

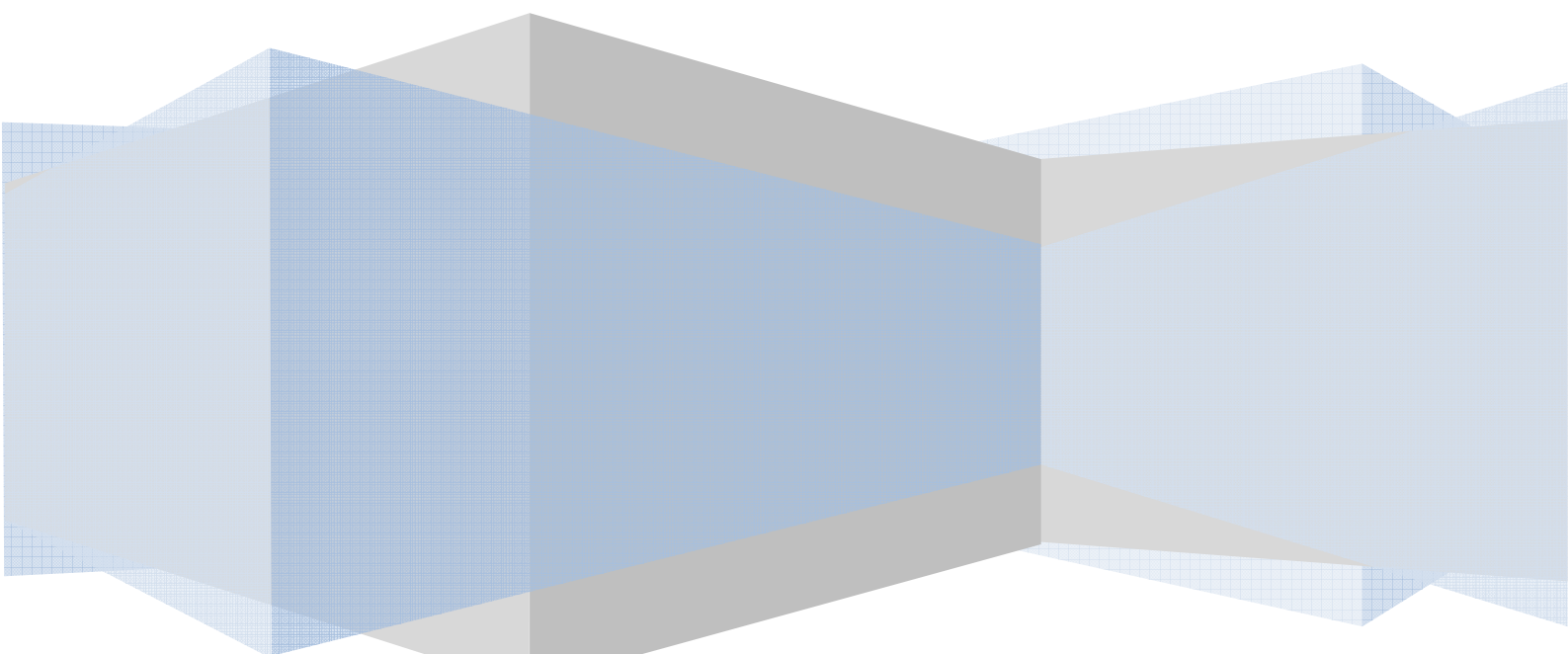


Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Anyagtudomány és Technológia Tanszék

FÉMMÁTRIXÚ KOMPOZITHUZAL FOLYAMATOS GYÁRTÁSÁNAK ELŐKÉSZÍTÉSE

(TDK dolgozat)

Hadzsi Ákos, Hangyás I. Atanáz, Salló Bence



A dolgozat bemutatását a TÁMOP - 4.2.2.B-10/1--2010-0009 "Új
tehetséggondozó programok és kutatások a Műegyetem tudományos műhelyeiben"
című program támogatta.

Köszönet nyilvánítás

Ezúton szeretnénk megköszönni:

-Dr. Dobránszky Jánosnak és Törzsök Péternek a TDK dolgozathoz nyújtott konzulensi munkájukat

-Prof. Blücher T. Józsefnek, Dr. Orbulov Imrének és Dr. Németh Árpádnak a kutatás során adott ötleteikért, valamint segítségnyújtásukért.

-Imre Balázsnak, Hatala Márknak, Koós Gábornének és Igricz Tamásnak a szálvizsgálatokban nyújtott segítségért.

- Az Anyagtudomány és Technológia Tanszék többi munkatársának a kutatásban való támogatásukat.

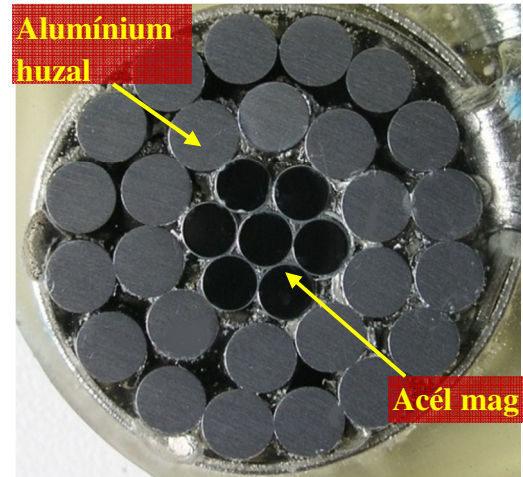
Tartalomjegyzék

1. Bevezetés, célkitűzések	4
1.1. A dolgozat célkitűzései	4
2. A folyamatos nyomásos infiltrációs technológia bemutatása.....	5
2.1. Az infiltráció	5
2.2. A szénszálak bemutatása.....	6
2.2.1 A szénszál választásának okai.....	6
2.2.2 Poliakrilonitrilből való előállítás.....	6
2.2.3 Kátrányból való előállítás.....	6
2.2.4 Alkalmazott szénszálak.....	6
2.2.5 A színg bemutatása.....	8
2.3. Az folyamatos infiltrációs berendezés elemei.....	10
2.4. Infiltrációs kísérlet előkészületeinek lépései.....	12
2.5. Infiltrációs kísérlet lépései	13
2.6. Elvégzett kísérletek.....	14
2.6.1 „Belógatásos” kísérlet.....	15
2.6.2 Nyomás nélküli infiltrációs kísérletek.....	15
3. A szénszálak nedvesítését elősegítő további lépések	18
4. A grafit tégely felépítésének módosítása	22
5. Szénszálak vizsgálata.....	24
5.1 Szakító vizsgálat	24
5.1.1 A vizsgálat elve és menete	24
5.1.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye.....	26
5.1.3 Eredmények értékelése	33
5.2 Raman vizsgálat.....	34
5.2.1 A vizsgálat elve és menete	34
5.2.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye.....	35
5.2.3 Eredmények értékelése	38
5.3 Termogravimetrikus analízis	39
5.3.1 A vizsgálat elve és menete	39
5.3.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye.....	39
5.3.3 Eredmények értékelése	41
Összefoglalás	42
Irodalomjegyzék	43

1. Bevezetés, célkitűzések

Dolgozatunkban a fémmátrixú folytonosszál-erősítésű kompozitok előállításával, az előállítást elősegítő tényezők felkutatásával, vizsgálatával foglalkozunk. Esetünkben a kompozithuzal egy alumínium ötvözetbe (szilumin) ágyazott folytonos szénszál huzal.

A kompozithuzal fő alkalmazási területeként nagyfeszültségű távvezeték sodronyok megerősítését jelölnénk meg, mivel kis hőtágulási együtthatója, vezetőképessége, nagy rugalmassági modulusa és a nagy szakítószilárdsága jól kihasználhatóvá teszi a huzalt. Tulajdonképpen a sodronykábelek maghuzalját lehetne kiváltani vele, amire jelenleg acélhuzalt használnak. Az acél mint maghuzal az előbb említett tulajdonságokban alulmarad a reményeink szerint előállításra kerülő kompozithuzallal szemben.



1. ábra- Távvezeték sodrony keresztmetszeti csiszolata

A BME Gépészmérnöki Karának Anyagtudomány és Technológia Tanszékén az 1990-es évek óta folynak fémmátrixú kompozitokkal kapcsolatos kutatások. A folyamatos kompozithuzal gyártással kapcsolatos kutatások megindulását a tanszék Blücher Józsefnek, a Northeastern University volt professzorának köszönheti. Ő tervezte és építette meg azt a folyamatos infiltráló berendezést mellyen a kísérleteink jelenleg is zajlanak. Blücher kezdetekben a 3M-mel karöltve egy olyan technológiát próbált meg kidolgozni, amely segítségével fél és egy inch szélességű kerámiaszál szöveteket kívántak infiltrálni. A professzor 2004-ben a berendezést a tanszéknek ajándékozta, így a 2005-ös kompozit labor megnyitója után kezdődtek a folyamatos kompozithuzal gyártási kísérletek. Az erre vonatkozó legfőbb kutatás Kientzl Imre doktoranduszi tevékenységéhez fűződik, mely során a folyamatos infiltráló berendezésen Nextel 440 típusú kerámiaszál erősítésű alumíniummátrixú kompozithuzal előállításával, és vizsgálatával foglalkozott. [1]

Blücher professzor az idei nyarat a tanszéken töltötte, így hasznos tanácsokkal és ötletekkel látott el minket. Ezeket az ötleteket alapul véve született meg ez a dolgozat is, melyben többek között elemezzük az ő ötleteire épülő vizsgálatokat, eredményeket.

1.1 A dolgozat célkitűzései

- A folyamatos infiltráló berendezés bemutatása, a rendszer részegységeinek elemzése, funkciójának ismertetése.
- A kísérletekhez felhasznált szénszálak szerkezeti elemzése, a különböző szálak tulajdonságainak összehasonlítása.
- A szénszálakon található epoxi bevonat vizsgálata, az eredmények elemzése.
- A húzási kísérletek eredményeinek ismertetése.

- Az infiltrációt elősegítő tényezők ismertetése, elemzése.

Távlati célunk a folyamatos infiltráló berendezés segítségével alumínium mátrixú szénszál erősítésű kompozithuzal előállítása, amivel a kerámiaszálak kompozithuzalt szeretnénk kiváltani. Így gazdaságossági szempontból is lehetővé válna a magasfeszültségű sodronykábelek acélmagját kompozithuzallal helyettesíteni.

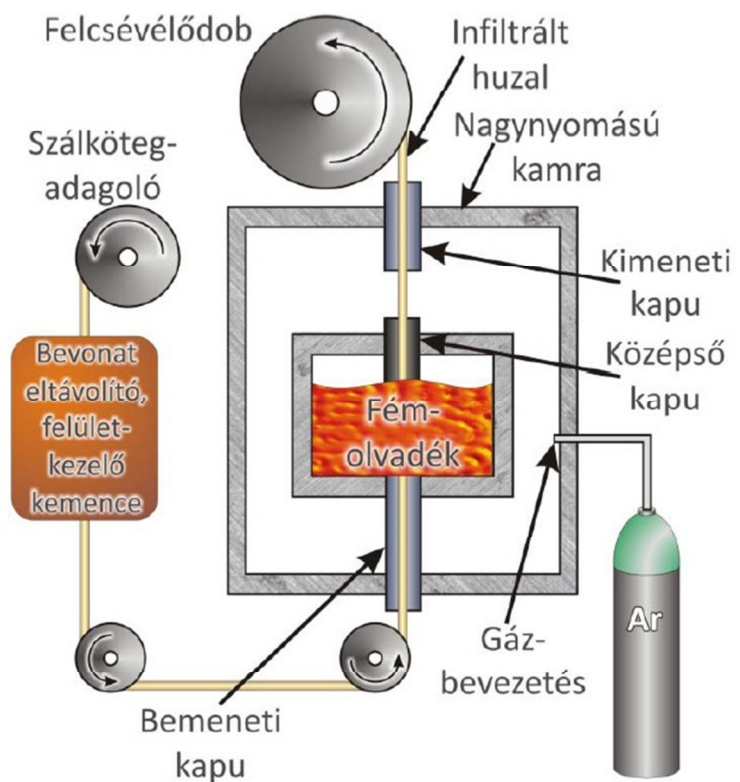
Kutatásunk későbbi szakaszában az előállított kompozithuzal mechanikai-, elektronikai- és tartós termikus terhelésre vonatkozó tulajdonságait fogjuk vizsgálni.

2. A folyamatos nyomásos infiltrációs technológia bemutatása

2.1 Az infiltráció

„A gáznyomásos infiltráció általában a szakaszos technológiák közé tartozik. Elve, hogy a folyadék felszínére ható gáznyomás belekényszeríti az olvadék állapotban lévő mátrix anyagot az erősítőanyag pórusaiba vagy az annak részecskéi közötti térbe. Az eljárással folyamatosszál-erősítésű fémmátrixú kompozithuzalok állíthatók elő. Ez a technológia számos mátrix-erősítőanyag kombinációval működőképes. Az ideáig elkészült kompozithuzalokban sikerrel alkalmaztak erősítőanyagként Al_2O_3 , SiC-TiC , SiC és szénszálakat, mátrixanyagként pedig felhasználásra került tiszta alumínium 2024 és 6061-es Al-ötvözetek egyaránt.”[2]

Az eljárás lényege, hogy nyomás alatt lévő szilumin ömledéken vezetjük keresztül az erősítőszálakat, melyek esetünkben különböző szénszálak. A nyomás azért szükséges, mert légköri körülmények között a szénszálak felületére nem tapad meg a mátrixanyag, a szálak közé pedig be sem jutna, ami lényeges, ha kompozithuzalt kívánunk előállítani.



2. ábra- A berendezés elvi vázlatja [1]

2.2 A szénszálak bemutatása

2.2.1 A szénszál választásának okai

Elsősorban azért esett a választásunk a szénszálakra, mert gazdaságosabbak a már hasonló kísérletek során bevált kerámia szálaknál, de a tulajdonságaik hasonlóak. A szénszálak ideális erősítők a kompozitokban, iparilag széles felhasználási körnek örvendenek a sportszerektől egészen az űrtechnológiáig.

Nagy hátrányuk, hogy nehezen nedvesíthetőek, így nehéz jól infiltrálni a szálak közé a mátrix anyagot. Erre vonatkozó kísérletsorozatunkban főleg nyomás és felületkezelés segítségével próbáljuk a kívánt eredményt elérni.

2.2.2 Poliakrilnitrilből való előállítás

A karbon szálak előállítása a nyersanyag -mint például a poliakrilnitril (PAN)- karbonizálásával történik. Az első lépésben a PAN szálát 200-300°C-ra melegítik levegő, vagy oxigén tartalmú atmoszférában, ezzel stabilizálva a szálát. Később a karbonizálás és grafitizálás magasabb hőmérsékleten megy végbe egy inert atmoszférában, hogy a szénszálat megkapjuk.

Második lépésben ezt a stabil szálát karbonizáljuk. Inert környezetben felhevítjük 800°C-ra a szálakat, így a nitrogén és oxigén távozik belőle. Ennek hatására a szénszál már ténylegesen 90% körüli széntartalommal bír.

Harmadik lépésben a grafitizálás során tovább, 1000-3000°C-ra hevítik és nyújtják a szálát. Itt már 100% grafitot kapunk, amiben a kristályok egy hossz tengely mentén rendeződnek. [3]

2.2.3 Kátrányból való előállítás:

A grafitiszálát más technológiával is előállíthatjuk. Ennek lényege, hogy 400-750°C-on inert gáz atmoszférában megolvasztott kátrányból szálakat képzünk, majd ezeket oxidáló gáz atmoszférában előszeszénítjük. Az előszeszénített szálát – amely lényegében oxigén és szén atomokat tartalmaz - 2000-3000°C-ra hevítjük 500°C/perc vagy nagyobb sebességgel és hőkezeltük ismételt inert gáz atmoszférában. [4]

2.2.4 Alkalmazott szénszálak

Összesen hatféle szénszállal dolgozunk, melyek a következők:

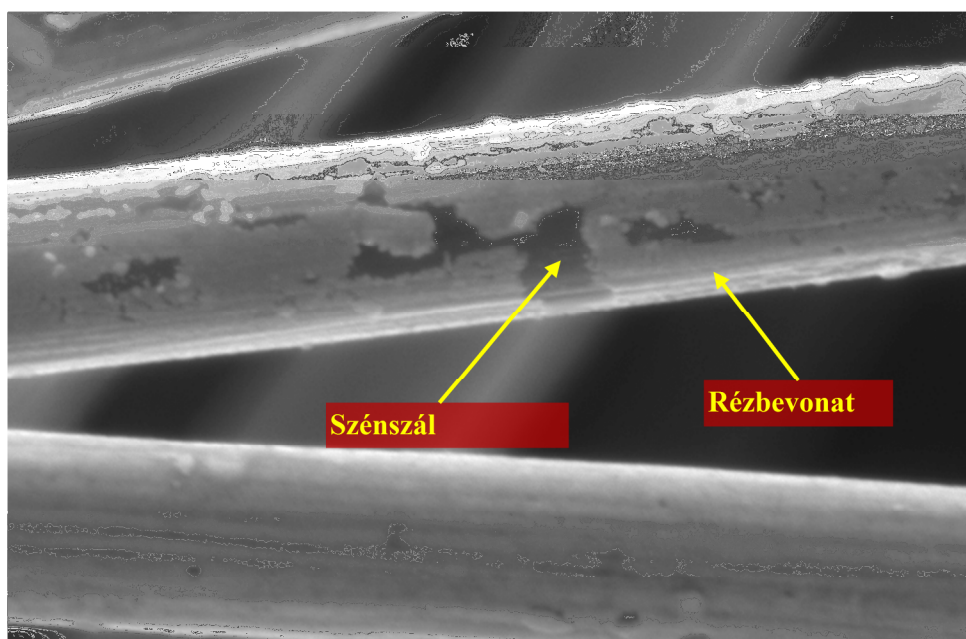
Gyártó	Termék	Elemi szál mennyisége	Szál átmérő	Megjegyzés
ZOLTEK	10.05 lbs	n.a.	n.a.	Vastag szálköteg
CompMat LLC.	12-1-98	n.a.	7-8µm	Réz bevonatos

Inco Europe Limited	Incofiber 12K20	12000	7 μ m	Nikkel bevonatos
Mitsubishi Chemical Co.	K63712	12000	11 μ m	
Dialead	K13916	16000	11 μ m	Legnagyobb szakító erejű
Dialead	K1352U	2000	11 μ m	Legkevesebb elemi szálak köteg

1. táblázat- A kísérleteinkhez alkalmazott szénzálak



3. ábra- A Mitsubishi szálköteg, valamint a Nikkel- és Rézbevonatos szálkötegekről készült makró felvétel



4. ábra- A Rézbevonatos szál elektronmikroszkópos felvétele

2.2.5 A sizing bemutatása

A szénszálak kapnak egy úgynevezett védő bevonatot (sizing) a könnyebb kezelhetőség és a jobb polimer adhézió érdekében. A szénszálakat a könnyű szállítás és tárolás érdekében orsóra tekerik. A sizing megvédi a szálakat a sérülésektől, amikor a kötegben (ami állhat több ezer elemi szálból is) a szálfonatok egymáson elmozdulnak vagy éppen befűzésre, előkészítésre kerülnek. Mivel többféle szálbevonat is létezik, így érdemes szem előtt tartani azt, hogy a mátrix anyagunk jól tapadjon a védő bevonathoz. A mi esetünkben a sizing anyaga döntő többségben epoxi gyanta, viszont vannak réz és nikkel bevonatú szálaink is. A réz és nikkel bevonatú szálak jobb nedvesítési tulajdonságokkal rendelkeznek, ám az olvadt alumíniummal érintkező felületükön intermetallikus fázis kialakulására lehet számítani, ami – nagy merevségének köszönhetően - rontja a kész termék hajlítószilárdságát.

