



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Polimertechnika Tanszék

A lényegi törésmunka módszerének alkalmazhatósági vizsgálata polimer nanokompozitok esetén

TDK dolgozat

Készítette: Turcsán Tamás, BME Gépészmérnöki Kar

Gépészmérnöki Mesterszak, I. évfolyam

Témavezetők: Prof. Karger-Kocsis József, egyetemi tanár

Dr. Mészáros László, egyetemi adjunktus

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

Jelölés- és rövidítésjegyzék.....	3
1. Bevezetés, a dolgozat célja	4
2. Irodalmi áttekintés.....	6
2.1. Az EWF módszer lényege, a vizsgálat megvalósítása	6
2.2. Az EWF módszer alkalmazhatóságának kritériumai	10
2.3. Az EWF alkalmazása kompozitok esetén	11
2.4. Az EWF alkalmazása nanokompozitok esetén	12
3. A szakirodalom elemzése, célkitűzések	15
4. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések és módszerek	16
4.1. A felhasznált anyagok	16
4.2. Az alkalmazott berendezések és módszerek	17
5. Kísérleti eredmények és kiértékelésük.....	20
5.1. Előkísérletek.....	20
5.2. Folyási feszültség és rugalmassági modulus meghatározása	21
5.3. Az EWF vizsgálatok primer görbéinek elemzése	23
5.4. A lineáris regresszió alkalmazása	25
5.5. A mechanikai tulajdonságok közti korreláció	28
5.6. Makroszkopikus és mikroszkópos vizsgálatok	29
6. Összefoglalás.....	33
7. Irodalomjegyzék.....	35
8. Mellékletek.....	37

Jelölés- és rövidítésjegyzék

Jelölések:

B	[mm]	próbatest vastagság
e_u	[mm]	maximális megnyúlás
F	[N]	terhelő erő
h	[mm]	plasztikus zóna magassága
L	[mm]	ligamenthossz
m%	[-]	tömegszázalék
MFI	[g/10 min]	follyási index
R^2	[-]	lineáris regresszió korrelációs együtthatója
W_e	[kJ]	törés lényegi munkája
w_e	[kJ/m ²]	fajlagos törés lényegi munkája
W_f	[kJ]	teljes törési munka
w_f	[kJ/m ²]	fajlagos teljes törési munka
W_n	[kJ]	nyakképződéshez tartozó munka
w_n	[kJ/m ²]	fajlagosított nyakképződési munka
W_p	[kJ]	képlékeny törésmunka
w_p	[kJ/m ²]	fajlagos képlékeny törésmunka
W_y	[kJ]	megfolyáshoz tartozó munka
w_y	[kJ/m ²]	fajlagos megfolyási munka

Rövidítések:

Au-Pd	Gold-Palladium	Arany-palládium
CNT	Carbon Nanotubes	Szén nanocsövek
DEN-T	Double Edge Notched Tension	Mindkét szélén bemetszett
EWf	Essential Work of Fracture	A törés lényegi munkájának elve
IPDZ	Inner Fracture Process Zone	Belső törési zóna
KTM		Képlékeny törésmechanika
LLDPE	Linear Low-Density Polyethylene	Lineárisan kis sűrűségű polietilén
MWCNT	Multiwalled Carbon Nanotubes	Többfalú szén nanocsövek
OPDZ	Outer Plastic Deformation Zone	Belső képlékeny deformációs zóna
PETG	Polyethylene Terephthalate Glycol	Polietilén tereftalát glikol
PP	Polypropylene	Polipropilén
SEM	Scanning Electron Microscopy	Pásztázó elektronmikroszkópia

1. Bevezetés, a dolgozat célja

A mérnöki tervezőmunka során gyakran nem csak a rendeltetésszerű működés következtében bekövetkező hatásokkal kell számolni, hanem az esetleges nem rendeltetésszerű használatkor bekövetkező tönkremenetellel is. Például egy közlekedési balesetnél az autó roncsolódásakor, amely egyben a különböző alkatrészek tönkremenetelével is jár, nem mindegy, hogy az anyagok mennyi energiát, és milyen módon nyelnek el. Az anyagtudomány tehát egyik nagyon fontos ága a törésmechanika.

Az egyes anyagok törésmechanikai jellemzőinek ismeretével meg tudjuk határozni azok tönkremeneteli formáját, így kézzelfogható információkat adnak a tervezők kezébe. A törésmechanikában alkalmazott egyes elméleteket a szerkezeti elemek anyagából kimunkált hibahelyet tartalmazó próbatestek törési kritériumainak meghatározására fejlesztették ki. A kiinduló feltevés ezekben az, hogy a repedésterjedés az anyagban jelen lévő hibahelytől kiindulva kezd el terjedni, amely a behatás, azaz valamilyen mechanikai terhelés hatására következik be. Az egyes eljárások arra keresik a választ, hogy a vizsgált anyag milyen szívósságú, tehát milyen mértékben áll ellen a repedésterjedés megindulásának. A szívósság, a repedések keletkezésével, valamint azok terjedésével szembeni ellenállóképesség alapvető fontosságú tulajdonsága egy polimer szerkezeti anyagnak, hiszen annak alacsony szívóssága, azaz túlzott ridegsége esetén hirtelen tönkremenetel esélye jelentősen megnő. Az alapján, hogy az adott elem melyik elmélet érvényességi tartományába esik, azokat három csoportba szokás osztani. Ezek a képlékeny-, kis képlékeny tartományú-, és a lineárisan rugalmas törésmechanika [1].

A törési folyamatot megelőző nagy-képlékeny alakváltozás esetén a képlékeny törésmechanika (KTM) tartománya érvényes. A KTM módszerei közé tartoznak a repedéskinyílási deformáció elmélet, a J-integrál elmélet, és a lényegi törésmunka módszere (EWF) is. A módszer lényege az, hogy a mérés során a próbatest vizsgált keresztmetszetének tönkremeneteléhez szükséges befektetett munkát állapítjuk meg, így jó jellemzést kapunk az anyag szívósságáról, vagy adott esetben annak ridegségéről. Az EWF metódus a többi KTM módszer közül kiemelkedik viszonylag egyszerű megvalósíthatóságával, amely mind a próbatestek kialakítása, mind a kiértékelési metódusban megjelenik. Az EWF módszert már hosszú ideje sikerrel alkalmazzák képlékeny fémek vizsgálatára. A módszer

alkalmazhatóságát – lemezek és fóliák esetén, síkfeszültségi állapotban – az elmúlt másfél évtizedben szívós polimerek esetére is igazolták, és alkalmazzák a gyakorlatban [2].

