna bekräftade att hartsblandningens egenskaper har en signifikant inverkan på förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser. Kombinationen av egenskaperna *Energi*, *Geltid*, *Delta-tid* och *Onset* visar en tydlig effekt på kvalitetsutfallet. Ett långt reaktionsförlopp med låg energi minskade förekomsten av avvikelser på de cylindriska isolatorerna med 99.3 procent i jämförelse med den ordinarie hartsblandningen. Förbättringen stöds av tidigare studier som påvisat att närvaron av residuala spänningar vid härdning kan minskas genom ett långsamt reaktionsförlopp. Ett fenomen som kan, om för påtagligt, skapa avvikelser i form av släppningar i hartsrika zoner, vilket sannolikt utgör rotorsaken för den uppmärksammade avvikelsen.

Rekommendationen till ABB Composites är därmed att implementera en justerad hartsblandning med ett längre reaktionsförlopp och lägre energi än i dagsläget. Implementeringen förväntas eliminera den totala mängden kassationer som orsakats till följd av den undersökta avvikelsen. Detta kommer medföra betydelsefulla besparingar och inte minst miljövinster avseende härdplastens begränsade återvinningsmöjligheter. Dessutom förutses flexibiliteten vid tillverkning att öka, varav flera kända tillverkningsparametrar kan optimeras och minska andra förekommande avvikelsetyper. Tillsammans med uppföljande åtgärder som säkerställer förbättringen förväntas långsiktiga vinster skapas i form av ökad konkurrenskraft, stärkta kundrelationer och förhöjd kvalitetsmedvetenhet.

Examensarbetet exemplifierar och tydliggör i praktisk detalj hur ett komplext kvalitetsproblem kan utredas genom blandingsexperiment i kombination med Sex Sigmas problemlösningsmetodik. Båda delar har, tillsammans med ett vetenskaplig angreppsätt, varit avgörande för att lyckas bemöta problemet systematiskt, analytiskt och resultatorienterat. En förenad strategi som kan bidra till fortsatt lärande och kunskapsöverföring inom ABB och kompositindustrin, men framförallt inom kvalitetsutveckling.

6 Diskussion

I detta kapitel presenteras en diskussion gällande examensarbetets genomförande, angreppsätt och resultat i syfte att bidra med ökad förståelse för arbetets praktiska och teoretiska bidrag inom området kvalitetsutveckling.

I början av examensarbetet spenderades mycket tid på att försöka rationalisera en, för oss, totalt främmande industri som karaktäriseras av komplexa processer och abstrakt terminologi. Detta resulterade i att det tog förhållandevis lång tid innan det praktiska förbättringsarbetet påbörjades, däremot föranledde det väl underbyggd förståelse till senare planering- och utförandefaser med förankring i litteraturen. Trots att majoriteten av informationsinsamlingen skedde i ett tidigt skede har arbetsgången varit av iterativ karaktär, där ny och nödvändig kunskap har inhämtats kontinuerligt under arbetet.

Examensarbetets angreppsätt har varit framgångsrikt i flera aspekter. Kombinationen mellan blandningsexperiment och Sex Sigmas problemlösningsmetodik har visat på värdefulla synergieffekter, där utförande och analys av blandningsexperiment naturligt förenats med DMAIC-faserna. Däremot har genomförandet av blandningsexperimentet varit distanserat från det aktuella kvalitetsproblemet. Trots att kunskap om hartsblandningens egenskaper erhölls kunde inga slutsatser dras gällande hur egenskaperna påverkar förekomsten av tillverkningsinducerade avvikelser i det stadiet, vilket föranledde nödvändiga verifieringsförsök i verklig produktionsmiljö. I kontrast mot vanliga faktorförsök, där ofta processparametrar undersöks eller optimeras direkt på produkten vid tillverkning, var denna koppling ytterst nödvändig för att generera ett konkret resultat och uppnå syftet. Lyckligtvis, tack vare Sex Sigmas värderingar, projektstruktur och framförallt metodik, har kopplingen mellan problem, produkt och process tydliggjorts och utökat den praktiska tillämpningen av blandningsexperimentets resultat. Utan ett problemfokuserat uppdrag hade kunskapen från experimentet inte nödvändigtvis översatts till fortsatt utredning av produktens avvikelser. Den sammantagna och noggrant utformade problembakgrund som erhölls av Sex Sigmas tillämpning var avgörande för att motivera fortsatt utveckling och testning av hartsblandningen, som sedermera kunde verifiera avvikelsernas rotorsak.

Däremot var tillämpningen av Sex Sigma inte bara fördelaktigt. Trots att DMAIC ska bidra med struktur var det till en början diffust vad som skulle utföras i respektive fas för det givna problemområdet. Detta hanterades genom att konkretisera tre övergripande faser med tydligt definierade syften, samtliga med anknytning till DMAIC-faserna, vilket resulterade i en tydlig helhetsbild av arbetet. De tre övergripande faserna gav riktning åt arbetet i form av det resultat som avsågs att uppnås och hur respektive fas var relaterad till varandra. Exempelvis har de problemorienterade aktiviteter som ingår i Sex Sigmas inledande faser bidragit med vital information till experimentets planering. Genom det grundläggande initiala arbetet, där kunskap om tillverkningssteg och parametrar genererades på detaljnivå genom processkartläggning, kunde hartsblandningens egenskaper och dess inverkan på produkten förstås, vilket resulterade i nödvändiga insikter vid val av komponenternas restriktioner.

Under utförandet av experimentet påvisades stora skillnader mellan de olika delförsöken, både numeriskt för de olika responsvariablerna, men även visuellt. Detta indikerade att de multipla restriktioner som definierades var inom ett rimligt omfång för karaktärisering av hur egenskaperna påverkas av ingrediensernas proportioner. Utfallet hade inte nödvändigtvis varit lika tydligt om dessa restriktioner var av mindre räckvidd, vilket möjligtvis inte lett till liknande slutsatser.

Vid utförandet av ett liknande experiment, under samma förutsättningar, är det troligt att likartade resultat hade kunnat åstadkommas. Detta förutsätter däremot att samma kemikalier används vilket arbetets sekretess försvårar. Detta innebär att den insamlade datan och dess analys är unik för endast ABB Composites. Däremot är det möjligt att kemikalier med liknande syfte, trots att de inte innehar samma handelsnamn, kan generera liknande resultat. Oavsett anses slutsatserna vara relevanta för intressenter inom fiberförstärkt komposit, då vi påvisat att hartsblandningens egenskaper har en direkt inverkan på kvalitetsutfallet hos slutprodukten. Detta föranleder att liknande experiment kan vara rimliga att utföra vid likartad problematik, oavsett vilken typ av kompositprodukt som tillverkas.

Vidare anses metodiken för hur utförande och analys av ett komplext blandningsproblem, specifikt med ett högt antal blandningskomponenter, vara applicerbart oberoende av industri och verksamhetsområde. Trots att tidigare litteratur har påvisat tillvägagångssättet vid blandningsexperiment har det ofta varit förenklade scenarion där analysen har varit av simpel karaktär. Därav anses examensarbetet inte enbart generera praktiska implikationer till fallföretaget gällande blandningsexperiment, det förväntas även resultera i ett teoretiskt bidrag genom ett verklighetsförankrat exempel.

Vi författare till detta examensarbete önskar att fler fallstudier utförs där blandningsexperiment, med både lägre och högre antal komponenter än fyra, tillämpas på ett verkligt problem. Detta då vår egna upplevelse talar för att utförliga exempel saknas, vilket försvårade vårt lärande av blandningsexperiment och specifikt dess tillämpning för blandningar med över fyra komponenter. Examensarbetet visar på det stora kunskapsbidrag blandningsexperiment medför, något som förhoppningsvis kan motivera till att fler liknande arbeten aktualiseras och offentliggörs. Avslutningvis anser vi att fler praktiskt tillämpade studier genomförs där blandningsexperiment kombineras med Sex Sigmas problemlösningemetodik, där synergieffekter kan studeras ytterligare för vidare tillämpning och lärande inom kvalitetsutveckling.

Referenser

Abadie, M. J. M., Mekhissi, K. & Burchill, P. J. (2002). Effects of processing conditions on the curing of a vinyl ester resin. *Journal of Applied Polymer Science*, *84*(6), 1146–1154. doi:10.1002/app.10403

Adams, R. & Cawley, P. (1988). A review of defect types and nondestructive testing techniques for composites and bonded joints. *NDT international*, *21*(4), 208–222.

Afendi, M., Banks, W. & Kirkwood, D. (2005). Bubble free resin for infusion process. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *36*(6), 739–746.

Alauddin, M., Choudhury, I., Baradie, M. E. & Hashmi, M. (1995). Plastics and their machining: A review. *Journal of Materials Processing Technology*, *54*(1), 40–46. doi:https://doi.org/10.1016/0924-0136(95)01917-0

Ali, M., Umer, R., Khan, K. & Abdul Samad, Y. (2017). Graphene coated smart fabrics for VARTM process monitoring. I *Conference: 21st International Conference on Composite Materials*.

Bhudolia, S. K., Perrotey, P. & Joshi, S. C. (2018). Mode I fracture toughness and fractographic investigation of carbon fibre composites with liquid Methylmethacrylate thermoplastic matrix. *Composites Part B: Engineering*, *134*, 246–253. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.09.057

Bickerton, S. & Advani, S. G. (1999). Characterization and modeling of race-tracking in liquidcomposite molding processes. *Composites Science and Technology*, *59*(15), 2215–2229. doi:https://doi.org/10.1016/S0266-3538(99)00077-9

Bodaghi, M., Costa, R., Gomes, R., Silva, J., Correia, N. & Silva, F. (2020). Experimental comparative study of the variants of high-temperature vacuum-assisted resin transfer moulding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *129*, 105708. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105708

Brouwer, W. D., Van Herpt, E. & Labordus, M. (2003). Vacuum injection moulding for large structural applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *34*(6), 551–558.

Carraro, P., Maragoni, L. & Quaresimin, M. (2015). Influence of manufacturing induced defects on damage initiation and propagation in carbon/epoxy NCF laminates. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, *1*(1), 44–53.