Védőbevonat nélkül a szénszál könnyen bolyhosodik, és megváltozik az unidirekcionális jellege. Ilyenkor fokozottan ügyelni kell arra, hogy a szál ne legyen kitéve külső hatásoknak, mert a szál ilyenkor sérülékeny. Infiltrálás során a sizing zavaró lehet, ugyanis ha a forró alumínium tömbbe jutó epoxi elég, gázbuborékok keletkezhetnek, ami gyengíti a kompozithuzalt. Ezért el kell leégetni a sizingot a szálaokról. Erre a gyártók 450°C-os hőmérsékletet javasolnak. Infiltrálás előtt a sizingot egy csökemencében eltávolítjuk, ez viszont az esetünkben maradék égéstermékeket eredményezett a szálaakon.



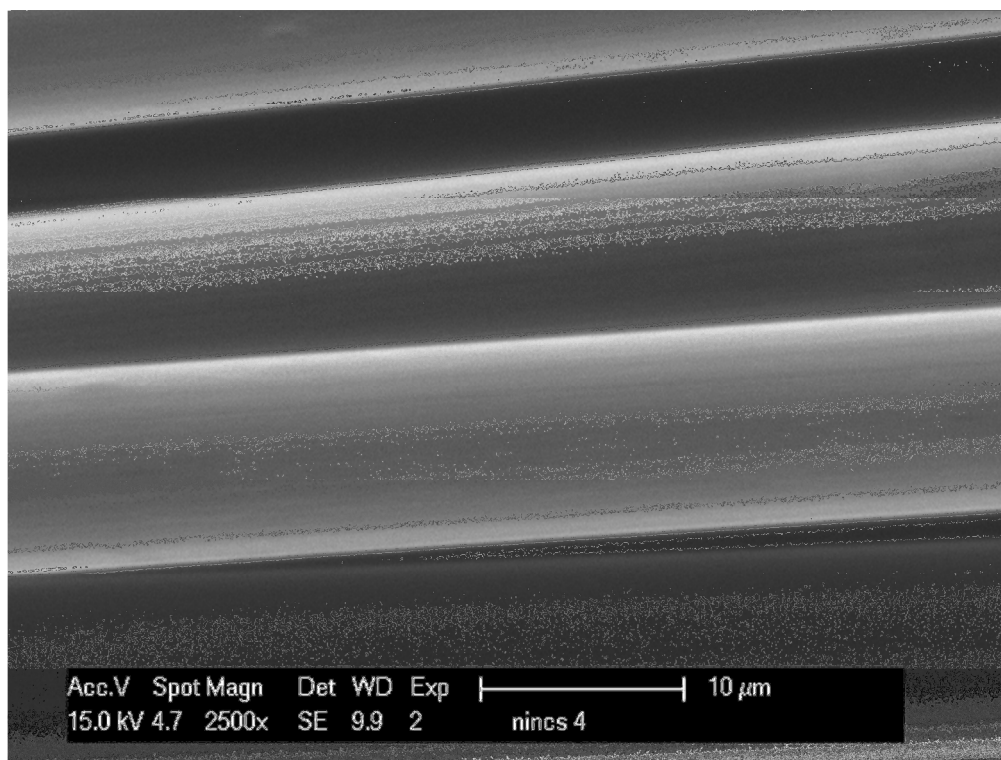
5. ábra- Sizing nélküli töredezett szálak

Másik lehetőség a sizing elmaratása acetonnal. Ebben az esetben egy fémkeretbe feszítettük be a szálakat és acetonban tartottuk 15-30-60-90 másodpercig, hogy lássuk mennyi időre van szükség a sizing teljes lemaratásához. A kísérlet azt mutatta, hogy 90 másodperc alatt ugyan sikerül a sizingot eltávolítani, de ez számunkra nem megfelelő, mert a szál ennél jóval kevesebb időt tölt a csökemencében húzás során.

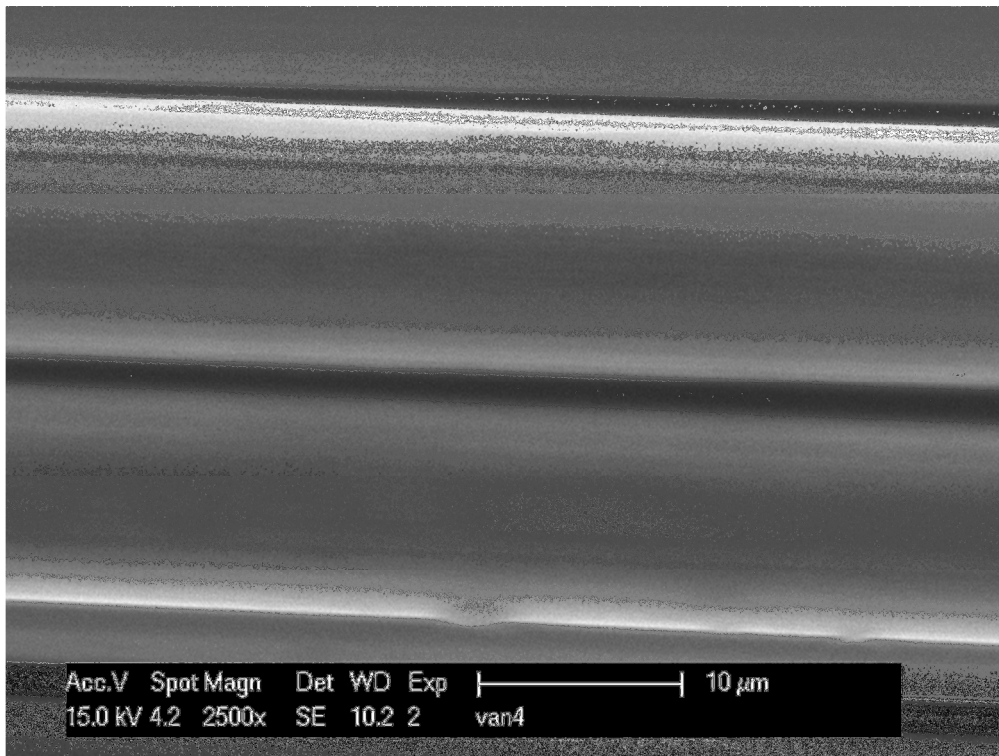


6. ábra- Szénszál minták, az acetonba mártogatást követően

Elektronmikroszkóp alatt megvizsgáltuk, hogy a sizing eltávolítása sikerült-e a szálakról, valamint vizsgáltunk olyan szálakat is, melyeken rajta volt a sizing. A felvételek bár igen jó minőségűek, sajnos nem alkalmasak arra, hogy egyértelműen megállapítsuk van-e a szálakon védőbevonat, vagy sem.



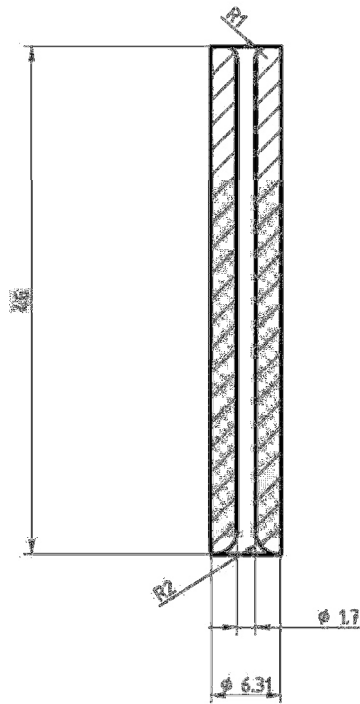
7. ábra- Sizing nélküli minta elektronmikroszkópos felvétele



8. ábra- Sizing bevonatos minta elektronmikroszkópos felvétele

2.3 Az folyamatos infiltrációs berendezés elemei

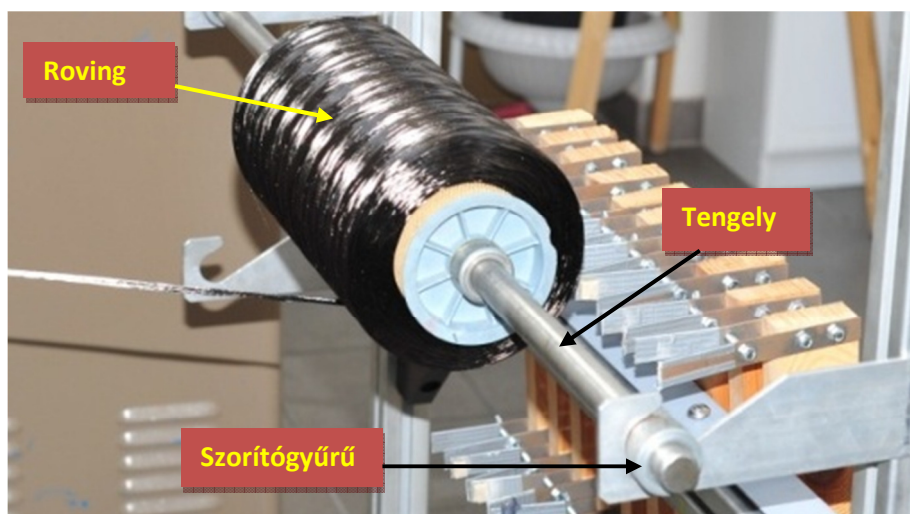
A berendezés elvi vázlata a 2. ábrán látható. A berendezés legfontosabb része a nyomáskamra, és a benne lévő grafitból készült tégely. A nyomáskamra ki- és belépésénél szintén grafitból készült kapukat helyezünk el, melyeket orifisznek nevezünk. Az alsó orifisz belső furatában, a szénszálnak 65%-os térkitöltöttséget el kell érni, mivel a nyomás alatt lévő ömledék ezen a furaton kilőne. Egy ilyen orifisz rajza látható a 9. ábrán. Az orifisz átmérőt egy egyszerű területszámítási képlettel határozzuk meg. Az elemi szálak átmérőjéből és mennyiségéből kiszámoljuk a szálköteg átmérőjét, és ezt beszorozva 1,35-el kapjuk meg a 65%-os térkitöltöttséget. Az alumínium kilövésének veszélyét a szálköteg húzási sebességének helyes megválasztásával tartjuk egyensúlyban. A középső orifisz a kompozithuzal átmérőjét határozza meg, valamint az új tégely kialakításnál (4. fejezet) játszik fontos szerepet, mert az olvasztási fázisban ez védi meg az erősítésszálakat az olvadó tömb még szilárd részeitől, melyek szintén elnyírják a szálakat, mely szakadáshoz vezet. A felső orifisz egy hosszú rézcső, melynek szerepe annyi, hogy a gázvesztést csökkentse, és a kész huzalt a húzókerékre felvezesse. Az szilumin ömledék állapotba juttatását a tégelyt körülölelő fűtőelem biztosítja. A szilumin tömb és a grafit tégely hőmérsékletét termoelemmel mérjük és folyamatosan figyeljük. Egy kísérletnél az ömledék állapotba jutásig kb. 40 perc telik el, így ez a folyamat az eljárás legidőigényesebb része.



9. ábra- Alsó orifisz méretei

A nyomást argon gázzal biztosítjuk azért, mert a szilumin aktív elemként a levegővel könnyen reakcióba lép és a felületén egy olyan oxidréteg keletkezik, amely a szálra könnyebben megtapad, és az előállítás végéhez vezet, mivel a szálköteget elnyírja. Az elnyíráson kívül az oxidréteggel a másik probléma, hogy nem egyenletesen tapad meg a felületen, hanem egy rögzít képez, mely eldugíthatja és kitépheti a helyéről a középső orifiszt. A gáznyomást mérjük egy 300 PSI maximális értékig mérő nyomásmérővel. Ezt az értéket azért tudjuk PSI-ben mérni, mert a gépet még amerikában készítették, és az angolszász mértékegységekkel készült menetekhez igen nehéz olyan mérőeszközt találni, mellyel SI mértékegységben tudnánk mérni.

A szálakat feltekert állapotban egy tengely segítségével egy állványra rögzítjük (10. ábra). Ennek az állványnak állítható a magassága, így a roving nem fog megtörni húzás közben. A tengelyre szorosan rögzítjük a roving dobját, mert azt fékezni kell, hogy a szálköteg folyamatosan feszes legyen. Ezt azzal érjük el, hogy tengelyre húzott hengergörgős csapágyakat szorítógyűrűkkel összeszorítjuk. A roving dobját is ugyanilyen módon szorítjuk össze, így az együtt forog a tengellyel. A tartókarok és a rögzített csapágyak felülete között létrejövő surlódás elegendőnek bizonyult még maximális húzási sebesség mellett is fékezés gyanánt.



10. ábra- A száladagolás vázlata

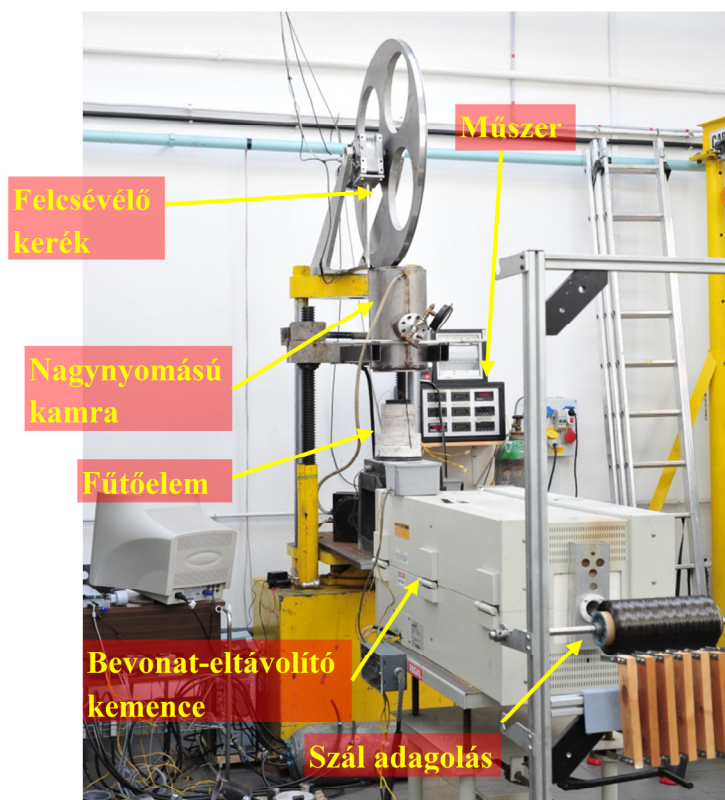
A szálakat a dobrolóval való adagolás után egy csőkemencén húzzuk keresztül (11. ábra). Erre a szálon található védőbevonat, a sizing leégetése miatt van szükség. Ezt a műgyanta bevonatot azért kell leégetni, mert a forró sziluminnal érintkezve zárványokat, vagy gázbuborékokat képezne kompozithuzalban. Ennek következtében a huzal mechanikailag



11. ábra-A bevonateltávolító csőkemence

gyengülne, és villamos vezetőképessége megváltozna bár erre nem tudunk választ adni, mert még nem sikerült kompozithuzalt gyártanunk. A kemencét 700 °C-ra állítjuk be annak ellenére, hogy tudjuk, a sizing már 450 °C-os értéknél elég a szálak felületéről. Erre a magasabb hőfokra azért van szükség, mert a szál igen kevés időt tölt a kemencében - kb. 3 másodpercet- amikor a maximális húzási sebességgel, azaz 23 m/perccel húzzuk. Korábbi kísérletekből tudjuk, hogy ekkor teljes keresztmetszetben leég a sizing.

A szálköteg a továbbiakban egy könnyen elforduló, jól kiegyensúlyozott és csapágyazott fordítókeréken halad keresztül. Ez megvezeti a rovingot és függőleges irányba fordítja, majd belép a nyomáskamrába az alsó orifiszen keresztül. A szálköteg utolsó állomása, amikor már infiltrált állapotban van, a húzókerékre való feltekerés.



12. ábra-Az infiltrációs berendezés elemei

2.4 Infiltrációs kísérlet előkészületeinek lépései

Mivel az eljárás laboratóriumi körülményeket között történik, ezért a berendezés kísérletre való előkészítése igen időigényes feladat, ilyen formában sajnos tömeggyártásban nem lehetne alkalmazni.

1. A szénszál átvezetése az állványtól egészen a felső húzókerékig. A gép felépítéséből adódóan ezt több elemen keresztül kell elvégezni. Először a vízszintes kemencén kell átfűzni a rovingot. A fordítókerék mélyedésbe illesztve a szálakat először a nyomáskamra alján, majd az alsó orifisz szűk furatán vezetjük át a szálát. Ügyelni kell arra, hogy minden elemi szál átfusson az orifiszen, ellenkező esetben húzás közben a szálköteg bolyhosodni kezd a feltorlódó elemi szálak miatt, ami az alsó orifisz kitépődéséhez vezethet. Ezt a lépést megkönnyítendő a szálköteget hajlakkal fűjük be, aminek köszönhetően a szálkötegből egy túszerű hegyet tudunk képezni, megkönnyítve a befűzést. A középső és felső orifiszen való átfűzés sokkal könnyebb, mivel ezeknek a furata nagyobb. A szálakat még nem rögzítjük a húzókeréken, mert további műveletek következnek.



13. ábra-Termoelemek behelyezése az alumínium tömbbe

2. A grafittegely előkészítése. Maga a tégely a benne lévő szilumin tömbbel és grafit elválasztóval már a szál befűzése során a nyomáskamrába került. A tégely aljába viszont be kell illeszteni a termoelemet, valamint a szilumin tömbbe is 2 darab, a többszöri felhasználás érdekében kerámia burkolattal ellátott termoelemet kötünk be (13. ábra).