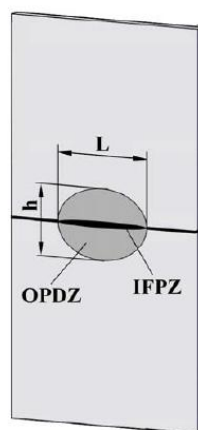
A polimereken túl a hagyományos értelemben vett polimer kompozitok esetén is már több esetben bebizonyosodott EWF elv alkalmazhatósága, több kutatás is foglalkozott már ezzel a témával. Azonban az óriásmolekulájú anyagok nanokompozitjait mindeddig csekély mértékben vizsgálták ezzel a módszerrel, ennek megfelelően egyértelműen nem bizonyították a nanoméretű erősítőanyag jelenlétében való alkalmazhatóságát, illetve a polimerekre kifejlesztett EWF kritériumok helytállóságát. Dolgozatomban ezért nanorészecskékkel töltött kompozitokban kívánom megvizsgálni az említett módszer használhatóságát.

2. Irodalmi áttekintés

Ebben a fejezetben szakirodalmi példákon keresztül mutatom be az általam vizsgált módszert, és annak használatát egyes anyagoknál. Részletesen bemutatom az EWF módszer alkalmazhatóságára vonatkozó kutatásokat hagyományos kompozitok esetén, illetve kitérek a nanokompozitok területén eddig elért eredményekre.

2.1. Az EWF módszer lényege, a vizsgálat megvalósítása

Magát a módszert B. Cotterell és J. K. Reddell dolgozták ki az 1970-es évek második felében, a képlékenyen viselkedő fémek esetére. Később K. B. Broberg volt az, aki már az 1960-as évek végén felvetette, hogy a módszer nem csak fémekre, hanem általánosan a képlékeny anyagok jellemzésére is alkalmas lehet. Felvetése alapján egy próbatestben jelentkező repedéscsúcs közvetlen közelében létrejövő képlékeny tartományon belül két, egymástól eltérő zónát különböztetünk meg az *1. ábrán* látható módon. Az egyik a külső plasztikus deformációs tartomány (OPDZ - Outer Plastic Deformation Zone) a másik a belső törési zóna (IFPZ - Inner Fracture Process Zone). Az használt próbatestek általában kétféle geometriával rendelkezhetnek. Az egyik az egy oldalt bemetszett a másik a két oldalt bemetszett (DEN-T - Double Edge Notched Tension), amely kialakítás elősegíti a belső plasztikus zóna kialakulását, másrészt segítségével könnyedén tudjuk befolyásolni a terhelt keresztmetszet nagyságát [3].



[1. ábra]: A képlékeny tartomány elemei a kétoldalt szimmetrikusan bemetszett ún. DEN-T próbatesten, ahol h az alakváltozási zóna vastagsága, és L az ún. ligamenthossz, amely a próbatesten a bemetszések közötti távolság [4]

Az EWF módszert fémek esetén már viszonylag hosszú ideje alkalmazzák, azonban polimerek terén mindössze másfél évtizede használják, elsősorban a képlékeny, szívósan viselkedő anyagok síkfeszültségi állapotának vizsgálatára. Az EWF elmélet értelmében a befektetett törési munka arányos a próbatest belsejében képlékenyen deformált térfogattal. A folyamathoz szükséges teljes törési munka (W_f) a húzóvizsgálat során felvett erő-elmozdulás görbéből a (2.1) összefüggés segítségével számítható ki, ahol az F a terhelő erő, az e_u pedig a szakítógörbén regisztrált végső elmozdulás [4].

$$W_f = \int_0^{e_u} F(s) ds \quad (2.1)$$

Ez a teljes törési munka Broberg elmélete szerint a két részre osztható, a (2.2) egyenletnek megfelelően. Az egyik a törés lényegi munkája (W_e), amely a belső törési zónában kifejtett munka, a másik pedig a képlékeny törésmunka (W_p), amely a külső képlékeny tartományban felhasznált energiamennyiségnek felel meg [3, 4].

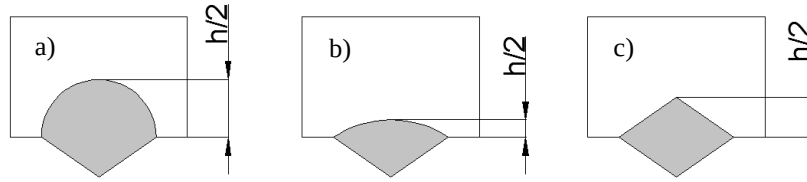
$$W_f = W_e + W_p \quad (2.2)$$

Az L értékével és a B vastagsággal, azaz a próbatesten lévő bemetszetlen felülettel, a vastagságot állandónak feltételezve, a fent említett munka jellegű mennyiségek a próbatest terhelt keresztmetszetével a (2.3) és a (2.4) összefüggés szerint fajlagosíthatóak. [2, 4].

$$w_e = \frac{W_e}{L \cdot B} \quad (2.3)$$

$$w_p = \frac{W_p}{L^2 \cdot B} \quad (2.4)$$

A polimerek képlékeny alakváltozása során az anyagi jellemezők is fontos szerepet játszanak, a képlékeny alakváltozási zónák az egyes anyagoknál geometriailag eltérést mutatnak, ezeket a 2. ábrán látható három fő csoportba soroljuk. Az ábrán látható $h/2$ a teljes alakváltozási zóna felét jelöli [1,5].



[2. ábra]: Az egyes plasztikus zóna alakok: kör alakú (a), ellipszis alakú (b), rombusz alak (c) [3]

A zónaalakokhoz definiálunk egy tényezőt a törési munkát leíró egyenletben, amely az adott képlékeny alakváltozási tartomány alakjától függ. Ezen β változó kör alak esetén a (2.5), ellipszis alaknál a (2.6) és rombusz alak esetén (2.7) összefüggés szerint alakul [4].