Castellano, A., Fraddosio, A. & Piccioni, M. D. (2018). Quantitative analysis of QSI and LVI damage in GFRP unidirectional composite laminates by a new ultrasonic approach. *Composites Part B: Engineering*, *151*, 106–117. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.06.003

Cook, W. D., Lau, M., Mehrabi, M., Dean, K. & Zipper, M. (2001). Control of gel time and exotherm behaviour during cure of unsaturated polyester resins. *Polymer international*, *50*(1), 129–134.

Cornell, J. (2000). Developing mixture models, are we done. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, *66*, 127–144. doi:10.1080/00949650008812018

Cornell, J. (2011). *Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixture data*. John Wiley & Sons.

Correia, N., Robitaille, F., Long, A., Rudd, C., Šimáček, P. & Advani, S. (2005). Analysis of the vacuum infusion moulding process: I. Analytical formulation. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *36*, 1645–1656. doi:10.1016/j.compositesa.2005.03.019

Cucinotta, F., Guglielmino, E. & Sfravara, F. (2017). Life cycle assessment in yacht industry: A case study of comparison between hand lay-up and vacuum infusion. *Journal of Cleaner Production*, *142*, 3822–3833. doi:https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.10.080

de Aguiar, P. F., Bourguignon, B., Khots, M., Massart, D. & Phan-Than-Luu, R. (1995). D-optimal designs. *Chemometrics and intelligent laboratory systems*, *30*(2), 199–210.

Elhajjar, R., Grant, P. N. & Ashforth, C. (2018). *Composite Structures: Effects of Defects*. John Wiley & Sons.

Garstka, T., Ersoy, N., Potter, K. & Wisnom, M. (2007). In situ measurements of through-the-thickness strains during processing of AS4/8552 composite. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *38*(12), 2517–2526. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.07.018

Gentz, M., Armentrout, D., Rupnowski, P., Kumosa, L., Shin, E., Sutter, J. & Kumosa, M. (2004). In-plane shear testing of medium and high modulus woven graphite fiber reinforced/polyimide composites. *Composites Science and Technology*, *64*(2), 203–220.

Goh, T. N. (2002). The Role of Statistical Design of Experiments in Six Sigma: Perspectives of a Practitioner. *Quality Engineering*, *14*(4), 659–671. doi:10.1081/QEN-120003565

Gotro, J. & Prime, R. B. (2017). Thermosets. I *Encyclopedia of Polymer Science and Technology* (s. 1–75). doi:10.1002/0471440264.pst519.pub2

Govignon, Q., Bickerton, S. & Kelly, P. (2010). Simulation of the reinforcement compaction and resin flow during the complete resin infusion process. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *41*(1), 45–57. Special Issue: Flow Processes in Composite Materials. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.07.007

Govignon, Q., Bickerton, S., Morris, J. & Kelly, P. (2008). Full field monitoring of the resin flow and laminate properties during the resin infusion process. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *39*(9), 1412–1426.

Gubanski, S., Dernfalk, A., Andersson, J. & Hillborg, H. (2007). Diagnostic Methods for Outdoor Polymeric Insulators. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, *14*, 1065–1080. doi:10.1109/TDEI.2007.4339466

Gubanski, S. & Hartings, R. (1995). Swedish research on the application of composite insulators in outdoor insulation. *IEEE Electrical Insulation Magazine*, *11*(5), 24–31. doi:10.1109/57.466414

Hammami, A. & Gebart, B. (2000). Analysis of the vacuum infusion molding process. *Polymer composites*, *21*(1), 28–40.

Hancioglu, M., Sozer, E. M. & Advani, S. G. (2020). Comparison of in-plane resin transfer molding and vacuum-assisted resin transfer molding 'effective' permeabilities based on mold filling experiments and simulations. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, *39*(1-2), 31–44. doi:10.1177/0731684419868015

Hindersmann, A. (2019). Confusion about infusion: An overview of infusion processes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *126*, 105583. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105583

Hodge, I. M. (1994). Enthalpy relaxation and recovery in amorphous materials. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *169*(3), 211–266.

Hossain, M., Hossain, M., Hosur, M. & Jeelani, S. (2011). Flexural and compression response of woven E-glass/polyester-CNF nanophased composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *42*(11), 1774–1782. doi:10.1016/j.compositesa.2011.07.033

Jensen, M. & Jakobsen, J. (2016). Effect of cure cycle on enthalpy relaxation and post shrinkage in neat epoxy and epoxy composites. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *452*, 109–113.

Johnson, R. & Pitchumani, R. (2003). Enhancement of flow in VARTM using localized induction heating. *Composites science and technology*, *63*(15), 2201–2215.

Kazemi, M., Shanmugam, L., Lu, D., Wang, X., Wang, B. & Yang, J. (2019). Mechanical properties and failure modes of hybrid fiber reinforced polymer composites with a novel liquid thermoplastic resin, Elium®. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *125*, 105523. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.105523

Konstantopoulos, S., Hueber, C., Antoniadis, I., Summerscales, J. & Schledjewski, R. (2019). Liquid composite molding reproducibility in real-world production of fiber reinforced polymeric composites: a review of challenges and solutions. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*. doi:10.1080/20550340.2019.1635778

Kosmann, N., Karsten, J., Schuett, M., Schulte, K. & Fiedler, B. (2015). Determining the effect of voids in GFRP on the damage behaviour under compression loading using acoustic emission. *Composites Part B: Engineering*, *70*, 184–188.

Kravchenko, O. G., Kravchenko, S. G. & Pipes, R. B. (2017). Cure history dependence of residual deformation in a thermosetting laminate. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *99*, 186–197.

Kuppusamy, R. & Neogi, S. (2014). Influence of curing agents on gelation and exotherm behaviour of an unsaturated polyester resin. *Bulletin of Materials Science*, *36*, 1217–1224. doi:10.1007/s12034-013-0591-8

Kutz, M. (2011). *Applied plastics engineering handbook: processing and materials*. William Andrew.

Leardi, R. (2009). Experimental design in chemistry: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, *652*(1), 161–172. Fundamental and Applied Analytical Science. A Special Issue In Honour of Alan Townshend. doi:https://doi.org/10.1016/j.aca.2009.06.015

LeBel, F., Ruiz, É. & Trochu, F. (2019). Void content analysis and processing issues to minimize defects in liquid composite molding. *Polymer Composites*, *40*(1), 109–120.

Li, L. & Lee, L. J. (2001). Effects of inhibitors and retarders on low temperature free radical crosslinking polymerization between styrene and vinyl ester resin. *Polymer Engineering & Science*, *41*(1), 53–65. doi:10.1002/pen.10708

Li, W. (2004). Process and Performance Evaluation of the Vacuum-Assisted Process. *Journal of Composite Materials*, *38*, 1803–1814. doi:10.1177/0021998304044769

Martin, J., Laza, J., Morrás, M., Rodrıguez, M. & León, L. (2000). Study of the curing process of a vinyl ester resin by means of TSR and DMTA. *Polymer*, *41*, 4203–4211. doi:10.1016/S0032-3861(99)00631-X

Mathuw, R., Advani, S., Heider, D., Hoffmann, C., Gillespie Jr, J. & Fink, B. (2001). Flow front measurements and model validation in the vacuum assisted resin transfer molding process. *Polymer composites*, *22*(4), 477–490.

McCrary-Dennis, M. C. & Okoli, O. I. (2012). A review of multiscale composite manufacturing and challenges. *Journal of reinforced plastics and composites*, *31*(24), 1687–1711.

Montgomery, D. (2012a). *Statistical Quality Control, 7th Edition*. John Wiley & Sons, Incorporated.

Montgomery, D. (2012b). *Design and Analysis of Experiments, 8th Edition*. John Wiley & Sons, Incorporated.

Montgomery, D., Loredo, E., Jearkpaporn, D. & Testik, M. (2007). Experimental Designs for Constrained Regions. *Quality Engineering*, *14(4)*, 587–601. doi:10.1081/QEN-120003561

Naik, N., Sirisha, M. & Inani, A. (2014). Permeability characterization of polymer matrix composites by RTM/VARTM. *Progress in aerospace sciences*, *65*, 22–40.

Nguyen, V. H., Deléglise-Lagardère, M. & Park, C. H. (2015). Modeling of resin flow in natural fiber reinforcement for liquid composite molding processes. *Composites Science and Technology*, *113*, 38–45. doi:https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.03.016

Nuiiez, L., Fraga, F., Fraga, L., Salgado, T. & Aiion, J. (1995). Determination of the optimum epoxy/curing agent ratio: A study of different kinetic parameters. *Pure and Applied Chemistry*, *67*, 1091–1094. doi:10.1351/pac199567071091

Park, C. H., Lebel, A., Saouab, A., Bréard, J. & Lee, W. I. (2011). Modeling and simulation of voids and saturation in liquid composite molding processes. *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, *42*(6), 658–668.

Park, S. H. (2003). *Six Sigma for quality and productivity promotion*. Asian Productivity Organization Tokyo.

Piepel, G. F., Cooley, S. K. & Jones, B. (2005). Construction of a 21-component layered mixture experiment design using a new mixture coordinate-exchange algorithm. *Quality Engineering*, *17*(4), 579–594.

Plepys, A. & Farris, R. (1990). Evolution of residual stresses in three-dimensionally constrained epoxy resins. *Polymer*, *31*(10), 1932–1936.

Rimmel, O., Becker, D. & Mitschang, P. (2016). Maximizing the out-of-plane-permeability of preforms manufactured by dry fiber placement. *Advanced Manufacturing: Polymer and Composites Science*, *2*(3-4), 93–102. doi:10.1080/20550340.2016.1260900

Ruiz, E., Achim, V., Soukane, S., Trochu, F. & Bréard, J. (2006). Optimization of injection flow rate to minimize micro/macro-voids formation in resin transfer molded composites. *Composites Science and Technology*, *66*(3), 475–486. doi:https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.06.013

Rybicka, J., Tiwari, A., Del Campo, P. A. & Howarth, J. (2015). Capturing composites manufacturing waste flows through process mapping. *Journal of Cleaner Production*, *91*, 251–261.

Sas, H. S., Šimáček, P. & Advani, S. G. (2015). A methodology to reduce variability during vacuum infusion with optimized design of distribution media. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *78*, 223–233. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.011

Saunders, M., Lewis, P. & Thornhill, A. (2009). *Research Methods for Business Students*. Always learning. Prentice Hall.