A fűtőtest köré oxidpárna szigetelést és alufóliát tekerünk, ezzel csökkentve a hőveszteséget.

3. A nyomáskamra felhelyezése. A dupla falú, vízhűtéses nyomáskamrát könnyedén fel tudjuk helyezni az alsó részre, mert a szakítógéppel emelőként szolgál a művelethez. A vízhűtés csomóját bekötjük az alsó részhez, majd a felső rész felhelyezésével a rendszer össze is állt. A mozgórész segítségével a nyomáskamrát összeszorítjuk, majd a felső részbe betekerjük a felső orifiszt, és a rovingot a húzókerékhez rögzítjük.

4. A fűtés bekötése. Ez egy egyszerű lépés egy csatlakozót kell bedugni, és a szabályozásra alkalmazott tekercs már üzemképes is, amint áram alá kerül. Fontos megjegyezni még egyszer, hogy az egész berendezés – kivéve a hajtást, mivel azt pár éve felújították és hálózati feszültségről működik- 110V-os feszültséggel üzemel.

Az előkészítési és befűzési procedura hosszadalmas, mivel a furat akár 65%-át is kitölti keresztmetszetben a szálköteg. Ha ezekkel a lépésekkel végeztünk, akkor kezdhetjük a kísérletet.

A kísérletek során sok tapasztalatot gyűjtöttünk és kidolgoztuk, melyik a legmegfelelőbb módja annak, hogy produktívak legyünk. Az eddig elvégzett kísérletek során sajnos még huzalt nem sikerült gyártanunk. Ennek oka, hogy a szénszálak máshogy

viselkednek a korábban alkalmazott kerámiaszálakhoz képest. Ezt a másféle viselkedést okozhatja a sokkal több elemi szálból álló roving, a szénszál nedvesedőképessége a mátrixanyaggal, valamint sok másféle tulajdonság.

2.5 Infiltrációs kísérlet lépései

1. A szilumin tömb megolvasztása, és annak túlfűtése 775 °C-ra. Ez a 200 °C-os túlfűtés azért szükséges, hogy az ömledék viszkozitása kedvezőbb legyen, így könnyebben a szálak közé juthat. Azért ezt az anyagot választottuk mátrixanyagként, mert alacsony az olvadáspontja és jó a vezetőképessége. A hevítés során a nyomáskamrát argonnal folyamatosan öblítjük, így akadályozzuk meg bizonyos mértékben, hogy a szilumin reakcióba lépjen a levegő oxigéntartalmával. Ezt az átöblítést a nyomáskamra oldalán lévő csap megnyitása mellett végezzük, a gázátömlést vízbe mártott gumicsővel ellenőrizzük.

2. A hevítés során, mikor a szilumin tömbben lévő termoelemek 500 °C-os értéket mutatnak megkezdődik a vízszintes, sizing leégetésére szolgáló kemence felfűtése 700 °C-ra. Megfigyelések és tapasztalataink szerint elég ekkor bekapcsolni ezt a

segédberendezést, mert kifejezetten gyorsan felmelegszik. Mikor ez a kemence a 450°C körüli értéknél jár, a rovingot lassan, a maximális húzási sebesség 1-2%-val húzzuk. Ezzel kerüljük el azt, hogy a kemence rozsdamentes csövének belépő oldalán lévő szűkítőbe a leégő sizing miatt beragadjon a szál. Ezzel a lassú húzással feszítjük is a szálköteget, így nem fog hozzáérni a rozsdamentes cső falához, elkerülve az odaragadást.



14. ábra-Bevonat eltávolító kemencéből kilépő szálköteg

3. Mikor a szilumin tömb elérte a kívánt hőmérsékletet, a húzási sebességet elkezdjük növelni a kívánt értékre. Ez az érték esetünkben a 75%-os maximális húzási sebesség, ami 23 m/perces értéket jelent. Összehasonlításképp Prof. Blücher elmondása szerint a 3M ultrahangos infiltráló berendezése 3-4 m/perces maximális kapacitásra képes. A sebesség lépcsőzetes növelésével egy időben az átöblítést megengedő csapot elzárjuk.

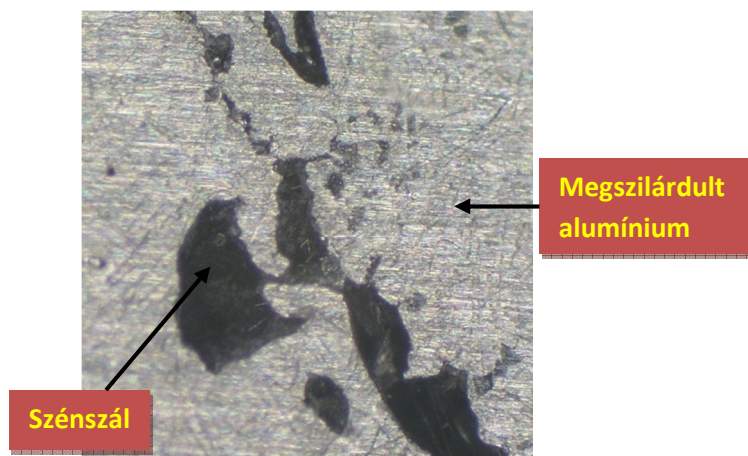
4. Az argon gáz nyomásának növelése. Kientzl Imre doktori értekezése alapján az általunk elérni kívánt érték 300 PSI. Ezt sajnos eddig nem sikerült elérjünk, mert állandóan szálszakadási problémába ütköztünk. Ennek kiküszöbölésére módosítottuk a tégely felépítését, mely igen kedvező eredményeket hozott (4. fejezet). A módosítás előtt már a húzási sebesség növelése közben félbeszakadt a kísérlet. Kutatásunk következő lépésében nagynyomású infiltráló kamrában fogjuk a különféle szénszálakat, különböző nyomási értékek alá vetni. Ezzel vizsgáljuk azt, hogy a különböző szénszálak milyen nyomáson infiltrálódnak. A nagynyomású infiltráló berendezéssel akár 1200 PSI nyomást is elérhetünk.

2.6 Elvégzett kísérletek

Az eddigi kísérletek tanulsága az, hogy a legnagyobb problémát az ömledék állapotba kerülő szilumin tömb okozza. A tömb teljes térfogata nem egyszerre olvad meg és a benne lebegő szilárd darabok könnyedén elnyírják a szálköteget. A másik nagy probléma a tömb felszínét borító oxidréteg, amely 775 °C-nál még szilárd állapotban van és az ömledék tetején úszva, már nyomás nélküli húzás esetén is a szál felületére tapad, azon egy külső burkot képezve, és a szálköteget megakasztva a középső, vagy a felső orifisz egyikén. A grafit tégely módosításának köszönhetően ezeket a problémákat megoldottuk, de még mindig nagy problémát okoz a szálköteg bolyhosodása. Ennek egyetlen kiváltó oka az, hogyha a szálak nem tökéletesen sima felületen csúsznak végig. A grafitból készült orifiszek belépő élét és a furat felületét tökéletesen fel kell polírozni ennek érdekében, valamint a kúp-furat átmenetnek minél egyenletesebbnek kell lennie, mindenféle lépcső nélkül. A bolyhosodás szintén eltömődéshez okozhat. Az egyik kísérlet során az alsó orifisz kitépődésével járt ez a bolyhosodás, aminek következtében a tégelyben lévő olvadt szilumin közel 180 PSI nyomással (~1.25 MPa) kilőtt.

2.6.1 „Belógatásos” kísérlet

Nyomásos infiltrálásra egy további kísérletünk is volt, melynél ezt a gépet alkalmaztuk, különböző szálak befűzésével a tégelybe, viszont nem folyamatosan húztuk a szálát, hanem csak „belógattuk” a tégelybe, és nyomást adtunk rá. Ennek a kísérletnek a menete a következő volt. A belépő orifiszt egy tömör grafitrúdra cseréltük, hogy a nyomás alatt lévő olvadt szilumin ne távozzon a nyomáskamrából. Ezzel a grafitrúddal rögzítettük a szálakat abba a furatba, amelybe eredetileg az orifiszt kell behelyezni. A szálak nem voltak hosszan befogva a furatba, hogy a kísérlet végeztével ki tudjuk húzni, mert a másik végük a húzókerékre volt rögzítve. A szilumint túlhevítettük, majd nyomást adtunk az ömledékre, mint később kiderült keveset. A kezdeti értékek rendre 60-80-100-120 PSI nyomások voltak, alkalmaztunk Dialead, rézbevonatos, nikkel bevonatos szénszálakat is. A kísérlet azért nevezhető eredmény nélkülinek, mert későbbi egyeztetések során be kellett látnunk, hogy az alkalmazott nyomás kevés volt, valamint a szálköteg belső része, és a külső, nagy nyomás alatt lévő ömledék között nem alakult ki nyomáskülönbség.



15. ábra-Keresztcsiszolati felvétel a „belógatásos” kísérlet után

2.6.2 Nyomás nélküli infiltrációs kísérletek

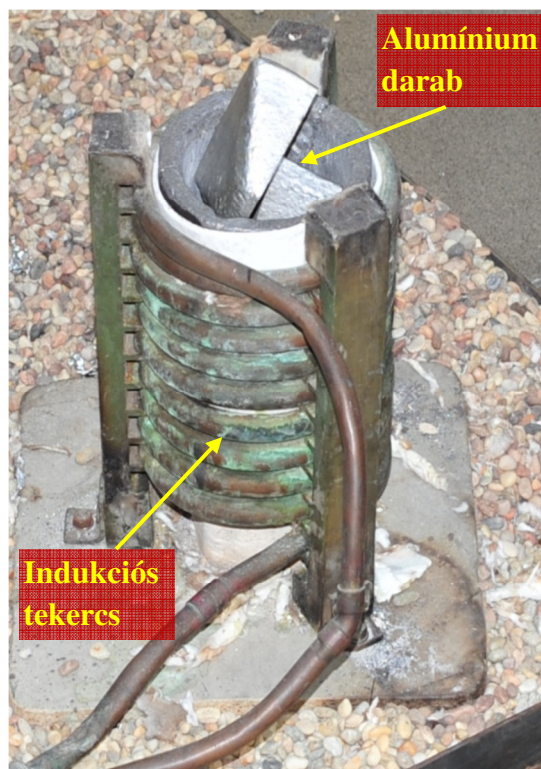
Ezek a kísérletek a szénszál sziluminnal való nedvesítésének meghatározására irányultak. Ahhoz, hogy ezt el tudjuk végezni, nem kellett nagy előkészületek, mivel a folyamatos huzalgyártó berendezést nem használtuk fel.

Amikor ezeket a kísérleteket végeztük tulajdonképpen a szénszálakat olvadt sziluminba mártottuk egy keret segítségével (16. ábra). Ezek a keretek vékony acéllemezről, kézzel ívesre hajlítva készültek, végükön oxidpárnával ellátva, hogy többször tudjuk használni, mert a csupasz acéllemezhez a szilumin odatapadt, és csak vágással tudtuk leszedni, vagy a keret maradandó sérülésével. A szálakat csavarokkal és egy kisebb, kifűrt lemezdarabbal rögzítettük a kerethez, amit kicsit összenyomva a szál behelyezése és rögzítése alatt elértük, hogy a roving feszes maradjon. Ezekből a keretből többet is készítettünk, így egy olvasztás alkalmával több mintát is márthattunk.

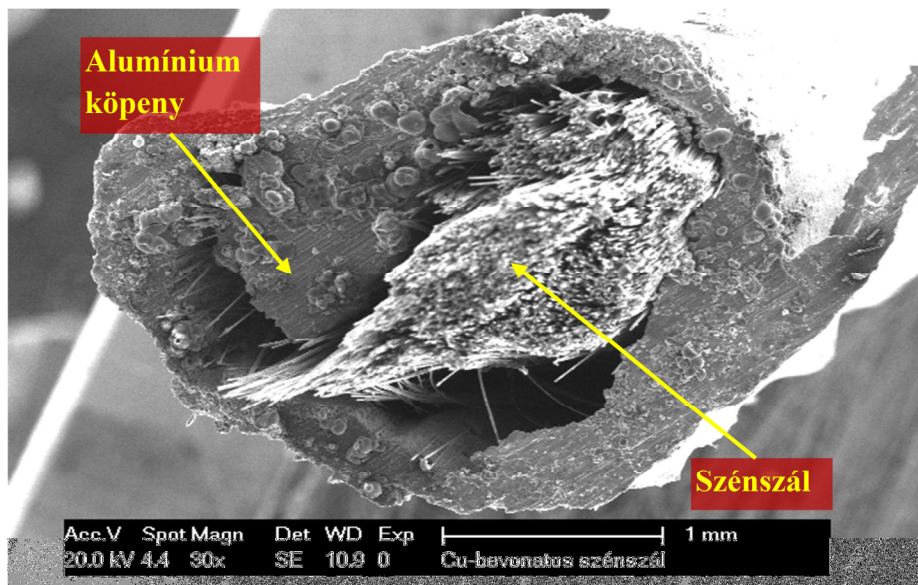


16. ábra-Mártogatóhoz alkalmazott keret

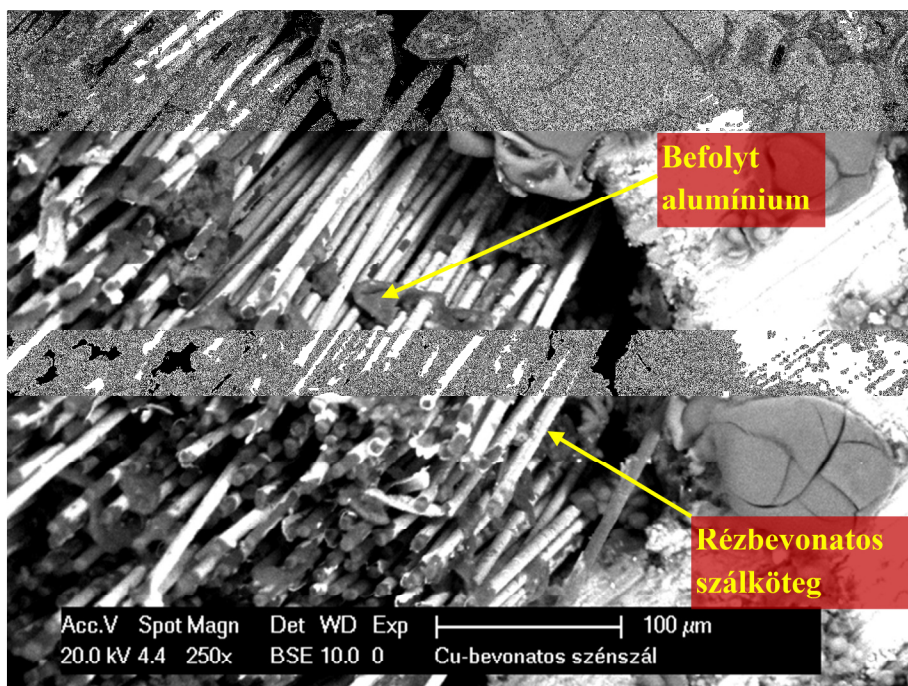
A szilumin megolvasztásához a kompozitlaborban található indukciós kemencét alkalmaztuk (17. ábra). A tekercsbe helyezett grafittegelyben az előzetesen feldarabolt szilumintömb darabjait könnyedén és gyorsan meg tudtuk olvasztani. A keretekbe a későbbiekben felhasználásra kerülő, huzalgyártáshoz is felhasználandó szénszálkötegeket fogtunk be (2. táblázat). Az első kísérletek során 5 mp-ig mártottuk az ömledékbe enyhe mozgatás mellett a mintákat. A második sorozatban a mártogatás után a már sziluminnal bevont mintákat mechanikus sajtolásnak tettük ki egy fogó segítségével. Különböző felületkezeléssel ellátott mintáink is voltak, többek között olyan, amiről a sizing le lett égetve, és olyan is, amit Lovas Attila, egy vegyészmérnök kolléga javaslatára salétromsavval kezeltünk előzetesen. Sajnos az elektronmikroszkópos vizsgálatok megállapították, hogy egyik minta sem infiltrálódott a mátrixanyaggal. (18-19. ábra).



17. ábra- Az olvasztásra alkalmazott indukciós tekercs



18. ábra- A salétromsavval kezelt Mitsubishi szál a nyomás nélküli infiltrációs kísérlet után (SEM felvétel)



19. ábra- A rézbevonatos szál a nyomás nélküli infiltrációs kísérlet után (SEM felvétel)

Ssz.	Szénzál	Sizing	Felületkezelés	Mártási idő	Megjegyzés	Eredmény
1	Mitsubishi (K63712)	Igen		5 mp		Nincs infiltráció
3	Mitsubishi (K63712)	Nem		5 mp		Nincs infiltráció
5	Nikkeles			5 mp		Minimális infiltráció
7	Rezezett			5 mp		Minimális infiltráció
9	Mitsubishi (K63712)	Igen	Salétromsav	5 mp	A salétromsavban 10 mp-ig volt mártogatva	Nincs infiltráció

11	Mitsubishi (K63712)	Nem	Salétromsav	5 mp	A salétromsavban 10 mp-ig volt mártogatva	Nincs infiltráció
13	Mitsubishi (K63712)	Igen	LiCl	5 mp		Nincs infiltráció
14	Mitsubishi (K63712)	Igen	LiCl	2 mp		Nincs infiltráció
15	Mitsubishi (K63712)	Nem	LiCl	5 mp		Nincs infiltráció
16	Mitsubishi (K63712)	Nem	LiCl	2 mp		Nincs infiltráció
17	Nikkeles			20 mp	Fogóval összeszorítva	Minimális infiltráció
18	Rezezett			20 mp	Fogóval összeszorítva	Minimális infiltráció
19	Dialead vastag (K13916)			20 mp	Fogóval összeszorítva	Nincs infiltráció
20	Dialead vékony (K1352U)			20 mp	Fogóval összeszorítva	Nincs infiltráció

2. táblázat- A nyomás nélküli infiltrációs kísérlet paraméterei, eredményei

3. A szénszálak nedvesítését elősegítő további lépések

Mivel ezeknek a kísérleteknek a fő célja a szilumin szénszálakat való nedvesítésének megállapítása és javítása volt, beláthatjuk, hogy a salétromsavas felületmaratással, vagy a sizing leégetésével nem értünk el átütő eredményeket. Baumli Péter 2009-ben írt doktori értekezése alapján a LiCl sóval való felületkezeléseket is kipróbáltunk.

