



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR
POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

ÖNERŐSÍTETT KOMPOZITOK TÖNKREMENTELI ÉS KÚSZÁSI VISELKEDÉSÉNEK VIZSGÁLATA

TDK DOLGOZAT

HALÁSZ ISTVÁN ZOLTÁN
GÉPÉSZMÉRNÖKI MSC II. ÉVFOLYAM

KONZULENS:

DR. BÁRÁNY TAMÁS
EGYETEMI DOCENS

KMETTY ÁKOS
EGYETEMI TANÁRSEGÉD

DR. ROMHÁNY GÁBOR
EGYETEMI DOCENS

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.

-2012-

Tartalomjegyzék

A DOLGOZATBAN SZEREPLŐ JELÖLÉSEK	3
A DOLGOZATBAN SZEREPLŐ RÖVIDÍTÉSEK.....	3
1. BEVEZETÉS.....	5
2. IRODALMI ÁTTEKINTÉS	8
2.1. ÖNERŐSÍTETT KOMPOZITOK CSOPORTOSÍTÁSA, ELTERJEDT GYÁRTÁSTECHNOLÓGIÁI.....	8
2.2. KOMPAKTÁLÁS	9
2.3. KOEXTRÚZIÓ.....	12
2.4. RÉTEGELÉSES (FILM-STACKING) ELJÁRÁS	14
2.5. AKUSZTIKUS EMISSZIÓ ÉS A TÖNKREMENTETELI MÓD KAPCSOLATA.....	21
3. FELHASZNÁLT ALAPANYAGOK, GYÁRTÁSI TECHNOLÓGIÁK.....	24
3.1. ALAPANYAGOK	24
3.2. LAPOK, PRÓBATESTEK ELŐÁLLÍTÁSA	25
3.2.1. Tekercselés, rétegelés	25
3.2.2. Préselés.....	26
3.2.3. Próbatetek előállítása	27
4. VIZSGÁLATI MÓDSZEREK.....	29
4.1. SŰRŰSÉGMÉRÉS	29
4.2. HANGTERJEDÉSI SEBESSÉG MÉRÉSE	29
4.3. SZAKÍTÓVIZSGÁLAT	30
4.4. AKUSZTIKUS EMISSZIÓS VIZSGÁLAT	31
4.5. DMA VIZSGÁLAT	31
5. KÍSÉRLETI RÉSZ	33
5.1. SŰRŰSÉGMÉRÉS	33
5.2. HANGTERJEDÉSI SEBESSÉG MÉRÉSE	34
5.3. TÖNKREMENTETELI TULAJDONSÁGOK, AKUSZTIKUS EMISSZIÓS VIZSGÁLATOK	35
5.4. KÚSZÁSI TULAJDONSÁGOK.....	43
6. ÖSSZEFOGLALÁS.....	47
7. TOVÁBBI MEGOLDÁSRA VÁRÓ FELADATOK	48
8. IRODALOMJEGYZÉK.....	49
9. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	52

A DOLGOZATBAN SZEREPLŐ JELÖLÉSEK

MFI	[g/10 perc]	folyási mutatószám
$m_{szál}$	[g]	a kompozit minta levegőn mért tömege
$m_{össz}$	[g]	a kompozit minta levegőn mért tömege
m_{Al}	[g]	a kompozit minta levegőn mért tömege
$m_{mátrix}$	[g]	a kompozit minta levegőn mért tömege
ρ_{minta}	[g/cm ³]	a kompozit minta sűrűsége
ρ_{etanol}	[g/cm ³]	az etanol sűrűsége a mérés hőmérsékletén
m_{lev}	[g]	a kompozit minta levegőn mért tömege
m_{etanol}	[g]	a kompozit mint etanolban mért tömege
a_T	[-]	WLF eltolási tényező
σ_{max}	[MPa]	szakítószilárdság
E_h	[MPa]	rugalmassági modulus
F_{max}	[N]	szakítóvizsgálatnál mért maximális erő
A_0	[mm ²]	kezdeti keresztmetszet
ε_1	[%]	0,05%-os relatív nyúlás
ε_2	[%]	0,25%-os relatív nyúlás
σ_1	[MPa]	0,05%-os relatív nyúláshoz tartozó feszültség
σ_1	[MPa]	0,05%-os relatív nyúláshoz tartozó feszültség
Δl	[mm]	a szakadás pillanatában mért nyúlás
l_0	[mm]	a kezdeti befogási hossz
d	[mm]	próbatest vastagsága
C_1	[-]	WLF egyenlet konstans
C_2	[-]	WLF egyenlet konstans
T	[°C]	WLF vizsgálati hőmérséklet
T_0	[°C]	WLF referencia hőmérséklet

A DOLGOZATBAN SZEREPLŐ RÖVIDÍTÉSEK

UHMPE	ultra nagy modulusú polietilén
PP	polipropilén
PET	polietilén tereftalát

DSC	differentiál pásztaázó kalorimetria
rPP	random polipropilén kopolimer
iPP	izotaktikus polipropilén
α -PP	α -módosulatú polipropilén
β -PP	β -módosulatú polipropilén
SEM	pásztaázó elektronmikroszkópia
DMA	dinamikus mechanikai analízis
TTS	idő-hőmérséklet szuperpozíció
WLF	Williams-Landel-Ferry
AE	akusztikus emisszió
UD	unidirekcionális
CP	cross-ply
Str.PP	Stradom PP szál

1. Bevezetés

Modern korunk igen meghatározó szerkezeti anyagai a műanyagok, polimerek, azonban már az, hogy mit is takar e két szó közel sem egyértelmű mindenki számára. Kezdeném először is a műanyag szóval, amely bár hagyományosan a különböző mesterséges polimer anyagokat jelenti, ám kissé elítélő mivolta miatt mindenképp szót érdemel. Valójában mérnöki szerkezeti anyagok másik két nagy csoportja a fémek és a kerámiák sem találhatók meg műszaki célú felhasználásra alkalmas formában a természetben, azokon különféle műszaki, művi átalakításokat kell végezni, hogy alkalmasak legyenek ilyen célokra, így akár azokat is illethetnénk a műanyag kifejezéssel [1].

A polimer szó legszűkebb értelmezése szerint a szerves kémia olyan hosszúláncú vegyületeit jelöli, amelyek jellemzően sok ezer egyedi építőelemből, egymáshoz elsődleges kovalens kötéssel kapcsolódó monomerből állnak. Azonban már ez a definíció is jóval túlmutat a hétköznapi nyelvben műanyag szóval illetett anyagokon, hisz pl. az évi 10^7 t nagyságrendben gyártott polietilén mellett ide tartoznak a természetben sokkal nagyobb mennyiségben képződő poliszacharidok (α -D-glükóz monomerből), mint például a biomassa fő összetevője, a cellulóz (10^{11} t/év) [1]. Az egyszerűség kedvéért, dolgozatomban a következő részeiben a polimer szó kifejezetten a szintetikus polimereket fogja jelölni.

A polimer anyagok felhasználása az utóbbi bő öt évtizedben évi 1 millióról több mint 200 millió tonnára emelkedett [2], köszönhetően az egyéb szerkezeti anyagokhoz (pl.: fémek, kerámiák) viszonyított kedvező árúknak, könnyű megmunkálhatóságuknak és kis sűrűségükre vonatkoztatott igen nagy fajlagos szilárdságuknak [1]. Mechanikai tulajdonságaik bár elmaradnak pl. a fémekétől, olcsóságuk és kisebb sűrűségük miatt mégis előszeretettel alkalmazzák őket igényesebb területeken is, természetesen a megfelelő erősítési technikák kihasználásával. Ezek közül a legelterjedtebb a különféle szálakkal történő erősítés, ahol ezek a nagy szilárdságú szálak, megfelelő, nagy szívósságú mátrixanyagba ágyazva igen kedvező mechanikai tulajdonságokat eredményezhetnek. Ezeket az anyagokat nevezzük polimer kompozitoknak.

E kompozitokkal kapcsolatban azonban sok előnyük mellett egyre több szó esik a legnagyobb hátrányukról, ez pedig nem más, mint az újrahasznosíthatóságuk problémás és költséges mivolta. A kompozit szerkezeti anyagok legnagyobb felhasználója a járműipar,

ahol is napjainkban a különböző üveg- vagy szénszál erősítésű (hőre lágyuló, vagy hőre keményedő mátrixú) polimer kompozitok dominálnak. Ezek fő problémája egyrészt biodegradabilitás hiánya, azaz a természetben ezen anyagok nem, vagy csak rendkívül hosszú idő alatt tudnak lebomlani, másrészt a szerkezetük heterogenitása, tehát hogy a mátrix és az erősítőanyag eltérő anyagból áll. Ez nagyon megnehezíti az ilyen anyagok újrahasznosítását, hisz vagy jelentős mechanikai tulajdonságromlás mellett használhatóak csak fel újra (szétválasztás nélkül), vagy komoly pluszköltséget jelent a szétválasztás technológiai folyamata. Utóbbira példa az üvegszál-erősítésű poliamidra, egy a DuPont de Nemours és a japán Denso cég által kifejlesztett technológia, amelyben a felaprított anyagot reaktorban feloldják, majd az üvegszálak kiszűrése után az oldatból visszanyert poliamid molekulatömegét az eredetihez hasonló értékre állítják be. Ezzel a technológiával, az újjal egyenértékű tulajdonságokkal bíró alapanyag állítható elő, ám igen nagy költségek árán [3].

Komoly kutatások folytak természetes szállal történő erősítés vizsgálatára és sikerült is 30-40 m% len-, kender-, juta- és kenaf száltartalommal olyan értékeket elérni, amelyeket 20 m% üvegszállal, ám az ütésállóság értéke alacsony lett, különösen magas száltartalmaknál [4]. Az újrahasznosíthatóság problémája sem lett teljes mértékben megoldva, mert bár ezek a szálak lebomlanak a természetben, ám e tulajdonság csak megfelelő, hasonlóan biológiai úton lebomló mátrixanyagba ágyazva jelent megoldást. További pozitívum viszont, hogy ezek a szálak kevésbé töredeznek újrafeldolgozásnál, mint az üvegszál, valamint termikus úton salakmentesen lebonthatók, szemben az üvegszállal, vagy talkummal erősített rendszerekkel.

Egy másik irány az ún. önerősítéses kompozitok fejlesztése volt, amelyekben a nagy szilárdságú erősítőszál és a szívós mátrix is ugyanabba a polimer családba tartozik (pl. polipropilén), egyedüli különbség a két anyag között azok olvadási hőmérsékletében van, ami biztosítja a feldolgozhatóságot. Azonos anyagcsaládba tartozó anyagokról lévén szó, kiváló adhéziós kapcsolat van a szálak és a mátrixanyag között, így külön adalékolás, felületkezelés sem szükséges, ami elméletben lehetővé teszi még az üvegszálerősítetténél is lényegesen jobb tulajdonságok elérését, valamint további nagy előny, hogy akár 30%-os tömegcsökkenés is elérhető ily módon az üvegszálerősített kompozitokhoz képest [5].

Munkám célja különböző mátrixanyagú önerősített kompozit anyagok tönkremeneteli módjának és kúszási tulajdonságainak vizsgálata.

Célkitűzéseim:

- 1) Önerősített kompozit lapok előállítása préseléssel, majd a szükséges próbatestek kimunkálása.
- 2) A különböző mátrixanyag és erősítőstruktúra párosítások esetén az elkészült lapok konszolidáltságának vizsgálata sűrűségmérés segítségével.
- 3) Kúszási- és akusztikus emisszióval kísért szakítóvizsgálatok elvégzése, a mechanikai jellemzők és tönkremeneteli módok vizsgálata.

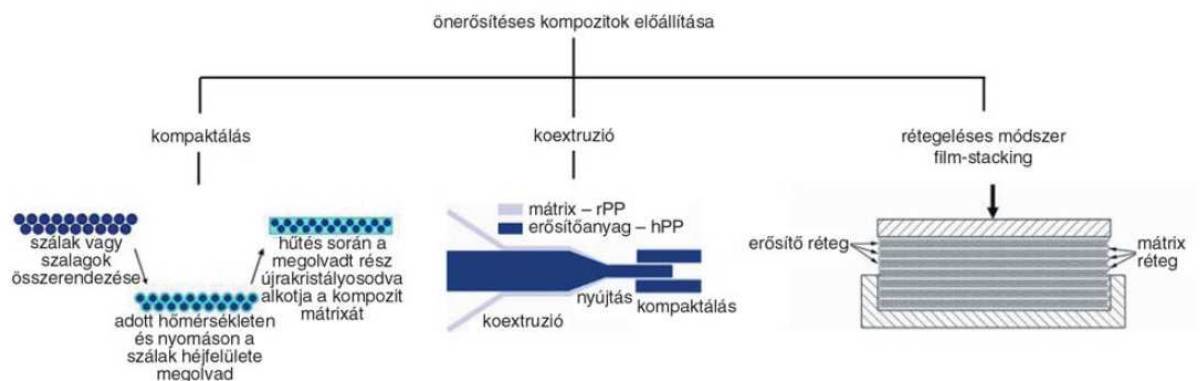
2. Irodalmi áttekintés

Irodalmi áttekintésem az önerősített kompozitoknál elterjedt gyártástechnológiák, illetve ezek kialakulásának bemutatásából, valamint a szakirodalomban megjelent témába vágó akusztikus emissziós vizsgálatok ismertetését fogja magában foglalni.

2.1. Önerősített kompozitok csoportosítása, elterjedt gyártástechnológiái

Önerősített kompozitok esetében ezek csoportosítása több szempont alapján is megvalósítható. Első szempont lehet, hogy a mátrix és az erősítőstruktúra anyaga teljesen megegyezik-e (egykomponensű), vagy csak azonos anyagcsaládból származó anyagokról van szó (kétkomponensű). További lehetőség az erősítőstruktúra kialakításának módja szerint felosztani ezeket az anyagokat *in-situ* (primer módon a feldolgozás közben az ömledék nyírásából fakadó orientáció befagyasztásából származó erősítőstruktúra), illetve *ex-situ* (köztes technológialépés szükséges) módon erősített anyagokra. Harmadik módszer lehet az erősítőstruktúra geometriai vizsgálata, hogy a tér hány irányában játszik erősítő szerepet, így lehet 1D, 2D, vagy 3D [6].

A három legelterjedtebb önerősítéses kompozit előállítási technológiát az 1. ábra mutatja be:

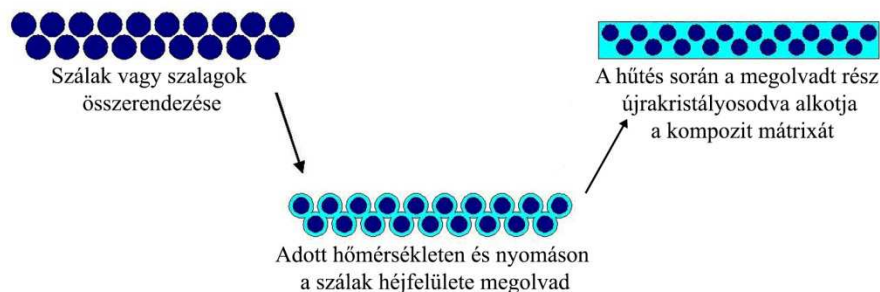


1. ábra Önerősítéses kompozit előállítási technológiák [5]

2.2. Kompaktálás

Az 1970-es években kezdődött a nagyfokú orientáltsággal rendelkező szálak gyártási technológiáinak fejlesztése, amely a 90-es évekre igen magas szintre jutott. A leedsi egyetemen 1992-ben ezeket a szálakat használva Ward és társai új technológiát fejlesztettek ki önerősített kompozit anyagok gyártására, a kompaktálós eljárást (hot compaction) [7].

A kompaktálós eljárás a fenti besorolás alapján az egykomponensű, több lépésben előállított és 1D vagy 2D erősítőstruktúrájú csoportba tartozik attól függően, hogy a préselt szálak, vagy szalagok milyen szerkezetben vannak. A kompaktálás elvi vázlata a 2. ábrán látható.



2. ábra A kompaktálás elvi vázlata [5]

Az eljárás lényege, hogy terhelés alatt a szálak felszíne és magja eltérő olvadási tulajdonságokat mutat, a hőmérséklet emelkedésével először csak egy vékony felszíni réteg ömlik meg, majd később a keresztmetszet egyre nagyobb hányada. Ezt kihasználva a következő módon hoztak létre önerősített szerkezetet: a szálak felszínének egy vékony rétegét aránylag alacsony nyomáson megolvasztva, majd rövid ideig nagy nyomást alkalmazva biztosították az anyag megfelelő konszolidáltságát, hogy a hűtés közben végbemenő rekristallizáció során a korábban megömlött anyagmennyiség összefogja a szálak meg nem ömlött, még orientált részeit. A legelső kísérletekben nyújtott ultra nagy modulusú polietilén (UHMPE) szálakat és szalagokat használtak, 0,7 MPa nyomáson hagyták 10 percig, hogy kellő hőmérsékletre melegedjen az anyag és a megolvadt részek átítassák a nem megömlött részeket, majd 10 s ideig 21 MPa nyomással biztosították a kellő konszolidáltságot, végül a szerszámot a présből kivéve hagyták a rendszert szobahőmérsékletűre hűlni. A kísérletek eredményeiből megállapították, hogy az optimális feldolgozási hőmérséklet 138°C, valamint hogy bár az alkalmazott nyomásnak is fontos szerepe van a végső kompaktált szerkezet milyenségében, igazán a hőmérséklet a kritikus paraméter. Ezen a hőmérsékleten az anyagnak kb. 10%-a olvadt meg, ami igen közel van

ahhoz a 9,3%-os elméleti értékhez, amely a hatszög keresztmetszetű illeszkedés kitöltéséhez adódik. Túl alacsony hőmérséklet esetén (134°C) a felületnek csak túl kis hányada olvadt meg, valamint az eredetileg kör keresztmetszetű szálak az alkalmazott nyomás miatt szabálytalan hatszögekké deformálódtak. A hőmérséklet értékét túl magasra véve először (150°C) az figyelhető meg, hogy a szálak jelentős térfogatban megolvadnak, ám keresztmetszetük kör alakú marad, az újrakristályosodás pedig a szálak felületén kezdődik és a képződő lamellák párhuzamosak lesznek a szálak eredeti láncirányával, rengeteg újrakristályosodási magot létrehozva. Még tovább emelve a kompaktálás hőmérsékletét (142°C) az olvadás nemcsak a szálak felszínén, hanem azok belsejében is megindult, ezzel semmissé téve az orientációból fakadó kiemelkedő szilárdságot [8].