$$\beta = \frac{\pi}{4} \quad (2.5)$$

$$\beta = \frac{\pi \cdot h}{4L} \quad (2.6)$$

$$\beta = \frac{h}{2L} \quad (2.6)$$

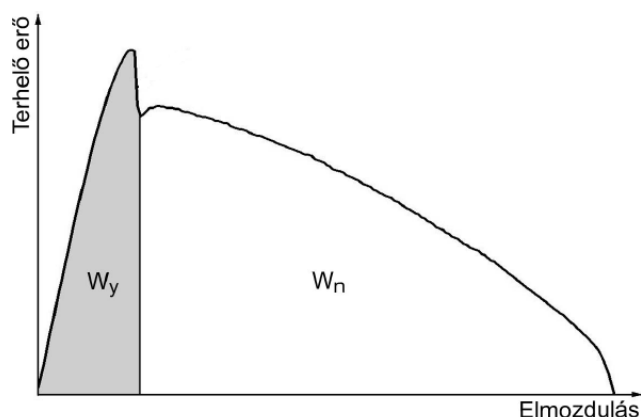
A felsorolt mennyiségek közül W_e azon munkát jelöli, amely az adott próbatesten a bemetszetlen keresztmetszet által kijelölt, terhelési irányra merőleges felületen van jelen, és a repedésterjedés ellenében dolgozik, ez a keresztmetszettel arányos, esetünkben állandó próbatest vastagságot feltételezve az L ligament méretével. A W_p azonban egy térfogati jellegű energia, ami a ligament négyzetével arányos és az IFPZ határain belül végbemenő képlékeny alakváltozásban jelenik meg. Az előzőekben megismert összefüggések lehetőséget adnak a teljes törési munka (2.2) egyenletének általánosabb felírására, amit a (2.7), majd fajlagosítva a (2.8) összefüggések szemléltetnek [4, 6].

$$W_f = BLw_e + \beta BL^2 w_p \quad (2.7)$$

$$w_f = w_e + \beta L w_p \quad (2.8)$$

A törés lényegi munkájának és a képlékeny törésmunkának területi elkülönítése a primer szakítógörbén is fontos feladat. Ennek gyakorlati megvalósítása Karger-Kocsis és társainak az érdeme, akik abból a tényből indultak ki, hogy a teljes terhelt keresztmetszet megfolyásának bekövetkeztével a terhelés nagymértékben visszaesik, mintegy határvonalat képezve az általa kijelölt első területi egység, a keresztmetszet megfolyásához tartozó

munkahányad (W_y), és a nyakképződéshez, illetve a repedések szétterjedéséhez tartozó munkarész (W_n) között (4. ábra).



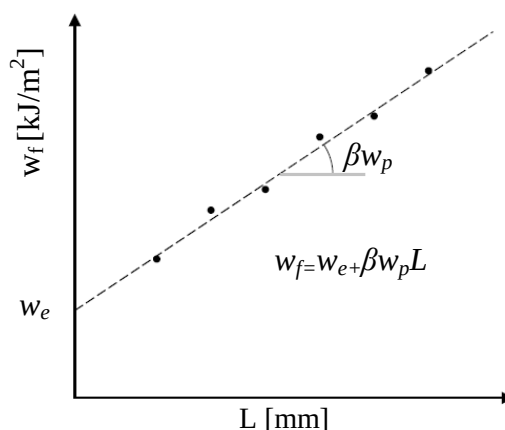
[4. ábra]: Az egyes komponensek elkülönítése [4]

Tehát mindezeket alapul véve a (2.2) összefüggésben meghatározott teljes törési munka a (2.9) egyenletnek megfelelően alakul. A fenti összefüggés elemeit fajlagosítva a (2.10) egyenletet kapjuk.

$$W_f = W_y + W_n \quad (2.9)$$

$$w_f = w_y + w_n = w_e + \beta w_p L \quad (2.9)$$

A módszer egyik alapfeltételeként szolgáló síkfeszültségi állapot teljesülésekor a w_e és a w_p az adott anyagot jellemző állandó, a β konstans így a w_f ligament hosszától való függését az 5. ábra szerinti lineáris képet mutatja [7].



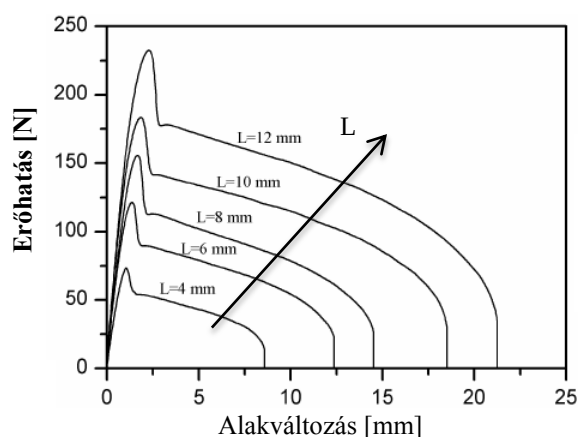
[5. ábra]: A teljes törési munka és összetevőinek alakulása a ligament hosszának függvényében [7]

Az előzőekben bemutatott szakítógörbe alatti terület, azaz a teljes törési munkának komponensekre történő szétbontása minden olyan anyagnál lehetséges, ahol megfelelőképpen elkülönülnek a keresztmetszet megfolyásához és a nyakképződéshez tartozó szakaszok. [2, 4].

2.2. Az EWF módszer alkalmazhatóságának kritériumai

Az eddigiekben ismertetett számítási módszerek csak abban az esetben igazak, és alkalmazhatóak, ha bizonyos feltételek teljesülnek a vizsgálat során.

Az első és ábrázolás szempontjából a leglátványosabb, hogy a húzóvizsgálat során felvett úgynevezett primer erő-elmozdulás görbéknek a 6. ábrának megfelelően hasonlóságot kell mutatniuk, azaz lineáris transzformációval közel fedésbe hozhatónak kell lenniük [2, 4].



[6. ábra]: A görbék hasonlóságának kritériuma a ligament hosszának függvényében [6]

A repedésterjedéshez képest hamarabb kell, hogy bekövetkezzen a ligament, azaz a teljes keresztmetszet megfolyása, valamint a bemetszéseknél jelentkező repedéscsúcs tompulása. Ezek teljesülése esetén érvényes a lineáris kapcsolat a fajlagos törési energia és a ligamenthossz között. Továbbá az L paraméter tartományát tapasztalatok alapján a (2.10) összefüggés írja le, ahol az a változó a próbatest teljes szélessége. Az alkalmazható ligament hosszak (2.10), amelyek azonban elsősorban fémek esetére kerültek meghatározásra, de a korábbi kísérleteket figyelembe véve ezek a megkötések rugalmasan kezelendők [9].