Scala, J. J. L., Orlicki, J. A., Winston, C., Robinette, E. J., Sands, J. M. & Palmese, G. R. (2005). The use of bimodal blends of vinyl ester monomers to improve resin processing and toughen polymer properties. *Polymer*, *46*(9), 2908–2921. doi:https://doi.org/10.1016/j.polymer.2005.02.011

Schoch, K. F., Panackal, P. A. & Frank, P. P. (2004). Real-time measurement of resin shrinkage during cure. *Thermochimica Acta*, *417*(1), 115–118. doi:https://doi.org/10.1016/j.tca.2003.12.027

Schubel, P. J., Warrior, N. A. & Rudd, C. D. (2007). Surface quality prediction of thermoset composite structures using geometric simulation tools. *Plastics, Rubber and Composites*, *36*(10), 428–437. doi:10.1179/174328907X248249

Scott, T., Cook, W. & Forsythe, J. (2002). Photo-DSC cure kinetics of vinyl ester resins. I. Influence of temperature. *Polymer*, *43*(22), 5839–5845. doi:https://doi.org/10.1016/S0032-3861(02)00490-1

Scott, T., Cook, W. & Forsythe, J. (2003). Photo-DSC cure kinetics of vinyl ester resins II: Influence of diluent concentration. *Polymer*, *44*, 671–680. doi:10.1016/S0032-3861(02)00788-7

Shah, D. (2010). Evaluation of cure shrinkage measurement techniques for thermosetting resins. *Polymer Testing*, *29*, 629–639. doi:10.1016/j.polymertesting.2010.05.001

Shah, S., Karuppanan, S., Megat-Yusoff, P. & Sajid, Z. (2019). Impact resistance and damage tolerance of fiber reinforced composites: A review. *Composite Structures*, *217*, 100–121. doi:https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.03.021

Shimbo, M., Ochi, M. & Shigeta, Y. (1981). Shrinkage and internal stress during curing of epoxide resins. *Journal of Applied Polymer Science*, *26*(7), 2265–2277.

Silva, A., Teixeira, S., Widal, A. & Coutinho, F. (2001). Mechanical properties of polymer composites based on commercial epoxy vinyl ester resin and glass fiber. *Polymer Testing*, *20*, 895–899. doi:10.1016/S0142-9418(01)00018-6

Šimáček, P. & Advani, S. (2004). Desirable features in mold filling simulations for Liquid Composite Molding processes. *Polymer Composites*, *25*, 355–367. doi:10.1002/pc.20029

Sjögren, A. (2010). Värt att veta om kompositer, Nr. 12. *En specialtidning om kompositer*. Hämtad 17 februari 2020, från https://zoomin.idt.mdh.se/course/ppu104/dokument/Kompositer_PF_1210.pdf

Sjögren, A. (2017). Undersökning av defekter i glasfiberlaminat. Konsultrapport, Ad Manus Materialteknik AB.

Skrifvars, M., Niemelä, P., Koskinen, R. & Hormi, O. (2004). Process cure monitoring of unsaturated polyester resins, vinyl ester resins, and gel coats by Raman spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science*, *93*(3), 1285–1292. doi:10.1002/app.20584

Sörqvist, L. & Höglund, F. (2017). *Sex Sigma: resultatorienterat förbättringsarbete som ger ökad lönsamhet och nöjdare kunder vid produktion av varor och tjänster*. Studentlitteratur.

Taherian, R. & Kausar, A. (2018). *Electrical Conductivity in Polymer-Based Composites: Experiments, Modelling, and Applications*. William Andrew.

Thostenson, E. T., Ziaee, S. & Chou, T.-W. (2009). Processing and electrical properties of carbon nanotube/vinyl ester nanocomposites. *Composites Science and Technology*, *69*(6), 801–804. ONR - Dynamic Failure and Durability. doi:https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.06.023

Thulin, A. (2019). Multivariat analys av vinylesterblandning. Intern rapport, ABB Composites.

Tilbrook, D. A., Pearson, G. J., Braden, M. & Coveney, P. V. (2003). Prediction of polymerization shrinkage using molecular modeling. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *41*(5), 528–548. doi:10.1002/polb.10305

Trochu, F., Ruiz, E., Achim, V. & Soukane, S. (2006). Advanced numerical simulation of liquid composite molding for process analysis and optimization. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *37*(6), 890–902. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2005.06.003

Ueta, G., Wada, J., Okabe, S., Miyashita, M., Nishida, C. & Kamei, M. (2012). Insulation performance of three types of micro-defects in inner epoxy insulators. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, *19*(3), 947–954.

Wu, J.-K., Huang, J.-P., Shevtsov, S. & Chinchan, L. (2014). Identification of thermoset resin cure kinetics using DSC and genetic algorithm. I *2014 International Conference on Information Science, Electronics and Electrical Engineering* (Vol. 2, s. 1204–1208). IEEE.

Yalcinkaya, M. A., Sozer, E. M. & Altan, M. C. (2017). Fabrication of high quality composite laminates by pressurized and heated-VARTM. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, *102*, 336–346. doi:https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.08.017

Yenilmez, B., Senan, M. & Murat Sozer, E. (2009). Variation of part thickness and compaction pressure in vacuum infusion process. *Composites Science and Technology*, *69*(11-12), 1710–1719. cited By 95. doi:10.1016/j.compscitech.2008.05.009

Yun, M., Carella, T., Simacek, P. & Advani, S. (2017). Stochastic modeling of through the thickness permeability variation in a fabric and its effect on void formation during

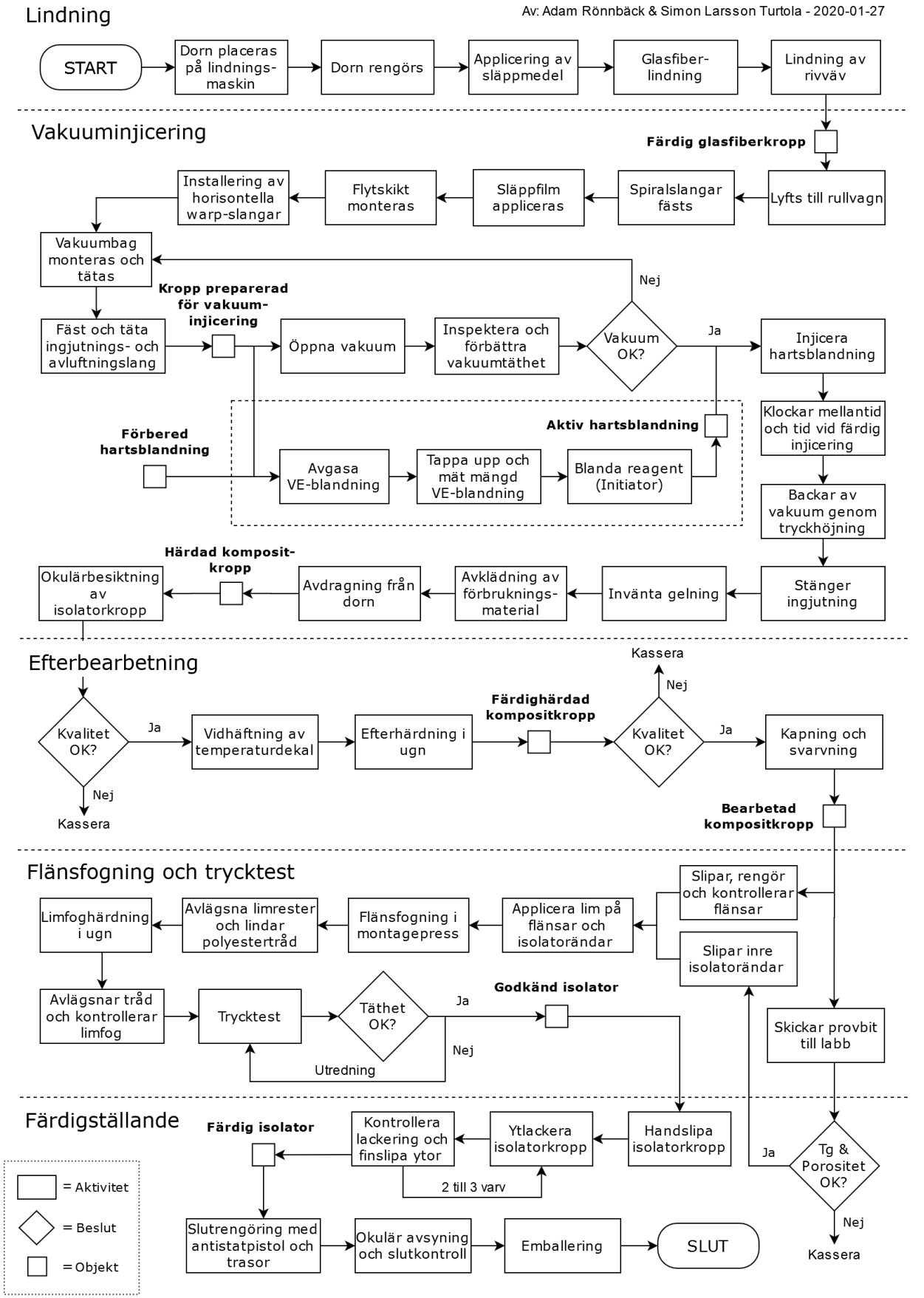
Vacuum Assisted Resin Transfer Molding. *Composites Science and Technology*, *149*, 100–107. doi:https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.06.016

Ziaee, S. & Palmese, G. (1999). Effects of Temperature on Cure Kinetics and Mechanical Properties of Vinyl-Ester Resins. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, *37*, 725–744.