Látható, hogy igen fontos szempont a szálak megolvadt hányadának optimálása. Ha a szálak túl kevés része ömlik csak meg, akkor a szálak, illetve a szál- vagy szövetrétegek közti kapcsolat lesz túl gyenge, míg ha túl nagy ez az arány, akkor maguk a szálak gyengülnek meg túlzottan. A korábban tapasztalt 10% körüli ömledékarány az egyes szálak között megfelelő erejű kapcsolatot biztosított, ám több réteg kompaktálásakor, a rétegek közötti kötés ilyen arány mellett nagyon gyenge lett. Úgy találták, hogy a szálak egyre nagyobb térfogatát megömlesztve, annak kb. 30%-os hányadánál van egy ugrás a rétegek közötti szilárdság nagyságában, majd onnan az érték állandósulni látszik [9].

Az UHMPE szálaknak az egyik legnagyobb hátrányuk, hogy szobahőmérséklet felett szilárdságuk és merevségük nagymértékben csökken, míg kúszásuk nő. Kimutatták azonban, hogy ez a hátrányos tulajdonság bizonyos kezelésekkel csökkenthető. Az anyagot acetilén légkörben γ -sugárzásnak kitéve, abban egy térhálósodási folyamat indítható el, amely csökkenti a láncszakadás esélyét. Továbbá rájöttek, hogy ezzel a módszerrel növelhető a szálak hőállósága, ezáltal a feldolgozási tartomány [10].

UHMPE szálakon kívül sikeresen alkalmazták a technológiát egyéb részben kristályos, valamint folyadékkristályos polimerekre is, pl.: PP, PET [9], vagy épp a Vectran márkanevű folyadékkristályos polimer szálaknál [8].

Gazdaságossági és technológiai szempontok miatt a kezdeti UHMPE szálak helyett végül a PP szálak és szalagok használata terjedt el, a kutatások kezdeti szakaszában azonban felmerültek nehézségek. Az első kísérletekben unidirekcionális elrendezésű PP szálakat helyeztek a fűtött szerszámfelek közé, ám azt tapasztalták, hogy alacsony hőmérsékleten (174°C) a szálak meglágyultak és kisajtolódtak a szerszámfelek közül, így a kívánt felületi megolvadás, újrakristályosodás nem volt megvalósítható. A kutatások eredménye az lett, hogy lényeges eltérés tapasztalható 1D és 2D erősítőstruktúrák

alkalmazásakor. Míg unidirekcionális elrendezésű szálak esetén nyílt szerszámban a maximális alkalmazható hőmérséklet 174°C , addig szőtt fibrilláris erősítőanyagot és zárt szerszámot használva az elérhető maximális hőmérséklet 190°C -ra nő. Különböző mechanikai és morfológiai vizsgálatokkal kimutatták, hogy ilyenkor az optimum a 182°C , amely hőmérsékleten megfelelő a szalagok és a szalagrétegek közti tapadás és a szalagok eredeti szilárdsága és merevsége is megmarad, jól konszolidált lapok gyárthatók [12].

A kompaktálás technológiájának legnagyobb hátránya az, hogy egykomponensű rendszerről lévén szó a feldolgozási tartomány nagyon szűk, csupán mintegy $3\text{--}5^{\circ}\text{C}$ [5]. Ez igen precíz és kifinomult, ezáltal drága technológiai hátteret igényel, ami sajnos a fő gátja e technológia szélesebb körű elterjedésének. Az előnyök rangsorában mindenképp az áll a lista élén, hogy az így készült önerősített lapok tényleg 100%-ban azonos anyagból állnak, valamint, hogy az elérhető száltartalom magas igen magas ($\sim 80\text{--}90\%$) [9].

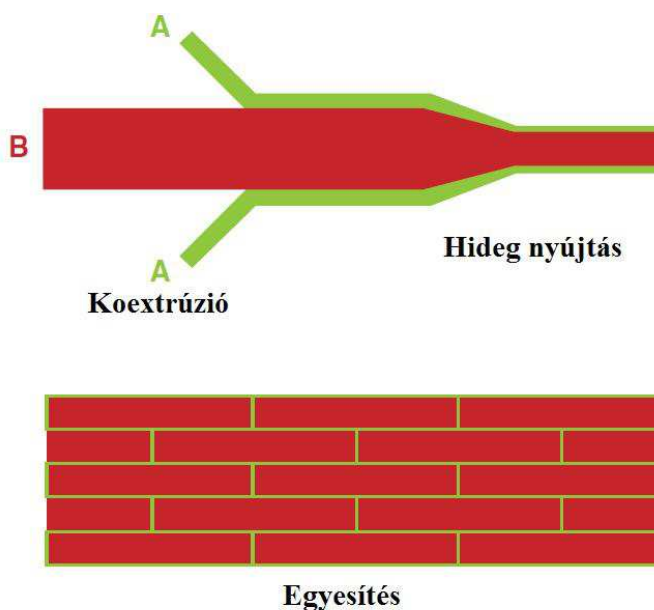
E technológia fejlesztése az autóiparban használatos üvegszálerősítésű hőre lágyuló mátrixú polimer kompozitok kiváltására kezdődött meg és jövője sem vitatott, hisz a szükséges mechanikai tulajdonságok biztosítása mellett jelentős tömegcsökkentés ($\sim 10\text{--}30\%$ -os) érhető el alkalmazásával. A kereskedelemben már kapható is ezzel a technológiával előállított PP lap a Propex Fabrics GmbH felügyelete alatt, *Curv*[®] márkanéven (3. ábra).



3. ábra *Curv*[®] anyagból előállított termékek: a - alvázvédő lemez, b - sport védőeszközök, c - autó belső tetőborító elem, d - kiteboard sporteszköz, e - szendvicsszerkezetek, f. bőröndök [10]

2.3. Koextrúzió

A kompaktálásnál szükséges néhány °C-os hőmérséklettartomány biztosítása igen komoly, nagy pontosságú technológiai háttérrel igényel, amely rendkívül költséges, valamint az esetleges túlfűtés esetén a szálak relaxációja, illetve esetleges teljes megolvadása a kívánt tulajdonságok abszolút megszűnését eredményezi. Ezeknek a hátrányoknak a kiküszöbölésére fejlesztettek ki egy új módszert önerősített kompozit előállítására [13]. Ennek elve a 4. ábrán látható.



4. ábra A koextrúzió elvi vázlata [13]

Ezt a technológiát 1998-ban fejlesztették ki PP-re egy holland és egy brit egyetem, valamint négy holland ipari szereplő közreműködésével. A módszer lényege, hogy a magasabb olvadáspontú PP homopolimer magra (B) ráextrudálnak egy alacsonyabb olvadáspontú random PP kopolimert (A), majd az így kapott szalagokat nagyfokú nyújtásnak vetik alá az orientáció kialakítása végett. A szalagok felépítése mindig A/B/A, ahol a betűk a fellebb említett komponenseket jelölik. Az így készült szalagokból először szövetet készítenek, amit később préseléssel egyesítenek. A két komponensnek köszönhetően a feldolgozási tartomány akár 30°C is lehet [5].

A szalagok használata azért előnyösebb a kör keresztmetszetű szálakkal szemben, mivel jobban konszolidálhatóak és tömöríthetőek, így sokkal sűrűbb struktúrát lehet belőlük létrehozni, ami merev, üregmentes és nagy száltartalmú (>80%) lemezszerű végterméket eredményez. További előny, hogy ebben az esetben nem a hagyományos

kompozit anyagoknál tapasztalt konszolidációs folyamat szükséges, így kiküszöbölhetőek a hosszú folyási utak okozta problémák. Nem elhanyagolható továbbá, hogy az egyesítési folyamat során a magot alkotó fázis olvadáspontja a szerszámnyomás segítségével növelhető, amivel a későbbi további feldolgozási lépések könnyíthetők meg (még nagyobb feldolgozási tartományt biztosítva). Maguk a PP szalagok ugyan gyengébb mechanikai tulajdonságokkal bírnak, mint az üvegszálak, ám az ezekből a fent ismertetett technológiával készült lemezek már felülmúlják üvegszálerősítésű társaikat, köszönhetően a folyamatos erősítőstruktúrának és annak jóval nagyobb arányának (a már említett 80% a GF erősítése rendszerek 20-30%-hoz képest). A fejlesztésben résztvevő egyik cég, a holland Lankhorst-Indutech forgalmazza az ezzel a technológiával előállított anyagot *Pure[®]* márkanév alatt. Ezekre a kompozit lapokra 200-250 MPa-os szakítószilárdság és 6-8 GPa-os rugalmassági modulus jellemző, ami az üvegszálerősített rendszerek 4-5 GPa-os modulusához és 80-100 MPa-os szakítószilárdságához képest kiemelkedő [13].

A minél gazdaságosabb gyártás szükségszerűvé tette valamilyen folyamatos technológia létrejöttét, ugyanis a hagyományos fűtött présekben az előállítás ciklusideje túl nagy értékű. A megoldást a kettős szalagprés jelentette, amelyben folyamatos gyártás valósítható meg, ám sajnos maga a technológia drágább is, mint hagyományos társa.

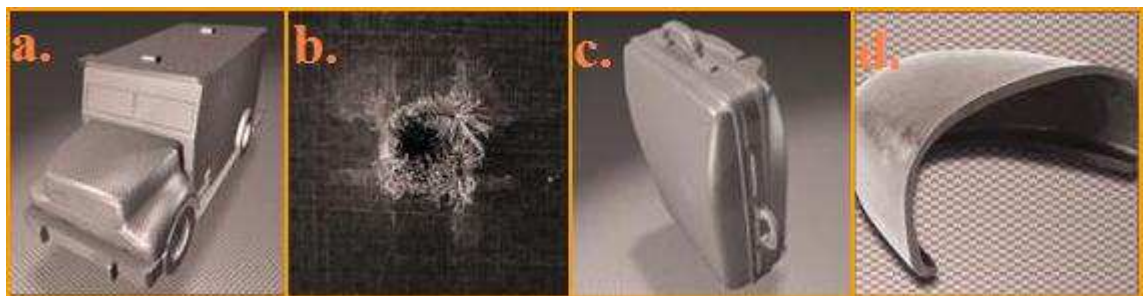
Kettős szalagprés alkalmazásával 1 mm lemezvastagság eléréséhez 6-7 réteg PP szövet egymásra fektetése szükséges, ugyanis a szövet néveleges tömege igen csekély (105 g/m^2). Izobár körülmények között fűtik fel, majd hűtik le az anyagot, az alkalmazott nyomás 20-40 bar, a gyártási sebesség néhány m/perc. A legjobb eredményt 145°C -on érhető el, ilyenkor a lapok rugalmassági modulusa 5,8 GPa, szakítószilárdsága 200 MPa, sűrűsége $0,78 \text{ g/cm}^3$ szobahőmérsékleten és nincs jelentősen anizotrópia a lemezben. A szakítószilárdság -40 és $+140^\circ\text{C}$ között folyamatosan csökken, ám még $+140^\circ\text{C}$ -on is magasabb, mint az izotróp PP szilárdsága szobahőmérsékleten (30 MPa). A merevség és szilárdság csökkenése egyensúlyban áll a rugalmasság növekedésével, tehát a kompozit anyag szívóssága 80°C -ig változatlan marad [16].

Hátrányként ennél az önerősített kompozit előállítási technológiánál a részfolyamatok bonyolultsága és nagy száma említhető meg, amely a gyártás költségeit és annak időszükségletét is emeli.

A már említett *Pure[®]* (5. ábra) márkanévvel piacon található anyag mellett kapható még a kereskedelemben a skóti Don & Low Ltd. által *Armodron[®]* néven forgalmazott termék is (6. ábra).



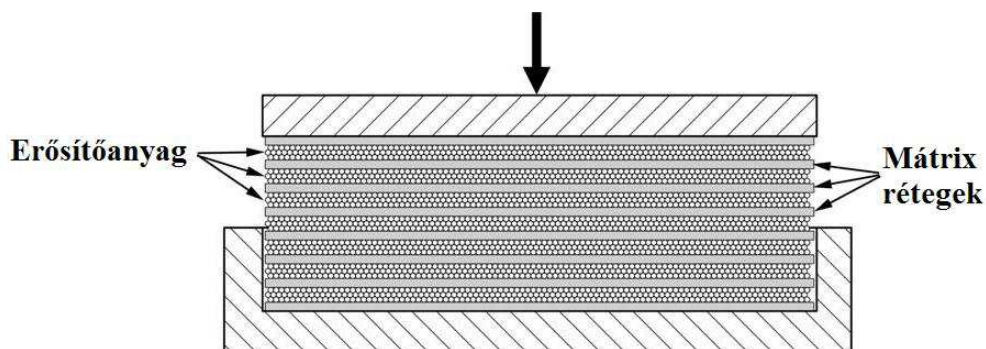
5. ábra Pure[®] alapanyagú termékek: a – autóbelső elemek, b – alvázvédő elem, c – sisakok, d – tűzserézs sisak, e – kézitáska, f – szállító láda, g – robbanásálló edény, h – hátizsák betét [10]



6. ábra Armodron[®] alapanyagú termékek: a - páncélozott burkolóelemek, b - ballisztikus védőlemezek, c - bőröndök, d - bakancs védőbetétek [10]

2.4. Rétegeléses (film-stacking) eljárás

Ennek a módszernek a lényege, hogy az erősítőstruktúra és a mátrix lapjait rétegesen egymásra helyezik, majd megfelelő hőmérsékleten történő préseléssel a mátrixanyagot megolvasztva, azzal átítatják az erősítőstruktúrát. E módszer lényege látható a 7. ábrán.



7. ábra A rétegelés eljárás elvi vázlata [6]

Az ausztráliai RMIT egyetemen végeztek először kutatásokat PP-ből ilyen technológiával előállított kompozit lapokon.

Houshyar és munkatársai a szakítószilárdságot és kúszási tulajdonságokat vizsgálták különböző szálátmérőknél (30, 39, 50 és 68 μm). Az alkalmazott mátrixanyag random PP kopolimer volt, amely a következő tulajdonságokkal: $\rho=0,905 \text{ g/cm}^3$, MFI=0,8 g/10 perc, $T_m=147,5^\circ\text{C}$, valamint kb. 5% etiléntartalommal rendelkezett. A szálakat a feldolgozás előtt acetonban tisztították a feldolgozás során rákerült esetleges szennyeződések eltávolítása végett, átmérőjüket optikai mikroszkóp segítségével határozták meg. DSC vizsgálat segítségével megállapították mind a mátrix, mind a szálak olvadáspontját. Előbbi 148°C -ra, míg utóbbi 164°C -ra adódott az egyik [17], míg 147°C és 165°C -ra egy másik [18] kísérletsorozatban, így a szerszámhőmérsékletet a $155\text{--}160^\circ\text{C}$ [17] és $152\text{--}157^\circ\text{C}$ -os [18] tartományra állították be, így biztosítva a legjobb adhézios kapcsolathoz és a szál eredeti morfológiai tulajdonságainak megtartásához szükséges feltételeket. Két lépcsőben valósították meg a gyártást. Az első során hosszú PP szálakat helyeztek véletlenszerűen egy 0,2-0,4 mm vastagságú mátrixfólia tetejére és két Teflon lap között préselték a megfelelő hőmérsékleten 5-7 percre, majd újabb 8-10 percre $11\text{--}14 \text{ kPa}$ nyomáson. A második lépcsőben három így elkészült lapot különböző irányokban egymásra fektettek (ezzel is biztosítva a minél véletlenszerűbb száeloszlást) és az első lépcsőben használt paraméterek alkalmazásával ezeket is összepréselték.

A vizsgálatok kimutatták a szálak igen erős magképző képességét a mátrixanyag kristályosodása során, a szálak rendszerbe juttatásával a mátrix olvadási hőmérsékletének $2\text{--}3^\circ\text{C}$ -os emelkedése volt megfigyelhető, viszont úgy találták, hogy a szálak átmérőjének változása nem okoz jelentős különbségeket a termikus jellemzőkben (olvadási és kristályosodási hőmérséklet). Megfigyelték továbbá, hogy a szál és a mátrixanyag között fent álló morfológiai hasonlóságból kifolyólag azok között egy átmeneti kristályos réteg

alakul ki [17]. A mechanikai tulajdonságok viszont már nem voltak közel függetlenek az alkalmazott szálak átmérőjétől. Mindenfajta szál hozzáadása jelentős mértékű szilárdság- és kúszásállóság növekedést eredményezett, a szálátmérő növekedésével azonban ezek az értékek növekvő tendenciát mutattak, a csúcs az 50 μm átmérőjű szálnál volt. Az átmérő túl kis értékeinél a szálak összeállásának köszönhetően nőtt az üregtartalom (csökkent a késztermék sűrűsége). Az ideális száltartalmat 50%-ban határozták meg, ennél magasabb száltartalomnál problémás volt a megfelelő átitatás kérdése, valamint azt, hogy az anyagon belüli túl sok szabad szálvég jelentős belső feszültséget okoz a kompozitban [18].