„A cél olyan sóolvadékot találni, ami alatt az Al olvadék tökéletesen nedvesíti a karbonfelületet. Mivel az Al olvadáspontja 660°C, és az Al olvadékkal folyó ipari műveletek jellemző hőmérséklete 700°C, ezért olyan rendszert kell keresni, aminek likvidushőmérséklete 700°C-nál alacsonyabb. Mindezen követelményeket figyelembe véve a kloridok jöhetnek szóba, azok közül is az alkálifémek, alkáli földfémek kloridjai. A feltüntetett sók közül a LiCl tűnik a legjobbnak, ám nehezen kezelhető, mivel higroszkópos, mint ahogy a MgCl₂ és a CaCl₂ is. Nagy viszkozitása miatt nem alkalmas a SrCl₂ és a BaCl₂, a CsCl és a RbCl pedig túlságosan költségessé tenné a kompozitgyártást. Alapelektrolitnak ezért a 3-1. Táblázat alapján az ekvimoláris NaCl-KCl olvadékválasztottam, mivel olvadáspontja és egyéb tulajdonságai alkalmassá teszik arra, hogy az alumíniummal közel egyszerre olvadjon meg. Ezen kívül könnyen kezelhető, mivel nem higroszkópos, és nem utolsó sorban a szóba jövő sók közül az egyik legolcsóbban beszerezhető.” [5]

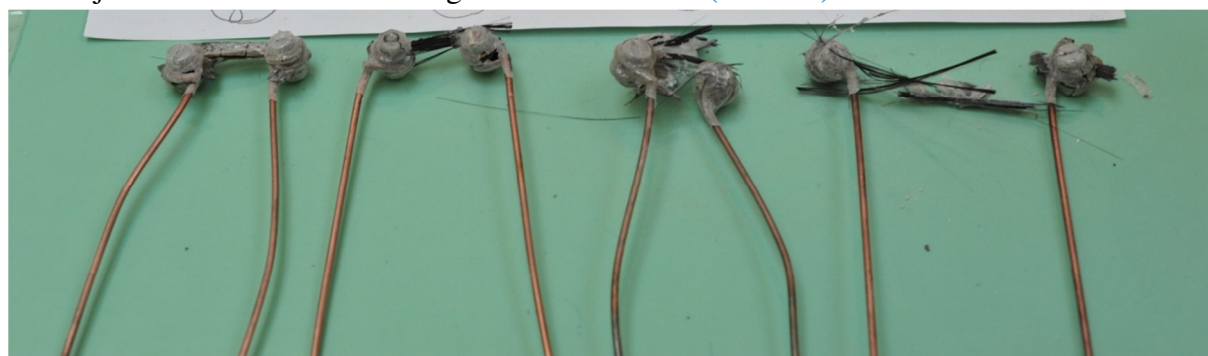
Baumli doktorijában szereplő különböző sók tulajdonságai (3. táblázat)

Só-típus	Olvadáspont $T_m, ^\circ\text{C}$	Sűrűség $\rho, \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	Dinamikai viszkozitás η, mPas
LiCl	610	1.45	1.1
NaCl	801	1.60	1.3
KCl	776	1.55	1.3
NaCl-KCl (1:1 mol)	645	1.56	1.6
RbCl	723	2.24	1.3
CsCl	645	2.70	1.2
MgCl ₂	714	1.68	2.1
CaCl ₂	772	2.10	3.9
SrCl ₂	874	2.81	6.4
BaCl ₂	960	3.33	9.3

3. táblázat- A szénszál felületkezeléseire alkalmazható sók tulajdonságai

A kompozitlaborban mi LiCl sót használtunk, mivel ez állt rendelkezésünkre azonnali felhasználás szempontjából. A LiCl sót a labor kemencéjében hevítettük fel, majd a mintákat 5-5 másodpercig a sóolvadékba mártottuk.

A LiCl olvadékba való mártogatásnak nem voltak értékelhető eredményei, mert ez a só nem nedvesíti maradandóan a szálköteget. A visszahűlt és megszilárdult só az elemi szálak közé nem hatolt be, a szilumin felületén lévő oxidréteghez hasonlóan csak egy burkot képzett a roving körül, pár esetben a mártás közben a szál el is szakadt (20.ábra). Ez a szakadás a keretnek tudható be az alátétek éles pereme miatt. Többek között ez volt az a hibaforrás, ami miatt új keretet terveztünk a mártogató kísérletekhez. (16. ábra).



20. ábra- Burok a szálak körül

„A K₂TiF₆, mint komponens azért fontos, mert feltehetőleg TiC bevonatot hoz létre akarbon felületén (vagy közvetlenül, vagy az Al-mal való csere-reakciónak köszönhetően), amit az Al olvadék az irodalom szerint tökéletesen nedvesíthet. A (NaCl-KCl)

- K_2TiF_6 kvázibinéretszeret a 3-4. ábra mutatja, amit a 3-3. ábra alapján szerkesztettem. A (NaCl-KCl) - K_2TiF_6 kvázibinér fázisdiagramon látszik, hogy K_2TiF_6 adagolás során két, alacsony hőmérsékletű eutektikus vályún is áthaladunk, és ennek köszönhetően akár 90 m/m% K_2TiF_6 -ot is adagolhatunk, mire a likvidusz hőmérséklet eléri a 700 °C-ot. Ebből a szempontból tehát szinte tetszőleges mennyiségű K_2TiF_6 adagolható a (NaCl-KCl) alapolvadékhoz.” [5]

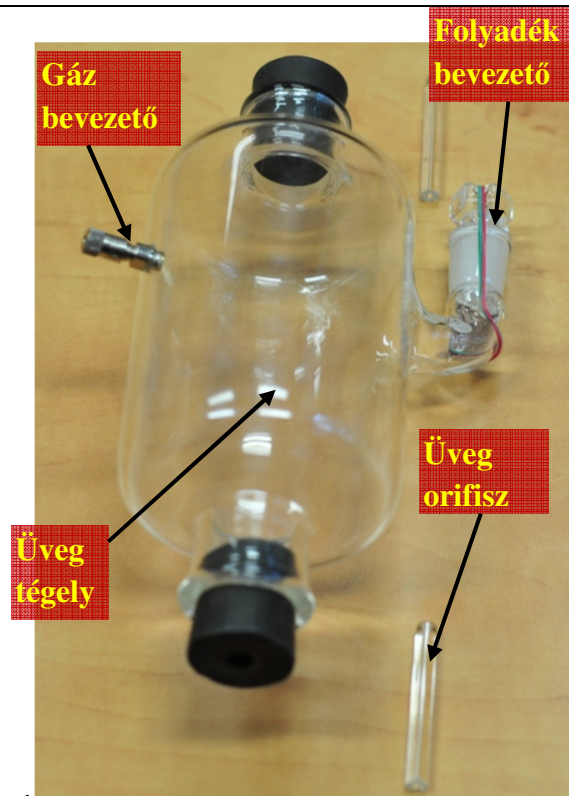
Az eddigi felületkezelési módszereket szeretnénk majd a továbbiakban kiegészíteni a Baumli által említett NaCl-KCl- K_3AlF_6 felhasználásával. A doktori értekezésében olvasható, hogy az ezzel a sóval felületkezelt szénszála nyomás nélkül is megtapad az alumínium. Ezt a módszert szeretnénk úgy megoldani, hogy ne kelljen előzetesen egy, az eredeti dobról lecsévált hosszú rovingot külön kezelni, mert az a szál további sérüléséhez vezetne. Ennek megoldása még kérdéses, de terveink szerint a berendezésen végigfutó roving útját követve a vízszintes kemence és a fordítókerék közé iktatnánk be egy olyan medencét, amelyben ennek a sónak az olvadéka található.

Feltételezésünk szerint az infiltráció hiányának a másik összetevője az lehet, hogy a szálak közé nem tud a sziluminömladék még nyomás hatására sem behatolni. Ennek két oka is lehet. Az egyik az, hogy húzás közben a szálköteg belsejében, mivel atmoszférikus nyomásról érkezik a nyomáskamrába, ki kellene alakuljon egy olyan nyomáskülönbség az ömladékot érő gáznyomás és a szál belseje között, amely segíti az infiltrációt. Ez az alapja a gáznyomásos infiltrációs eljárásnak is. Ezzel az eljárással a kompozitlaborban különböző fém- és kerámiagömbökkel erősített kompozitokat állítottak már elő. Lehetséges ezzel szemben az, hogy a szálak közé a nagy nyomás behatol, és így a nyomáskülönbség elvész.

A másik probléma lehet, hogy a szálkötegünk annyira meg van feszülve, hogy még ha az előbb említett nyomáskülönbség meg is valósul, mégsem jön létre a infiltráció. Az eddig használt kerámiaszálkötegek 750 elemi szállal rendelkeztek, míg az általunk használt Dialead K13916 jelzésű rovingban 16000 elemi szál található. Megjegyzendő, hogy kerámiaszál erősítésnél több szálköteget összefogva használtak, de az elemi szálak értéke így sem közelítette meg az általunk használt elemi szálak mennyiségét. Az ömladék szálak közé juttatásának egyik módszere lehet az, ha apró szemcséjű szilumin, vagy alumínium port keverünk. Erre még kísérletet nem végeztünk, de előre sejthető, hogy a por előzetesen a szálak közé juttatása igen körülményes, és hosszadalmas művelet lenne.

A fent említett két probléma vizsgálására egy, a berendezésről készült makromodell előkészítésével próbálunk megoldást találni. Ez a modell egy üvegből készült nyomáskamrából áll (21. ábra), melybe terveink szerint a olvadt sziluminhez hasonló viszkozitású, de alacsony olvadáspontú fémet (pl. Wood-fém vagy Gallium) tennénk. A modell rendelkezik a berendezéssel megegyezően orifiszekkel, ezeket különböző átmérőben, szintén üvegből készítettük el.

A nyomást előre láthatóan egy sztentpumpával állítanánk elő. Itt nem lenne szükség az argon gáz jelenlétére, mivel nem kell aggódni az oxidréteg kialakulása miatt, mert nem szilumint alkalmaznánk. A szál húzását vagy a berendezéssel végeznénk, vagy egy szakítógéppel. Az első esetben az eljárást tudnánk szimulálni, és meg tudnánk figyelni, hogy mi történik a szálakkal a nyomáskamrán belül lévő tégelyben. Ez fontos lenne számunkra, mert így meg tudnánk figyelni azt is, hogy az alsó orifiszből kilépő szálkötegen megy-e végbe valamiféle bolyhosodás. A szakítógépes húzás esetén azt az erőt tudnánk megállapítani, hogy a különböző szálak eltérő térkitöltöttség mellett mekkora ellenállást fejtenek ki.



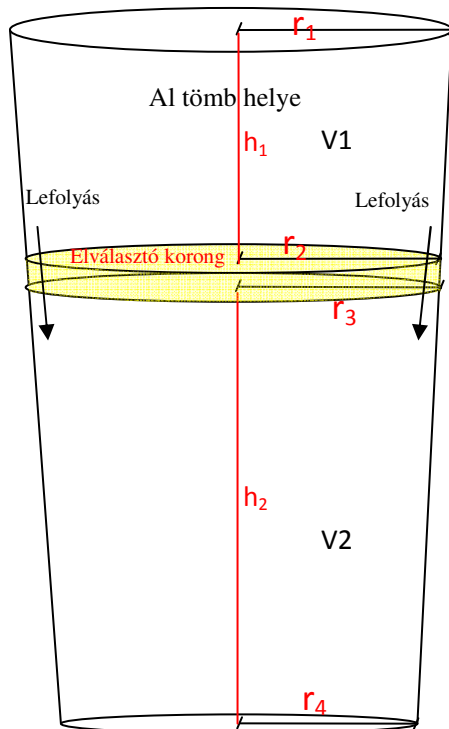
21. ábra- Üvegből lemodellezett infiltráló berendezés

4. A grafit tégely felépítésének módosítása

Kísérleteink során már a kezdetektől megfigyeltük, hogy a szilumin olvadási hőmérsékletének elérése után nem sokkal a szénszálunk elszakad. Ekkor még nem került nyomás alá a kemencénk és a húzási sebességünk sem volt nagy, így a szakadásnak két oka lehet:

1. Olvadáskor amint az alumínium tömb összeroskadt, elnyírta a szálát, mivel még nem került teljesen ömledék állapotba.
2. A keletkező olvadék tetején úszó oxidréteg a szálra feltapadva egy dugót képezett, ami az orifiszhez érve elnyírhatta a szálát.

Ezeknek a kiküszöbölésére terveztünk egy grafit tégelyt, amely egyrészt a szilumin teljesen megolvasztását biztosítja, másrészt a megmaradó oxidréteget leválasztja, így az a továbbiakban nem okozhat kárt, mivel nem érintkezhet a szállal.



$$r_1 = 35,65 \text{ mm}$$

$$r_2 = 31,91 \text{ mm}$$

$$r_3 = 30,7 \text{ mm}$$

$$r_4 = 22,65 \text{ mm}$$

$$h_1 = 35,9 \text{ mm}$$

$$h_2 = 101,4 \text{ mm}$$

$$V_1 = (35,62^2 + 31,91^2 + 35,65 \times 31,91) \times \pi \times \frac{35,9}{3} = 128804,1 \text{ mm}^3 = \underline{\underline{128,8 \text{ cm}^3}}$$

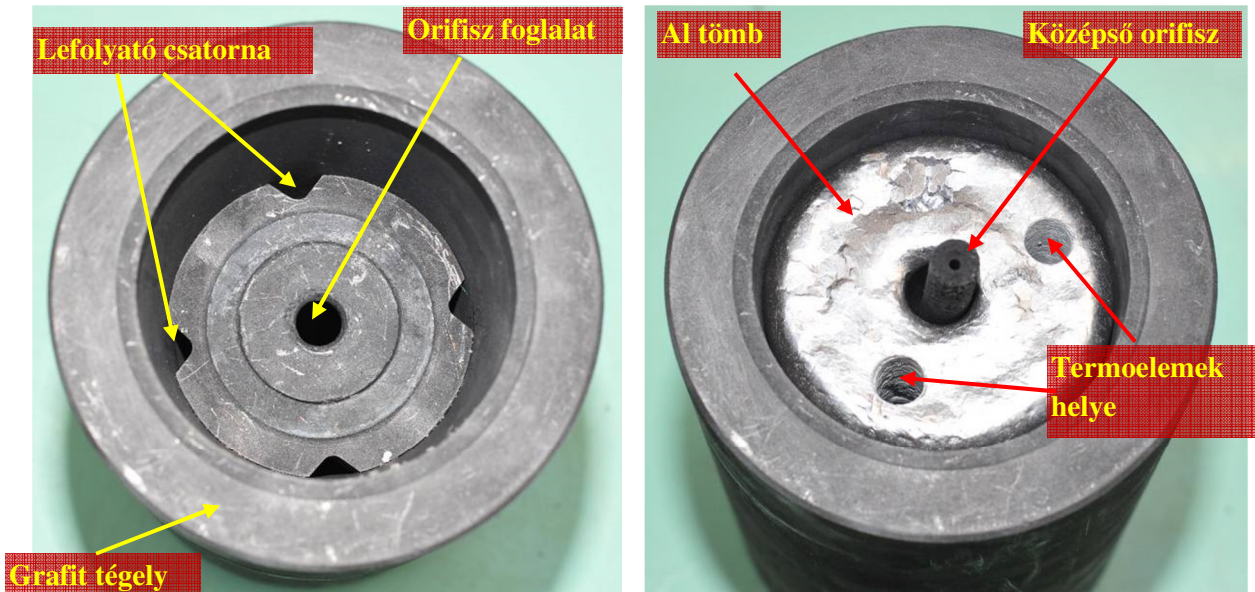
$$V_2 = (30,7^2 + 22,65^2 + 30,7 \times 22,65) \times \pi \times \frac{101,4}{3} = 228412,3 \text{ mm}^3 = \underline{\underline{228,4 \text{ cm}^3}}$$

22. ábra- Az új tégely térfogatszámítása

A tégely áttervezésénél ügyeltünk arra, hogy a lecsorduló alumínium elférjen a tégely alsó részében, ezért a kivitelezésnél figyeltünk arra, hogy a kiinduló térrész térfogata kisebb legyen a tégely alsó részénél. A fenti számításokból kiderül, hogy a kiinduló térrész ~100 cm³-el kisebb a tégely alsó részénél, így a lecsorduló alumínium itt elfér.

A kivitelezés során leegyszerűsítettük a modellt, hiszen a már meglévő grafit tégelyünk is jól elláthatja az oldalfalak szerepét, így egy beilleszthető korongot készítettünk. A korong anyaga szintén grafit lett, hogy a hőtágulás hatására ne törjön el a tégely. A 23. ábrán látható, hogy a

korong szélére kerültek a lefolyató csatornák, mely azért fontos, hogy az olvadék lassan folyjon le a tégely falán és ne fröcsköljön.



23. ábra- Az alumínium tömb elhelyezése az elválasztó korongon

A kísérlet előkészítésekor a koronglapra helyezük az előre formára öntött alumíniumot, amit a középső orifisz véd a száltól. Ez az orifisz az alsó kamrába is benyúlik, ahol az ömledékbe érve szabályozza a szátra felvitt alumínium mennyiségét. A kísérlet során az előkészített tégelyt kemencébe helyeztük és 700 °C-ra hevítettük. A tégelyt 1 órán át a kemencében hagytuk.

A kísérletek végeztével látható, hogy a vártak megfelelően a tégelyben elkülönült az olvadt alumínium, ami lefolyt az alsó részbe és alumínium-oxid, ami könnyen eltávolítható filmet alkotott és a korong felett maradt.



24. ábra- A hőkezelési kísérlet eredménye

Összességében elmondható, hogy a tégely módosítása sikeres volt, az oxidréteg leválasztása a tervek szerint, maradéktalanul megvalósult.

5. Szénszálak vizsgálata

A szénszálak vizsgálatára az ideális gépbeállítás és a legjobb szál kiválasztása érdekében volt szükség. Több típusú vizsgálatot is végeztünk ezek: Szakító vizsgálat, Raman spektroszkópia és Termogravimetrikus analízis.

5.1 Szakító vizsgálat

„A szakítóvizsgálat a klasszikus roncsolásos mechanikai anyagvizsgálati módszerek közé tartozik. Célja a szerkezeti anyagok terhelhetőségét, alakváltozó képességét illetve szívósságát (az anyag törésig tartó energiaelnyelő képessége) jellemző mérőszámok, valamint anyagjellemzők meghatározása.

5.1.1 A vizsgálat elve és menete

A próbatestet egytengelyű húzó igénybevétellel adott sebesség mellett addig nyújtunk, ameddig be nem következik a szakadás. A vizsgálat során mérjük a terhelés változását a darab nyúlásának függvényében.”[11]

Szakítóvizsgálat elvégzésére a szénszálakon azért volt szükség, mert a kezdeti kísérletek során húzási kísérlet közben a szálak elszakadtak és arra gondoltunk, hogy a nagyobb szakítóerejű szál használatával jobb eredményeket érhetünk el.