Bilaga 1: Guide för planering av experiment

Steg	Beskrivning
1	Namn och organisation; kort titel på experimentet
2	Syfte med experimentet (bör vara opartiskt, specifikt, mätbart och av praktisk relevans)
3	Relevant bakgrund på respons- och försöksvariabler: (a) teoretiska samband, (b) tidigare expertis/erfarenheter, (c) tidigare experiment
4	Lista av: (a) respektive responsvariabel, (b) responsvariablernas normala nivåer och tillåten variation, (c) mätprecision och hur det kan mätas
5	Lista av: (a) respektive försöksfaktor, (b) försökfaktorernas normala nivåer och tillåten variation, (c) mätprecision och hur det kan mätas, (d) förslag på försöksnivåer, (e) förväntad effekt på responsvariablerna
6	Lista av: (a) konstanthållna faktorer, (b) önskade nivåer och tillåten variation, (c) mätprecision och hur det kan mätas, (d) hur det kan kontrolleras, (e) förväntad effekt på responsvariablerna
7	Lista av: (a) störfaktorer (eventuellt tidsberoende), (b) mätprecision och hur de kan mätas, (c) strategi för hantering (e.g. blockning, randomisering), (d) förväntad effekt på responsvariablerna
8	Lista av kända och misstänkta samspel
9	Lista av restriktioner för experimentet, exempelvis hur enkelt det är att variera försöksfaktorerna, datainsamlingsmetod, material, varaktighet, antal försök, limiteringar för randomisering och kostnader
10	Nuvarande preferenser av försöksdesign och motivering till dessa
11	Förslag på analys- och presentationsteknik (e.g. graf, ANOVA, regressionsmodell, hypotestest)
12	Vem är ansvarig för koordination av experimentet?
13	Ska pilotförsök genomföras? Varför/varför inte?

Bilaga 2: Processkarta över tillverkningsprocessen



Bilaga 3: Tidigare interna studier

Under sommaren 2019 genomfördes en multivariat analys av hartsblandningens egenskaper baserat på försöksplanering av Thulin (2019) i syfte att undersöka om dessa påverkar förekomsten av avvikelserna. Rapporten innehåller känslig information och delar av rapporten, specifikt de kemiska ingredienserna i hartsblandningen, kommer därför benämnas i generisk form. Uppkomsten till rapporten grundades i de slutsatser som drogs av Sjögren (2017), vilket föranledde misstankar om att härdningsförloppet av hartsblandningen skedde för fort, alternativt för okontrollerat (Thulin, 2019). Därav undersöktes de ingående kemikaliernas effekt på de två egenskaperna *geltid* och *kicktid*.

En sammanställning av de ingående kemikalier som användes och dess dåvarande specificerade utgångsmängder vid blandning, samt restriktionerna för respektive komponent, kan ses i Tabell 16 nedan.

Tabell 16: Sammanställning av de ingående kemikalier som användes vid försöket. Artikel- och batchnummer är censurerat.

Komponent	ID	Artikelnr	Mängd (wt%)	Batchnr	Min-värde (wt%)	Max-värde (wt%)
Basharts	A	*Censurerat*	86.0	*Censurerat*	-	-
Styren	B	*Censurerat*	13.5	*Censurerat*	9.0	15.0
Accelerator A	C	*Censurerat*	0.13	*Censurerat*	0.09	0.20
Promotor	D	*Censurerat*	0.20	*Censurerat*	0.13	0.25
Accelerator B	E	*Censurerat*	0.33	*Censurerat*	0.22	0.40
Initiator	F	*Censurerat*	1.00	*Censurerat*	0.80	1.50

Bashartsen för blandningen varierades inte i detta försök, den följde istället mängden styren, där den totala summan av basharts och styren alltid är 99,5 wt% av den totala blandningsmängden. Gränsvärdena för de andra ingående kemikalierna (se min- respektive max-värde i Tabell 16 ovan) valdes delvis på erfarenhet, men även baserat på den dåvarande specifikationen för blandningsförhållandet.

Försöksdesignen följde en Half Central Composite Design (HCCD) framtagen via programvaran Minitab, vilket resulterade i 29 unika blandningar. Försöket genomfördes under tre dagar i en laborationsmiljö och utgick från en färdigblandad vinylesterblandning, vilket innehöll samtliga ingående kemikalier förutom initiatorn. Vid respektive delförsök vägdes 100 gram av vinylesterblandningen upp, därefter tillsattes 1 gram av initatorn under omrörning. Tiden från att initiatorn tillsatts klockas sedan och efter ungefär 100 minuter övervakas provet kontinuerligt för att bestämma vid vilken tid provet kan anses ha gelat.

Vid analys av resultatet framkom att förklaringsgraden för en HCCD var relativt låg, därav användes en vanlig multipel regressionanalys för att analysera datainsamlingen. Där framgick att förklaringsgraden för *geltid* uppnådde 89 % där samtliga ingående kemikalier, förutom styren, var signifikanta. Regressionsmodellen kan ses i (6) nedan.

$$Geltid = 310 - 2024 \times C + 1633 \times D + 44 \times E - \\ 269,8 \times F + 5163 \times C^2 - 4919 \times F \times E + 695 \times E \times F \tag{6}$$

Motsvarande förklaringsgrad för *kicktid* uppnådde 90 %, regressionsmodellen för denna egenskap kan ses i (7) nedan.

$$Kicktid = 274 - 1887 \times C + 1653 \times D + 202 \times E - \\ 219,4 \times F + 4601 \times C^2 - 4888 \times F \times E + 527 \times E \times F \tag{7}$$

Vid jämförelse av modellerna mot tidigare uppmätta värden år 2018, med en konstant mängd av initiatorn på 1wt%, framkom att modellen hade en snarlik variation i geltid som tidigare. Däremot upptäcktes en offset för samtliga jämförelser där modellen skattade 20-30 minuter under de verkligt mätta värdena. Thulin (2019) hävdar att denna offset kan bero på att den grundblandning som användes som bas i försöken kan tänkas vara felblandad, vilket hade resulterat i en liknande offset för samtliga prover. Vidare kan det tänkas bero på den relativt korta blandningstiden för samtliga delförsök, där en längre blandning eventuellt hade resulterat i en längre geltid. Utöver det kan det tänkas bero på att de ingående kemikalierna som användes vid uppmätningen år 2018 var av andra batcher, vilket kan indikera på att en viss variation mellan batcherna finns. Avslutningsvis finns en tro om att omgivningstemperaturen kan ha varit annorlunda när det tidigare provet genomfördes, troligtvis lägre, då geltiden var längre.

Thulin (2019) konstaterar att ytterligare försök bör göras, däremot föreslår han ett antal förändringar:

- Komponenterna bör blandas ihop från grunden så att mängderna av respektive komponent är säkerställd, istället för att använda sig av en bas som i detta försök.
- Önskvärt vore att använda en magnetomrörare för att säkerställa att blandningen utförs konsekvent och tillräckligt.
- Bedömningen av blandningens härdförlopp är subjektiv och ger utrymme för en viss variation beroende på observatör. En temperaturloggning av blandningen från start till kick hade varit önskvärt för att få en mer objektiv beskrivning av härdningen.

Bilaga 4: Försöksplan i randomiserad ordning

Std.	Build Type	Space Type	Run.	A: Basharts (%)	B: Styren (%)	C: Acc. A (%)	D: Promotor (%)	E: Acc. B (%)	F:Initiator (%)
36	Model	Vertex	*1*	82.50	13.70	0.30	0.50	0.50	2.50
4	Model	Vertex	*2*	95.00	3.85	0.05	0.50	0.10	0.50
9	Model	Vertex	*3*	83.62	15.00	0.30	0.08	0.50	0.50
6	Model	CentEdge	*4*	83.40	15.00	0.30	0.50	0.30	0.50
29	Model	CentEdge	*5*	88.17	8.68	0.05	0.50	0.10	2.50
23	Lack of Fit	AxialCB	*6*	85.62	11.55	0.24	0.40	0.20	2.00
7	Model	CentEdge	*7*	95.00	3.75	0.17	0.08	0.50	0.50
16	Center	Center	*8*	88.75	8.99	0.17	0.29	0.30	1.50
10	Replicate	Vertex	*9*	83.62	15.00	0.30	0.08	0.50	0.50
34	Replicate	Vertex	*10*	93.45	3.00	0.05	0.50	0.50	2.50
22	Lack of Fit	AxialCB	*11*	90.97	6.00	0.24	0.40	0.40	2.00
26	Replicate	Vertex	*12*	82.50	14.52	0.30	0.08	0.10	2.50
30	Model	CentEdge	*13*	93.72	3.00	0.17	0.50	0.10	2.50
33	Model	Vertex	*14*	93.45	3.00	0.05	0.50	0.50	2.50
24	Model	CentEdge	*15*	82.50	14.55	0.30	0.50	0.10	2.05
19	Model	CentEdge	*16*	82.50	15.00	0.05	0.50	0.30	1.65
2	Model	Vertex	*17*	84.27	15.00	0.05	0.08	0.10	0.50
1	Lack of Fit	CentEdge	*18*	89.64	9.63	0.05	0.08	0.10	0.50
27	Model	CentEdge	*19*	82.50	14.56	0.05	0.29	0.10	2.50
12	Lack of Fit	AxialCB	*20*	86.51	12.00	0.11	0.18	0.20	1.00
14	Center	Center	*21*	88.75	8.99	0.17	0.29	0.30	1.50
13	Lack of Fit	Interior	*22*	91.87	6.53	0.11	0.29	0.20	1.00
32	Replicate	Vertex	*23*	82.50	14.37	0.05	0.08	0.50	2.50
18	Center	Center	*24*	88.75	8.99	0.17	0.29	0.30	1.50
28	Model	CentEdge	*25*	93.81	3.00	0.30	0.29	0.10	2.50
21	Replicate	Vertex	*26*	95.00	3.00	0.05	0.08	0.10	1.77
8	Model	Vertex	*27*	83.45	15.00	0.05	0.50	0.50	0.50
25	Model	Vertex	*28*	82.50	14.52	0.30	0.08	0.10	2.50
15	Center	Center	*29*	88.75	8.99	0.17	0.29	0.30	1.50
31	Model	Vertex	*30*	82.50	14.37	0.05	0.08	0.50	2.50
5	Model	CentEdge	*31*	95.00	4.07	0.05	0.08	0.30	0.50
11	Model	Vertex	*32*	95.00	3.00	0.30	0.50	0.50	0.70
35	Model	Vertex	*33*	93.62	3.00	0.30	0.08	0.50	2.50
17	Center	Center	*34*	88.75	8.99	0.17	0.29	0.30	1.50
3	Model	Vertex	*35*	95.00	4.02	0.30	0.08	0.10	0.50
20	Model	Vertex	*36*	95.00	3.00	0.05	0.08	0.10	1.77