Egy másik kísérletsorozatban rPP szálakat, mint mátrixanyagot ($\rho=0,905 \text{ g/cm}^3$, 7 dtex lineáris sűrűség, $T_m=147,5^\circ\text{C}$, kb. 5% etiléntartalom) és 10 dtex lineáris sűrűségű PP szálakat, mint erősítőanyagot keverték össze és képeztek belőlük hálószerű tűnemezelt struktúrát. Itt is acetonban történő mosással biztosították a szálak szennyezőanyag-mentességét, valamint két oldalról leszorítókkal feszítették meg a szerkezetet, a szálak relaxációjának megakadályozás céljából. Négy szériát gyártottak különböző gyártási paramétereket alkalmazva. Az „A” szériában két Teflon lap közé helyezték a tűnemezelt paplant, majd $158 \pm 3^\circ\text{C}$ -ra felfűtött présben először 6-7 percig hőntartották, majd 8-10 percig 11-14 kPa-os nyomásnak vetették alá. A fellebb említett módon három, így elkészült lapot dolgoztak össze a végén azonos feltételek mellett. A „B” és „C” szériákban az „A”-val megegyező paraméterekkel dolgoztak, kivéve a „B”-nél az 55-60 perces hőntartási időt, illetve azt, hogy a „C” daraboknál nem alkalmaztak nyomást a kompozit lapok gyártásához, a hűtésük pedig szobahőmérsékleten történt. A „D” széria darabjai is az „A”-nál megismert paraméterekkel készültek, itt az volt a kivétel, hogy a hűtés nem szobahőmérsékleten, hanem jeges vízben történt. Mindegyik kompozit lap száltartalma 50 v/v %-os volt. Az így kapott lapokból kimunkált próbatesteket mechanikai vizsgálatoknak vetették alá, amik során a következő eredményeket kapták: az optimális beállítások a $158 \pm 3^\circ\text{C}$ -os szerszámhőmérséklet és 15-17 perc préselési idő 11-14 kPa nyomáson. Az idő növelésével egyre több szál olvadt meg, így csökkentve a kapott anyag merevségét és szilárdságát. A jeges vízben nagy sebességgel hűtött darabokban alacsony fokú kristályosodást figyeltek meg, ennek köszönhető pedig a mechanikai és termikus tulajdonságok drámaian romlottak. A nyomás szerepének vizsgálatakor arra a következtetésre jutottak, hogy annak fő szerepe az, hogy biztosítsa, hogy a megolvadt mátrixanyag kellő mértékben be tudjon folyni a szálak közé, nedvesíteni azokat. A legjobban konszolidált kompozitot a szakítóvizsgálat előtt és után is SEM vizsgálatnak vetették alá, azzal az eredménnyel, hogy ennél a darabnál, a megolvadt fázis epitaxiálisan

kristályosodott rá a megmaradó orientált részekre, valamint a szálak felületén egy vékony mátrixanyag-réteg volt megfigyelhető, amely a szálak között lévő összes üreget kitöltötte [19].

További kísérletekben vizsgálták, hogy a különböző módon szőtt struktúrák milyen hatással vannak az elkészült lapok mechanikai tulajdonságaira. DSC vizsgálattal határozták meg az optimális feldolgozási hőmérsékletet, amely 155-160°C-ra adódott. A mátrix anyagot a feljebb már említett 0,2-0,4 mm vastagságú rPP kopolimer fólia alkotta, azonos tulajdonságokkal, mint abban a kísérletben. Az erősítőstruktúrát kézzel készítették PP fonalból a következő szövetformákban: vászon, panama, sávoly, szatén. Itt is két Teflon lap között préselték össze a mátrixot és az erősítőanyagot, azonos paramétereket használva, mint a szálátmérők és a termikus tulajdonságok kapcsolatát vizsgáló kísérleteknél. Végeredményben azt kapták, hogy a húzó- és hajlítómerevség, valamint a kúszási ellenállás és egyéb tulajdonságok is nagyban függnek a szövet típusától, legjobb eredményeket a szaténél kaptak, ugyanis ez magas száltartalommal rendelkezik és lazán van összeszöve, kevés helyen törnek meg benne a szálak. Második helyen a sávoly végzett, ezt követte a panama és a vászon. Ugyanebben a sorrendben csökkent a kialakult száltartalom, valamint nőtt a különböző üregek aránya, melyet a próbatestek sűrűségének mérésével tudtak meghatározni [20].

Izer és Bárány is készített, majd vizsgált rétegeléses eljárással előállított próbatesteket. Erősítőanyagként a Slovnaft által gyártott, 171°C olvadáspontú $40,1 \pm 1,8$ μm átmérőjű 465 ± 32 MPa szakítószilárdságú szálakból készített kártolt, tűnemezelt paplant alkalmaztak, mátrixanyagként pedig a Borealis által forgalmazott β -PP fóliát, melynek vastagsága 100 μm . Ezekből az alapanyagokból kiindulva vizsgálták a különböző préselési hőmérsékletek (150-170°C) és hűtési idők (2, 10 és 20 perc) hatását az elkészült lapokra. Ezeket a lapokat szakító és ejtődárdás vizsgálatoknak vetették alá, előbbit egy Zwick Z020, míg utóbbit egy Ceast Fractovis 6785 típusú berendezésen végezték. A szakításhoz használt 1B piskóta próbatesteket 5 mm/perc sebességgel szakították, az összes kísérlettel együtt szobahőmérsékleten. A kísérletek eredménye az lett, hogy a préselési hőmérséklet nagyban befolyásolja a lapok konszolidáltságát, azaz azt, hogy a mátrix anyag mennyire itatta át az erősítőstruktúrát, valamint, hogy a szálak mennyire tudtak homogén módon eloszlni a mátrixban. Legjobbnak a 165°C-on préselt lap tulajdonságai bizonyultak, e hőmérséklet alatt a nem megfelelő konszolidáció miatt lettek gyengébb eredmények, míg felette a szálak relaxációja gyengítette a szerkezetet. A szálak szilárdsága ugyanis azok nagyfokú orientációjából fakad, amelynek relaxációja a

hőmérséklet emelkedésével exponenciálisan gyorsul. Nem így viszont a hőtartási idő, amelynek növelésével bár javultak a mechanikai tulajdonságok, de közel sem olyan karakterisztikusan, mint a hőmérséklet emelkedésével. További megfigyelés volt, hogy a konszolidáltság mértékének növekedésével javultak az ún. síkbeli (in-plane) tulajdonságok (szakítószilárdság nagyobb mértékben, rugalmassági modulus kevésbé), viszont a síkra merőleges perforációs energia értéke csökkent. Végeredményben egyik érték csak a másik rovására javítható, tehát lehetőség van egy adott felhasználási terület elvárásaihoz optimalizálni a készülő terméket, például egy gépkocsi alján található védőlemez esetében, ahol fontosabb az energiaelnyelő képesség, gyengébben konszolidált lemezek jobban megfelelnek a célra. Gyengébben konszolidált lemezeknél a jellemző tönkremeneteli forma minden esetben delamináció volt, míg a konszolidáció javulásával értelemszerűen a delamináció is egyre csekélyebb mértékben következett csak be [21].

Későbbi kutatásokban a TVK által gyártott Tipplen PP 351 és 959A alapanyagból gyártott 400 μm vastag fóliát alkalmazták. Fő különbség a két anyag között azok folyóképessége volt, előbbinél ez az érték 12, utóbbinál 45 g/10 perc volt. Az erősítőstruktúra megegyezett a feljebb ismertetett kártolt tűnemezelt paplannal. Állandó 5,5 MPa nyomással préselték a lapokat, a változó tényező a hőmérséklet volt, melynek értéke 150 és 175°C között változott. A lapokat 30 s-ig nyomás nélkül a présben tartották, hogy kellően átmelegedjenek, majd ráadták az 5,5 MPa-os nyomást 60 s erejéig végül a présben nyomás alatt hagyták a lapokat kihűlni. Olyan következtetésre jutottak, hogy az elkészült lapok konszolidáltsági fokára igen jó közelítés adható azok sűrűségéből kiindulva, ugyanis az anyagban maradt üregek nyilvánvalóan csökkentik a késztermék sűrűségét. A szálak eloszlásának homogenitását a legyártott kompozitokból készült keresztmetszeti csiszolatok optikai mikroszkópos vizsgálatával végezték és arra jutottak, hogy a kisebb MFI-jű mátrixanyag esetén 165-170°C, míg a nagyobbánál 160-165°C az optimális feldolgozási hőmérséklet, amelyen a szálak elrendeződése a lehető leghomogénebb. A konszolidáltság további mutatószámaként a rétegek közötti szakítószilárdságot találták, amely egészen addig használható, míg a laminált struktúra létezik (nem ömlik meg maga a szál is). A konszolidációs fok és a mechanikai tulajdonságok között az előbbieken leírt kapcsolat igazolódott itt is, a két különböző MFI értékkel bíró mátrixanyag összehasonlításából pedig az jött ki, hogy a nagyobb folyóképességű anyagból készült próbatestek síkbeli tulajdonságai kicsivel jobbak, míg síkra merőleges tulajdonságai kicsivel rosszabbak lettek, mint gyengébben folyó társáé. Ez annak tudható be, hogy a nagy folyóképesség tulajdonképpen azt jelenti, hogy az anyagot

alkotó polimerláncok rövidebbek, ezáltal a molekulatömeg is kisebb, tehát a jobb folyóképességből fakadó jobb konszolidációs képesség mellé kissé gyengébb alap mechanikai tulajdonságok társulnak. Kisebb MFI érték esetén az anyagot alkotó polimerláncok hosszabbak, nehezebben folyik az anyag, tehát nehezebben nedvesíti át az erősítőstruktúrát, ami a már feljebb vázolt okokból kifolyólag, a konszolidáció romlása mellett, az anyag energia-disszipációs képességét javítja [22].

További kutatásukban métrixanyagként gyenge orientációval bíró iPP szálakat használtak, amelyeket a Sopilén Vegyszálgártó Kft. gyártott, míg erősítőanyagként a lengyel Stradom S.A. által készített nagyfokú orientációval bíró iPP szálakat. Ezeket két különböző módon dolgozták össze: egyik megoldásként kártolt, tűnemezelt paplant állítottak elő belőle, a másik forma pedig egy kötött szerkezet volt. Mindkét száltípusból volt két különböző finomságú szál, erősítőszálból egy 2200 dtex-es fehér színű a kötött anyaghoz és a kártolt paplanhoz, valamint egy 1200 dtex-es fekete kifejezetten a kötött anyaghoz, míg a későbbi mátrixot alkotó szálból egy 600 és egy 2100 dtex-es a kártolt paplanhoz és a kötött szerkezethez. DSC vizsgálatok segítségével meghatározták, hogy az erősen orientált iPP szálak olvadáspontja 178,4°C (1200 dtex) és 178,9°C (2200 dtex), a gyengén orientált szálaké pedig 170,5°C (600 dtex) és 171°C (2100 dtex). A kötött struktúrával rendelkező lapokból 8, míg a kártoltakból 4 darabot préseltek egyszerre össze, állandó 6 MPa-os nyomással és 2 perces préselési idővel. A hőmérséklet volt a változó, ez 160, 165 és 170°C értékeket vett fel. A kapott próbatesteket fény- és pásztázó elektronmikroszkóp segítségével vizsgálták, valamint szakító- és ejtődárdás vizsgálatokat végeztek. A mikroszkópi vizsgálatok kimutatták, hogy míg 160°C-on a mátrix szálak csak részben olvadtak meg és ezáltal a konszolidáció nem volt megfelelő, a 170°C már elégségesnek bizonyult a megfelelő átitatottság eléréséhez, valamint a létrejövő adhézió is erősebb a mátrixanyag és a szálak között. E fölött azonban már az erősítőszálak károsodtak, így romlottak a kész lap tulajdonságai. A két szerkezet összehasonlításakor azt találták, hogy bár a kötött szerkezet száltartalma (38,2 m%-os névleges száltartalom a maximális szakítószilárdság 139,7 ±3,4 MPa mellett) bőven elmaradt a kártolt paplanétól (70 m% a maximális 95,4 MPa-os szakítószilárdság mellett), mégis jobb tulajdonságokkal bíró anyag készült belőle köszönhetően annak, hogy a szálak itt folytonosan vannak az anyagban, nem darabolva, mint a kártolt esetben [23].

Kifejezetten a kártolt paplan erősítőszervezetre épülő kísérletsorozatot is folytattak, amelyben a kártolt erősítőstruktúra Stradom S.A. által szállított PP szálakból lett előállítva, míg a mátrixot 100 µm vastagságú Daplen® β-PP fólia alkotta. A hőmérsékletet 150 és

170°C között változtatták, a nyomás mindig 7 MPa, a préselési idő pedig 2 perc volt. A lapok konszolidáltsági fokát a már ismertetett módszerekkel határozták meg (fénymikroszkópi vizsgálat, sűrűség, szakítószilárdság és perforációs energia változása). A legnagyobb szakítószilárdságot a 170°C-on préselt lapnál mérték ($99,7 \pm 5,8$ MPa), míg a rugalmassági modulus és a perforációs energia maximumai a 160, illetve 150°C-os préselési hőmérsékletekhez tartoztak ($2723,4 \pm 57,5$ MPa és $27,7 \pm 3,4$ J/mm) [24].

Vizsgálták azt is, hogy különböző mátrixanyagokat használva, azok milyen hatással vannak a kész lapok tulajdonságaira. Az erősítőstruktúra ebben az esetben a Stradom S.A. által gyártott szalagokból készült kb. 180 μ m vastag 180 g/m² névleges tömegű szövet volt, míg a mátrixra három variáció volt: β -PP, α -rPP kopolimer és β -rPP kopolimer. Kilenc mátrix és nyolc erősítő réteget egymásra fektetve készítettek kb. 2,5 mm vastagságú lapokat. Mivel a szövet bizonyos irányokban anizotróp viselkedést mutatott, egyik felület elforgatva alkalmazták, hogy a kapott szerkezet ortotróp viselkedésű legyen. Hét különböző préselési hőmérsékletet alkalmaztak, 5, 10, 15, 20, 25, 30 és 35°C-kal magasabbat a mátrixanyag korábban meghatározott olvadáspontjánál. A préselési folyamat 30 másodperces nyomás nélküli melegítésből, majd 90 s-ig tartó 7 MPa nyomás alatt préselésből, 7,5°C/perc sebességgel 50°C-ra hűtésből, végül a szerszámból való kivételből állt. A levont tanulságok között az első a préselési hőmérséklet és a konszolidáció, valamint ezáltal a mechanikai tulajdonságok között fent álló, korábban már ismertetett összefüggés. β -rPP mátrix esetében a perforációs energia a feldolgozási hőmérséklet szélesebb skáláján volt magas értékű, mint a többi mátrixanyag esetében. Az optimális feldolgozási hőmérséklet mindegyik mátrixanyagnál, az annak olvadáspontjánál 20-25°C-kal magasabb értékre adódott, itt kiváló konszolidáltság volt megfigyelhető, aránylag jó energiaelnyelő képességgel párosulva. β -PP homopolimer alapú egykomponensű rendszer nagyságrendileg azonos mechanikai tulajdonságokkal bírt, mint az α -rPP kopolimer alapú kétkomponensű, valamint kopolimer mátrix anyagok alkalmazásával az optimális feldolgozási hőmérséklet értéke alacsonyabbra adódott, mint homopolimerekkel [25].

Ilyen eljárással gyártott próbatesteken végeztek kúszásvizsgálati kísérleteket is -20 és +80°C közötti hőmérsékleteken. Arra az eredményre jutottak, hogy a konszolidáció fokának növekedésével (tehát bizonyos határokon belül a feldolgozás hőmérséklet emelkedésével) a kúszási hajlam egyre inkább csökken. A tesztelési hőmérséklet emelkedésével, különösen szobahőmérséklet felett viszont a kúszási ellenállás növekvő tendenciát mutatott [26].