A mi szakítóvizsgálatunk a klasszikustól eltérően nem a szakítószilárdság és szakadási nyúlás meghatározására szolgált, hanem a maximális erő meghatározására. Ez azért elégséges számunkra, mert a különféle rovingok különböző keresztmetszetűek, így nincs értelme egységnyi keresztmetszetre fajlagosítani, mivel azt később úgyis az adott keresztmetszetre visszaszorozva kellene használni.

Alternatív mérési módszer lehetett volna az elemi szálak külön-külön elszakítása, ám mivel ezzel egy ideális esetben kaptuk volna meg a roving terhelhetőségét, ezért úgy gondoltuk gyakorlatiasabb lenne az egész szálköteget szakítani.

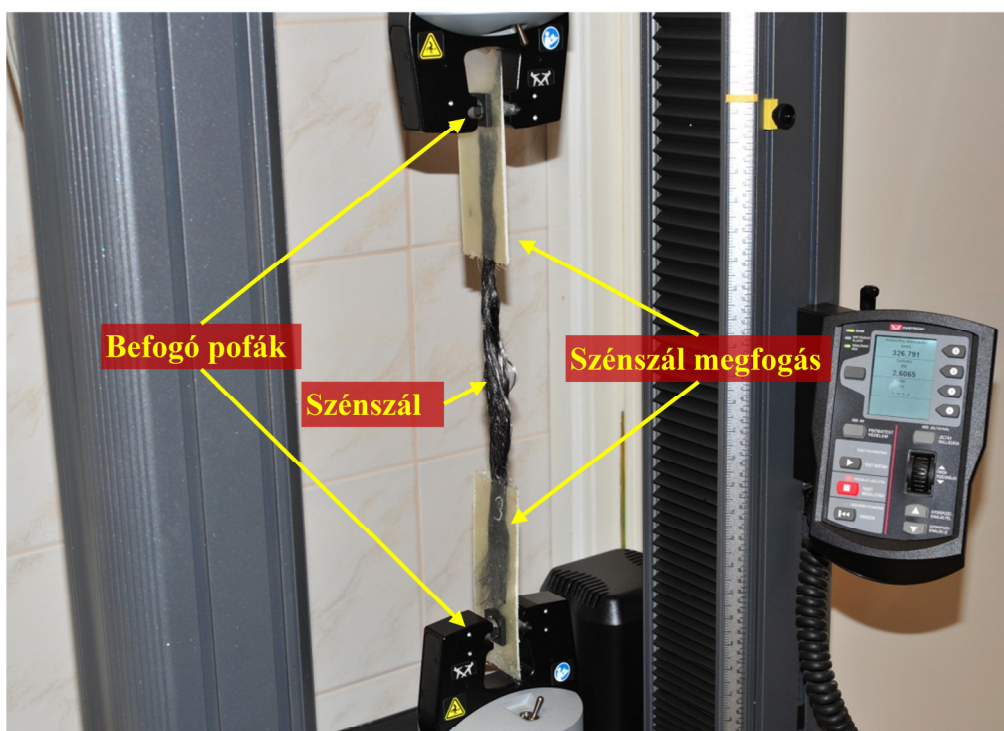
A rovingok szakítóvizsgálatának egyik fő problémája a befogás biztosítása. A rovingok unidirekcionális szerkezetűek, bár szakítószilárdságuk magas, nyírószilárdságuk igen alacsony. Ennek köszönhetően a befogást nem lehet közvetlen megoldani, a terhelés átvitelére valamilyen megoldást kellett találni. A megoldást a Polimertechnika Tanszék egyik munkatársa szolgáltatta, aki korábbi munkássága során sokszor kényszerült különböző anyagú rovingok szakítására. A befogás során a roving két végét laminálni kellett. A feladatot poliészter gyanta és üvegszálpaplan felhasználásával oldottuk meg.



25. ábra- Laminált szénszál

A használt szakítógépet az MT épületben lévő Biokompatibilis anyagok laboratóriumban található Instron 5965 típusú gép. A gép egy csigás elven működő 5kN maximális terhelhetőségű berendezés 2kN-os mérőcellával és számítógépes adatrögzítő berendezéssel, amely a szakítódigramok felrajzolására is képes.

A mérés során az összes általunk használt és számunkra rendelkezésre álló szénszálat, illetve kerámiaszálat megvizsgáltuk, némelyiket a sizing eltávolítása után is. A szálak vizsgálati hossza (L_c) 100 mm, a szakítási sebesség 4 mm/perc volt.



26. ábra- A befogott minta

5.1.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye

Elsőként a Zoltek cég szálkötegét szakítottuk. Ez egy igen vastag és könnyen bolyhosodó roving.

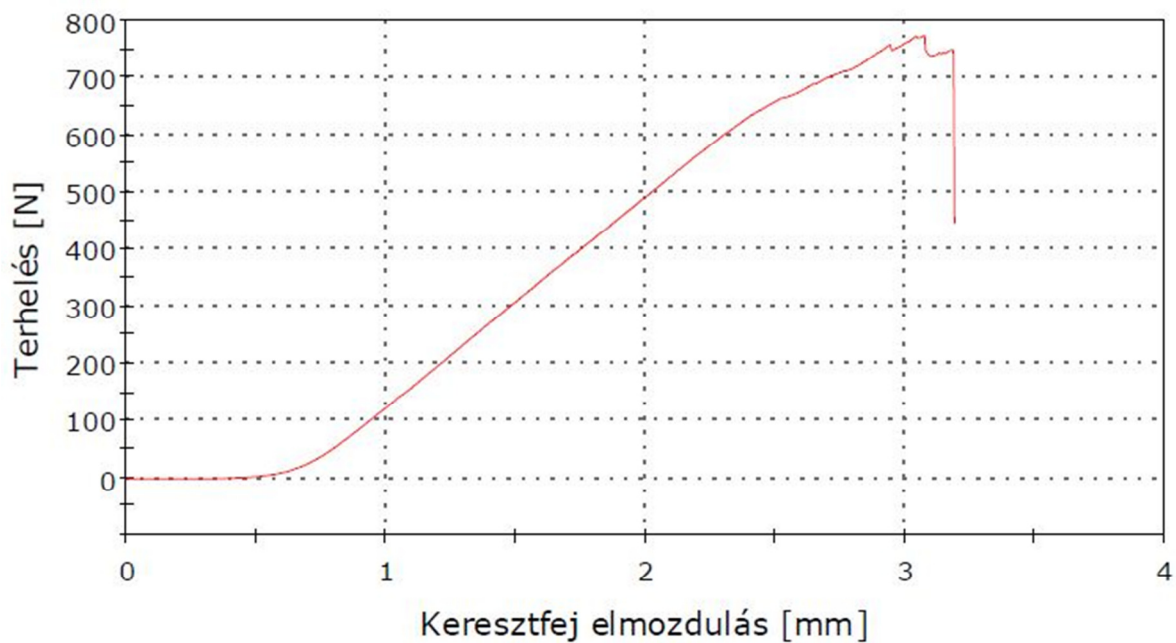


27. ábra- Zoltek minta szakítódíagramja

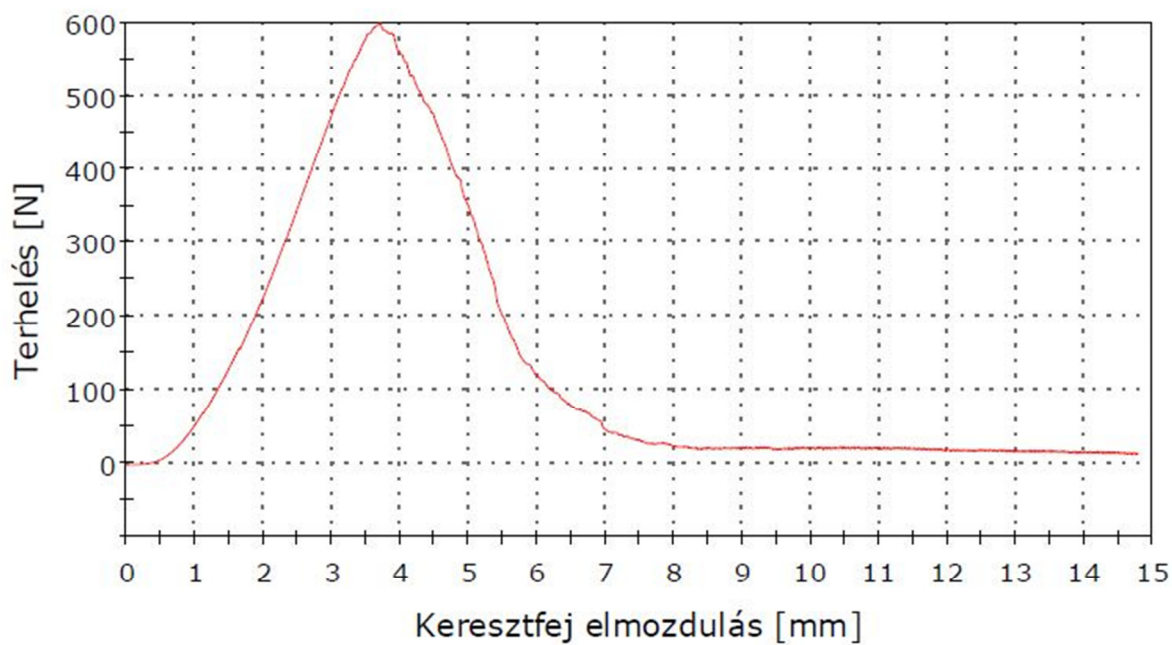
Ezután a két fémbevonatos rovingot vizsgáltuk. Először a nikkelezettet, majd a rézbevonatosat. A tönkremeneteli jellegben meglepő különbséget fedeztünk fel, míg a nikkelbevonatos durva szakadásos tönkremenetelt produkált, addig a rézbevonatos minta szakadás után fokozatosan széthúzódott.



28. ábra- A réz illetve a nikkel bevonatos minták szakítás után

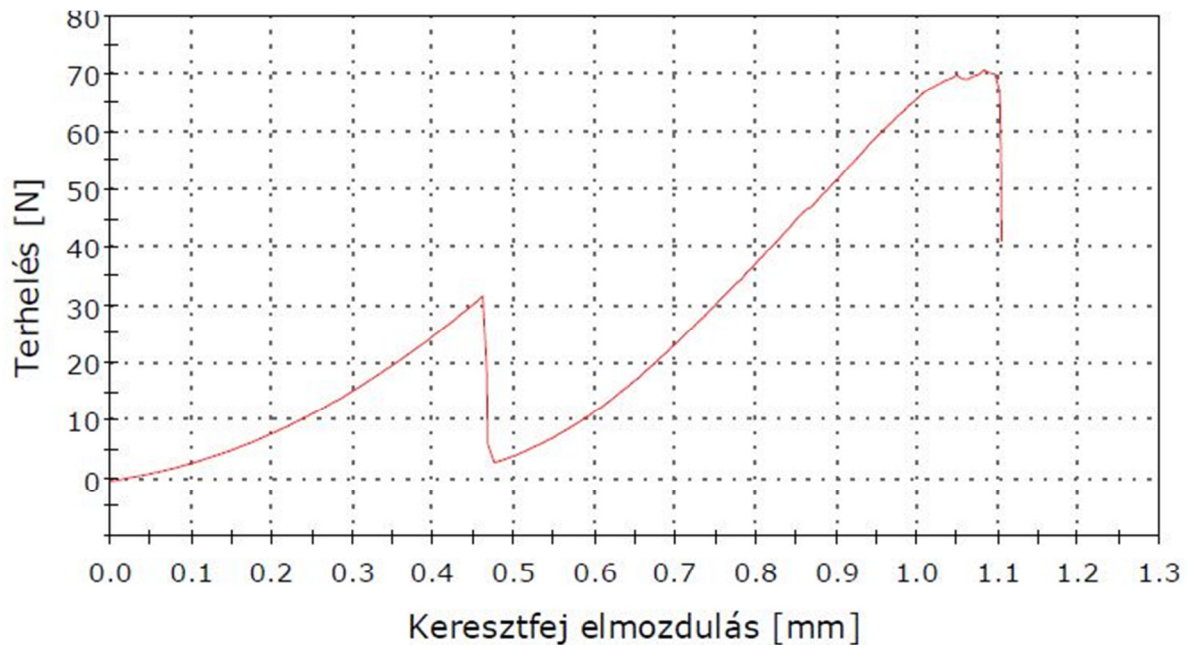


29. ábra- Nikkelbevonatos minta szakítódíagramja

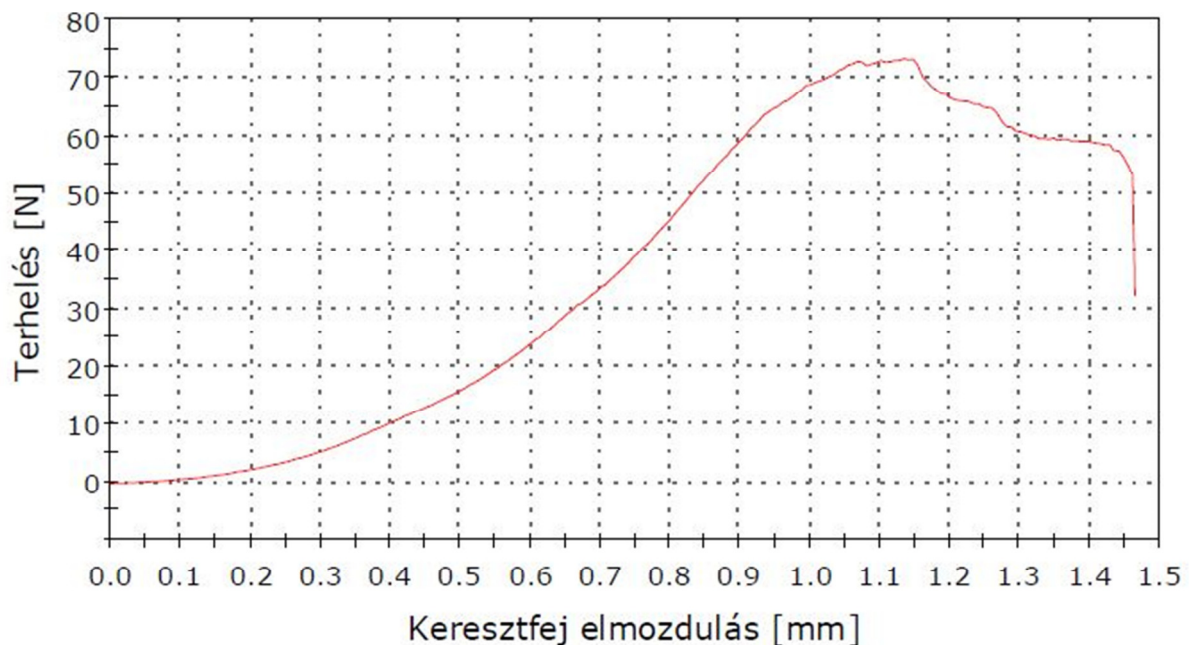


30. ábra- Réz bevonatos minta szakítódíagramja

Különböző sizingos és sizing nélküli mintákat is összehasonlítottunk. Elsőként a Dialead vékony szálával próbálkoztunk, ahol nem tapasztaltunk jelentős különbséget a 2 minta között szakítóerő szempontjából, de a tönkremenetelben a sizing nélküli mintában jól látható a 2 lépcsőben való szakadás, a sizingosnál pedig a szálköteg gerincének szakadása után megmaradt elemi szálak szakítóereje.

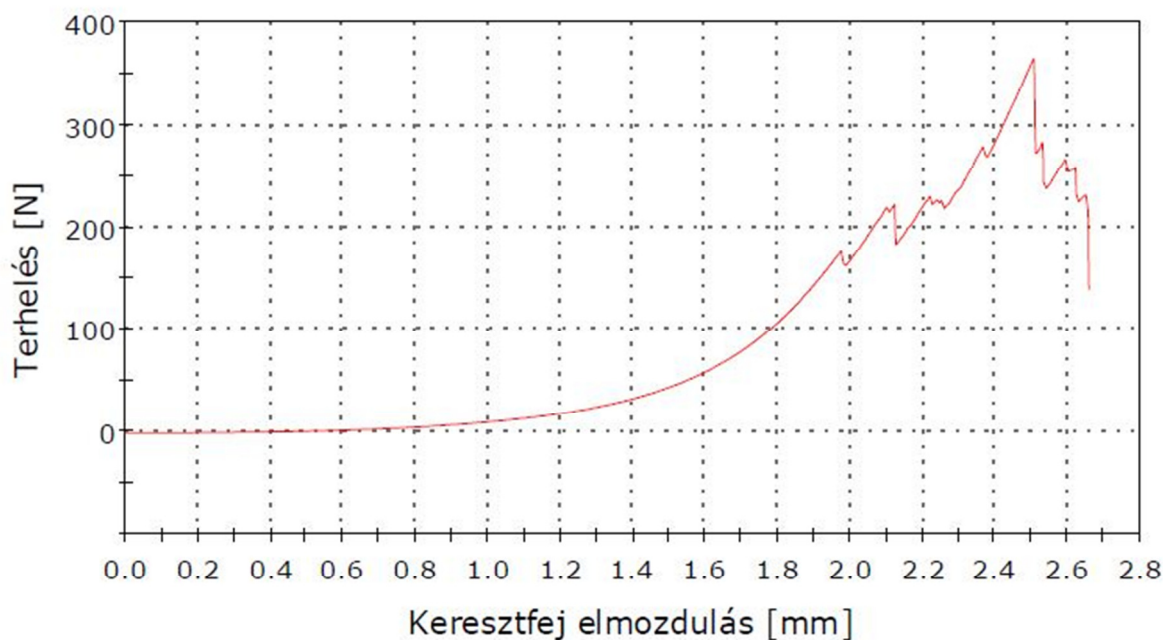


31. ábra- Dialead vékony sizing nélküli szakítódíagramja

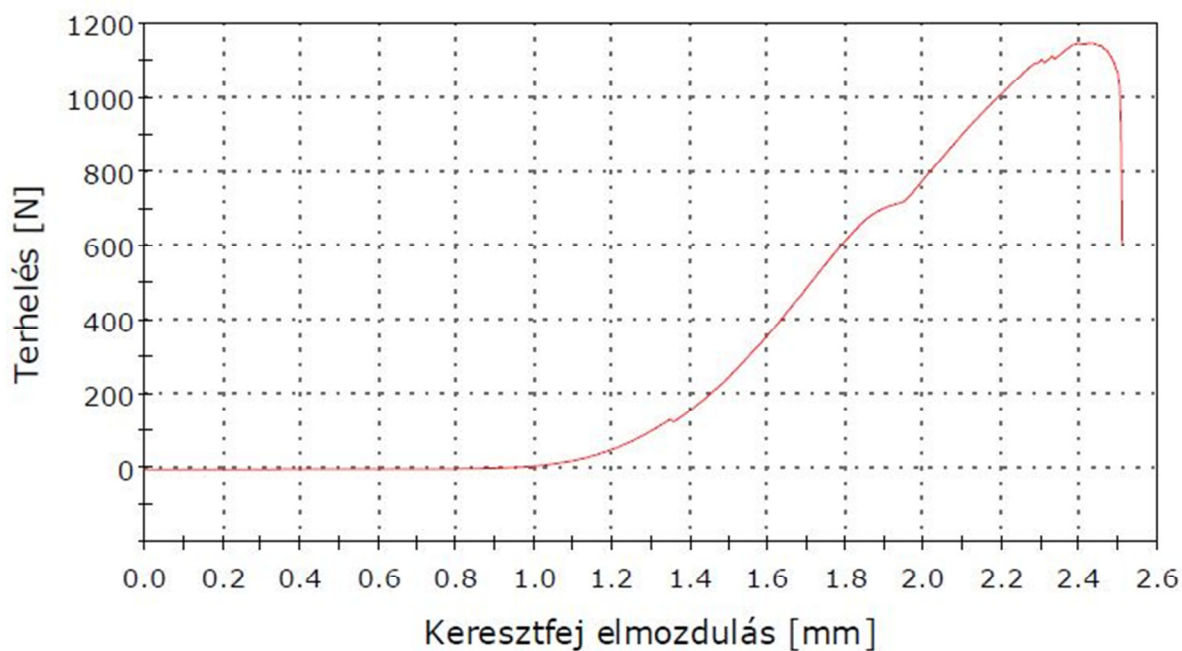


32. ábra- Dialead vékony sizingos szakítódíagramja

A Dialead mintáknál azt tapasztaltuk, hogy a sizingos és a sizing nélküli minta közt jelentős szakítóerő-különbség van. Az előbbi 1146N, míg az utóbbi 365N terhelést viselt el. A sizing nélküli mintán jól látható az elemi szálak szakadásakor fellépő terheléssingadozás, amely a még ép szálak megfeszülésével jár, ezt jól csillapítja a sizingos minta bevonata.