Bilaga 5: Mätvärden från blandningsexperiment

	Responsvariabler						Parametrar				
Run	Viskositet (sek)	Geltid (min)	D-tid (min)	Energi (min)	Onset (min)	Sprickbildning (1-10)	Kicktemp (°C)	Omg.temp (°C)	Peak (min)	Endset (min)	DSC- Vikt (mg)
1	22.36	33	20	212	2.18	7	211.5	22.5	19.25	25.87	4.55
2	51.52	497	33	167.39	20.94	2	184.4	22.2	33.65	41.41	6.25
3	21.67	108	16	234.63	6.73	6	210.2	22.7	18.25	24.69	7.82
4	21.26	142	36	221.09	6.76	5	170.4	22.9	31.63	48.33	7.70
5	32.27	283	30	212.22	10.68	10	197.8	22.4	22.38	28.87	4.98
6	26.03	72	26	231.17	3.76	9	200.8	23.0	21.37	28.07	8.60
7	51.18	125	12	205.77	9.05	4	173.7	22.4	16.38	20.73	5.39
8	29.96	74	23	225.88	4.38	6	185.8	22.7	18.58	25.15	6.37
9	21.25	104	17	205.49	5.67	4	164.8	22.4	17.05	25.12	6.74
10	51.8	112	14	211.36	7.63	8	194.6	22.1	13.98	20.29	5.92
11	38.48	54	16	240.13	2.83	7	196.7	21.1	14.23	20.09	6.55
12	21.77	40	15	250.08	2.11	7	189.2	22.5	13.98	20.6	5.82
13	48.99	84	19	217.69	4.84	6	201.5	23.5	15.32	20.07	5.51
14	53.1	98	13	211.53	6.32	8	205.1	22.1	12.05	18.09	4.20
15	20.95	65	32	230.79	3.28	8	198.8	22.9	23.38	30.61	6.49
16	20.91	243	29	200.54	10.51	9	197.4	21.7	22.92	31.2	4.20
17	22.38	376	44	150.39	22.54	1	191.6	22.2	33.55	39.84	4.80
18	31.06	404	37	158.48	23.76	3	181.9	21.5	33.52	39.43	5.28
19	21.87	219	30	214.49	7.6	10	201.3	22.1	23.45	29.56	4.66
20	25.29	176	27	206.17	6.99	9	201.0	22.6	22.18	28.91	5.18
21	29.79	79	22	231.85	4.33	9	203.9	23.3	20.05	26.37	8.62
22	38.58	164	25	220.31	7.74	7	182.7	23.0	21.85	29.01	8.95
23	22.29	109	13	245.18	4.64	10	206.8	21.5	13.85	20.66	4.05
24	30.78	83	21	226.48	4.46	7	198.2	21.5	16.48	22.73	5.09
25	54.73	35	15	247.33	2.28	5	193.1	22.6	12.18	18.14	5.21
26	60.29	147	18	214.13	7.73	6	200.1	21.8	17.18	22.22	6.47
27	21.43	367	24	213.58	13.72	10	204.0	21.7	25.92	40.68	8.78
28	22.25	36	16	246.48	1.72	8	204.2	22.6	16.12	24.07	8.68
29	30.65	71	21	226.05	3.83	8	208.4	23.3	13.15	19.81	4.56
30	22	75	14	247.97	4.1	8	204.6	22.3	14.78	21.4	5.67
31	50.17	382	21	163.62	26.6	2	193.1	22.0	34.57	39.65	4.77
32	50.62	66	22	216.71	4.59	4	182.0	22.5	16.22	26.79	5.88
33	54.33	28	7	248.55	1.3	5	189.3	22.5	6.97	10.53	8.14
34	30.26	79	22	225.51	4.43	9	204.4	22.1	17.45	23.28	4.66
35	54.29	157	25	210.06	10.37	3	187.6	21.5	19.45	24.98	5.01
36	56.43	162	18	217.45	9.61	3	190.4	22.4	18.72	24.15	6.65

Bilaga 6: Pearson korrelationsmatris

The StatAdvisor

This table shows Pearson product moment correlations between each pair of variables. These correlation coefficients range between -1 and +1 and measure the strength of the linear relationship between the variables. Also shown in parentheses is the number of pairs of data values used to compute each coefficient. The third number in each location of the table is a P-value which tests the statistical significance of the estimated correlations. P-values below 0,01 indicate statistically significant non-zero correlations at the 99,0% confidence level. The following pairs of variables have P-values below 0,01:

Visk (sek) and Skala sprickor (1-10)
Geltid (min) and D-tid (Kick-gel)
Geltid (min) and Onset (min) (DSC)
Geltid (min) and Exoterm energi (J/g) (DSC)
Kicktemp (°C) and Skala sprickor (1-10)
D-tid (Kick-gel) and Onset (min) (DSC)
D-tid (Kick-gel) and Exoterm energi (J/g) (DSC)
Onset (min) (DSC) and Exoterm energi (J/g) (DSC)
Onset (min) (DSC) and Skala sprickor (1-10)
Exoterm energi (J/g) (DSC) and Skala sprickor (1-10)

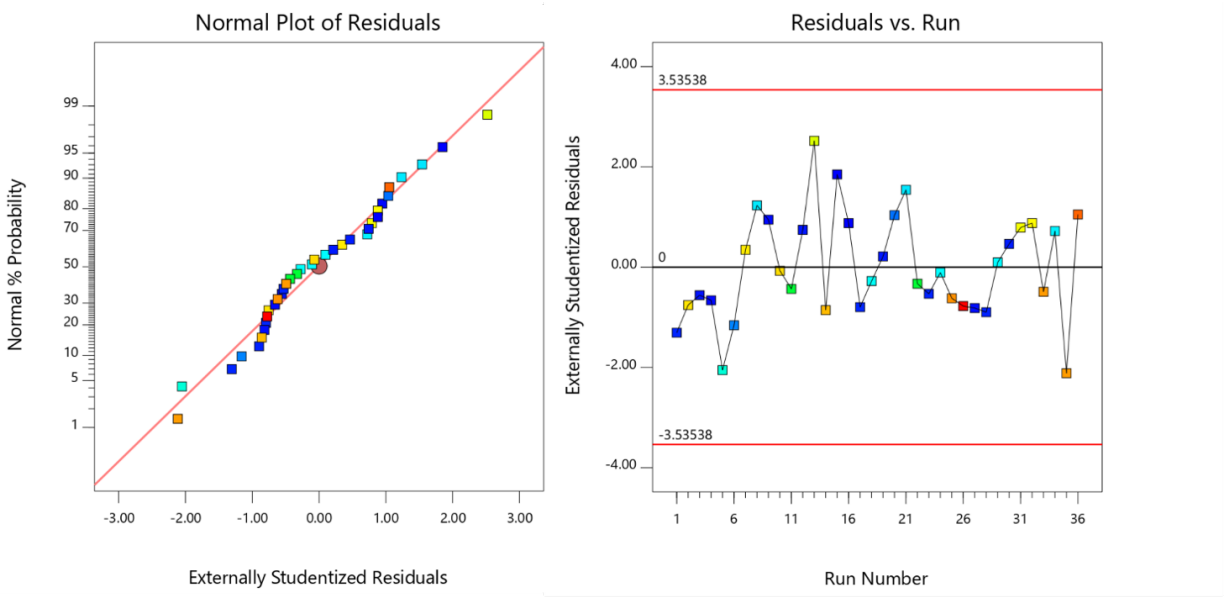
Correlations

	Omg. temp (°C)	Visk (sek)	Geltid (min)	Kicktemp (°C)	D-tid (Kick-gel)
Omg. temp (°C)		-0,0913	-0,3416	0,0122	0,0036
		(36)	(36)	(36)	(36)
		0,5965	0,0415	0,9435	0,9836
Visk (sek)	-0,0913		0,0275	-0,2193	-0,3458
	(36)		(36)	(36)	(36)
	0,5965		0,8735	0,1987	0,0389
Geltid (min)	-0,3416	0,0275		-0,1939	0,6343
	(36)	(36)		(36)	(36)
	0,0415	0,8735		0,2572	0,0000
Kicktemp (°C)	0,0122	-0,2193	-0,1939		-0,1888
	(36)	(36)	(36)		(36)
	0,9435	0,1987	0,2572		0,2701
D-tid (Kick-gel)	0,0036	-0,3458	0,6343	-0,1888	
	(36)	(36)	(36)	(36)	
	0,9836	0,0389	0,0000	0,2701	
Onset (min) (DSC)	-0,3410	0,1380	0,9364	-0,2533	0,5634
	(36)	(36)	(36)	(36)	(36)
	0,0418	0,4222	0,0000	0,1360	0,0003
Exoterm energi (J/g) (DSC)	0,2432	-0,1338	-0,8373	0,3097	-0,6315
	(36)	(36)	(36)	(36)	(36)
	0,1529	0,4364	0,0000	0,0661	0,0000
Skala sprickor (1-10)	0,0750	-0,4651	-0,3452	0,6180	-0,1772
	(36)	(36)	(36)	(36)	(36)
	0,6637	0,0043	0,0392	0,0001	0,3013