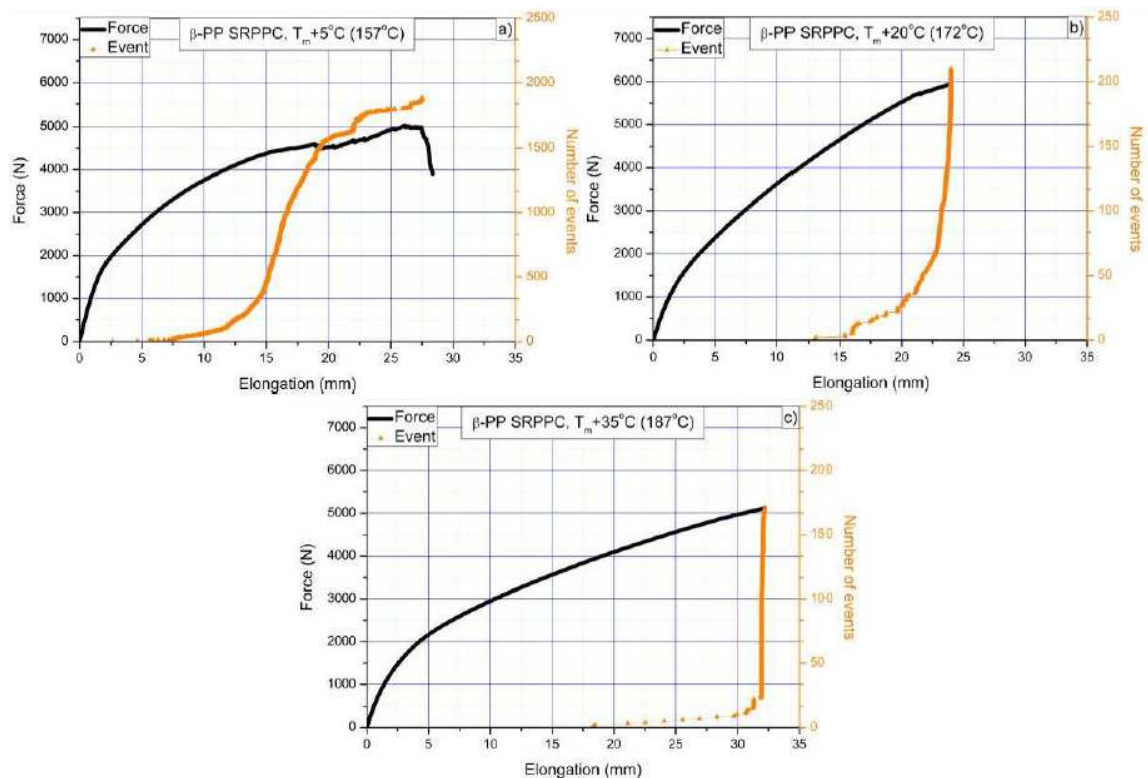
Folytak kifejezetten az ütésállóságra vonatkozó kísérletek is a témában, az előzőekkel azonos mátrixanyagokat használva. Az erősítőanyag itt nyújtott PP szálakból szőtt szövet volt, amelyet szintén a Stradom S.A. szállított. Ebben a kísérletsorozatban csak két hőmérsékletértékkel dolgoztak, az egyik 5 a másik 15°C-kal haladta meg a mátrix olvadáspontját. A vizsgálatok azt mutatták ki, hogy a β módosulás sokkal nagyobb szerepet játszik homopolimer esetében mint random kopolimernél, valamint hogy a kompozit szívóssága magasabb hőmérsékleten alacsonyabb volt [27].

2.5. Akusztikus emisszió és a tönkremeneteli mód kapcsolata

Izer és társai a önerősített PP kompozit rendszerek tönkremeneteli módját akusztikus emissziós vizsgálat segítségével tanulmányozták. Az erősítő struktúra a lengyel Stradom S.A. által gyártott 180 g/m² névleges tömegű nyújtott PP szalagokból álló szövet volt, amit három különböző mátrixanyaggal társított (Tipplen H388F β -iPP homopolimer, Tipplen R351F α -rPP, valamint utóbbi β változata. Ezekből rétegeléses eljárással készített lapokat hét különböző hőmérsékleten (5, 10, 15, 20, 25, 30 és 45°C-kal az egyes mátrixanyagok olvadási hőmérséklete fölött), amelyek névleges vastagsága 2,5 mm volt. A préselési paraméterek a következők szerint alakultak: először a már felfűtött szerszámban nyomás alkalmazása nélkül 30 s melegítés, majd 90 s ideig 7 MPa nyomáson préselés, majd nyomás alatt hűtés 7,5°C/perc sebességgel.

A különböző hőmérsékleten préselt, ezáltal különböző konszolidáltsággal bíró kompozit anyagok eltérő tönkremeneteli formákat mutattak. Gyengén konszolidált esetben a jellemző tönkremeneteli forma delamináció és szalagkihúzóadás volt, ami a konszolidáció emelkedésével egyre kisebb mértékben volt megfigyelhető. A tönkremeneteli viselkedés részletesebb tanulmányozása céljából AE vizsgálatokat végzett, a különböző tönkremeneteli módok összehasonlíthatósága céljából a kumulált eseményszám csak a szakítógörbe maximális erőértékéig volt rögzítve. Az eredmények azt mutatták, hogy növekvő feldolgozási hőmérséklettel (azaz javuló konszolidáció mellett) a kumulált eseményszám drasztikusan csökkent, valamint a kumulált eseményszám nyúlás görbék alakja is jelentősen megváltozott. Az α -rPP mátrixú anyag esetében a legalacsonyabb hőmérsékleten készült kompozitnál az AE görbe folytonosan nő, egy ferde egyenes vonalra hasonlít, közepes feldolgozási hőmérséklet esetén a görbe egy másodfokú görbéhez

közelít, míg a legmagasabb hőmérséklet esetén már egységugrás formája van, ahogy azt a 8. ábra mutatja.



8. ábra Erő és eseményszám a nyúlás függvényében

a) β-PP mátrix, $T_m + 5^\circ\text{C}$ (157°C), b) $T_m + 20^\circ\text{C}$ (172°C); c) $T_m + 35^\circ\text{C}$ (187°C) []

Külön végzett vizsgálatokat tiszta mátrix, illetve erősítőanyagból készített próbatesteken is, hogy az ezek ismeretében a kompozitok szakításából származó AE jellemzőktől különválaszthatóak legyenek ezek a jelek. Azonban tiszta mátrixanyagból készült próbatestek szakítása esetén nem volt mérhető AE jel a szakítás során, tehát a kompozitoknál mérhető összes jel valamiféle erősítőszerkezet-mátrix kölcsönhatásból származott. A tiszta szövet szakításából származó adatok arra engedtek következtetni, hogy az alacsonyabb amplitúdójú jelek a szövetet alkotó szalagok rendeződéséből, mozgásából fakadóak voltak, amik a gyengén konszolidált rendszerek esetén a delamináció mellett szintén megfigyelhető volt. Azonban ezek a kis amplitúdójú jelek a jól konszolidált rendszerekben is mérhetőek voltak, amik a szalagok elmozdulására és a mátrixanyagtól történő mikroszkopikus elválásokra utaltak. A szalagszakadás AE jellemzőinek a többitől történő elkülönítéséhez különálló szalagokon is történt szakítóvizsgálat az eredeti befogási hosszát alkalmazva. Ebben az esetben a szalagok szálakra történő szétesése volt megfigyelhető, ami azt eredményezte, hogy a szalagszakadásból származó nagy amplitúdójú jelek mellett itt is megmaradtak az alacsonyabb jellemzővel bíróak is. A

szálakra bomlás kiküszöbölésének céljából a befogási hossz csökkentésére került sor (15 mm-re) és így már csak 65 dB-nél nagyobb amplitúdójú jelek voltak mérhetőek, tehát kijelenthető, hogy a kompozitok szakításánál a 65 dB feletti amplitúdóértékkel bíró események mind szalagszakadásból származnak (megjegyzendő hogy a kompozit anyagokban a jó erősítőanyag-mátrix adhézió megakadályozza a szalagok szálakra bomlását) [28].

3. Felhasznált alapanyagok, gyártási technológiák

3.1. Alapanyagok

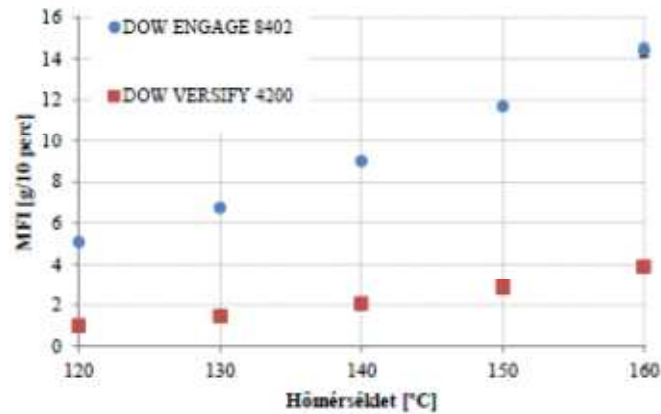
Erősítőanyagként a lengyel Stradom S.A. cég által gyártott 3300 dtex lineáris sűrűségű, nagy orientáltságú PP multifilamentet használtam fel. Az elemi szálak mechanikai tulajdonságai egy korábbi mérés alapján már ismertek voltak: átlagos szálátmérő $40,1 \pm 1,8 \mu\text{m}$, folyási feszültség $581 \pm 3 \text{ MPa}$, rugalmassági modulus $6,432 \pm 0,491 \text{ GPa}$. A multifilament olvadási csúcshőmérséklete (első felfűtésből kapott DSC mérés alapján, $10^\circ\text{C}/\text{perc}$) $172,1^\circ\text{C}$ [29].

Másik erősítőstruktúra a szintén a Stradom S.A. által előállított, nyújtott PP szalagokból álló, 180 g/m^2 névleges tömegű szövet volt. Az ezt alkotó szalagok olvadási csúcshőmérséklete (első felfűtésből kapott DSC mérés alapján, $10^\circ\text{C}/\text{perc}$) $172,4^\circ\text{C}$, folyási feszültsége $465 \pm 32 \text{ MPa}$ [28].

Mátrixként három különböző anyag került felhasználásra. Ezek közül az első a Dow Chemical Company által gyártott Engage 8402 poliolefin etilén-oktén kopolimer elastomer, amelynek a folyási feszültsége $11,3 \text{ MPa}$, rugalmassági modulusa $72,6 \text{ MPa}$, Vicat lágyulási hőmérséklete $72,2^\circ\text{C}$ (gyártó által közölt értékek) [30], olvadási hőmérséklete korábbi DSC mérés alapján $100,4^\circ\text{C}$ [31].

A második mátrixanyag a szintén Dow Chemical Company által gyártott Versify 4200 PP alapú plastomer (növelt etilén tartalmú PP kopolimer) volt, amelynek a gyártó által közölt folyási feszültsége $22,7 \text{ MPa}$, rugalmassági modulusa 112 MPa , szakadási nyúlása 850% , Vicat lágyulási hőmérséklete pedig 61°C [30], olvadási hőmérséklete szintén korábbi DSC mérés alapján $79,2^\circ\text{C}$ [31].

Az Engage és Versify alapanyagok különböző hőmérsékleten mért MFI értékeit a mutatja a 9. ábra.



9. ábra Engage és Versify alapanyagok MFI értékei különböző hőmérsékleteken [31]

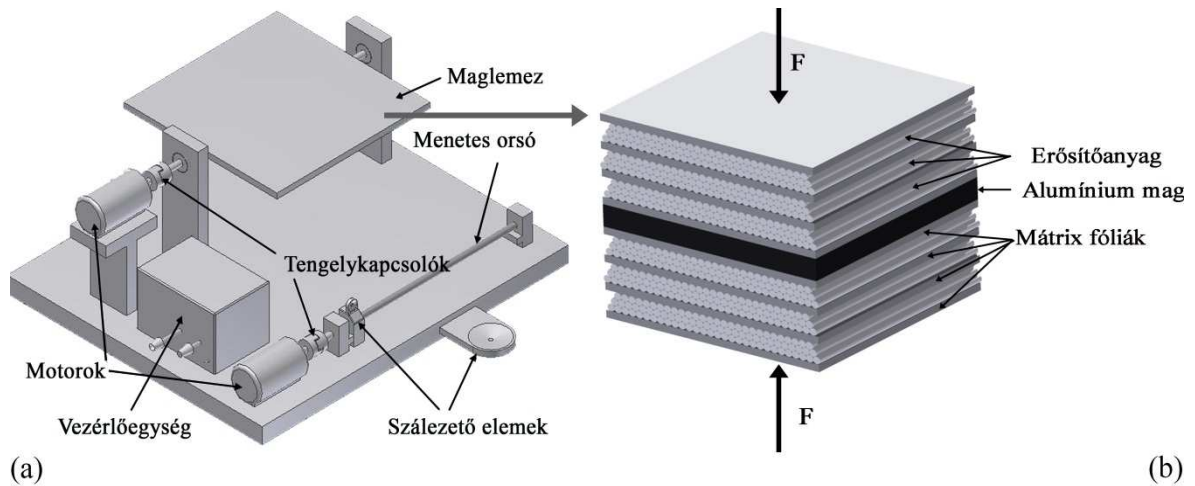
Harmadikként a TVK által előállított Tipplen R959A random PP kopolimert használtam mátrixanyagként, ennek folyási feszültsége 27,5 MPa, rugalmassági modulusa 950 MPa, folyásnál mért nyúlása 13%, folyásindexe 230°C-on 2,16 kg terhelés mellett 45 g/10 perc a gyártói adatok alapján [32], valamint olvadási hőmérséklete egy korábbi DSC vizsgálat alapján 149°C [33].

3.2. Lapok, próbatestek előállítása

3.2.1. Tekercselés, rétegelés

A felhasznált alapanyagokból egy irányban (unidirekcionális (UD)), keresztirányban (cross-ply (CP)) erősített illetve szöveterősítésű önerősítéses polimer kompozitot állítottam elő 75 m%-os erősítéssel, rétegeléses (film-stacking) eljárással. Az egy irányú (UD) és keresztirányú (CP) erősítőstruktúra esetén a multifilamentet előfeszített állapotban (a későbbi préselés során fellépő szál relaxáció csökkentése céljából) egy alumínium magra tekercseltem fel. A mátrixanyagokból készült fóliákat a szükséges méretűre vágtam (300x300 mm), majd a kívánt rétegszámok eléréséig a tekercselt erősítőanyaggal felváltva helyeztem az alumínium magra.

A tekercselőgép és az UD struktúrában tekercselt rendszer elvi vázlatát mutatja a 10. ábra.



10. ábra A tekercselőgép (a) és a tekercselt rendszer (b) elvi vázlata [34]

Az UD elrendezés esetén az összes száltekercselés azonos irányban történt, míg CP elrendezésnél az erősítőanyag egymást követő rétegei egymásra merőlegesek (0/90°) voltak. A szövettel erősített rendszereknél a szükséges számú és méretű szövet és mátrix fólia kivágása után végeztem el a kívánt rétegrendek kialakítását.

A névleges száltartalmat az elkészült tekercselt szerkezet tömegének megmérése után számítottam a következő módon:

A maglemez és a mátrix fóliák össztömegének ismeretében a szálak tömege a következőképp számítható:

$$m_{\text{szál}} = m_{\text{össz}} - m_{\text{Al}} - m_{\text{mátrix}} \quad [\text{g}] \quad (1)$$

Ha pedig a szálak és a mátrixanyag tömege is ismert a száltartalom számítható:

$$m\%_{\text{szál}} = \frac{m_{\text{szál}}}{m_{\text{szál}} + m_{\text{mátrix}}} \cdot 100 = \frac{m_{\text{szál}}}{m_{\text{lap}}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (2)$$

Szövettel erősített rendszerek esetén a száltartalom egyszerűen a mátrix fólia lapok és a szövet lapok tömegének ismeretében lett meghatározva.

3.2.2. Préselés

Az elkészült tekercselt rendszerek (UD és CP), valamint a szövet erősítésű rétegelt rendszer préselését Schwabentan Polystat 300S típusú prés alkalmazásával végeztem, ami három szakaszra volt bontható, egy hőntartási időre, ami alatt az alapanyagok nyomás alkalmazása nélkül átvették a préselési hőmérsékletet, egy préselési időre, amíg 5,26 MPa nyomás alatt tartottam az anyagokat, végül egy hűtési időre, amely szintén e nyomás alatt zajlott. különböző paraméterekkel préselt de azonos névleges száltartalommal rendelkező

(75 m%) lapok közül kiválasztottam a legjobb konszolidációval rendelkezőket, ezek rétegszámait, préselési adatait, valamint névleges száltartalmait a 1. táblázat szemlélteti.

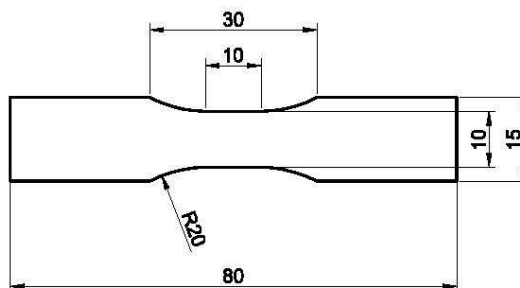
Mátrixanyag	Erősítőanyag	Erősítés iránya	Rétegek száma [db]	Össz. fólia [db]	Préselési hőmérséklet [°C]	Hőntartási idő [perc]	Préselési idő [perc]	Száltartalom [%]
Engage	Str.PP	CP	9	10	135	4	6	76
	szövet	szövet	15	8	140	1,5	1,5	77
			15	8	140	1,5	1,5	76
	Str.PP	UD	9	10	125	4	6	76
Versify	Str.PP	CP	9	10	140	4	8	75
	szövet	szövet	15	8	140	1,5	1,5	77
			15	8	140	1,5	1,5	76
	Str.PP	UD	9	10	140	4	8	75
R959A	Str.PP	CP	9	10	180	4	4	77
	szövet	szövet	15	8	140	1,5	1,5	77
			15	8	140	1,5	1,5	76
	Str.PP	UD	9	10	140	4	8	75

1. táblázat A gyártott lapok különböző paraméterei

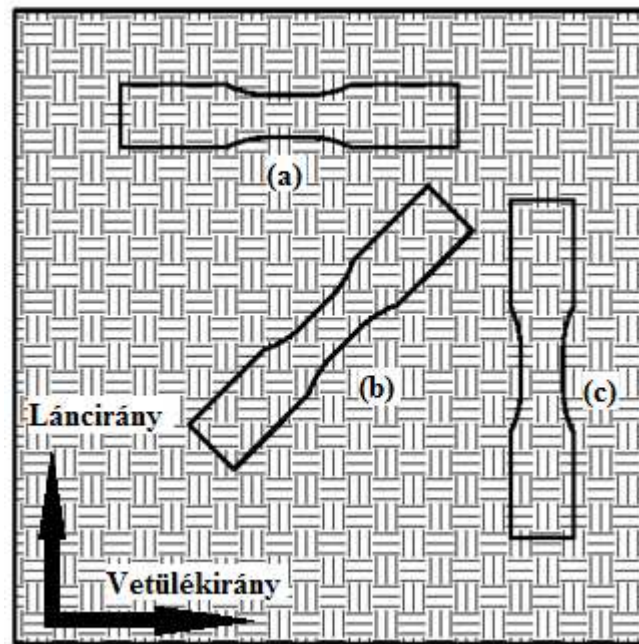
Az egyes anyagokon belül a gyártási paraméterek közti eltéréseket oka az eltérő mátrix olvadáspontok illetve hogy minden alapanyagpárosítás esetében a lehető legjobb konszolidációra törekedtem és az előkísérletek során ezek az értékek bizonyultak optimálisnak.