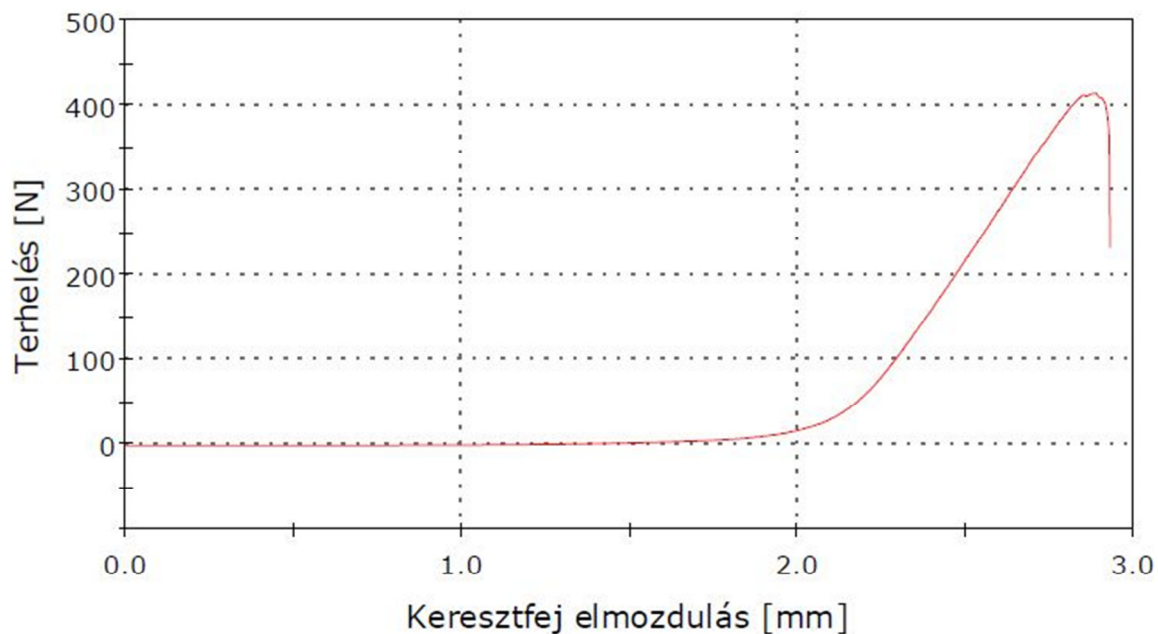


33. ábra- Dialead vastag sizing nélküli minta szakítódíagramja

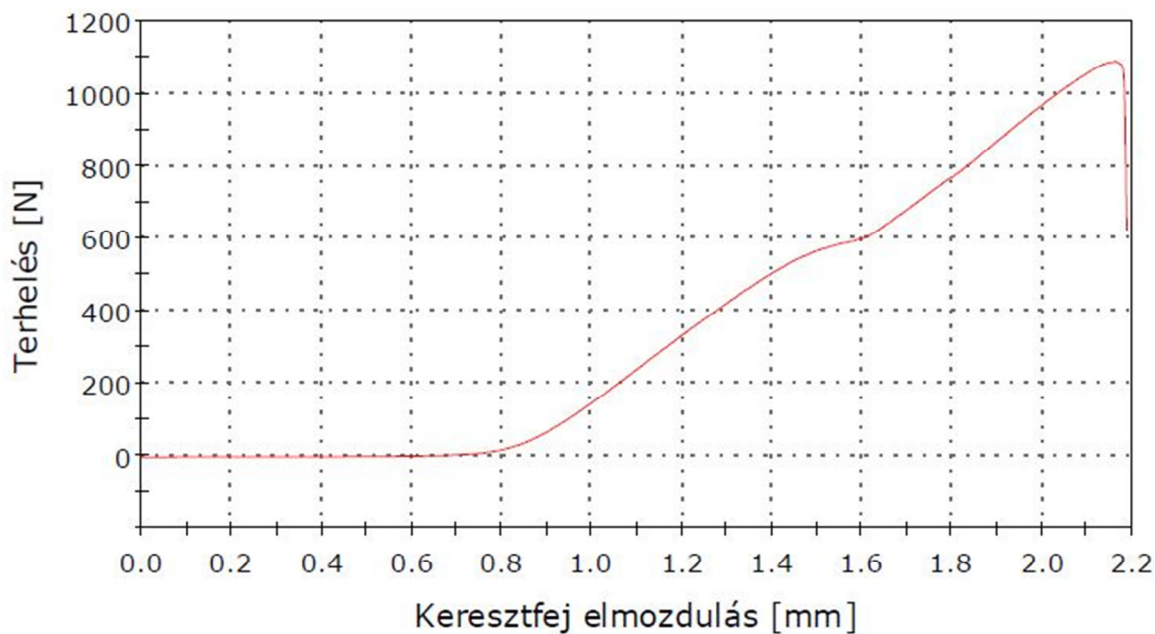


34. ábra- Dialead vastag sizingos minta szakítódíagramja

Következőként a Mitsubishi cég által gyártotsizingos és sizing nélküli mintákat vizsgáltuk, itt már jól érzékelhető különbség van a szakítóerők között még előbbi 1088N erőnél szakadt addig az utóbbi 413N terhelésnél. Asizing nélküli minta mérése elején látható hosszú terhelés nélküli szakasz alatt a roving még nem volt teljesen megfeszülve.

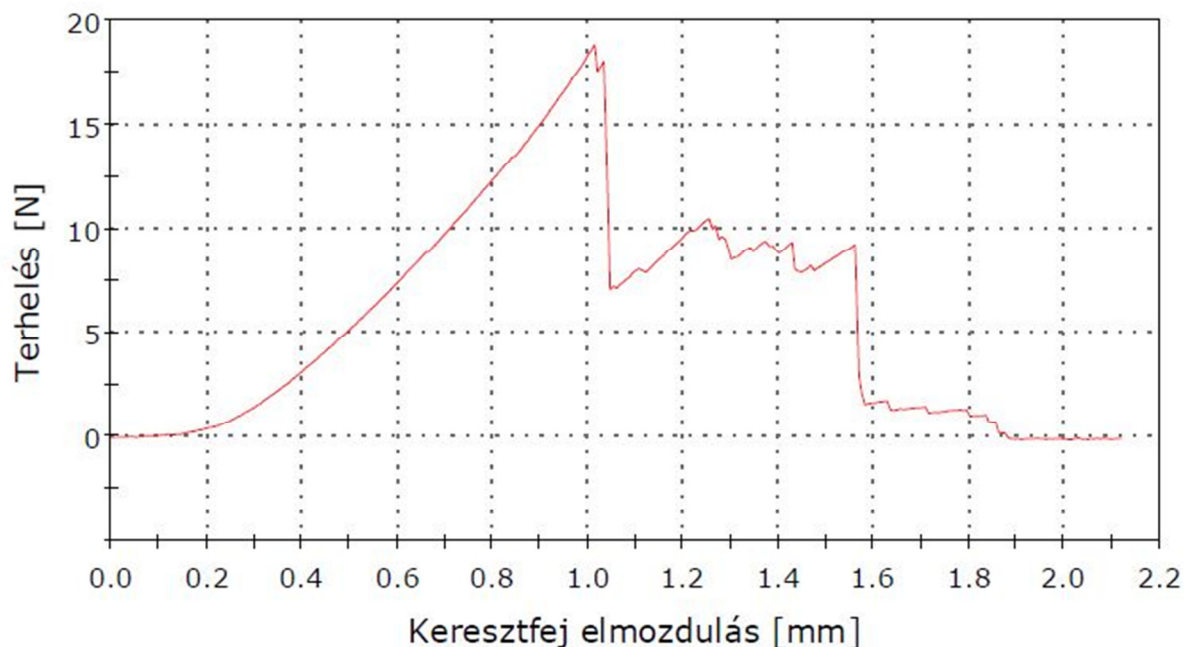


35. ábra- Mitsubishi sizing nélküli minta szakítódíagramja

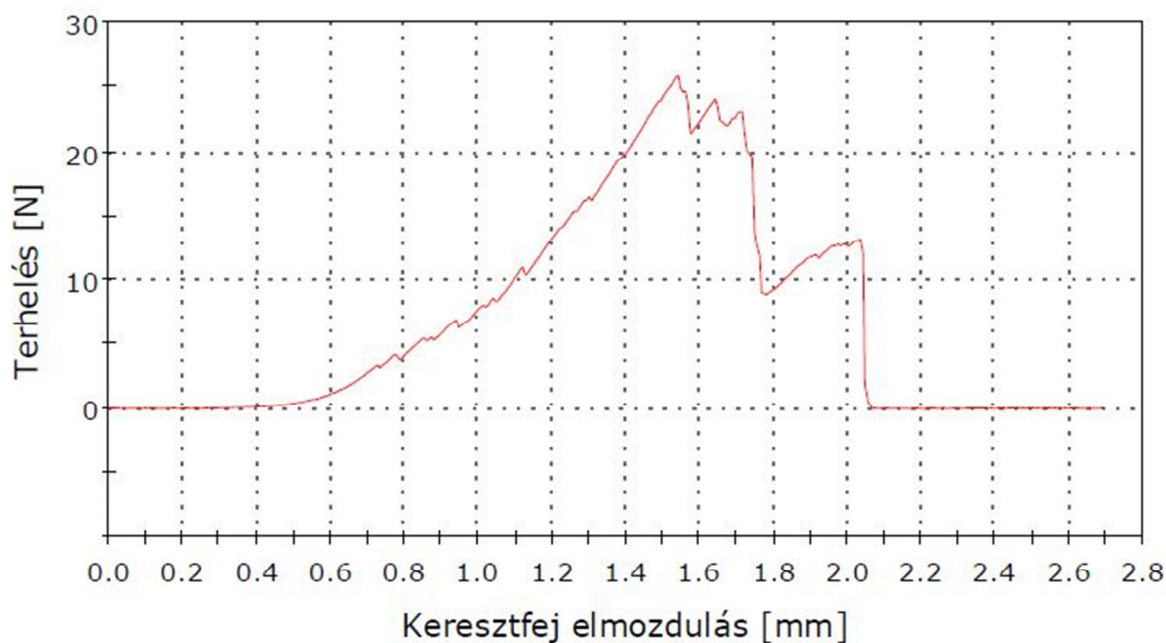


36. ábra- Mitsubishi sizingos minta szakítódíagramja

A szénszálak vizsgálata után úgy döntöttünk, hogy összehasonlításként érdemes lenne megvizsgálni azokat kerámia szálakat mellyel az infiltrálási kísérlet sikeres volt. Vizsgálatunk során elsőként a Nextel 420 jelölésű sizingos és sizing nélküli mintákat szakítottuk el, ahol a Dialead vékony mintáihoz hasonlóan igen kis szakítóerő különbséget tapasztaltunk.

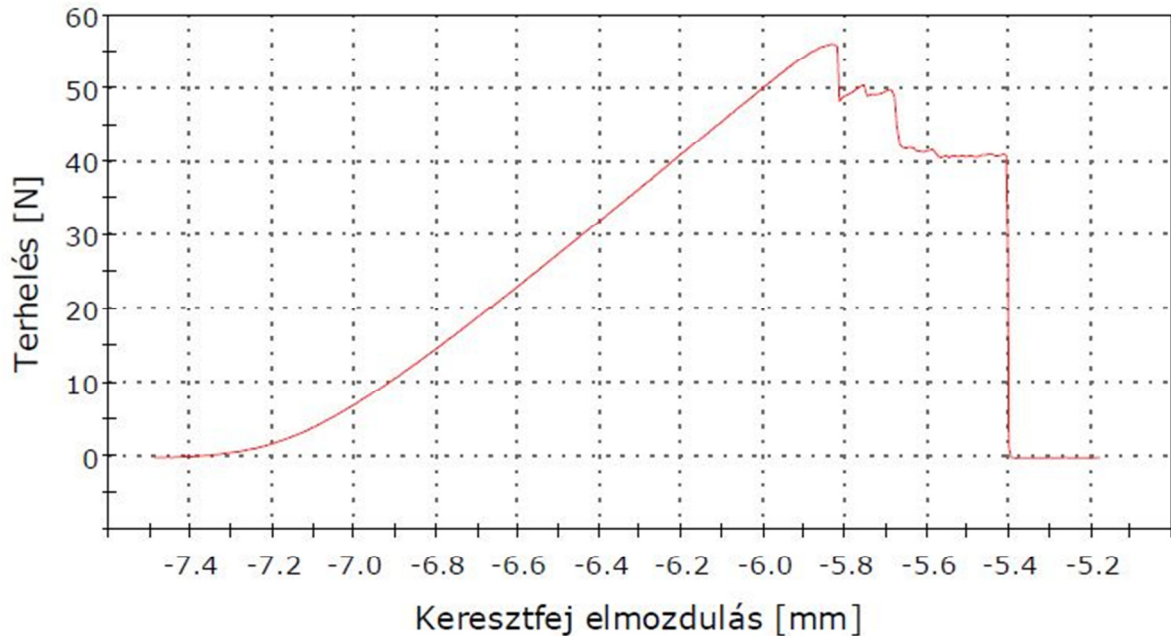


37. ábra- Nextel 420 sizing nélküli minta szakítódíagramja

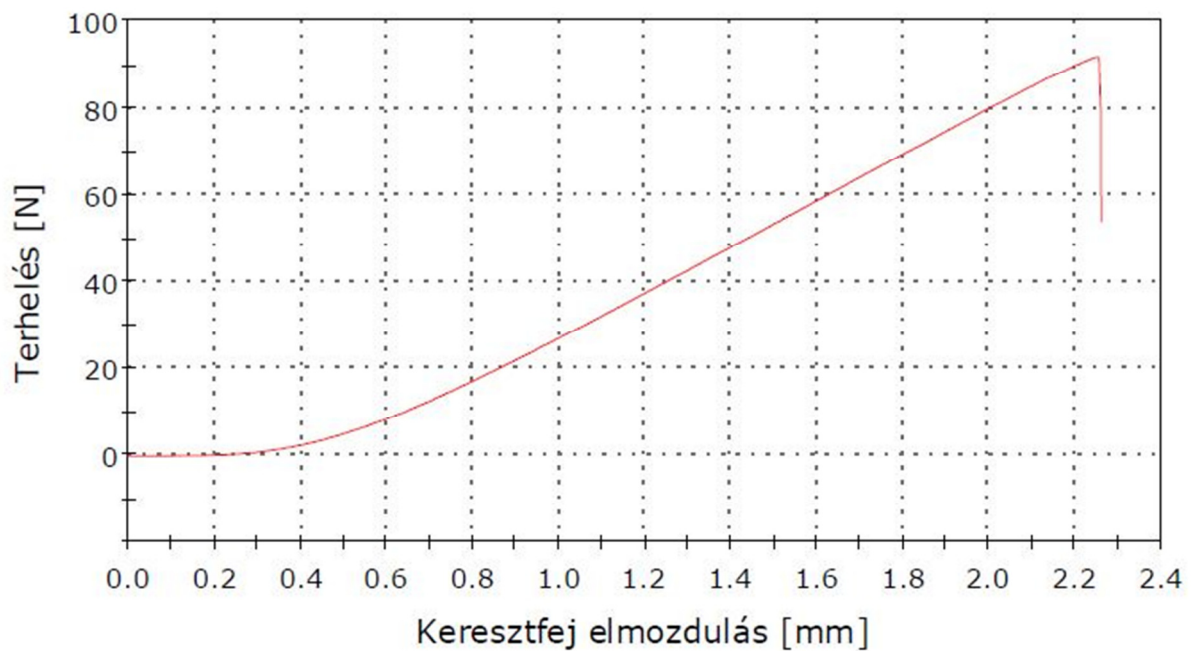


38. ábra- Nextel 420 sizingos minta szakítódíagramja

Végül a Nextel 440-es rovingsizingos és sizing nélküli mintáit vizsgáltuk. Kientzl Imre ezzel a szállal ért el sikereket a kompozit huzal gyártásban. Mivel a Nextel 420-as rovinggal nem sikerült huzalt készítenie, és a Nextel 440-es minta szakítóereje jóval nagyobb, ezért arra a következtetésre jutottunk, hogy valószínűleg ez is hozzájárulhatott a sikeréhez.