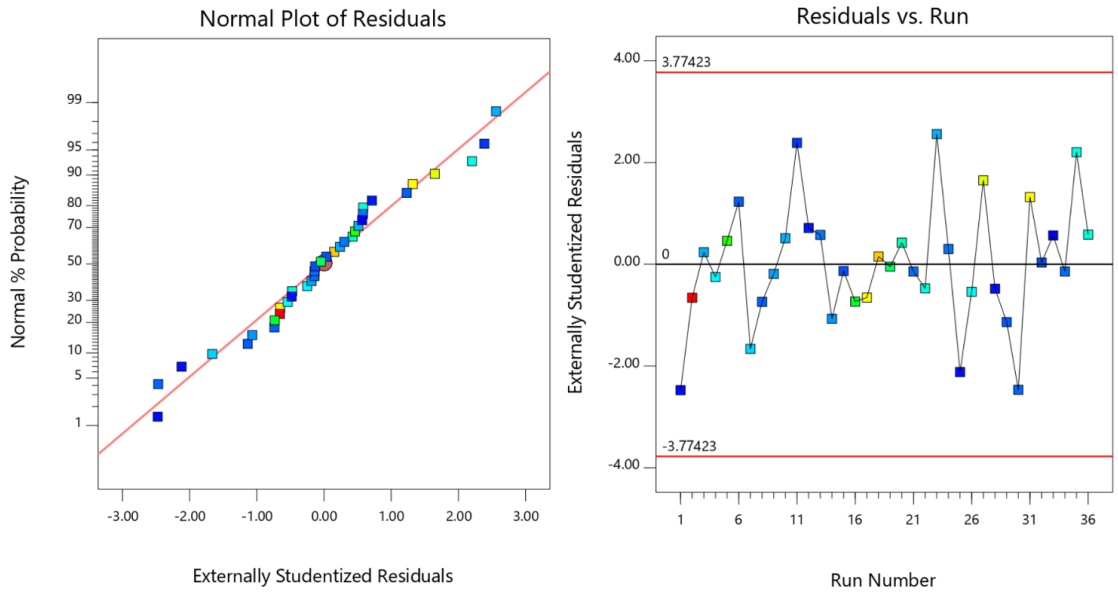
	Onset (min) (DSC)	Exoterm energi (J/g) (DSC)	Skala sprickor (1-10)
Omg. temp (°C)	-0,3410	0,2432	0,0750
	(36)	(36)	(36)
	0,0418	0,1529	0,6637
Visk (sek)	0,1380	-0,1338	-0,4651
	(36)	(36)	(36)
	0,4222	0,4364	0,0043
Geltid (min)	0,9364	-0,8373	-0,3452
	(36)	(36)	(36)
	0,0000	0,0000	0,0392
Kicktemp (°C)	-0,2533	0,3097	0,6180
	(36)	(36)	(36)
	0,1360	0,0661	0,0001
D-tid (Kick-gel)	0,5634	-0,6315	-0,1772
	(36)	(36)	(36)
	0,0003	0,0000	0,3013
Onset (min) (DSC)		-0,9077	-0,5378
		(36)	(36)
		0,0000	0,0007
Exoterm energi (J/g) (DSC)	-0,9077		0,5554
	(36)		(36)
	0,0000		0,0004
Skala sprickor (1-10)	-0,5378	0,5554	
	(36)	(36)	
	0,0007	0,0004	

Bilaga 7: Residualanalys responsvariabler

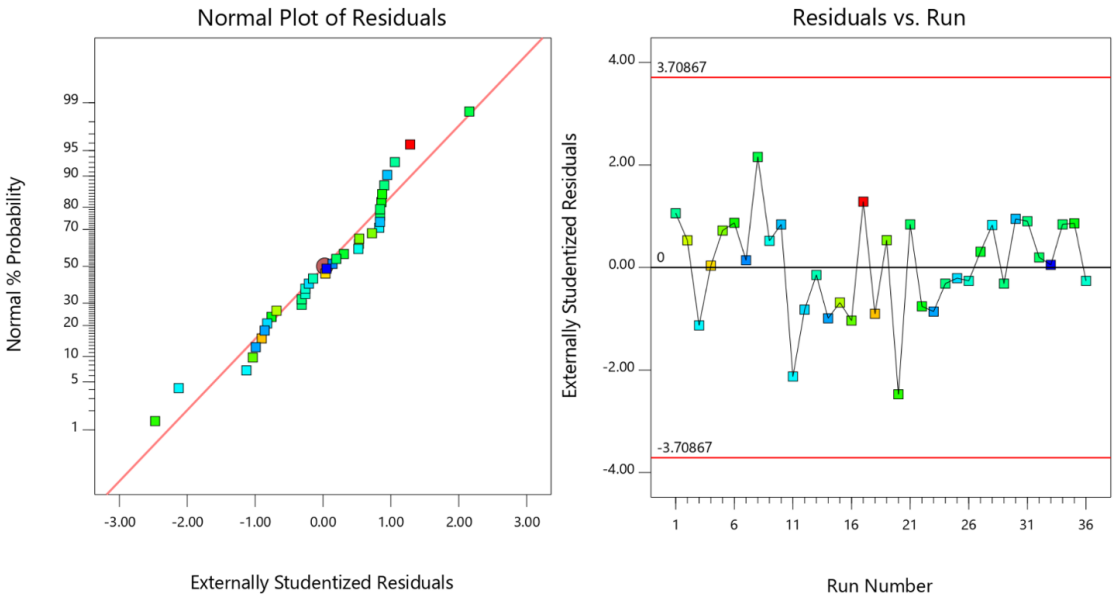
Viskositet



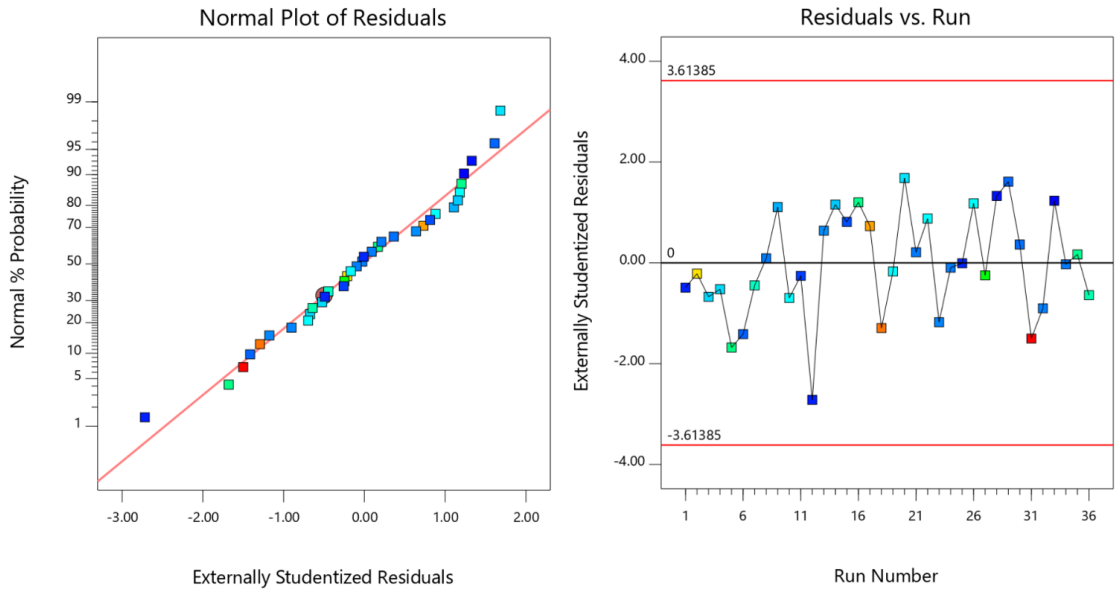
Geltid



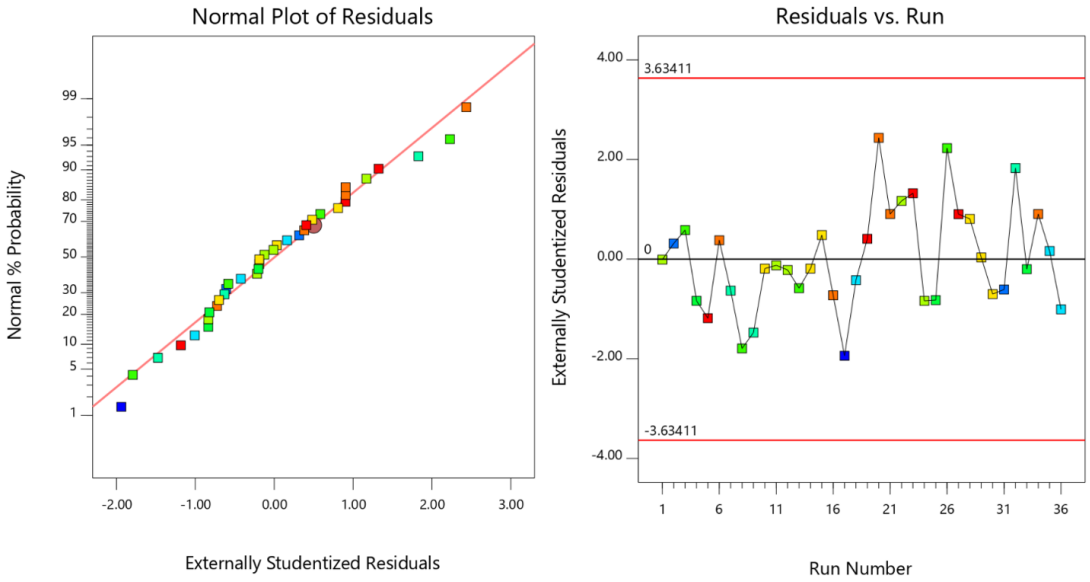
D-tid


Normal Plot of Residuals
Normal % Probability
99
95
90
80
70
50
30
20
10
5
1
-3.00
-2.00
-1.00
0.00
1.00
2.00
3.00
Externally Studentized Residuals
Residuals vs. Run
Externally Studentized Residuals
4.00
2.00
0.00
-2.00
-4.00
3.70867
0
-3.70867
1
6
11
16
21
26
31
36
Run Number

Onset


Normal Plot of Residuals
Normal % Probability
99
95
90
80
70
50
30
20
10
5
1
-3.00
-2.00
-1.00
0.00
1.00
2.00
Externally Studentized Residuals
Residuals vs. Run
Externally Studentized Residuals
4.00
2.00
0.00
-2.00
-4.00
3.61385
0
-3.61385
1
6
11
16
21
26
31
36
Run Number