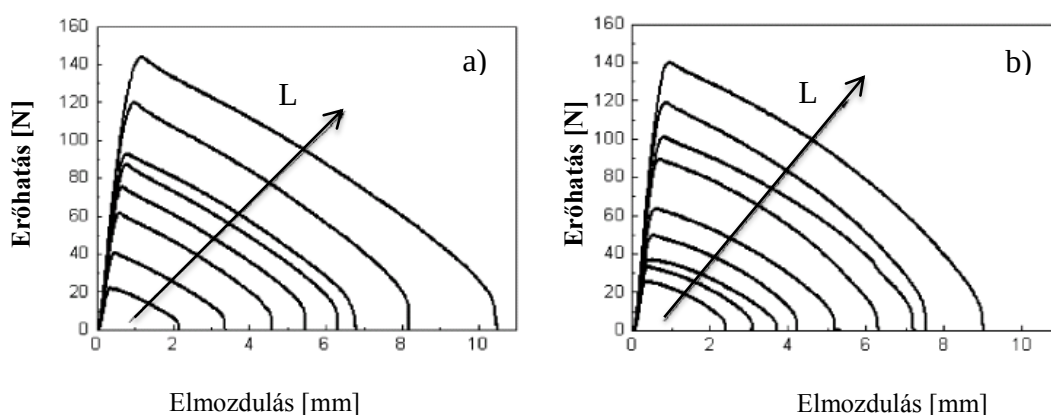
$$\frac{a}{3} \geq L \geq (3-5)B \quad (2.10)$$

A folyamat egyéb paramétereinek befolyására is találhatók szakirodalmi példák. Karger-Kocsis és társai [10] vizsgálták a deformáció sebesség hatását, valamint a próbatest

vastagságának hatását a w_e és w_p paraméterekre. Hashemi és társai [11] vizsgálták a próbatestek típusainak, illetve szélességének hatását a módszer paramétereire. A vizsgálatok során azt tapasztalták, hogy mind a próbatestek vastagsága, mind a deformáció sebessége más-más hatást vált ki az egyes anyagok esetében a lényegi- és a képlékeny törésmunka egyes összetevőire nézve. Tehát az előállítás, a bemetszések és a mérés lebonyolítása során ügyelni kell a pontosságra, máskülönben a mérések nem adnak releváns eredményt.

2.3. Az EWF alkalmazása kompozitok esetén

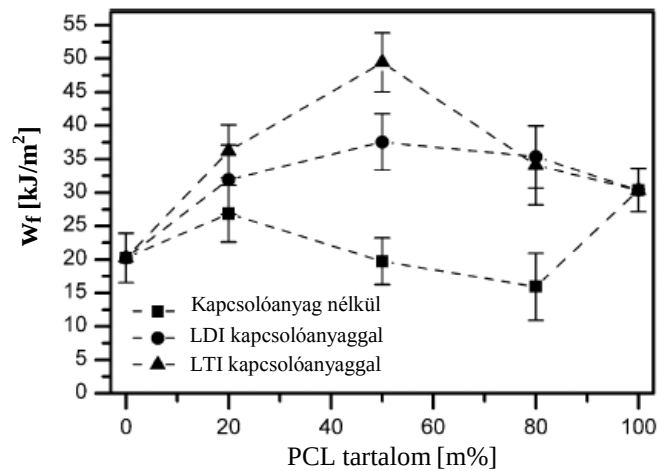
A módszert természetesen számos alkalommal használták polimerek kompozitjainak törési szívósság vizsgálatára. Gong és társai [8] maleinsav-anhidriddel kezelt polipropilén (PP) mátrixú kalcium-karbonáttal (CaCO_3) erősített kompozitjaikat vetették alá EWF vizsgálatnak. Amint az a 7. ábrán jól megfigyelhető, az erő-elmozdulás görbék a kritériumnak megfelelő hasonlóságot mutatnak mind a töltetlen, mind a töltött rendszer esetében.



[7. ábra]: Gong és társai által vizsgált töltetlen PP (a) és a CaCO_3 -val 10 m%-ban töltött rendszerének (b) primer görbéi az EWF vizsgálat során [8]

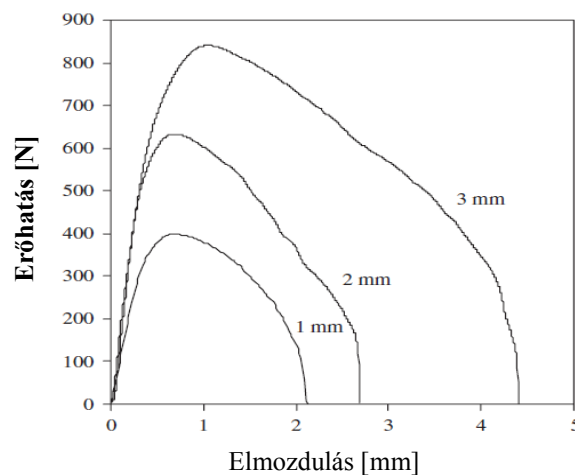
Az elvégzett kutatások eredményeként megállapították, hogy a töltött rendszerek esetében csökkent a törés lényegi munkája, ugyanakkor 3 m% maleinsav-anhidrid rendszerbe való kerülése után kis mértékben növekedést mutatott a w_e értéke.

Tuba és társai [12] biológiailag lebomló politejsav (PLA) és poli-kaprolakton (PCL) blendeket vizsgáltak különböző kapcsolóanyagok jelenlétében. Azt tapasztalták, hogy az L-lizin-diizocianát (LDI) és az L-lizin-triizocianát (LTI) kapcsolóanyag is növelte a blendek w_e értékét, ezáltal törési szívósságukat (8. ábra).



[8. ábra]: Az egyes kapcsolóanyagok hatása a törés lényegi munkájára [12.]

Arencón és társai [13] PP és polietilén-tereftalát (PET) mikro mérettartományba eső 3-merkaptopropil trimetoxi szilánnal és N-(2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxi szilánnal kezelt és kezeletlen üveggyöngyökkel alkotott kompozitjait vizsgálták különböző vastagságú fröccsöntött próbatestek esetén (9. ábra). Munkájuk eredményeként kijelentették, hogy az általuk előállított anyagokra sikerrel alkalmazható az EWF módszer, illetve azt, hogy a próbatestek vastagságának növelése, valamint a PET jelenléte a kompozitban csökkenést eredményezett a törési szívósság terén.