3.2.3. Próbatetek előállítása

A préseléssel elkészült lapokat a tekercselt rendszereknél az alumínium magról levágtam, így két kompozit lapot kaptam. Szövettel erősített rendszereknél a présből eltávolítva egyből a szükséges laphoz jutottam. Az így előállított lapokból MSZ EN ISO 8256:2000 szabvány szerinti 3-as típusú piskóta (11. ábra), valamint a DMA mérésekhez szükséges 50x10 mm-es próbateteket vízugaras technológiával lettek kivágva, a 12. ábra által szemléltetett irányokban CP és szövet erősítés esetén, az UD erősítőstruktúrájú lapoknál csak száliránnyal párhuzamosan.



11. ábra Szakítóvizsgálatokhoz használt piskóta próbatest geometria méretei



12. ábra Próbatetek kimunkálási irányai: merőleges (a), 45° (b) és párhuzamos (c)

4. Vizsgálati módszerek

Ebben a fejezetben az elvégzett vizsgálatokat, azok körülményeit, valamint paramétereit mutatom be.

4.1. Sűrűségmérés

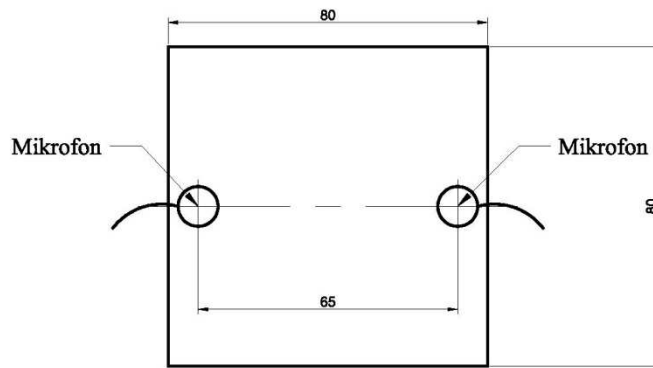
A sűrűségmérés abszolút etanolban történt szobahőmérsékleten az MSZ EN ISO 1183-1 szabvány szerint, a préselt lapok konszolidációjának tanulmányozása céljából. Az alapanyagok ismert sűrűségi értékeivel összevetve a préselt kompozit lapok sűrűségét következtetni lehet az esetlegesen az anyagban lévő üregek mennyiségére. Az egyes kompozit lapokból kivágott minták tömegét egy Ohaus Explorer típusú mérleg segítségével, először levegőn, majd etanolban megmérve azok sűrűsége az alábbi összefüggés szerint számolható:

$$\rho_{minta} = \frac{m_{lev}}{m_{lev} - m_{etanol}} \cdot \rho_{etanol} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad (1)$$

ahol m_{lev} a mint levegőn mért tömege [g], m_{etanol} a minta etanolban mért tömege [g], ρ_{etanol} pedig az etanol mérés hőmérsékletén vett hőmérséklete (20°C-on 0,78945 g/cm³)

4.2. Hangterjedési sebesség mérése

Az akusztikus emissziós vizsgálatokat két Physical Acoustics Corporation mikrofonnal felszerelt Sensophone AED-40 típusú eszközzel végeztem, az egyik mikrofon funkcionált jeladóként, a másik pedig detektorként. A méréseket 80x80 mm-es lapka próbatesteket végeztem, mind láncirányban mind arra merőlegesen a próbatest szimmetriatengelyei által kijelölt vonalak mentén. A két mikrofon egymáshoz viszonyított helyzetét a mérőszoftverbe betáplálva a program 20 mp-es mintavételezési idők után megadta az átlagos hangterjedési sebességet. Ennek elvi ábráját szemlélteti a 13. ábra.



13. ábra A hangterjedési sebesség mérésének elvi elrendezése

4.3. Szakítóvizsgálat

A szakítóvizsgálatok történtek, Zwick Z020 típusú szakítógépen, kúpos befogó alkalmazásával. A szakítási sebesség 5 mm/perc, a befogási hossz 30 mm volt. (14. ábra)



14. ábra A mérési elrendezés

A kapott erő-elmozdulás értékekből kiszámítottam az adott próbatest szakítószilárdságát [σ_{max}], kezdeti rugalmassági modulusát [E_h] és szakadási nyúlását [ε] a következő összefüggések felhasználásával:

$$\sigma_{max} = \frac{F_{max}}{A_0} [MPa] \quad (2)$$

ahol F_{max} [N] a maximális szakító erő, A_0 [mm²] a kezdeti keresztmetszet (2x10 mm).

$$E_h = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} [MPa] \quad (3)$$

ahol σ_1 [MPa] az $\varepsilon_1=0,05$ % relatív nyúláshoz tartozó feszültség, σ_2 [MPa] pedig az $\varepsilon_2=0,25$ % relatív nyúláshoz tartozó feszültség.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100 [\%] \quad (4)$$

ahol Δl [mm] a szakadás pillanatában mért nyúlás, l_0 [mm] a kezdeti befogási hossz.

4.4. Akusztikus emissziós vizsgálat

Az akusztikus emissziós vizsgálatokat, a hangterjedési sebesség mérésénél már ismertetett Physical Acoustics Corporation mikrofonnal felszerelt Sensophone AED-40 típusú eszközzel végeztem 100-600 kHz közötti méréstartományban logaritmikus erősítéssel. A mikrofon a szakító próbatest közepére volt felhelyezve egy csiptetővel, a jelátvitel zavartalansága érdekében a felületek közé szilikon gélrt alkalmaztam. A mérési elrendezést mutatja a 15. ábra.



15. ábra Az akusztikus emissziós mérés elrendezése

4.5. DMA vizsgálat

A kúszásmérést DMA Q800-as berendezés segítségével végeztem Creep-TTS programot és hárompontos hajlító feltétet alkalmazva. -40 és 80°C között 10°C-onként történtek a mérések a következők szerint: minden hőmérsékleten először egy 20 perces hőtartás, majd 30 percig állandó 5 MPa terhelés alatti kúszásmérés. A próbatestek 60x10 mm-es téglalap alakúak voltak, az adott préselt laptól függő vastagsági értékkel.

A kúszás ilyen formában történő mérésnek lehetőségét a hőmérséklet-idő hasonlósági elv adja meg, amely szerint a magasabb hőmérsékletnek és a hosszabb időtartamnak hasonló hatása van a vizsgált kúszási értékre. A kúszásmérést magasabb

hőmérsékleteken is elvégezve, a hőmérséklet-idő szuperpozíció alkalmazásával lehetőség nyílik arra, hogy egy referencia hőmérsékletre vonatkoztatva a kúszási tulajdonságok vizsgálatinál jóval szélesebb időtartományra is meghatározhatóak legyenek, azaz egy sokkal nagyobb időtartományra számíthatóvá válik a mestergörbe. A hőmérsékletváltozás hatásának időbeli megfeleltetésére a berendezés szoftverében a WLF összefüggés lett kiválasztva, amely a következőképp néz ki:

$$\ln a_T = -\frac{C_1(T-T_0)}{C_2+(T-T_0)} \quad (5)$$

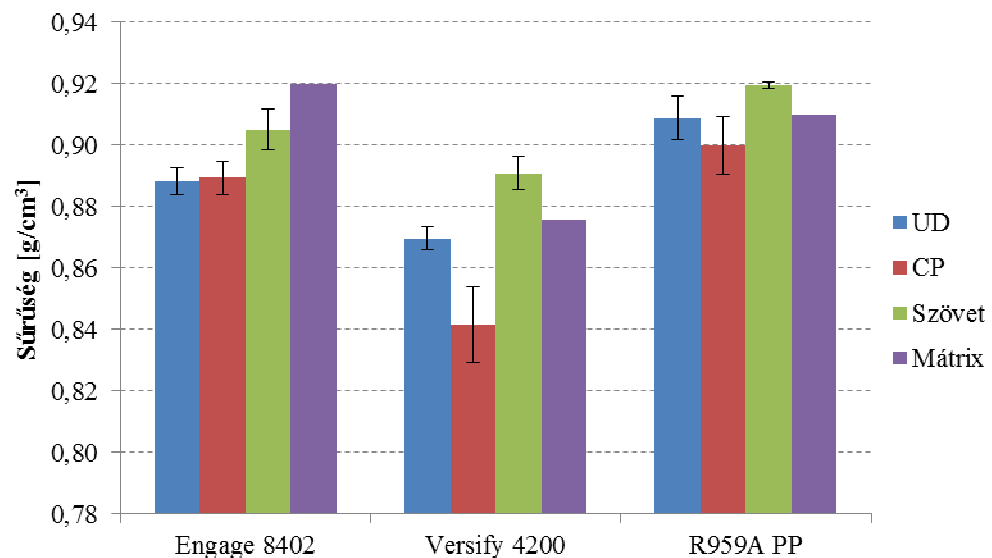
ahol a_T az eltolási tényező, C_1 és C_2 állandók, T a vizsgálati, T_0 a referencia hőmérséklet.
[35]

5. Kísérleti rész

Ebben a fejezetben ismertetem a különböző vizsgálatok eredményeit.

5.1. Sűrűségmérés

A sűrűségmérés eredményeit a 16. ábra szemlélteti.

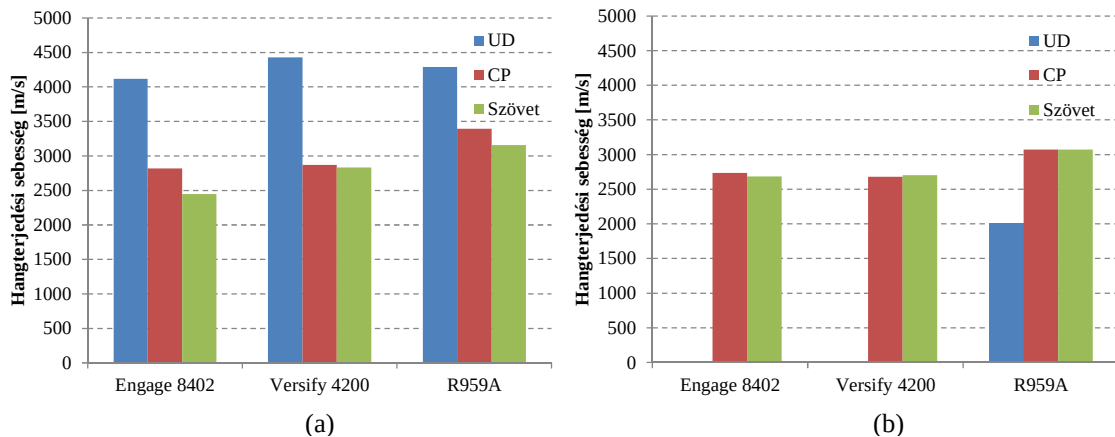


16. ábra A különböző mátrixú, 75 m%-os erősítésű önerősítéses polimer kompozitok sűrűségi értékei

Az eredményekből megállapítható, hogy mindegyik mátrixanyagnál a szövet erősítőstruktúra bizonyult a legjobbnak konszolidáció tekintetében, a Versify és R959A mátrixú szöveterősített kompozitok sűrűsége meg is haladja a mátrix anyag sűrűségét, ami az orientált szalagok magasabb sűrűségével magyarázható. Leggyengébben konszolidálódnak a CP erősítőstruktúrával rendelkező Versify mátrixú kompozit bizonyult, ennek a mérésnek az alapján ott a legnagyobb az üregtartalom, legjobb eredményt pedig az R959 mátrix esetén sikerült elérni, ott az összes erősítőstruktúra esetén igen közel van a kompozitok sűrűsége a tiszta mátrixéhoz, sőt a szöveterősített esetben meg is haladja azt. Összességében kijelenthető, hogy a préselési paraméterek optimalásával megfelelően konszolidált kompozit anyagokat sikerült előállítani.

5.2. Hangterjedési sebesség mérése

A mért hangterjedési értékeket mutatja a 17. ábra.

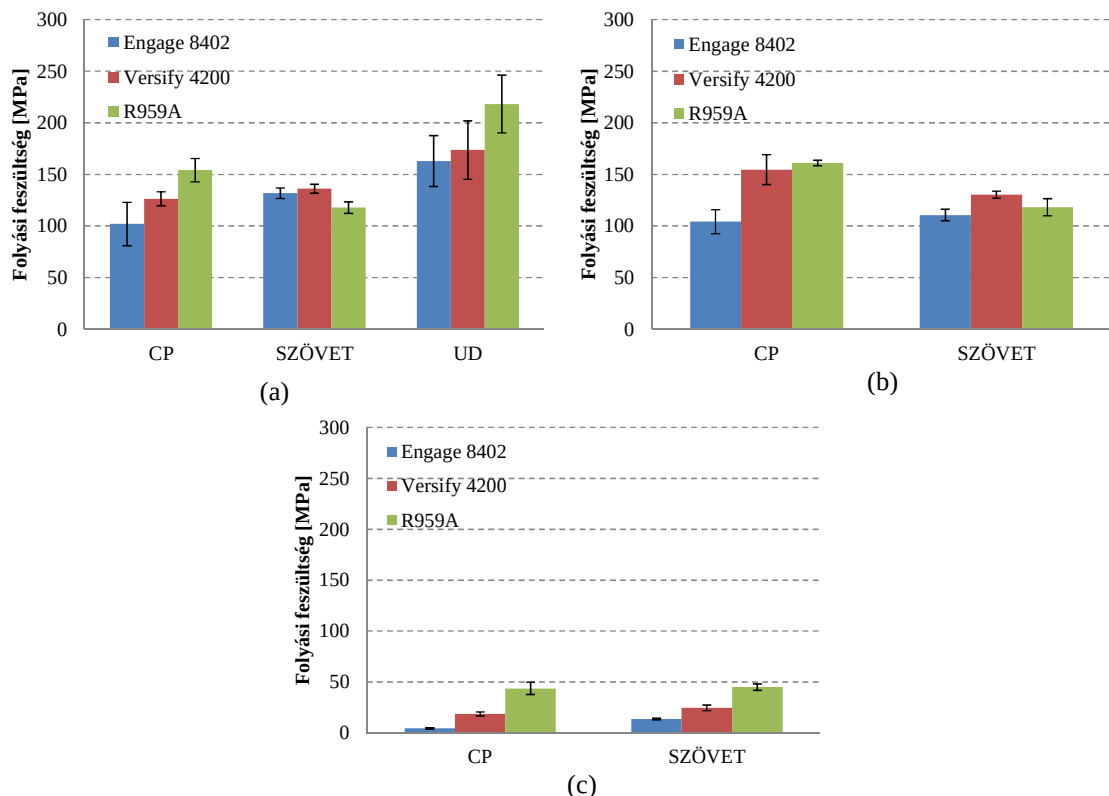


17. ábra A mért hangterjedési sebességek lánciránnyal (száliránnyal) párhuzamosan (a) és arra merőlegesen (b)

Jól látható, hogy amennyiben a vizsgálat iránya egybeesett az UD erősítés szálirányával úgy ebben az esetben volt a legnagyobb a hangterjedés sebessége, a szövet és a CP erősítés hasonlósága a hangvezetési tulajdonságaikban is jól látható, valamint, hogy ezeknél a struktúráknál nem volt lényegi eltérés a lánc-, illetve az arra merőleges irányban mérhető sebességekben, ami szintén megfelel az elvárásoknak. A két elasztomer mátrixnál UD erősítés esetén szálirányra merőlegesen nem volt mérhető az érték, ami ennek a két anyagnak az igen magas csillapításával magyarázható. A hangterjedési sebesség méréseivel meggyőződtem arról, hogy a vizsgálandó anyagok akusztikus emissziós vizsgálatra alkalmasak, nincs akkora csillapításuk, ami tönkremenetel során keletkező akusztikus jelek érzékelőhöz jutását lehetetlenné tenné.

5.3. Tönkremeneteli tulajdonságok, akusztikus emissziós vizsgálatok

A szakítóvizsgálatok eredményeképp kapott mechanikai tulajdonságokat szemlélteti a 18., 19. és 20. ábra. Az UD erősítőstruktúrájú rendszerek csak száliránnyal párhuzamos elrendezésben lettek vizsgálva, merőlegesen és 45°-ban nem.