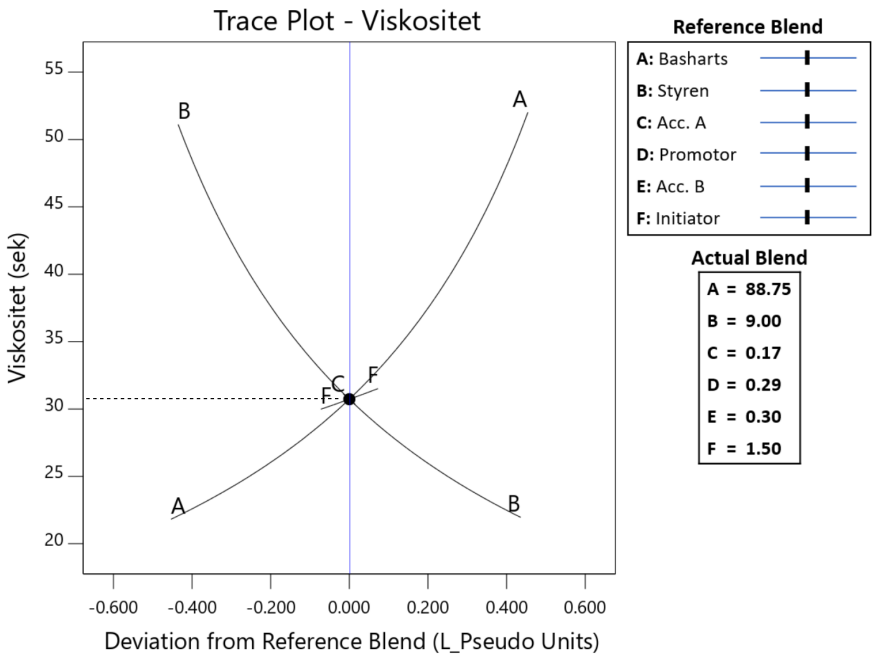
Sprickbildning



Bilaga 8: Trace-plot analys responsvariabler

Viskositet

I Figur 54 nedan kan ett spårdiagram för *Viskositet* ses med en centrumpunkt som referensblandning. Vid första anblick uppenbaras att basharts (A) och styren (B) har en stor effekt på hartsblandningens viskositet. Diagrammet uppvisar ett exponentiellt förhållande mellan mängden basharts och styren, då linjerna är spegelvända likar av varandra. De resterande ingredienserna har en försumbar effekt, då dess linjer inte uppträder i spårdiagrammet. Effekten av initiatorn (F) kan också avfärdas. Detta gäller för samtliga blandningskombinationer. Därmed kan vi konstatera att proportionsförhållandet mellan basharts och styren har störst inverkan på hartsblandningens viskositet. Resultatet stöds av Ziaee och Palmese (1999) som framhåller att styren agerar som ett aktivt lösningsmedel.



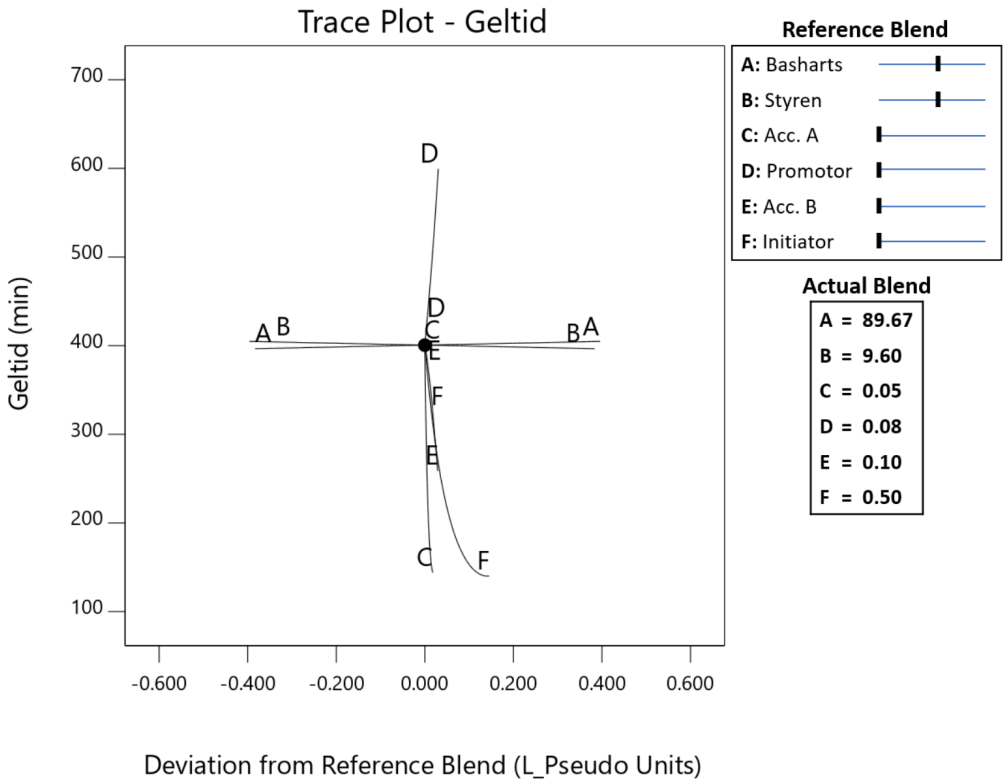
Figur 54: Spårdiagram och tvåkomponentdiagram för responsvariabeln *Viskositet*.

Geltid

Genom analys av spårdiagrammet för *Geltid*, se Figur 55 nedan, kan man se att fyra ingredienser har en effekt på geltiden. Accelerator A (C) och initiatorn (F) har störst negativ effekt på geltiden, följt av accelerator B (E). Detta då alla tre visar på en starkt negativ linje om dess proportioner ökar. Observera att initiatorns effekt på geltiden avtar när dess proportion blir högre, då linjen utjämnas. Acceleratorernas och initiatorns effekter är oberoende av varandras proportioner, har man en hög proportion av accelerator A kommer geltiden fortfarande minskas om accelerator B och/eller initiatorn ökar.

Promotorn (D) har en positiv effekt på geltiden om dess proportion ökar, då dess linje har en positiv lutning. Däremot, om accelerator A eller accelerator B har en hög proportion minskas promotorns positiva effekt drastiskt. Om båda acceleratorerna har en hög proportion försvinner promotorns effekt helt. Varken basharts (A) eller styren (B) har en märkbar effekt på geltiden enligt spårdiagrammet, då linjerna är nästintill horisontella.

Därmed, för att minimera geltiden inom försöksområdets gränser ska proportionerna av Accelerator A och B samt initiatorn maximeras. För att maximera geltiden ska dessa minimeras medans promotorn maximeras. Detta överensstämmer med resultatet av Li och Lee (2001), där det påvisades att ett snabbare reaktionsförlopp, och följaktligen en kortare geltid, kan uppnås genom att öka acceleratorernas proportioner.

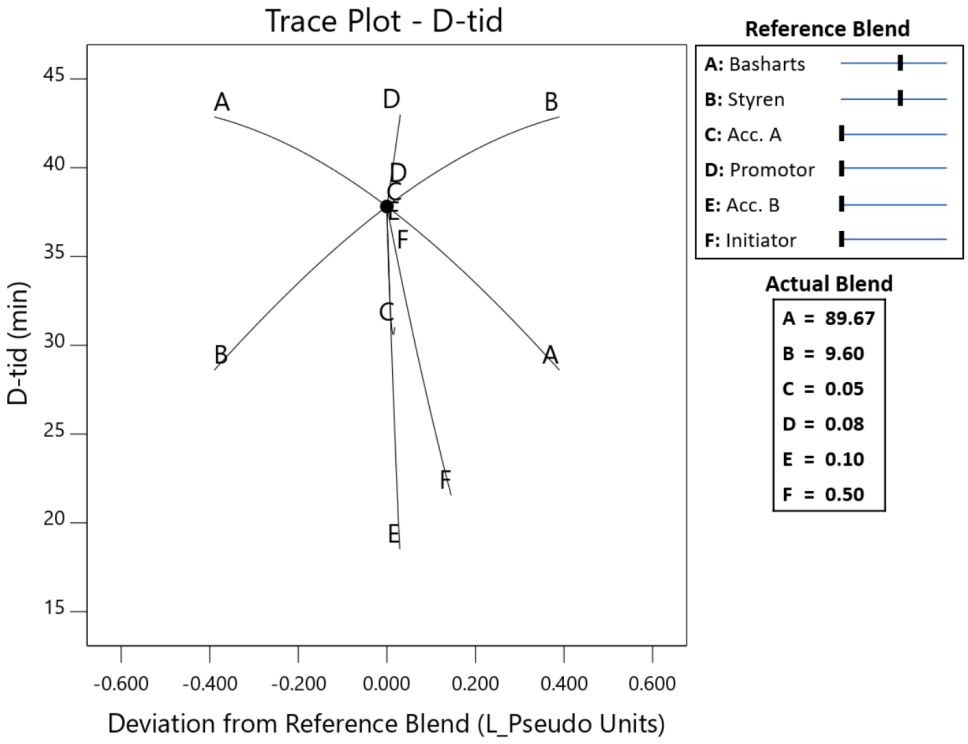


Figur 55: Trace-plot för *Geltid*.

D-tid

Efter gelpunkten kommer hartsblandningen att öka exponentiellt i temperatur och tillsist härda. Hur snabbt temperaturen ökar kan mätas av tiden mellan gel och härdning. Se spårdiagrammet för *D-tid* i Figur 56 nedan. D-tiden påverkas mest av accelerator B (E) och initiatorn (F). Båda har en stark negativ effekt på D-tiden oberoende av resterande ingrediensers proportioner. Tillskillnad från geltiden har accelerator A (C) en betydligt mindre negativ effekt på D-tiden. Dessutom förändras effekten för accelerator A som nästan blir försumbar om promotorn eller accelerator B har en hög proportion.

I likhet med geltiden har promotorn en positiv effekt på D-tiden, vilket gäller för alla blandningskombinationer. Promotorn har därför högst bromsande effekt på D-tiden, dessutom ökar dess effekt om accelerator A har en hög proportion. Gällande basharts (A) och styren (B), uppträder effekten som ett proportionellt förhållande mellan ingredienserna, då mindre styren kräver mer basharts och tvärtom. I detta fall ger en högre proportion av styren och lägre proportion av basharts en längre D-tid. Den längsta D-tiden uppnås genom att minimera proportionerna för accelerator B och initiatorn samt maximera promotorn och styren.