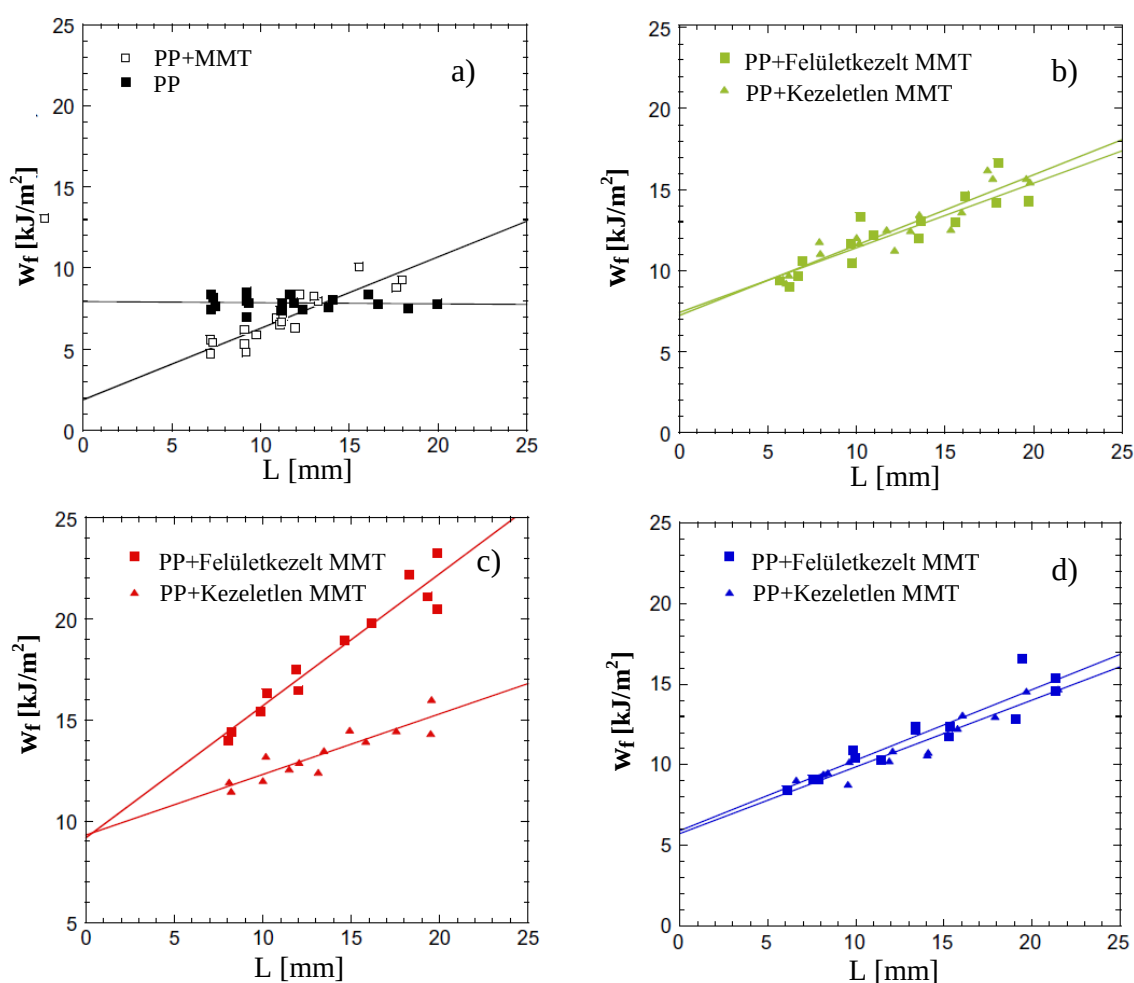


[9. ábra]: Arcón és társai által vizsgált kompozit primer görbéi az egyes vastagságok esetében [13]

2.4. Az EWF alkalmazása nanokompozitok esetén

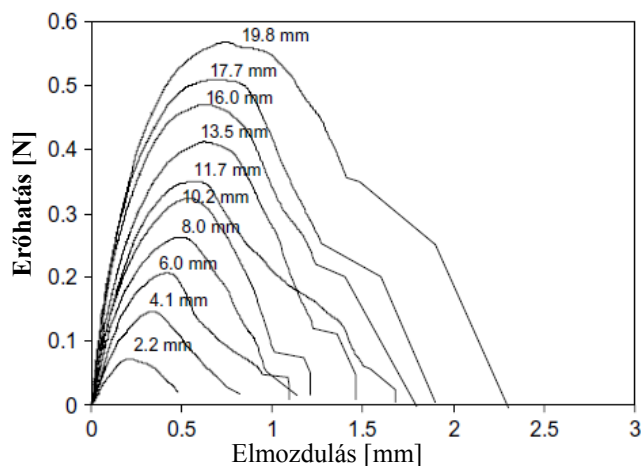
A törés lényegi munkája fontos eredménnyel szolgálhat az egyes polimer nanokompozitok esetében. Ez esetben a fő kérdés az, hogy milyen mértékben sikerült a nano mérettartományba eső részecskéket eloszlatni, homogén anyagot előállítani, és ez az eloszlatási minőség milyen hatással van az anyag szívósságára, duktilitására. Bureau és társai

[14], akik több féle, alacsony- (LMW), közepes- (IMW) és magas molekulatömegű (HMW) maleinsav-anhidriddel ojtott polipropilén mátrixú, maleinsav-anhidriddel felületkezelt, valamint kezeletlen montmorillonit erősítőanyagot tartalmazó kompozitokon vizsgálták azok törési és tönkremeneteli mechanizmusát. A polipropilént 2 m%-ban töltötték az említett nanorészecskékkel, a kedvezőbb mátrix erősítőanyag kapcsolat érdekében három különböző, a kereskedelmi forgalomban is kapható kapcsolóanyagot is alkalmaztak. A felhasznált próbatestek vastagsága 1 mm volt. A kapott eredmények azt mutatták, hogy a nanorészecskék alkalmazása, valamint azok felületkezelt szignifikánsan megnövelte a vizsgált anyagok szakítószilárdságát és húzó rugalmassági modulusát. A törési folyamatok esetében megállapítható volt az, hogy a kezeletlen töltőanyag egyértelműen csökkentette az anyaghoz tartozó törés lényegi munkáját, a töltetlen esethez képest. Az egyes felületkezelések és kapcsolóanyagok hatására azonban lényegesen, sőt egyes esetekben még a töltetlen rendszer értékeit is meghaladóan megnőtt a vizsgált kompozitok szívóssága (10. ábra).