18. ábra A különböző mátrixú és erősítőstruktúrájú kompozitok folyási feszültsége párhuzamos (a), merőleges (b) és 45°-os (c) irányban

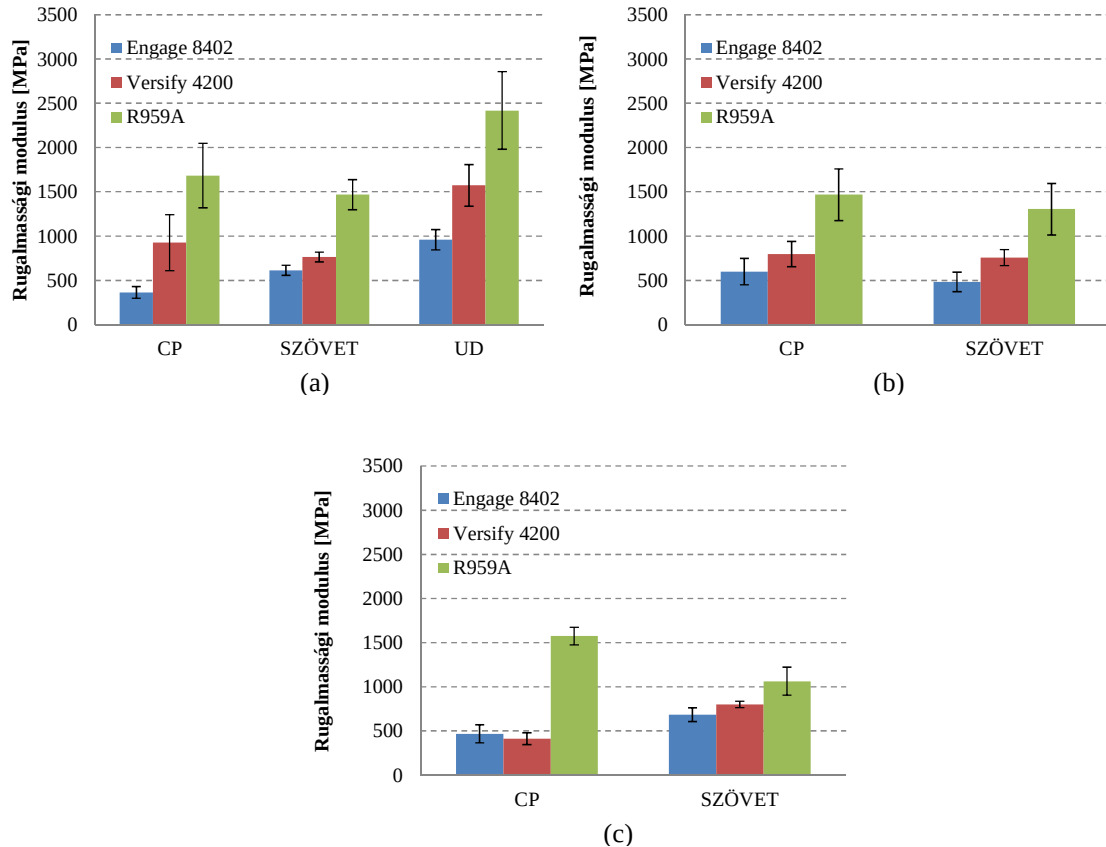
Engage mátrix esetében (annak eredeti 11,3 MPa értékű folyási feszültségéhez viszonyítva) mind párhuzamos, mind merőleges elrendezésben 900-1300% közötti erősítést sikerült elérni, ami kimagasló eredmény.

A Versify mátrixú kompozitoknál, a mátrixanyaghoz képest (folyási feszültség 22,7 MPa), az elért erősítés értéke erősítőstruktúrától és mérési iránytól függően 450-650%, ami szintén igen jelentős.

R959A mátrixnál (ennek folyási feszültsége 27,5 MPa) 400-700%-os javulás volt megfigyelhető az erősítés alkalmazásával.

Az eredményeket összesítve kijelenthető, hogy jelentősen erősítőhatás figyelhető meg olyan terhelési irányokban, amellyel párhuzamosan a rendszerben erősítőszálak, vagy –szalagok futnak, mely hatás a legjelentősebb UD erősítést annak szálirányában vizsgálva.

A CP és szövet erősítőstruktúrák esetén a várakozásoknak megfelelően az erősítés két iránya között nem volt lényegi eltérés. 45°-ban mérve a kompozitok folyási feszültsége a mátrixanyagé körül mozgott, jellemzően CP struktúra esetén kicsit alatta, míg szöveterősítés esetén enyhén felette.



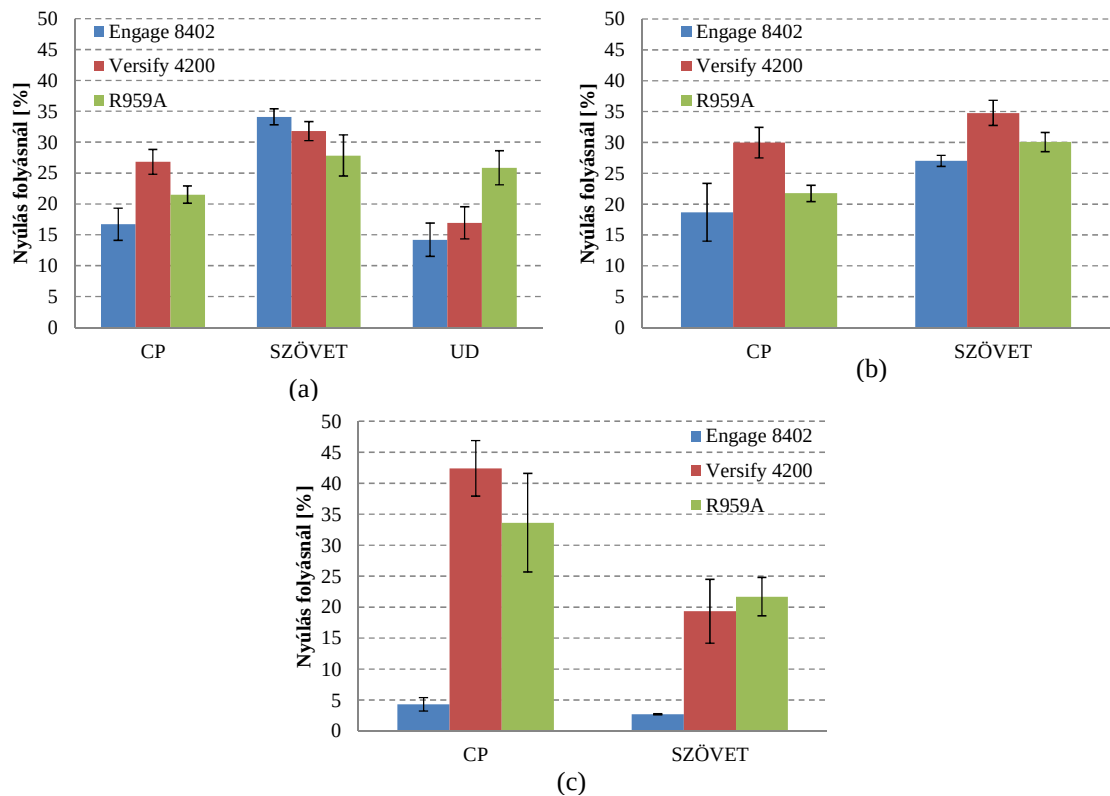
19. ábra A különböző mátrixú és erősítőstruktúrájú kompozitok rugalmassági modulusa párhuzamos (a), merőleges (b) és 45°-os (c) irányban

A különböző mátrixú kompozitok rugalmassági modulusainak vizsgálatakor jól követhető trend volt megfigyelhető, a kompozitok rugalmassági modulusainak változása a mátrixanyagok rugalmassági modulusai szerint alakult. (Engage 72,6 MPa, Versify 112 MPa, R959A 950 MPa)

A rugalmassági modulus értékeiben, a folyási feszültségekkel ellentétben 45°-os irányban is volt észlelhető erősítőhatás, ami Engage mátrixnál 550-700% közötti, Versify mátrixú anyagnál 250-600% közötti, R959 alkalmazása esetén pedig 20-50% közötti javulást jelentett.

Legjelentősebb mértékben a rugalmassági modulus is UD esetben szárirányban mérve változott, Engage mátrixnál nagyjából 1200%-kal, Versify mátrixnál kb. 1300%-kal, míg az R959A mátrixú kompozitoknál mintegy 150%-kal nőtt.

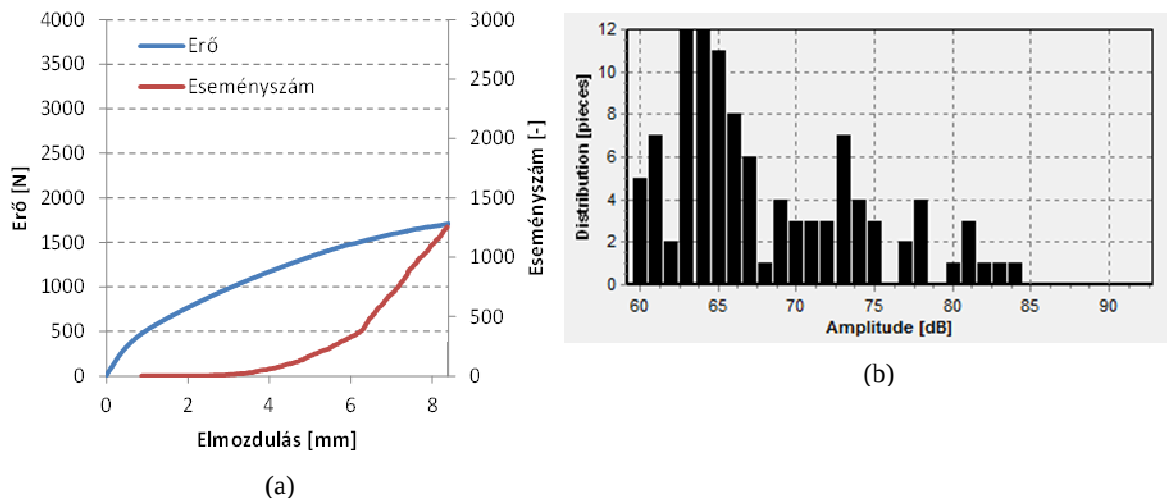
Itt is megfigyelhető volt, hogy CP és szövet erősítés esetén nincs drasztikus eltérés a párhuzamos és merőleges mérési irányokban tapasztalható rugalmassági modulus értékekben, valamint, hogy maga a két erősítőstruktúra hatása között sincs lényegi eltérés ebben a két irányban.



20. ábra A különböző mátrixú és erősítőstruktúrájú kompozitok nyúlása a folyáshatárnál szálirány szerint párhuzamos (a), merőleges (b) és 45°-os (c) irányban

A különböző erősítőstruktúrák és mérési irányok esetében a folyásnál mért nyúlásértékek 45°-ban való mérésekor az Engage mátrixú kompozitok nagyon kis nyúlásértékek mellett érték el folyási feszültségüket.

A szakítások során mért akusztikus emissziós eredmények kiértékelésnél vizsgáltam a tönkremenetel során az eseményszámok időbeli lefutását, valamint a mikrofon által vett jelek amplitúdóértékeinek eloszlását. Mindkét jellemzőt a mért erőgörbe maximumáig vizsgáltam, hogy összefüggést találjak az adott kompozit anyagok tönkremenetele és az általuk kibocsátott akusztikus emissziós jelek között. Egy R959A mátrixú, szövet erősítésű kompozit párhuzamos irányban mért, jellemző szakító- és eseményszám-görbéjét, valamint az események amplitúdó eloszlását mutatja a 21. ábra

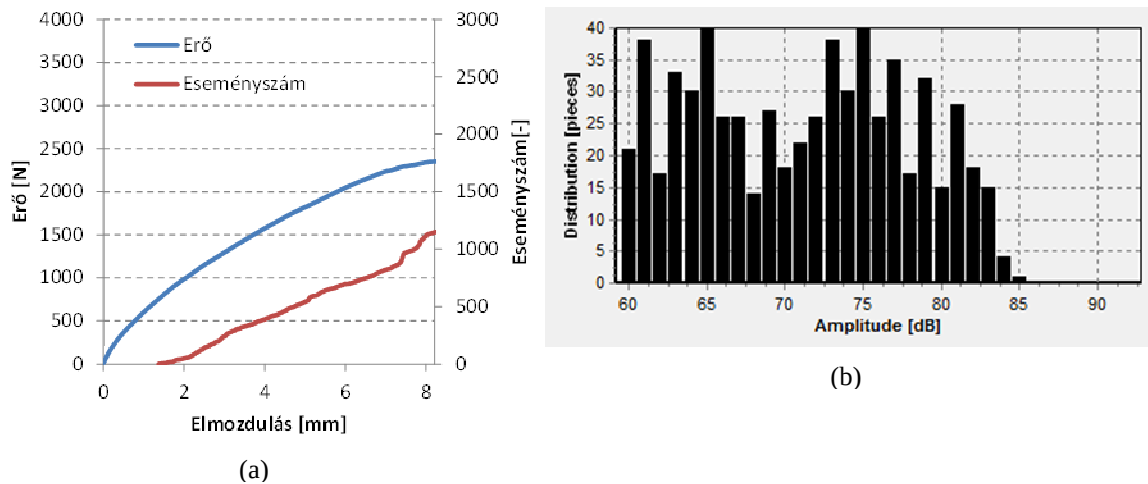


21. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdó eloszlás (b) R959A mátrix és szövet erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

A kapott eredmények egybevágnak az irodalomban találhatóakkal, ami azt alapul véve, hogy az erősítőstruktúra megegyezik, a mátrixanyag pedig nagyon hasonló az ott vizsgálttal (mindkettő random PP kopolimer, eltérés a folyásindexben található), arra enged következtetni, hogy a 63 dB körül kapott amplitúdóértékek valóban a szövetet alkotó szálak tönkremenetelének jelei [28]. Párhuzamos és merőleges irányban is végeztem méréseket és a várakozásoknak megfelelően nem volt lényegi eltérés a kapott eredmények között.

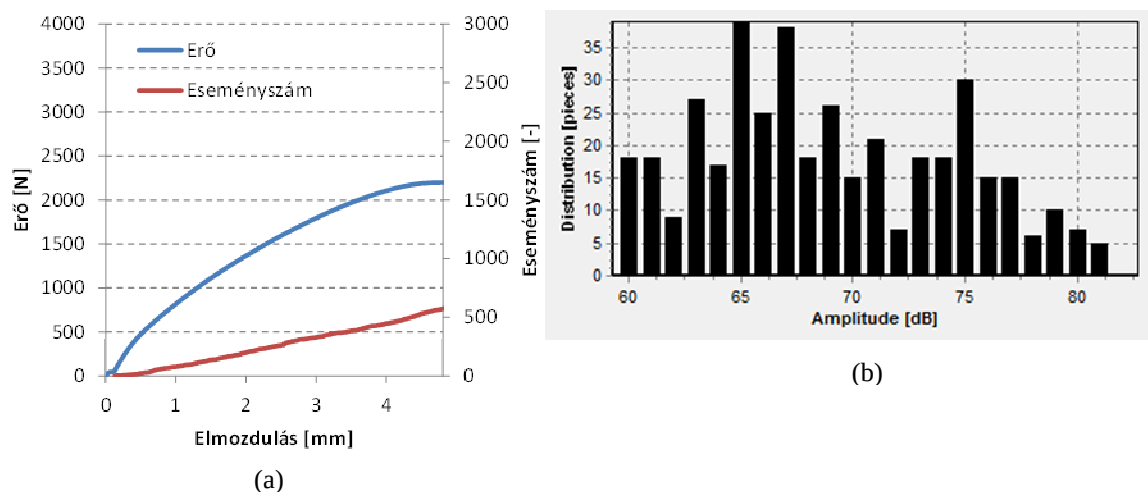
Ezzel összehasonlítottam azonos mátrixanyag, de eltérő erősítőstruktúrák esetén mérhető jellemzőket, valamint vizsgáltam, hogy hasonló hatás kimutatható-e a többi mátrixanyag esetén.

Szintén R959A mátrix és UD erősítés esetén a kapott jelek amplitúdóeloszlásában két csúcs volt megfigyelhető, egy 65 dB, egy pedig 75dB környezetében (22. ábra).



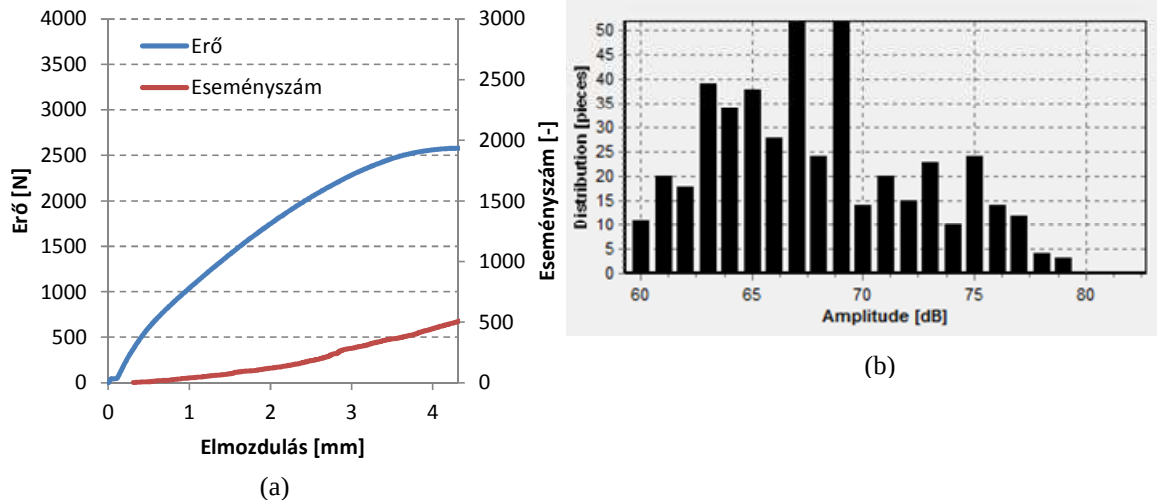
22. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) R959A mátrix és UD erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

R959A mátrix CP erősítőstruktúrával társítva jól megfigyelhető volt az UD erősítés esetén megfigyelhető két amplitúdócsúcs 65 és 75 dB környékén, ami újabb bizonyítéka annak, hogy ez a két tartomány a szálak tönkremeneteléhez tartozik (23. ábra).