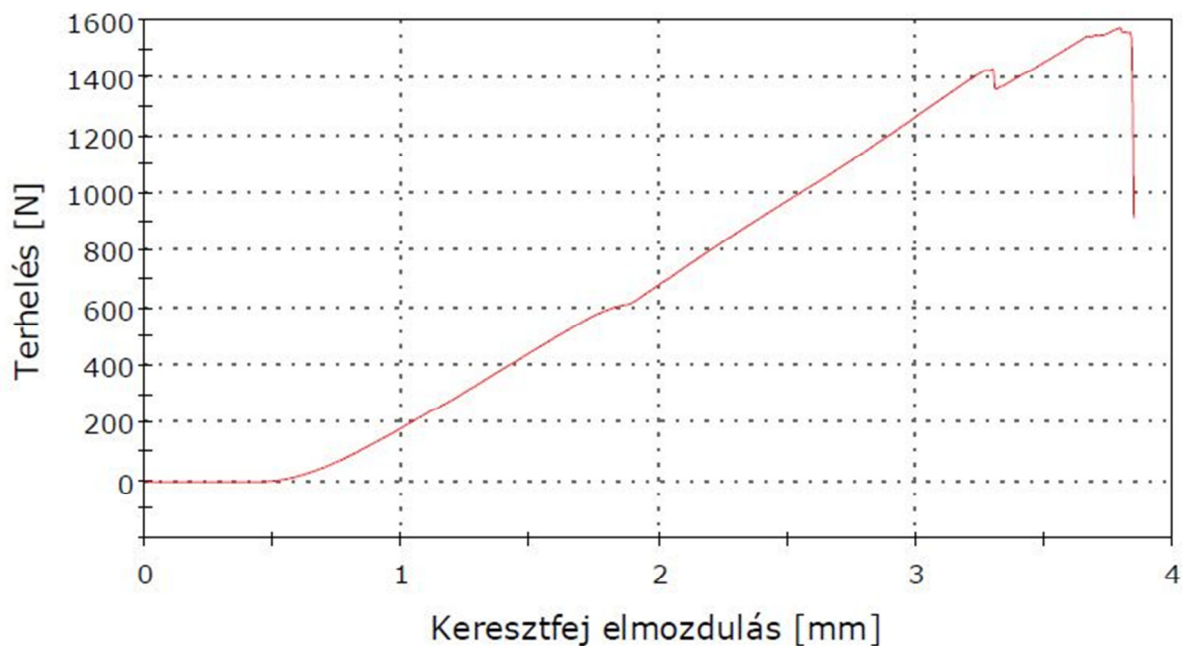


39. ábra- Nextel 440 sizing nélküli minta szakítódíagramja



40. ábra- Nextel 440 sizingos minta szakítódíagramja

Az egyes rovingok szakításának befejeztével – bizonyítandó, hogy a több szálköteg egyszerre való befűzésével többszörösére növelhető a szakítóerő – utolsó mintaként elszakítottunk egy olyan próbatestet, melyben 2 nikkeles rovingot fogtunk be. Összehasonlítva az eredeti Nikkel bevonatos mintával tapasztalható a feltételezett egyenes arányosság a szakítóerő és a szálkötegszám között.



41. ábra- Dupla Nikkelbevonatos minta szakítódíagramja

5.1.3 Eredmények értékelése

Típus	Szakító erő (N)	Megjegyzés
Nextel 420, sizing nélküli	18,9	
Nextel 420, sizing bevonatos	26	
Nextel 440, sizing nélküli	56	
Dialead vékony, sizing nélküli	70,7	
Dialead vékony, sizing bevonatos	73,2	
Nextel 440, sizing bevonatos	91,7	
Dialead vastag, sizing nélküli	365	
Mitsubishi, sizing nélküli	413	
Réz bevonatos	600	Fokozatos széthúzóadás
Nikkel bevonatos	774	Durva szakadás
Zoltek	797	
Mitsubishi, sizing bevonatos	1088	
Dialead vastag, sizing bevonatos	1146	
2 db Nikkeles szál	1575	2 szál egymás mellé befogva

4. táblázat- Szálkötegek szakítóerejének összehasonlítása

Az bizonyossá vált számunkra, hogy a sizing eltávolítása után a roving szakítóerő szempontjából gyengébb lesz. A Dialead vastag rovingjánál ez 781 N erőt jelent, ami jelentős. A vékony szálak már nagyon alacsony erőnél elszakadtak, így ezeket a szálakat a húzási kísérletekben szálkötegekben érdemes alkalmazni.

5.2 Raman vizsgálat

5.2.1 A vizsgálat elve és menete

Ahhoz, hogy kiderítsük, a különböző szálakon megtalálható-e a sizing bevonat, a szálakat Raman-spektroszkópiával is megvizsgáltuk. A cél az volt, hogy kiderítsük, alkalmas-e a vizsgálati módszer a sizing vizsgálatára. Ez egyrészt azért fontos, mert a sizing leégetése után nem tudjuk pontosan eltávolítódik-e a sizing a szénszálról, illetve az is kérdéses, hogy a megfeszített köteg belső elemi szálain található sizing is eltávolítódik-e. Másrészt azért is fontos, mert a laborban vannak olyan rovingok, melyekről nem tudjuk pontosan hogy található-e rajta sizing. Ezek a szálak könnyen bolyhosodnak így szemrevételezés alapján úgy gondoljuk nincs rajta sizing bevonat, de ezt egy hiteles méréssel is alá kellett támasztanunk.

A Raman-spektroszkópia rezgési spektroszkópiai módszer, amely során a molekulákban vagy kristályos anyagokban lévő kötések rezgései, periodikus oszcillációi vizsgálhatók, amely segítségével kémiai és helyzeti szerkezeti információkat szerezhethetünk az anyagról. Alapelve a Raman-szórás amely egy látható monokromatikus fény szóródása egyes kötések és atomcsoportok rezgőmozgásán. [6][7][8]

A vizsgálatra különböző szénszál mintákat választottunk. A mintákat eredeti- és 2 különböző hőmérsékleten hőkezelt állapotukban vizsgáltuk. Annak érdekében, hogy a sizingot biztosan eltávolítsuk a darabokat 10 percig hőkezeltük 450 °C- és 800 °C-os hőmérsékleten. A vizsgálat minták az alábbi táblázatban találhatóak:

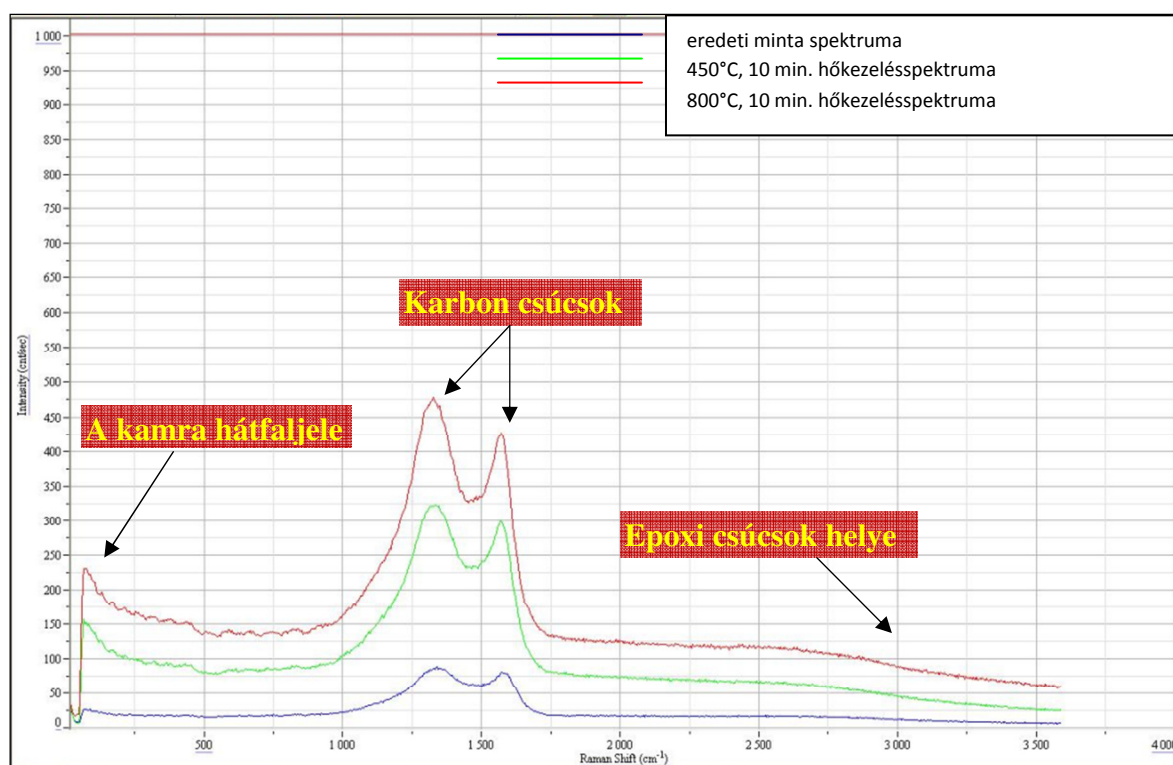
Minta	Hőfok [°C]	Megjegyzés
Mitsubishi szál	eredeti állapotú, nem hőkezelt	sizing bevonatos
Cu bevonatos	eredeti állapotú, nem hőkezelt	szemrevételezés alapján nincs rajta sizing bevonat
Ni bevonatos	eredeti állapotú, nem hőkezelt	szemrevételezés alapján nincs rajta sizing bevonat
Zoltek szál	eredeti állapotú, nem hőkezelt	szemrevételezés alapján nincs rajta sizing bevonat
Mitsubishi szál	450	
Cu bevonatos	450	
Ni bevonatos	450	
Zoltek szál	450	

Mitsubishi szál	800	
Cu bevonatos	800	
Ni bevonatos	800	
Zoltek szál	800	

5. táblázat - Raman-spektroszkópiával vizsgált szénszálak

5.2.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye

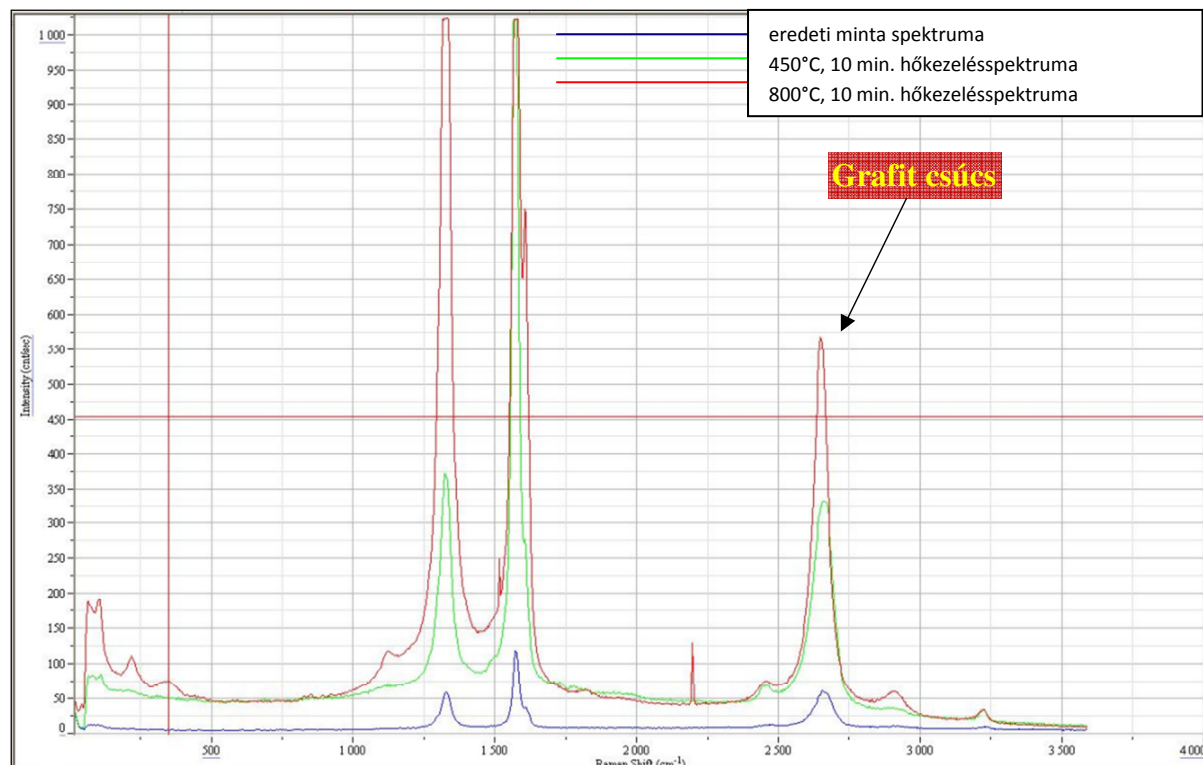
Zoltek szál Raman spektrumai



42. ábra- A Zoltek szál Raman vizsgálati spektruma

A Raman csúcsok aktivitása a hőmérséklet növekedésével nő. A karbon csúcson – amelyek a szén jelenlétéről és rendezettségéről tanúskodnak - kívül semmilyen Raman aktív jelet nem láttunk. Az epoxi jelenlétében 3200 (1/cm) tartomány felett kellene csúcsokat kapnunk. A mérési tartomány elején lévő csúcs a kamra hátfaláról visszaverődő jel indikációja.

Mitsubishi szál Raman spektrumai

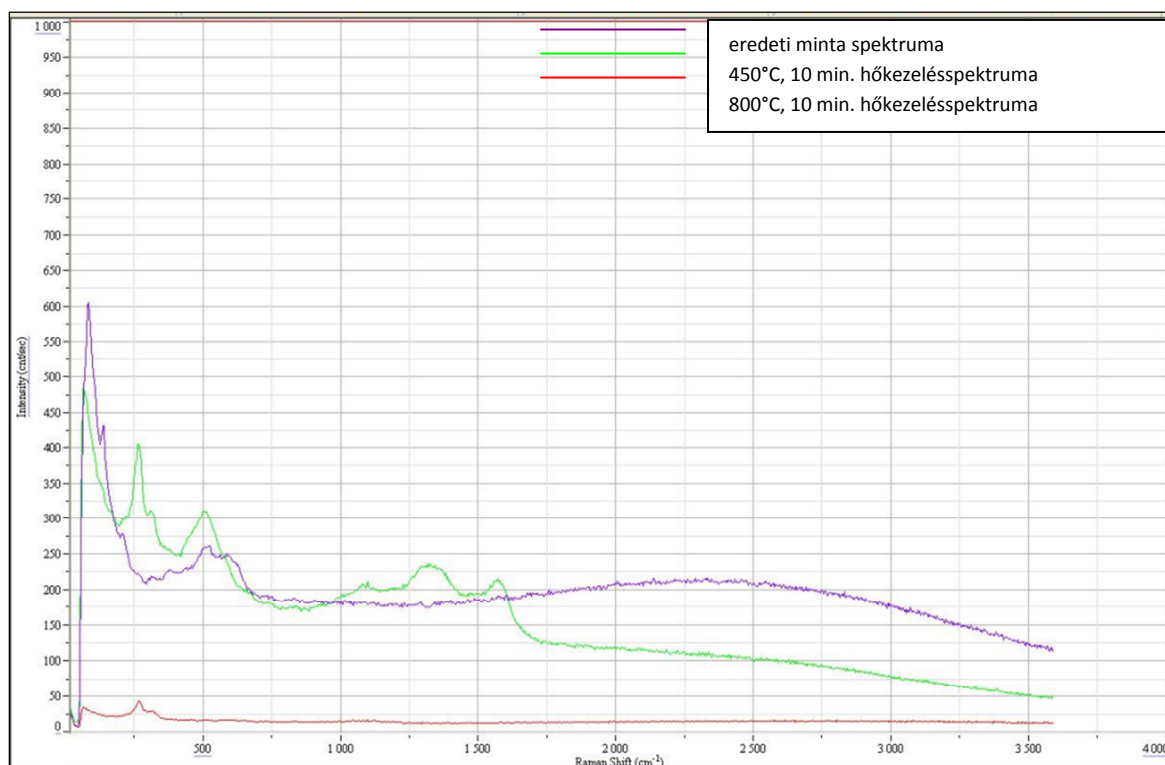


43. ábra- A Zoltek szál Raman vizsgálati spektruma

A Raman csúcsok aktivitása ennél a mintánál is a hőmérséklet növekedésével nő. A karbon csúcson kívül semmilyen Raman aktív jelet nem láttunk. A 2500-2750 ($1/\text{cm}$) tartományban grafitos szerkezetre utaló jelet láthatunk, ami nem szokatlan egy szénszál vizsgálatánál.

A Zoltek és a Mitsubishi szálak esetében ugyanazt a változást láttuk a hőkezelés, illetve a hőmérséklet növelése szempontjából. A két csoport karbon szerkezete viszont eltérő ezért kaptunk eltérő jellegű spektrumokat.

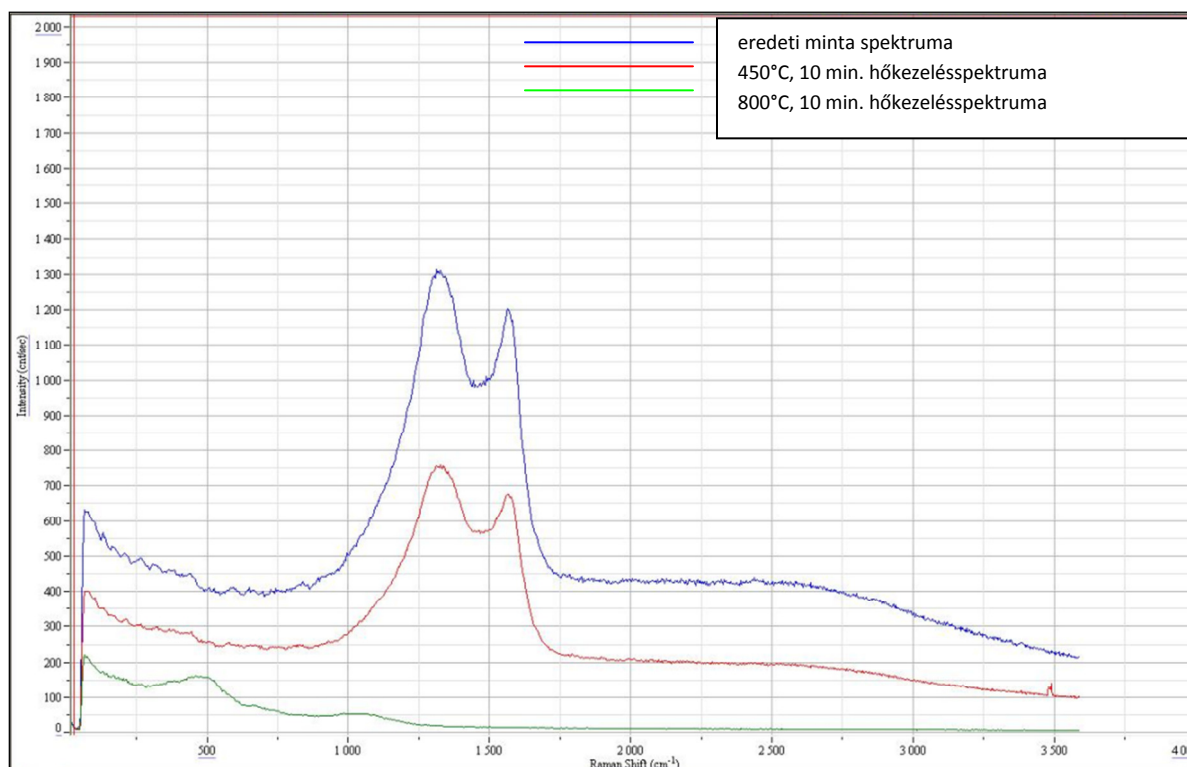
Réz bevonatos szál Raman spektrumai



44. ábra- A réz bevonatos szál Raman vizsgálati spektruma

Az eredeti spektrumon a réz jelenléte detektálható. A 450°C-os hőkezelési görbén a csúcs intenzitása jelentősen lecsökkent, viszont a felületi oxidációs folyamatokra jellemző oxidációs csúcsok megjelentek. A 800°C-os görbe esetében a réz jelenléte már nem látható (nagy valószínűséggel a roncsolódás miatt) és az oxidációs folyamatok Raman jelei csak minimális intenzitással detektálhatók.