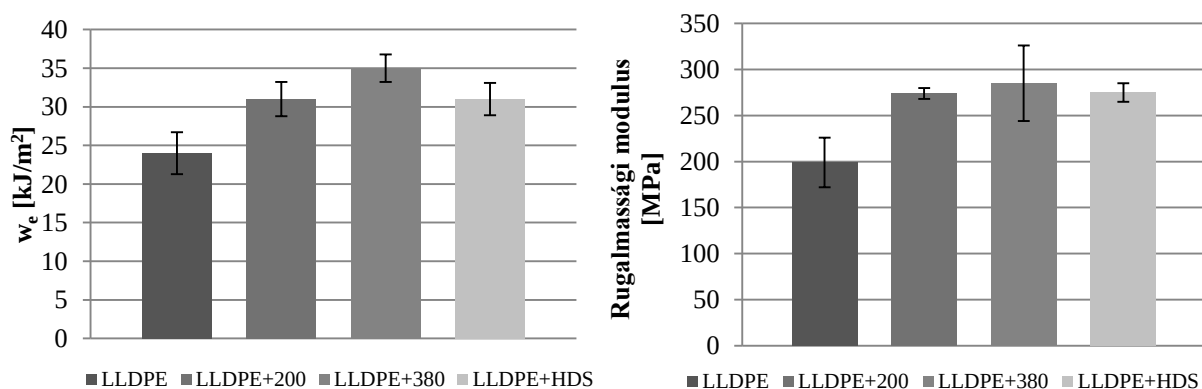
[10. ábra]: A Bureau és társai által vizsgált anyagokhoz tartozó törési munka értékek a töltetlen polipropilén és a kezeletlen kapcsolóanyag nélküli rendszer (a), a LMW kapcsolóanyaggal (b), az IMW kapcsolóanyaggal (c), valamint a HMW kapcsoló anyaggal kezelt esetben (d) [14]

Érdemes megfigyelni az egyes anyagokhoz tartozó erő-elmozdulás görbéket is, amelyekről jól leolvasható, hogy nem valósult meg teljes mértékben az EWF módszer azon feltétele, hogy az egyes ligamenthez tartozó görbealakok hasonlóságot mutassanak (11. ábra).



[11. ábra]: A Bureau és társai által mért primer görbék asz egyes ligament hosszaknál [14]

Szintén poliolefinek családjából választottak alapanyagot kutatásaikhoz Dorigato és társai [15], akik lineárisan kis sűrűségű polietilént (LLDPE) és kereskedelembe beszerezhető szilika (SiO_2) porokat használtak fel nanokompozitjaik előállítására. Az alkalmazott szilika porok fajlagos felülete eltérő volt $90 \text{ m}^2/\text{g}$ -tól $380 \text{ m}^2/\text{g}$ -ig terjedt, valamint egy anyagcsoportjuk hexa-decil szilánnal (HDS) való mátrixhoz megfelelő funkciós csoporttal való felületkezeléssel is el volt látva. Az egyes kompozitok esetében a mechanika vizsgálatok során rugalmassági modulus növekményt tapasztaltak, de nem mutatkozott számot tevő folyási feszültség, és szakítószilárdság változás sem. Az EWF vizsgálatok során mért w_e értékek korrelációba állíthatóak a rugalmassági modulus értékekkel.



[12. ábra]: A Dorigato és társai által vizsgált kompozitok lényegi törésmunkája és rugalmassági modulusa közötti korreláció [15]

3. A szakirodalom elemzése, célkitűzések

A szakirodalmi elemzés során számos példát láthattunk az EWF módszer polimerek és azok kompozitjainak terén való alkalmazására. Elmondható, hogy a makroméretű és mikrométeres tartományba eső erősítőanyagok terén a módszer, és az általa szolgáltatott eredmények kiértékelése kiforrott. Az egyes kritériumok szinte kivétel nélkül teljesülnek az egyes anyagok és anyagkombinációk esetében legyen szó szálas erősítésről vagy éppen töltetlen keverék-polimerekről.

Egészen más a helyzet a nanoméretű erősítőanyagok, illetve a nanokompozitok esetében. Itt az anyagok, valamint anyagkombinációk határozottan csekélyebb hányadára illenek rá a kezdetekben felállított kritériumok. Nem tisztázottak jelen körülmények között a nanoerősítő-, illetve töltőanyagok pontos hatásai a kritériumokra, illetve a módszer használhatóságára. Jó példa erre, hogy egyes esetekben már a görbealakok sem mutatnak hasonlóságot, a ligamenthossz függvényében.

A fent ismertetettek alapján kutatásom során hőre lágyuló polimer nanokompozitok esetén kívánom vizsgálni a törés lényegi munkájának elvét, annak alkalmazására vonatkozó kikötéseit, esetlegesen új, eddig nem vagy kevésbé alkalmazott kritériumok figyelembe vételével. A kutatást két egymástól szerkezetileg eltérő, egy részben kristályos és egy teljesen amorf mátrix felhasználásával, illetve különböző, napjainkban gyakran alkalmazott erősítőanyag jelenléte esetén kívánom lefolytatni.

4. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések és módszerek

A soron következő fejezetben ismertetni kívánom a kutatás során felhasznált anyagokat, berendezéseket és az alkalmazott metódusokat.

4.1. A felhasznált anyagok

A kutatás során a kompozitok befoglaló, azaz mátrixanyagaként kétféle - egy részben kristályos és egy amorf - alapanyagot használtam. A részben kristályos a TVK Nyrt. által gyártott TIPPLEN K499-es típusú polipropilén kopolimer volt, amelynek a gyártó által megadott főbb paramétereiről az *1. táblázat* ad tájékoztatást.

MFI (2,16 kg; 230°C) [g/10 min]	Húzó rugalmassági modulus [MPa]	Folyási feszültség [MPa]	Feldolgozási. hőmérséklet-tartomány [°C]
6,5	1400	28	190-240