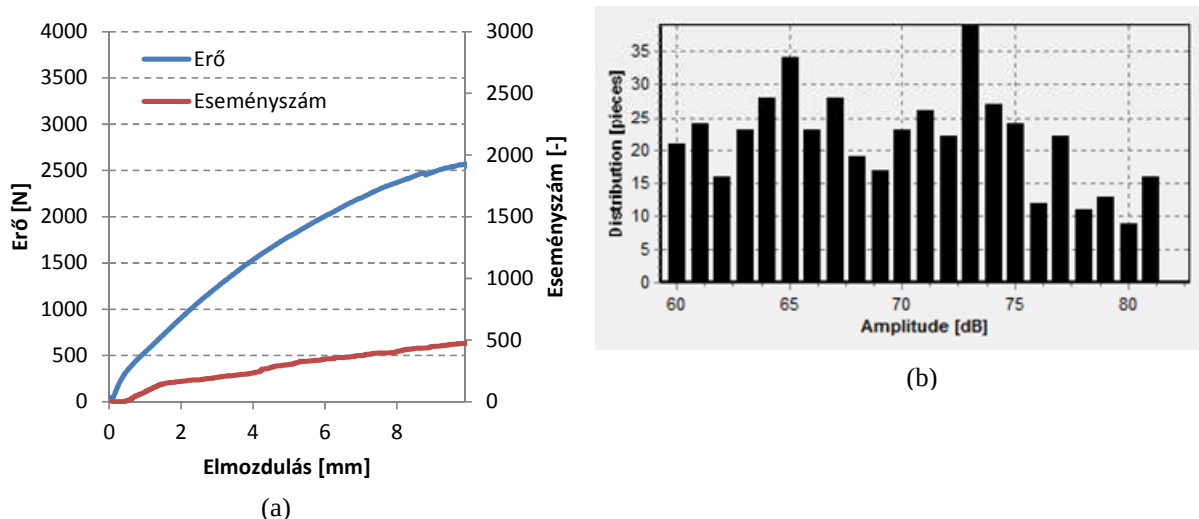
23. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) R959A mátrix és CP erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Amennyiben a mátrixanyag Engage 8402 és UD erősítőstruktúrát tartalmaz a rendszer, úgy 67 és 69 dB-nél található az amplitúdócsúcs párhuzamos irányban mérve (24. ábra).



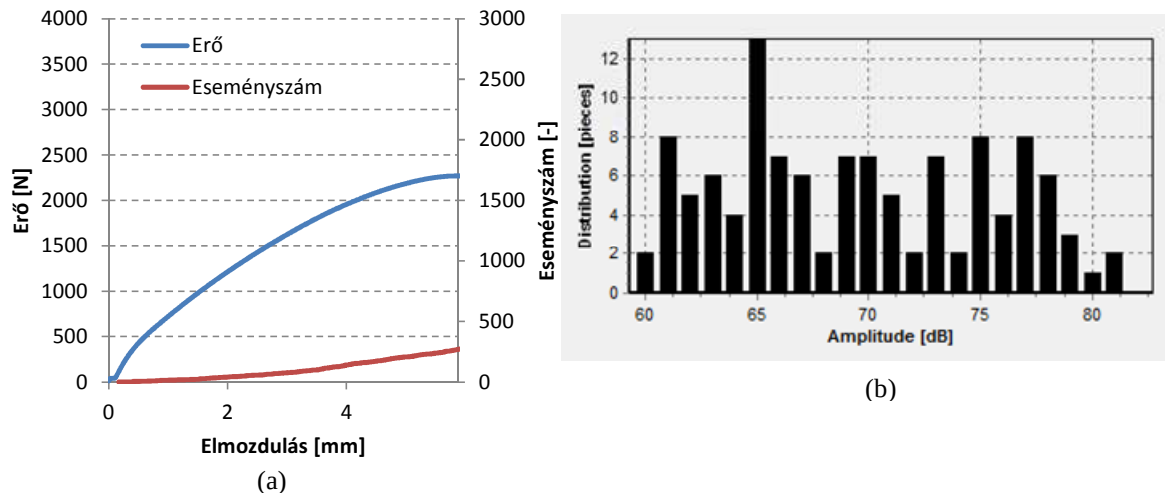
24. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Engage 8402 mátrix és UD erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Szintén Engage 8402 mátrix és szövet erősítés esetén az amplitúdóeloszlásban párhuzamos mérési irány esetén 65 illetve 73 dB körül jelentkeznek csúcsok, tehát itt is megfigyelhetők az azonos erősítőanyaggal, de eltérő mátrixszal végzett irodalomban megtalálható kutatások eredményeire hasonlító amplitúdóértékek, ami arra utal, hogy ez a jellemző mátrixtól függetlennek tekinthető, valóban a szövetet alkotó szalagok tönkremenetelére vezethető vissza (25. ábra).



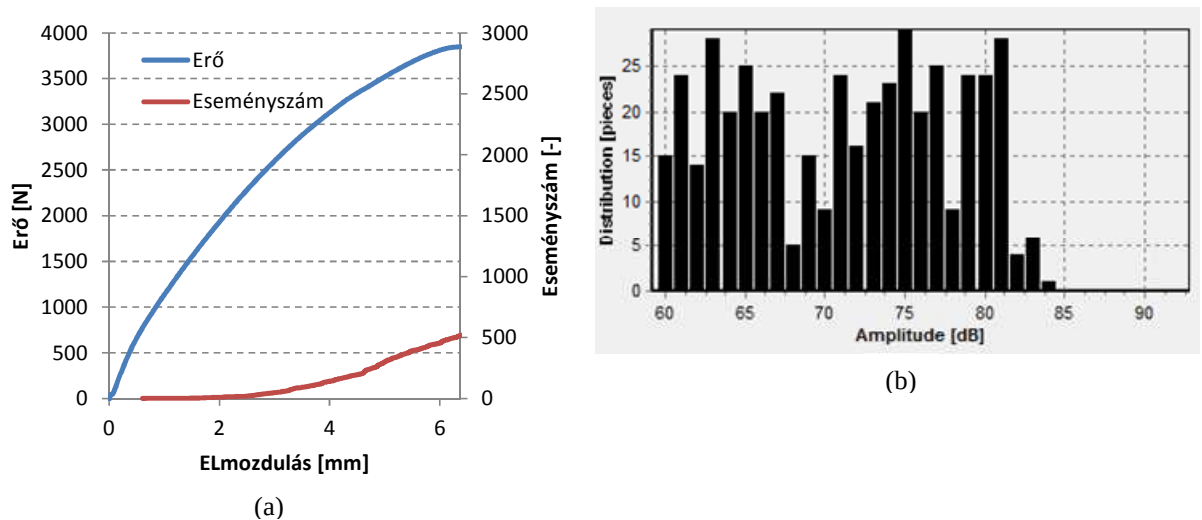
25. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Engage 8402 mátrix és szövet erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Engage 8402 mátrix CP erősítőszervezettel párhuzamos irányban 65 dB értéknél mutat egy kiugró csúcsot (26. ábra).



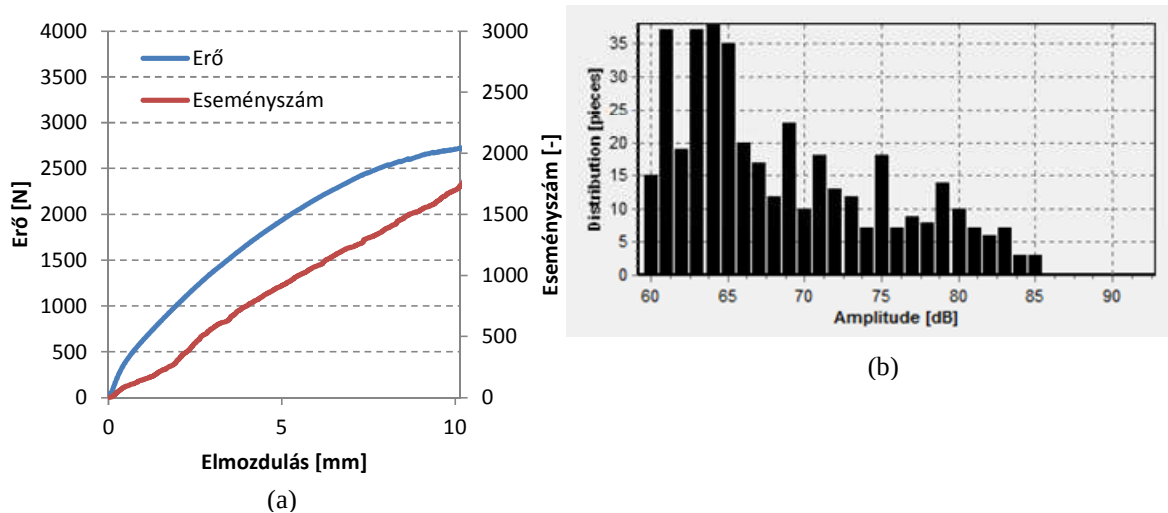
26. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Engage 8402 mátrix és CP erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Versify 4200 mátrix és UD erősítőstruktúra alkalmazásával előállított kompozit párhuzamos irányú mérésekor 63 és 75 dB amplitúdóérték környékén volt megfigyelhető a gyakoriság növekedése, az R959A mátrixnál tapasztalhatóhoz igen hasonló az amplitúdóeloszlás (27. ábra).



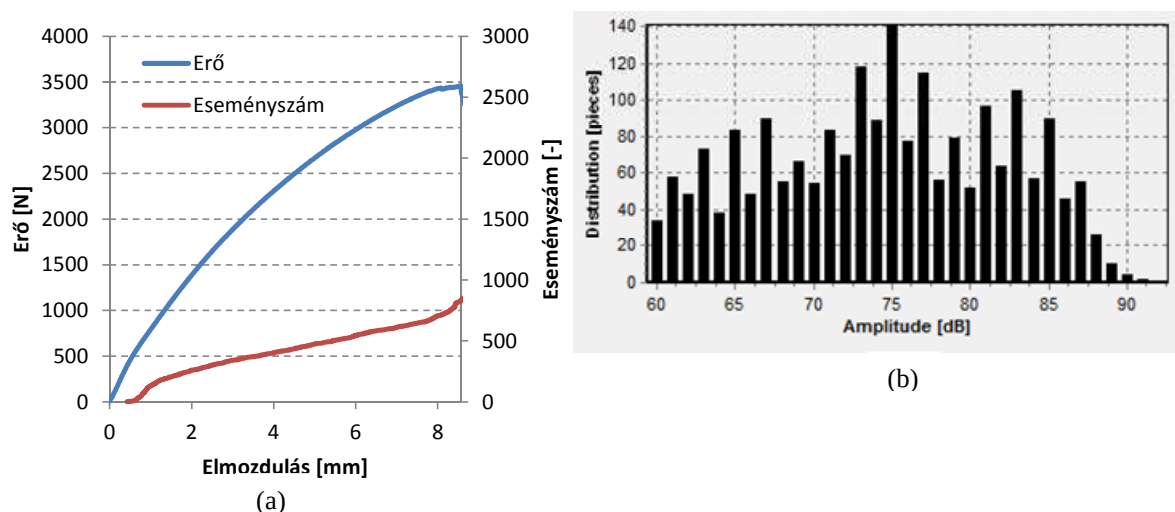
27. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Versify 4200 mátrix és UD erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Szövet struktúrával erősített Versify 4200 mátrix és párhuzamos mérési irány esetén az amplitúdóeloszlásban a legnagyobb csúcs a vártnak megfelelően 65 dB körül van, valamint megfigyelhetők kisebb csúcsok 69, 71 és 75 dB-nél is ami szintén beleillik az eddigi eredmények által mutatott képbe (28. ábra).



28. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Versify 4200 mátrix és szövet erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

CP erősítés és Versify 4200 mátrix esetén szintén párhuzamos irányban mérve, a jellemző amplitúdócsúcs magasabb értékre, 75 dB körültre tolódott, ami még mindig beleillik az eddig tapasztalatok alapján kapott sávba (29. ábra).



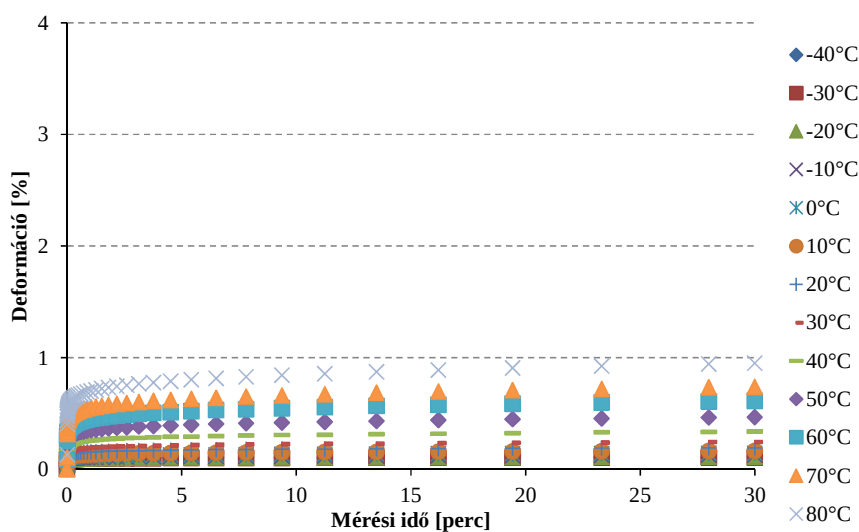
29. ábra Egy jellemző eseményszám- és szakítógörbe (a), valamint amplitúdóeloszlás (b) Versify 4200 mátrix és CP erősítés, valamint párhuzamos mérési irány esetén

Céлом az akusztikus emisszióval kísért szakítóvizsgálatok elvégzésével az volt, hogy egy olyan módszert fejlesszek ki, mellyel az ezekből az anyagokból készült

szerkezetek terhelési és tönkremeneteli állapota roncsolásmentes, egyszerűen kivitelezhető módszerekkel vizsgálható. A korábban a témában végzett kutatásokkal [28] összhangban álló eredményeket kaptam és így kijelenthető, hogy az ott vizsgált önerősített kompozitokra meghatározott vizsgálati módszer ezekre az anyagokra is kiterjeszthető, ha az ezekből az anyagokból készült szerkezetek akusztikus emissziós vizsgálatokor a fenti 65-75 dB-es tartományba eső jelek gyakorisága megnő, az az erősítőstruktúra, ezáltal az anyag tönkremenetelének közeledésére utal.

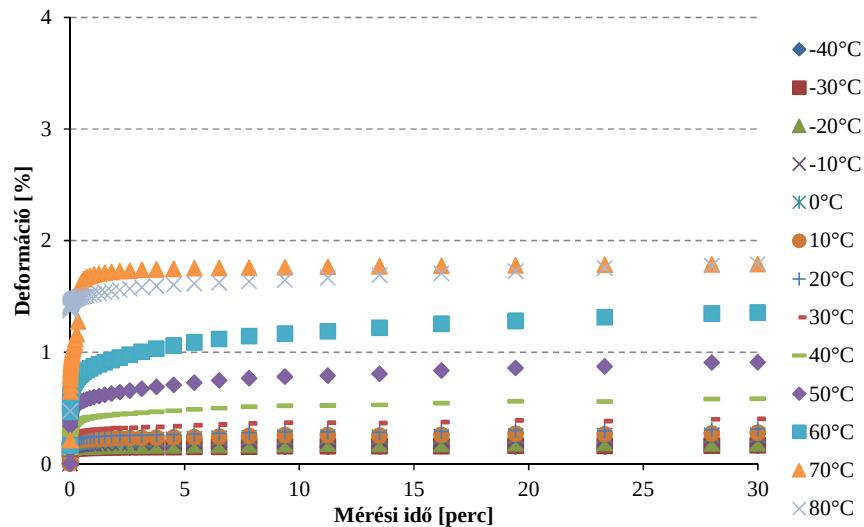
5.4. Kúszási tulajdonságok

A különböző hőmérsékleteken mért kúszásértékeket ábrázolva látszik, hogy a hőmérséklet emelésével az anyag kúszása egyre nagyobb mértékű, ami a hőmérséklet emelkedésének a polimerláncok mobilitását növelő hatásának tudható be. A különböző erősítőstruktúrákkal rendelkező Engage 8402 mátrixú kompozit anyag különböző hőmérsékleten mért kúszási értékeit a 30. ábra 31. ábra és 32. ábra szemlélteti.