Nikkel bevonatos szál Raman spektrumai



45. ábra- A nikkel bevonatos szál Raman vizsgálati spektruma

A Ni bevonatra utaló Raman jel egyik görbe esetében sem volt látható. Ennek két oka lehet: a Raman vizsgálati rendszer többnyire vegyületek azonosítására alkalmas, illetve a spektroszkóp csupán He-Ne lézerrel rendelkezik, így kevésbé alkalmas fémek vizsgálatára. A másik ok, hogy a bevonat nincs a felületen. Mind a három spektrumon a karbon jelenléte látható, melynek intenzitása a hőmérséklet növekedésével csökken, de 800 °C-on már semmilyen Raman aktivitást nem láttunk.

5.2.3 Eredmények értékelése

A méréseket sikeresnek mondhatjuk, de a bevonatok vékonysága miatt nem kaptunk a kutatásunkat előremozdító eredményeket.

5.3 Termogravimetrikus analízis

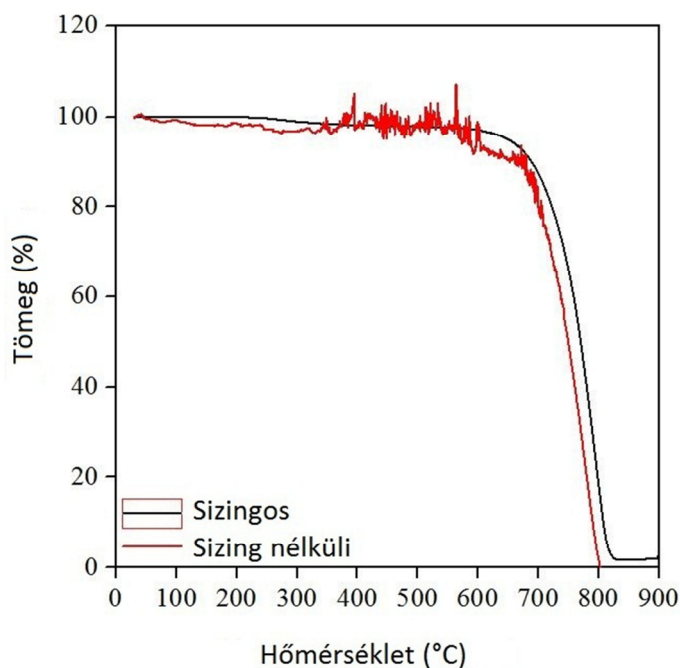
5.3.1 A vizsgálat elve és menete

A termogravimetrikus analízis (TGA) roncsolásos anyagvizsgálati módszer. Lényege, hogy a mintát egy zárt rendszerbe tesszük, és folyamatos melegítés során mérjük a tömegváltozását. A mérés végezhető bármilyen gáz atmoszféra alatt, így inert gáz, levegő és tiszta oxigén alatt, ennek értelme az, hogy így pl.: inert atmoszféra alatt oxidációmentesen vizsgálható a minta bomlása. A mérőberendezés egy kamrából, egy fűtő egységből, és egy nagyon precíz mérlegből áll. A mérés megvalósulásához elengedhetetlen, hogy a hőmérséklet- és tömegváltozást nagyon pontosan tudjuk mérni. A mérés az anyag összetételéről és stabilitásáról ad információkat egészen 1000°C-ig. A technika csak olyan anyagokon használható, amelyek hajlamosak oxidációra, dehidratációra és/vagy termikus bomlásra.[9][10]

A termogravimetrikus analízist azért tartottuk fontosnak, mivel nem mindegyik mintánknál tudjuk, hogy van-e rajta epoxi sizing, illetve a sizingok leégésének nem ismert a konkrét mechanikája, így a leégés hőmérsékletét és sebességét sem, amik fontosak a csökemence beállításainak meghatározásához.

5.3.2 Az elvégzett vizsgálatok eredménye

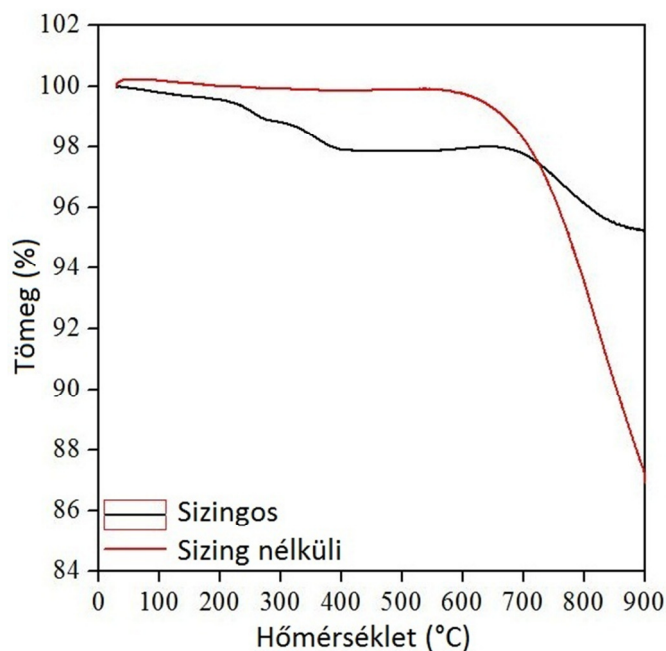
Elsőként a Mitsubishi által gyártott szálkötegeket vizsgáltuk, epoxi sizingos és sizing nélküli formában.



46. ábra- Mitsubishi roving TGA vizsgálata

Az első vizsgálat kimutatta, hogy a sizingos minta két lépcsőben ég, viszont sajnos

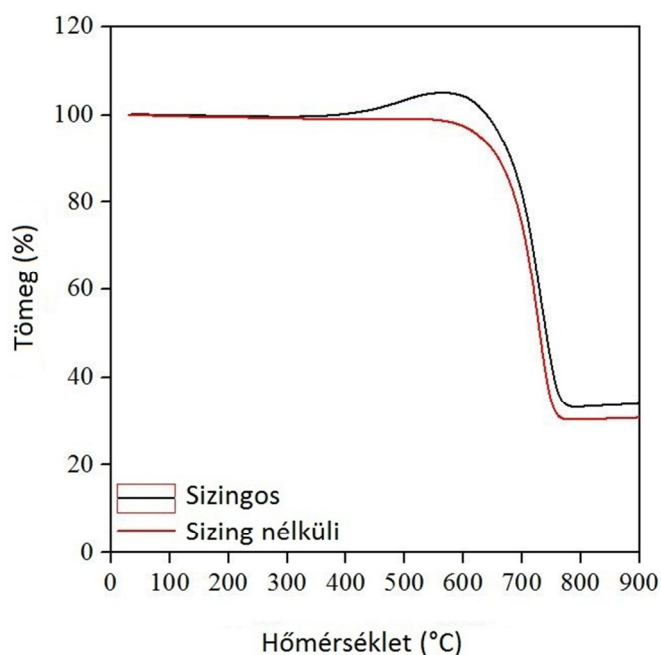
sikertelennek mondható, mivel a sizing nélküli minta eredménye nagyon szór. A hiba valószínűleg gépbeállításból adódik, ezért a vizsgálatot megismételtük.



47. ábra- Mitsubishi roving TGA ismételt vizsgálata

A megismételt kísérlet már elfogadható eredményt adott. Az grafikonon jól látszik, hogy míg a sizing nélküli minta egy lépcsőben, addig a sizingos minta két lépcsőben (sizing és szénzál) égett el. Ebből arra a következtetésre jutottunk, hogy a sizing teljes leégetéséhez 400-450°C-os hőmérsékletet kell elérnünk, a Mitsubishi által gyártott szénzálköteg esetében.

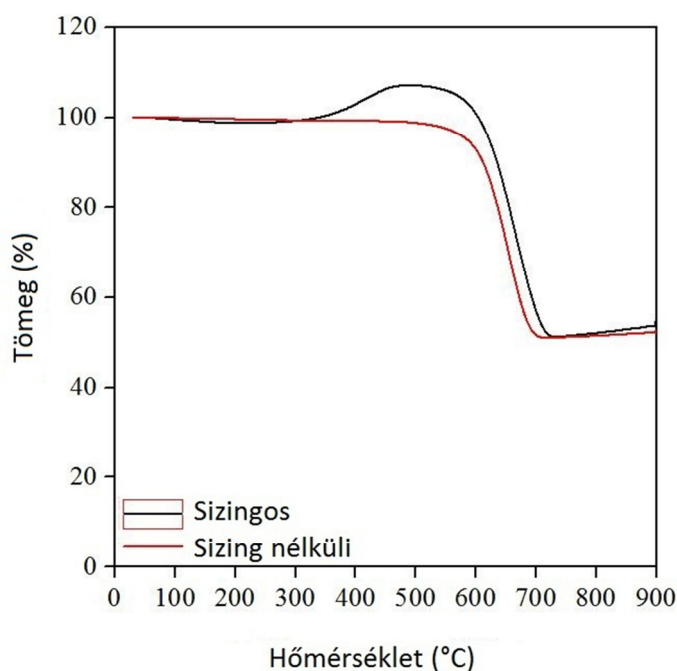
Másodikként a nikkel bevonatos szálköteget vizsgáltuk, szintén hőkezelés előtt és után.



48. ábra- Nikkelbevonatos roving TGA vizsgálata

A sizing nélküli minta itt is, az előzőhöz hasonló eredményt adott, ám az sizingos minta más viselkedést mutatott. Utóbbin 300-600°C-ig terjedő hőmérséklet intervallumon oxidáció jelenségét észleltük, és csak ez után kezdett elbomlani. Itt sajnos nem sikerült a kemence beállításánál használható vagy az epoxi sizing réteg meglétéről tanúskodó új adatokat nyernünk. A réteg meglétéről azért nem, mivel az oxidáció interferálhat az epoxi bomlásánál fellépő tömegváltozással. A kemence beállításáról pedig azért nem, mert az oxidált fém az alumíniumolvadékkal érintkezve a tiszta fémhez hasonlóan intermetallikus fázist képez.

Utolsóként a rézbevonatos minták vizsgálatát végeztük el.



28. ábra- Rézbevonatos roving TGA vizsgálata

A vizsgálat az előzővel teljesen egybevágó képet adott, kivéve a sizingos minta kezdeti tömegcsökkenését, amely valószínűleg valamilyen szennyeződés eléégésével magyarázható. Ahogy az előzőnél sem, - hasonló okból - itt sem sikerült a sizing leégésével vagy jelenlétével kapcsolatos újabb információkat szereznünk.

5.3.3 Eredmények értékelése

A vizsgálat sorozat sikeressége felemásnak mondható. Pontos információink vannak a Mitsubishi roving epoxi sizingjának meglétéről és a leégetéséhez szükséges hőmérséklet tartományról, ám nem tudtuk reprodukálni az eredményt a többi bevonat fémes mivolta miatt.

Ahhoz, hogy az epoxi sizing meglétéről és leégetéséhez szükséges hőmérsékletéről általános, minden szála vonatkozó információt kapjunk további termogravimetrikus vizsgálat elvégzését tervezzük, amelybe bevonnánk a Dialead és a Zoltek által gyártott szálkötegeket is.

Összefoglalás

Dolgozatunkban alumínium-mátrixú szénszál erősítésű kompozithuzalok előállításához szükséges eszközök, tényezők vizsgálatával foglalkoztunk.

2012 nyarán sikeresen beüzemeltük a gyártáshoz szükséges infiltráló berendezést. A dolgozat első szakaszában ismertettük ennek részegységeit, funkcióit. A gép összeszerelésében, beüzemelésében Blücher professzor iránymutatásait követtük. Nyár végére az összes hiányzó alkatrészt beszereztük, a gépet sikeresen beüzemeltük. Így megindulhattak az infiltrációs kísérletek.

Ahhoz, hogy teljes képet nyújtsunk a gyártási kísérletekről, fontosnak tartottuk ismertetni az erősítőanyagként alkalmazott szénszálak szerkezetét. A dolgozat következő szakaszában bemutattuk a szénszálak gyártásának menetét, ismertettük felépítésüket, szerkezetüket. A szénszál kötegek elemi szálaira a könnyebb kezelhetőség és a környezettől való rezisztencia és a jobb adhézió végett gyártáskor egy epoxi alapú bevonatot helyeznek. Infiltrálás során ez a réteg zavaró lehet, ugyanis ha a forró alumínium tömbbe jutó epoxi elég gázbuborékok keletkezhetnek, ami gyengíti a kompozithuzalt. Ezért ezt a réteget el kell távolítani. Az eltávolításra vannak módszerek, azonban az ellenőrzés módjára nem ismertünk megfelelő módszert. Próbálkoztunk optikai-, illetve elektronmikroszkópos vizsgálattal, sikertelenül. Szintén sikertelenül zárult a Raman-spektroszkópikus vizsgálati módszer is. Sikeresnek mondhatjuk azonban a TGA vizsgálatot, melyen az egyik szálon egyértelműen azonosíthatóvá vált a sizing jelenléte. Kutatásaink további lépéseiben ezzel a vizsgálati módszerrel szeretnénk meghatározni azt a fontos kérdést, hogy a csökemencében minden elemi szálról eltávolodik-e a bevonat.

Dolgozatunkban bemutattuk az eddig lefolytatott húzási kísérleteket. Az infiltrálási kísérlet fontos előtényezője, hogy egy úgynevezett bolyhosodás mentes rendszert alakítsunk ki. Ez azt jelenti, hogy minden olyan tényezőt ki kellett szűrünk, ami a húzás közbeni szálszakadáshoz vezethet. Ezzel kapcsolatban kidolgoztunk egy a Blücher professzor rendszerétől eltérő kialakítást, mely során az alumínium tömböt tartalmazó grafit tégelyt módosítottuk. Az elképzeléseink sikeresnek bizonyultak, ugyanis az alumínium tömb olvadásakor bekövetkező szakadásokat kiszűrtük. Elmondhatjuk, hogy sikerült egy bolyhosodás mentes rendszert kialakítanunk, a továbbiakban a nedvesítést elősegítő tényezőket, felületkezeléseket kutatjuk.

A nedvesítést elősegítő tényezőkre számtalan ötletet, javaslatot kaptunk neves professzoroktól, kollégáktól. Ezeket a dolgozatban ismertettük. Kutatásunk következő szakaszában ezek gyakorlati megvalósítását igyekszünk véghezvinni, hogy sikeresen legyárthassuk az alumínium mátrixú szénszál erősítésű kompozithuzalt.

Irodalomjegyzék

- [1] Kientzl Imre: Alumíniummátrixú kompozithuzalok és kettős kompozit szerkezetek (Phd értekezés) BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék 2010
- [2] Blucher JT, Narusawa U, Katsumata M, et al.: Continuous manufacturing of fiber reinforced metal matrix composite wires-technology and product characteristics. Composites Part a-Applied Science and Manufacturing. 2001; 32: 1759-1766.
- [3] Avilés, M. A., J. M. Ginés; J. C. del Rio; J. Pascual; J. L. Pérez-Rodríguez; P. J. Sánchez-Soto (2002. January). „Thermal Analysis of Acrylonitrile Polymerization and Cyclization in the Presence of N,N-Dimethylformamide”. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 67 (1), 177-188. o. DOI:10.1023/A:1013706501882. ISSN 1572-8943. Hozzáférés ideje: 2012. október 24.
- [4] Uemura, Seiichi, Hirose, Takao; Sohda, Yoshio; Sakamoto, Takayoshi; Kishimoto, Yoshio (1986. március 4.). „Process for producing pitch based graphite fibers”. U.S. Patent 4574077 . Hozzáférés ideje: 2012. október 24.
- [5] Baumli Péter: Karbon fázissal erősített alumínium mátrixú kompozitok létrehozása sóoldadék segédfázis alkalmazásával Miskolci Egyetem Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola 2009
- [6] ELTE TTK, Földrajz- és Földtudományi Intézet műszerközpont honlapja <http://lrg.elte.hu/ffi-muszerkozpont/> Hozzáférés ideje: 2012.10.20.
- [7] Dégi Júlia: Raman spektroszkópia (előadás diáor) ELTE Közettan-Geokémiai Tanszék http://petrology.geology.elte.hu/Raman_Degi.pdf Hozzáférés ideje: 2012.10.21.
- [8] Veszprémi Egyetem Analitikai Kémia Tanszék: Az infravörös és raman spektroszkópia alapjai (Vázlat) <http://www.muszeroldal.hu/measurenotes/mink.pdf> Hozzáférés ideje: 2012.10.21
- [9] Dr. Galbács Gábor: A termoanalitikai módszerekről (Előadás diáor)
- [10] <http://www.eaglabs.com/mc/thermogravimetric-differential-thermal-analysis.html> Hozzáférés ideje: 2012.10.25.
- [11] BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék Munkaközössége által összeállított „Anyagszerkezettan és anyagvizsgálat (BMEGEMTAGA1)” segédlet <http://www.att.bme.hu/oktatas/BMEGEMTAGA1/letoltes/labor/segedletek> Hozzáférés ideje 2012.10.10.