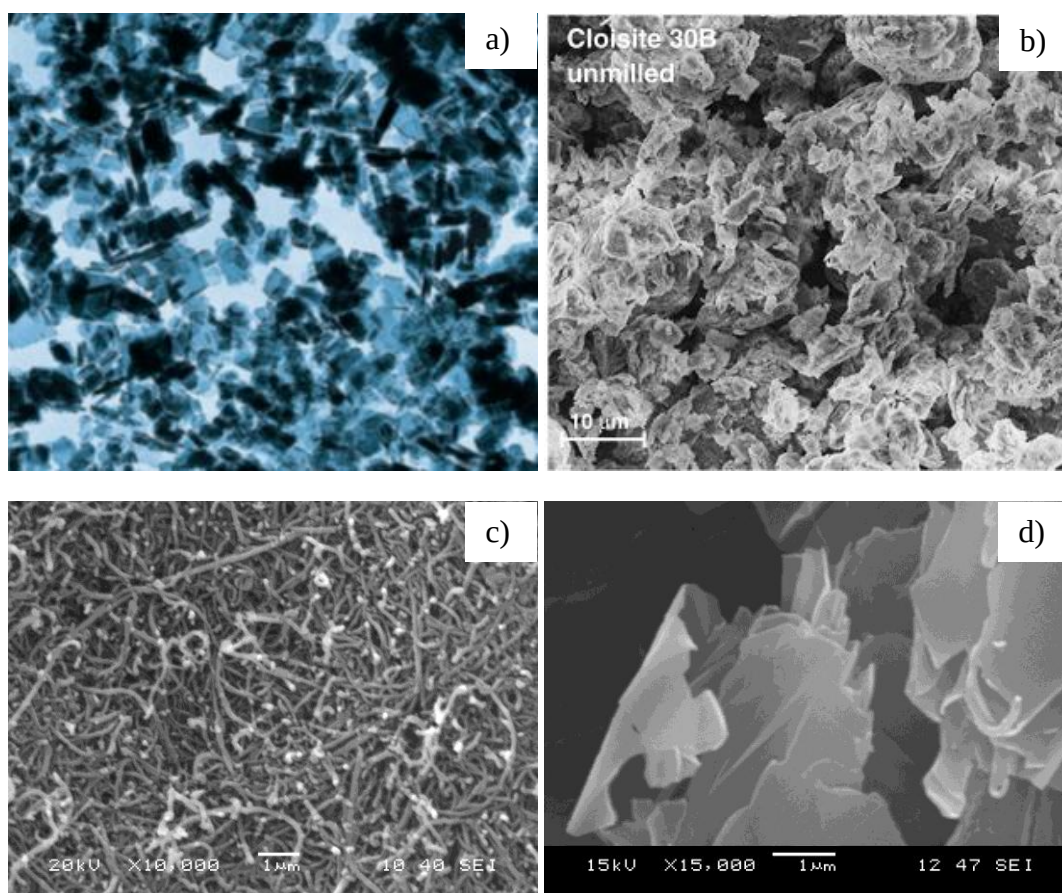
[1. táblázat]: A Tipplen K499 fontosabb paraméterei [16]

Az általam alkalmazott amorf mátrixanyag az EASTAR 6763 PETG kopoliszter volt, melynek gyártó által közölt lényegesebb paramétereit a *2. táblázat* tartalmazza.

Sűrűség [g/cm ³]	Húzó rugalmassági modulus [MPa]	Folyási feszültség [MPa]	Feldolgozási hőmérséklet- tartomány [°C]
1,27	2090	48	250-270

[2. táblázat]: A felhasznált PETG főbb tulajdonságai [17]

Az előkísérletek során többféle nano méretű részecskével való töltést valósítottam meg. A töltőanyagok sorrendben: a Sasol vállalat által gyártott Disperal P3-típusú alumínium-oxid hidroxid (böhmit), a Southern Clay által gyártott Cloisite 30B típusú lemezes szerkezetű montmorillonit, a Bayer által forgalomba hozott Baytubes C 150 P MWCNT nanocső, és az XG által gyártott Grade H lemezes szerkezetű grafén (*13. ábra*) voltak.



[13. ábra]: A felhasznált töltőanyagok: a böhmít 180.000-szeres nagyítású transzmissziós elektronmikroszkópi képe (a) [18], a montmorillonit (b) [19], a szén nanocsövek (c), és a grafén pásztázó elektronmikroszkópiás (SEM) felvételei

4.2. Az alkalmazott berendezések és módszerek

Az általam felhasznált PETG anyag érzékeny a levegő nedvességtartalmára, amely alapvetően befolyásolja annak tulajdonságait. Ezért a feldolgozás és a mechanikai vizsgálatok előtt szárítást, kondicionálást igényel, ezt Heraeus UT20 – laboratóriumi légcirkulációs szárítószekrény segítségével végeztem el, 60°C hőmérsékleten, négy óra időtartammal.

Az egyes anyagok bekeverését Labtech scientific moduláris ikercsigás extruder segítségével hajtottam végre. Az extrudálás során a 12-es percenkénti csigafordulatszámot állítottam be, a zónahőmérsékleteket a 3. táblázat tartalmazza.

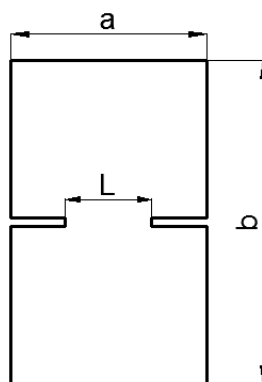
		Zónahőmérsékletek									
Anyag	Szerszám	10.	9.	8.	7.	6.	5.	4.	3.	2.	1.
PP	200	200	200	195	195	190	190	185	180	180	170
PETG	230	230	225	225	220	220	215	210	205	200	200

[3. táblázat]: Az egyes zónahőmérsékletek az extrudálás során

Az extrudált anyagokat Labtech LZ-120/VS típusú granuláló berendezés segítségével 3 mm szemcsenagyságúra granuláltam.

A granulátumokból Collin Teach-Line Platen Press 200E típusú laboratóriumi prés felhasználásával 150 mm x 150 mm nagyságú 0,5 mm vastagságú lapokat gyártottam. A préselés során a használt présnyomás 100 bar volt. A PP lapokat 190°C, míg a PETG lapokat 210°C hőmérsékleten állítottam elő, a nyomás alatt történő hűtőtartás ideje az előkísérletek esetében 10 perc, a megfelelő töltőanyag kiválasztása után pedig 5 perc volt. A préselt lapok hűtése a vízzel hűtött szerszámokban műhelyhőmérséklet eléréséig folyt.

A szakítóvizsgálathoz szükséges piskóta próbatesteket EN ISO 527-1 szabvány szerint vágtam ki, a 14. ábrán látható EWF vizsgálatokhoz szükséges kétoldalt bemetszett próbatesteket pedig speciális kivágó szerszámmal állítottam elő a préselt lapokból. A DEN-T próbatestek névleges befoglaló **a** mérete 35 mm, míg a **b** mérete 70 mm volt. a lenti ábrán **L** ligament hossza 5 és 25 mm között változott 4 mm-es lépésközökkel. A húzóvizsgálat során a befogási hossz 40 mm volt.



[14. ábra]: Az un. DEN-T próbatest kialakítása és főbb méretei

A bemetszett próbatestek pontos ligamenthosszát HP Scanjet G4010 típusú lapolvasó segítségével 300 dpi felbontásban készítettem el, majd Adobe Photoshop CS6 képfeldolgozó szoftver segítségével értékeltem ki.

A szakító, valamint az EWF vizsgálatokat egyaránt Zwick Z005 típusú szakítógépen hajtottam végre. A húzópróba esetén minden anyagtípusból öt darab próbatest, míg az EWF vizsgálatok során anyagtípusonként és ligament hosszanként szintén öt próbatest került vizsgálatra. Az útgerjesztés sebessége minden esetben 2 mm/perc volt.