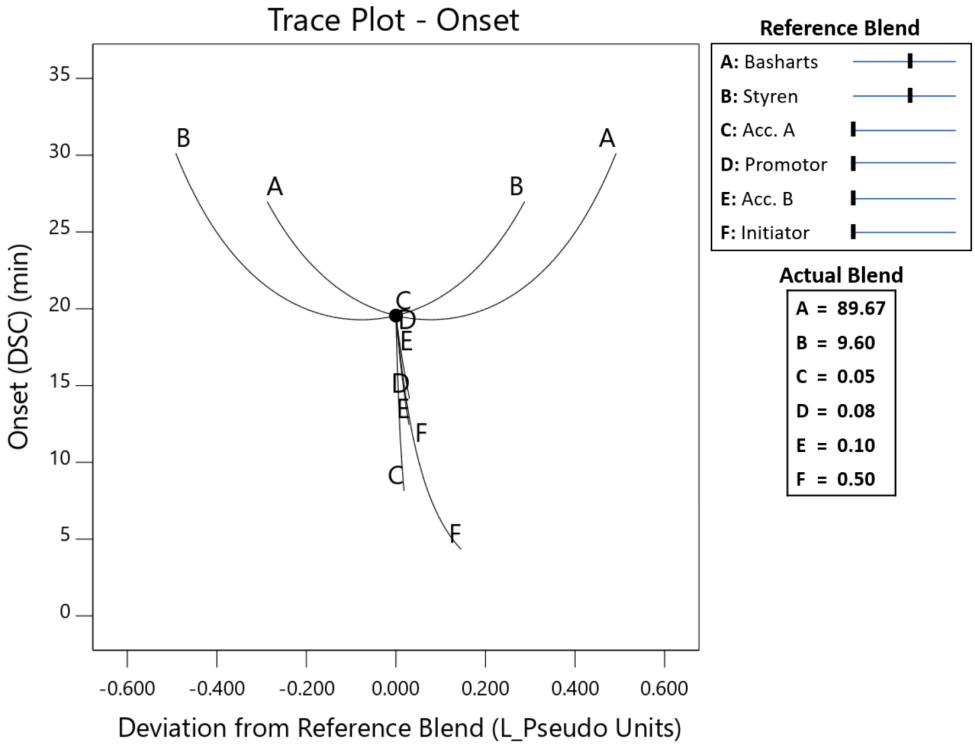


Figur 56: Spårdiagram för variabeln *D-tid*.

Onset

Variabeln *Onset* representerar tiden från att initiatorns tillsätts i hartsblandning till att värme i form av exoterm energi börjar avges. Spårdiagrammet för Onset kan ses i Figur 57 nedan. I likhet med spårdiagrammet för Geltid har accelerator A (C) och initiatorn (F) en stark negativ effekt, följt av en mindre stark positiv effekt av accelerator B (E). Även promotorn (D) har en positiv effekt för många blandningskombinationer, däremot får promotorn en negativ effekt vid en hög proportion av initiatorn. Om dessutom acceleratorerna ökar, minskar promotorns negativa effekt och initiatorns positiva effekt. Acceleratorerena har därmed en dominant påverkan på Onset vid högre proportioner.

För proportionsförhållandet mellan basharts (A) och styren (B) uppvisar diagrammet ett effektminimum, då linjen är krökt i form av ett U. Med andra ord har mängden basharts gentemot styren den största negativa effekten vid ungefär 10 % Styren. Dock försvinner dess effekt vid hög nivå av acceleratorerna. För att minimera Onset, behöver man minimera promotorn och maximera båda acceleratorerna samt initiatorn.



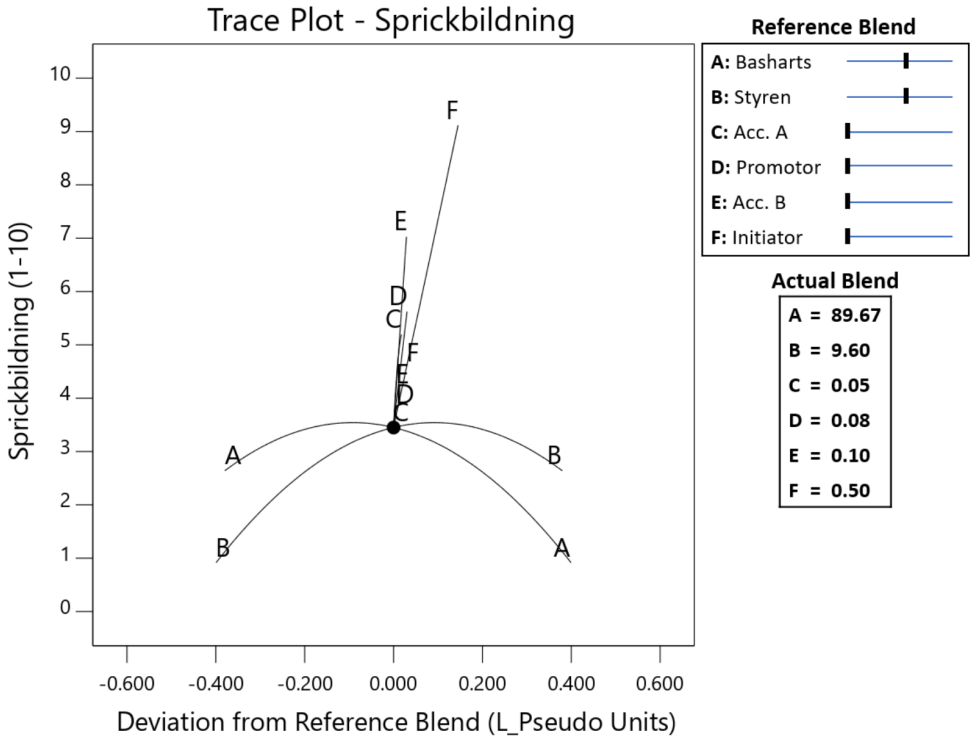
Figur 57: Spårdiagram för responsvariabeln *Onset*.

Sprickbildning

Spårdiagrammet för Sprickbildning i Figur 58 nedan, har många likheter med spårdiagrammet för Energi. Från referensblandningens utgångsläge skapar alla ingredienser mer sprickor om dess proportion ökar. En ökad proportion av initiatorn (F) skapar mer sprickor för alla blandningskombinationer. Tillskillnad från promotorns negativa effekt för andra responsvariabler ger högre proportion av promotor (D) mer sprickor. Promotorns positiva effekt minskar däremot när acceleratorerna ökar. En ökad proportion av accelerator B (E) ger också mer sprickor, men när initiatorn ökar minskar dess positiva effekt.

Accelerator A (C) har väldigt varierande effekt på sprickbildningen. Vid ökning skapar den mer sprickor enbart när initiatorn, acceleratorn och promotorn har en låg proportion. När någon av dessa tre har en hög proportion, genererar accelerator A mindre sprickor vid ökning, det blir en motsatt effekt. Gällande proportionsförhållandet mellan basharts (A) och styren (B) finns också ett effektmaximum. I detta fall vid ungefär 11% styren.

För att minimera sprickbildning bör samtliga ingredienser minimeras, med ett styren och basharts förhållande som är låg respektive hög.

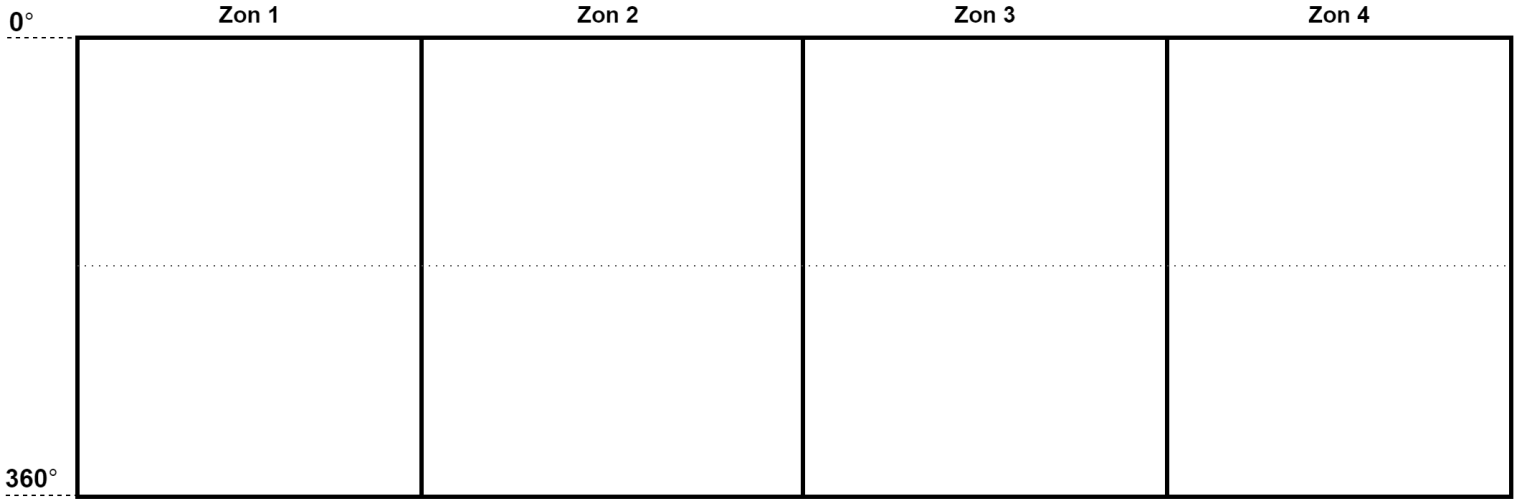


Figur 58: Spårdiagram för responsvariabeln *Sprickbildning*.

Kvalitetsbedömningsmatris - KBM	Artikel Nr:	Objekt Nr:

KBM - Version 4.0
Uppdaterad: 2020-05-20
ABB Composites

Skapad av Adam Rönnbäck & Simon Turtola - Examensarbete våren 2020



Skala: **1** = Mycket liten förekomst **10** = Mycket stor förekomst

Avvikelse	**ID.**	**Ja?**	**Insida**	**Utsida**	**Skala (1-10)**	**OK / NOK**
Riskorn	R					
Läckage	L					
Förorening	F					

Beslut:

Godkänd ☐

Kassera ☐

Kommentar:

Signering: (*Namnförtydligande*)