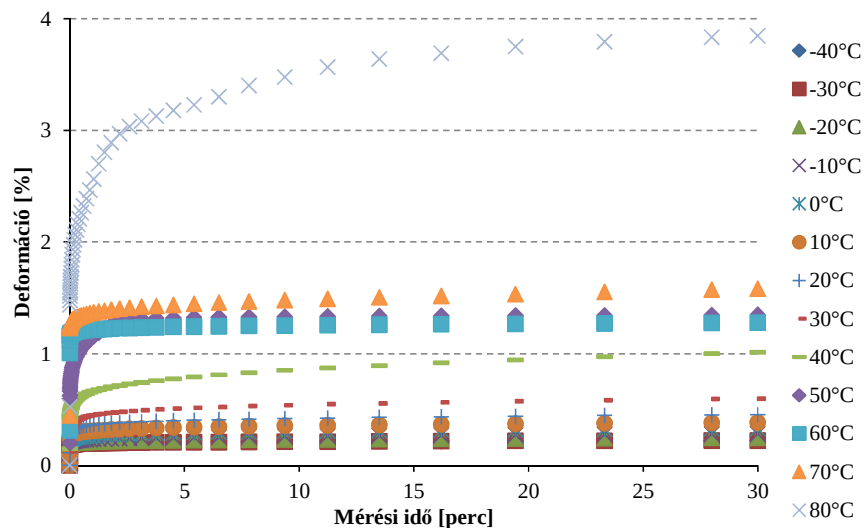


30. ábra Engage 8402 mátrixú UD erősítéssel rendelkező kompozit kúszásértékei

Az ábrákon látható, hogy a legkisebb kúszással az UD erősítésű kompozit rendelkezett, ezt követte a CP, majd a szöveterősítés, amelyeknél főleg magasabb hőmérsékleteken jelentkezett szignifikánsan magasabb deformáció, mint az UD rendszerénél.



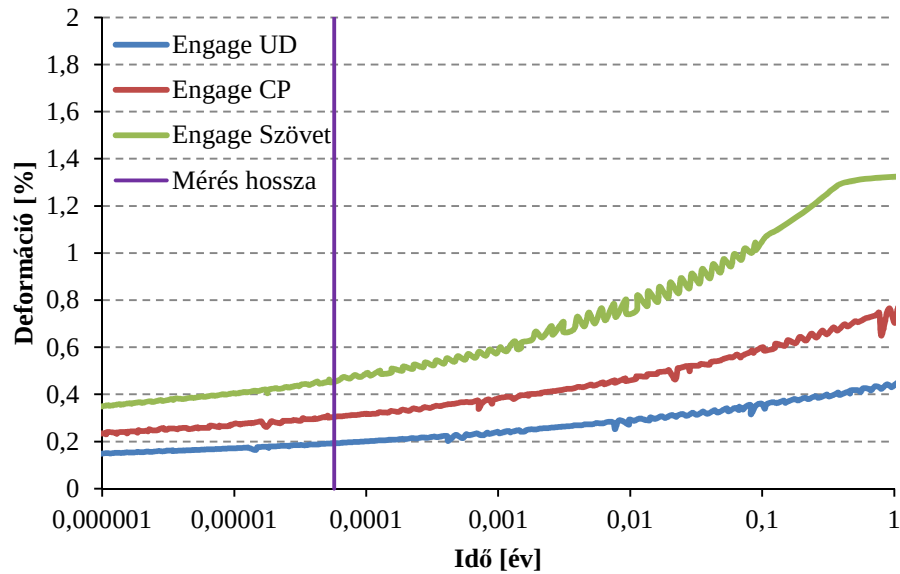
31. ábra Engage 8402 mátrixú CP erősítéssel rendelkező kompozit kúszásértékei



32. ábra Engage 8402 mátrixú szövet erősítéssel rendelkező kompozit kúszásértékei

A CP és szövet erősítőstruktúrával rendelkező rendszereknél 60°C-tól megfigyelhető volt a mért értéke várakozásokkal ellentétes alakulása és ingadozása, ami azzal magyarázható, hogy a mátrixanyag lágyulási hőmérséklete 72,2°C, így valószínűleg annak lokális lágyulása, megolvadása okozta a trendből kilógó mérési eredményeket, valamint a mérésen átesett próbatesteken mindkét esetben delamináció volt megfigyelhető.

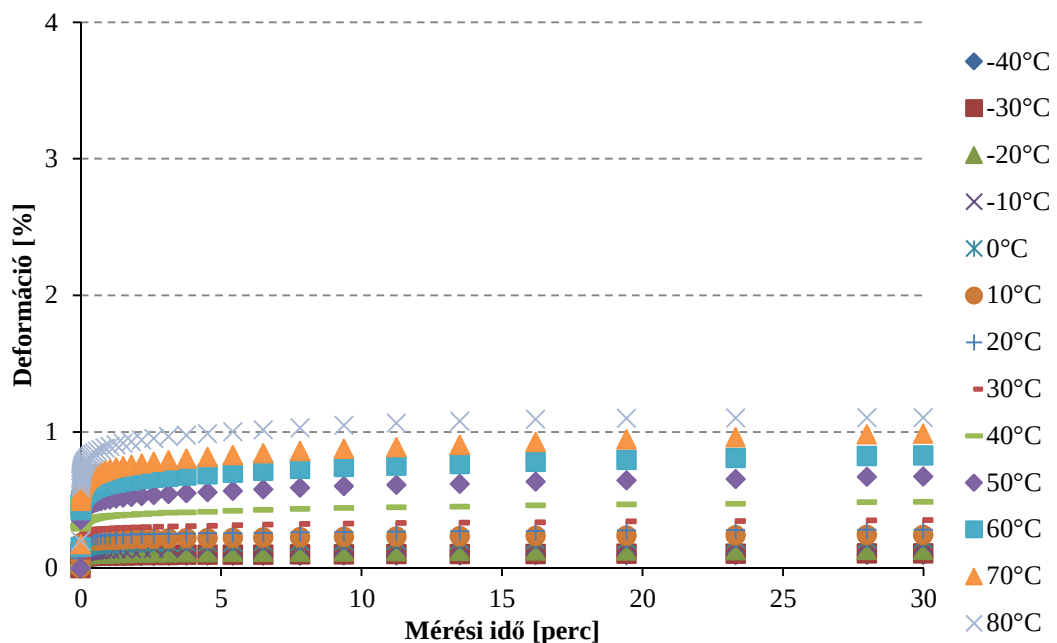
Az így kapott rövidtávú mérési eredményeket egymásra szuperponálva meghatározható az egyes anyagok hosszú távú kúszási viselkedését leíró mestergörbe egy adott referencia hőmérsékleten. Az Engage 8402 mátrixú kompozitok hosszú távú kúszási viselkedését leíró mestergörbét a 33. ábra mutatja.



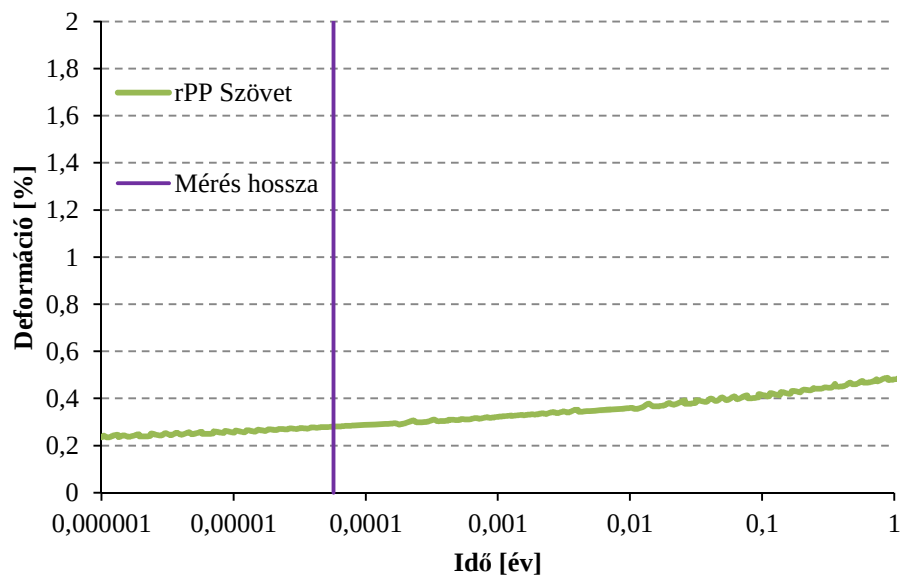
33. ábra Engage 8402 mátrixú kompozitok mestergörbéi

A szövettel erősített rendszer esetén látható a mestergörbe 1 éves időtartam előtti „törése” ami a korábban ismertetett magasabb hőmérsékleteken mért rövidtávú kúszásértékek rendellenes alakulásával magyarázható.

R959A mátrix és szövet erősítőstruktúra esetén kapott rövidtávú kúszásértékeket mutatja a 34. ábra, míg a szuperponált mestergörbét a 35. ábra szemlélteti.



34. ábra R959A mátrixú szövet erősítéssel rendelkező kompozit kúszásértékei



35. ábra R959A mátrixú kompozit mestergörbéje

Látható, hogy az itt mért kúszásértékek jelentősen alacsonyabbak, mint az Engage 8402 mátrixú rendszer azonos, szövettel erősített kompozitjánál, ami az R959A Engage 8402-höz képesti lényegesen nagyobb merevségével, valamint az valószínűsíthetően jobb szál-mátrix adhézióval magyarázható, ami a sűrűségmérés eredményeiből is kitűnik.

6. Összefoglalás

Dolgozatom célja különböző mátrixanyagokkal és erősítőszervezetekkel rendelkező önerősített kompozit anyagok kúszási tulajdonságainak és tönkremeneteli módjának vizsgálata volt. A szükséges kompozit lapokat rétegeléssel készíttettem, majd a szükséges próbatestek vízszugárral kerültek kimunkálásra. A lapok gyártási paramétereit több beállítás kipróbálásával és az ezekkel készült lapok minősítésével optimalizáltam. A különböző párosításokkal létrejövő kompozit lapok konszolidáltságát sűrűségméréssel vizsgáltam, valamint megmértem bennük a hangterjedés sebességét, ezzel ellenőrizve, hogy alkalmasak-e akusztikus emissziós vizsgálatok elvégzésére (nem gátolja-e csillapításuk magas értéke az akusztikus emissziós jelek terjedését az anyagban). Akusztikus emisszióval kísért szakítóvizsgálatokat végeztem a biaxiálisan erősített anyagokon lánc- valamint arra merőleges és azzal 45° -ot bezáró irányban, uniaksiálisan erősített rendszereknél csak szálirányban. A különböző mátrixanyag és erősítőstruktúra kombinációk esetén és meghatároztam azok mechanikai tulajdonságait, valamint úgy találtam, hogy az erősítőstruktúra tönkremenetelének jelei egy jól beazonosítható amplitúdótartományban vannak, így egy jól használható módszert találtam az ezekből az anyagokból készült szerkezetek terhelés alatti viselkedésének és az esetleges tönkremenetelének roncsolásmentes vizsgálatára. Rövid távú kúszásméréseket végeztem több hőmérsékleten, amelyeket felhasználva meghatároztam a kompozitok hosszú távú kúszási viselkedését leíró mestergörbét, amelyekkel következtetni lehet az anyag jóval hosszabb távon vett kúszási viselkedésére.

7. További megoldásra váró feladatok

További megoldásra váró feladatként a kúszási vizsgálatok összes anyag és erősítőstruktúra-pároson történő elvégzése az elsődleges, valamint a kompozit anyagok további tulajdonságainak tanulmányozása és további vizsgálatokkal történő minősítése is fontos.

8. Irodalomjegyzék

1. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai, Műegyetemi Kiadó, Budapest, (2000).
2. Czvikovszky, T.: Lehet-e zöld műanyag? A Mindentudás Egyetemén 2005. október 3-án elhangzott előadás szerkesztett változata. Műanyag és Gumi, 43, 24-31 (2006).
3. Pál K.: Különféle technológiák a műanyag hulladék újrahasznosítására. Műanyagipari Szemle, 1, 93-94 (2005).
4. Máthé Cs.: Természetes szállal erősített polipropilén fröccsanyag – a jövőszerkezeti anyaga. Műanyagipari Szemle, 4, 16-22 (2006).
5. Izer A., Kmetty Á., Bárány T.: Környezetbarát önerősítéses polimer kompozitok. Műanyag és Gumi 45, 463-467 (2008).
6. Kmetty Á., Bárány T., Karger-Kocsis J.: Self-Reinforced Polymeric Materials: A Review. Progress in Polymer Science, 35, 1288-1310 (2010).
7. Ward I. M.: Developments in oriented polymers, 1970-2004. Plastics Rubber and Composites, 33, 189-194 (2004).
8. Ward I. M., Hine P. J.: Novel composites by hot compaction of fibers. Polymer Engineering and Science, 37, 1809-1814 (1997).
9. Hine, P. J., I. M. Ward, et al.” The hot compaction of 2-dimensional woven melt spun high modulus polyethylene fibres, Journal of Materials Science, 35, 5091-5099 (2000).
10. Halász I.: Újfajta, fröccsöntéssel feldolgozható önerősítéses kompozit előgyártmány fejlesztése. Szakdolgozat BME Polimertechnika Tanszék (2010)
11. Hine P.J., Ward I.M.: High stiffness and high impact strength polymer composites by hot compaction of oriented fibers and tapes. Mechanical properties of polymers based on nanostructure and morphology, Baltá-Calleja FJ, Michler GH Boca Raton: CRC Press, 677–98 (2005).
12. Hine, P. J., I. M. Ward, et al.: The hot compaction of woven polypropylene tapes. Journal of Materials Science, 33, 2725-2733 (1998).
13. Peijs, T. Composites for recyclability. Materials Today, 6, 30-35 (2003).
14. www.pure-composites.com (2010.11.12.)
15. www.armordon.com (2010.11.12.)

16. N. Cabrera, B. Alcock, N. M. Barkoula, T. Peijs: Processing of recyclable all-PP composites. International Conference on Composites 14 , Hyatt Regency, San Diego (2003).
17. Houshyar, S. and R. A. Shanks.: Morphology, thermal and mechanical properties of poly(propylene) fibre-matrix composites. Macromolecular Materials and Engineering, 288, 599-606 (2003).
18. Houshyar, S. and R. A. Shanks.: Tensile properties and creep response of polypropylene fibre composites with variation of fibre diameter. Polymer International, 53, 1752-1759 (2004).
19. Houshyar, S. and R. A. Shanks: Mechanical and thermal properties of flexible poly(propylene) composites. Macromolecular Materials and Engineering, 291, 59-67 (2006).
20. Houshyar, S., R. A. Shanks, et al.: Influence of different woven geometry in poly(propylene) woven composites. Macromolecular Materials and Engineering, 290 45-52 (2005).
21. Bárány T., Izer A., Czigány T.: A konszolidáltság mértékének hatása az önerősítéses kompozitok mechanikai tulajdonságaira. Anyagvizsgálók Lapja, 4, 113-115 (2005).
22. Bárány T., Izer A., Czigány T.: On consolidation of self-reinforced polypropylene composites. Plastics Rubber and Composites, 35, 375-379 (2006).
23. Izer A., Bárány T.: Hot consolidated all-PP composites from textile fabrics composed of isotactic PP filaments with different degrees of orientation. Express Polymer Letters, 1, 790-796 (2007).
24. Bárány T., Karger-Kocsis J., Czigány T.: Development and characterization of self-reinforced poly(propylene) composites: carded mat reinforcement. Polymer for Advanced Technologies 17, 818-824 (2006).
25. Izer A., Bárány T., Varga J.: Development of woven fabric reinforced all-polypropylene composites with beta nucleated homo- and copolymer matrices. Composites Science and Technology 69, 2185-2192 (2009).
26. Izer A., Bárány T.: Effect of consolidation on the flexural creep behaviour of all-polypropylene composite. Express Polymer Letters 4, 210-216 (2010).
27. Bárány T., Izer A., Karger-Kocsis J.: Impact resistance of all-polypropylene composites composed of alpha and beta modifications. Polymer Testing 28, 176-182 (2009).

28. Izer A.: Development and investigation of self-reinforced polypropylene composites based on the polymorphism of PP, PhD Thesis, BME Polimertechnika Tanszék (2010)
29. László Zs.: Fröccsöntéssel feldolgozható önerősítéses kompozit előgyártmány szál tartalmának hatása a gyártott kompozit mechanikai tulajdonságaira, Szakdolgozat, BME, Polimertechnika Tanszék (2011)
30. www.dow.com (2012.10.28)
31. Aliquander M.: Termoplasztikus elasztomer mátrixú önerősítéses kompozitok fejlesztése, Szakdolgozat, BME, Polimertechnika Tanszék (2012)
32. www.tvk.hu (2012.10.28)
33. Vargha T.: Fröccsöntéssel feldolgozható önerősített PP kompozitokhoz alkalmas előgyártmány előállítási technológiájának optimalizálása, Diplomamunka BME Polimertechnika Tanszék (2008)
34. Kmetty Á., Tábi T., Kovács J. G., Bárány T.: Development and characterisation of injection moulded all-polypropylene composites. Express Polymer Letters (accepted), (2012)
35. Bodor G., Vas L.M.: Polimer anyagszerkezet, Műegyetemi Kiadó, Budapest (1995)

9. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni Kmetty Ákos egyetemi tanársegédnek a segítséget, amit munkámban kaptam tőle, valamint hogy a problémás helyzetekben tanácsaival és ötleteivel mindig támogatott. Köszönet illeti további Dr. Bárány Tamás egyetemi docenst a szakmai tanácsokért, Dr. Romhány Gábor egyetemi docenst az akusztikus emissziós vizsgálatok eredményeinek kiértékelése során nyújtott nélkülözhetetlen segítsége miatt.. Megköszönöm ezen felül Bakonyi Péter PhD hallgatónak a DMA vizsgálatokkal kapcsolatos segítségét, Luketics Milánnak a mérési elrendezése beállításában való segédkezésért, illetve az egész Polimertechika Tanszéknek, hogy rendelkezésemre bocsátották a szükséges eszközöket, biztosították munkám hátterét.