Az EWF metódushoz tartozó ligamenthossz függvényében kapott mérési pontokra adatelemző grafikus szoftver segítségével lineáris regressziós egyeneseket illesztettem. Az egyes illesztések a végső megnyúlás (e_u), a maximális erő és a vastagság hányadosa (F_{max}/B), a fajlagosított teljes törési munka (w_f), valamint a fajlagosított megfolyási munka (w_y) értékeire történtek. Az egyes illesztett egyenesekre 95%-os konfidencia intervallumok is kiszámításra kerültek. A kétszeres szórásmezőn kívül eső pontok a halmazból eltávolításra kerültek minden említett paraméter vizsgálata során.

Az elszakított DEN-T próbatestek makro felületi vizsgálata Olympus BX 51M típusú optikai mikroszkóp és C-5060 CAMEDIA típusú digitális fényképezőgép segítségével történt.

A makroszkopikus felvételek Pentax K100D Super tükörreflexes digitális fényképezőgéppel készültek, a szükséges utómunkálatok a már említett Adobe Photoshop CS6 képfeldolgozó szoftverrel kerültek elvégzésre.

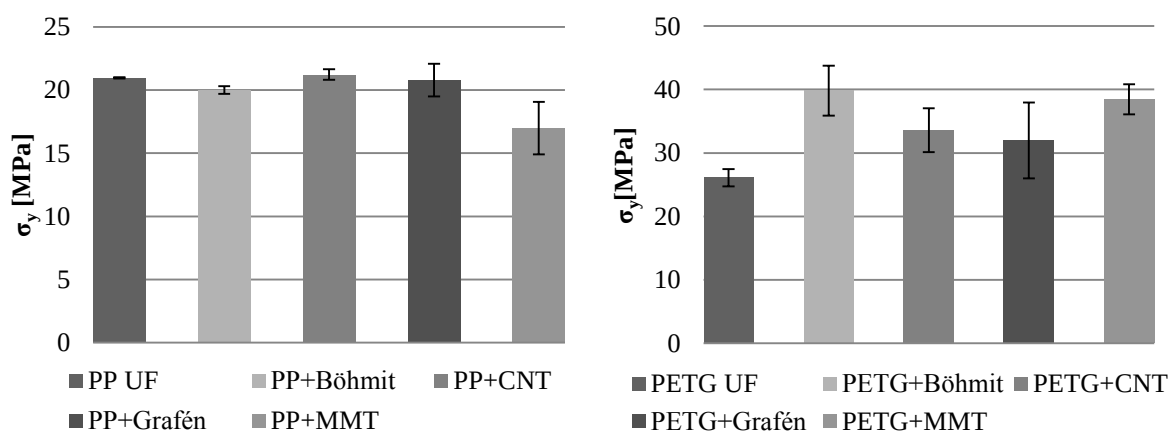
A töretfelületi képek JEOL JSM 6380LA típusú pásztázó elektronmikroszkóp használatával készültek, amelyhez a vizsgálni kívánt minták a töltődés elkerülése végett vékony Au-Pd réteggel kerültek bevonásra.

5. Kísérleti eredmények és kiértékelésük

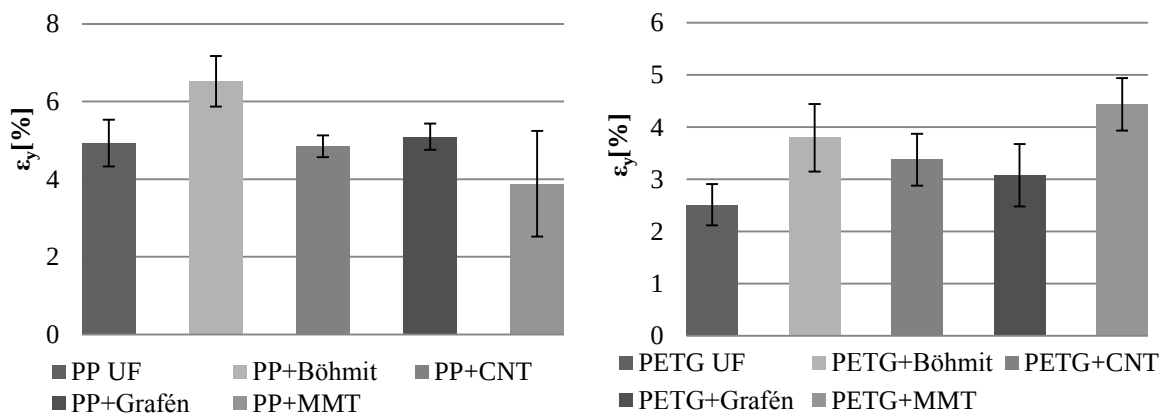
A következő fejezetben összefoglalom és értékelem az általam elvégzett kísérletek véghez vitele után kapott eredményeket.

5.1. Előkísérletek

Az előkísérletek legfőbb feladata az volt, hogy alapvető mechanikai vizsgálatok által segítsen hozzá a megfelelő töltőanyag kiválasztásához, amely a későbbiekben az EWF vizsgálatok során kerül alkalmazásra. A feszültség és alakváltozás értékek csak folyási feszültség tartományában jelennek meg a 15. és 16. ábrán, hiszen ez már elegendő információt biztosít az általam keresett anyag kiválasztásához.



[15. ábra]: A PP és a PETG folyási feszültség értékei az egyes töltőanyagok esetén



[16. ábra]: A PP és a PETG folyási feszültséghez tartozó nyúlás értékei

A húzó vizsgálat eredményeiből kiderült, hogy a nem tökéletes elosztatottság és a nem megfelelő erősítőanyag-mátrix kapcsolat miatt egyik töltőanyag sem tudott jelentős mértékű erősítést produkálni PP mátrix esetén. A PETG mátrixnál azonban a nanorészecskékkel sikerült erősítőhatást elérni, de ezek az anyagok szokatlanul nagy szórásokat mutattak mind a feszültség, mind a megnyúlás terén, amely szintén a nem megfelelő diszperzióknak köszönhető.

Az előkísérlet információit összegezve egyértelműen nem lehetséges kiválasztani a legmegfelelőbb nanoméretű töltőanyag EWF módszerre gyakorolt hatásvizsgálatához. A kiválasztást más paraméterek is befolyásolják. Fontos az egyes töltőanyagok mátrixra gyakorolt hatása, morfológiai szerkezetének megváltoztatása. A befoglaló, és töltőanyag kapcsolatot alapvetően befolyásolja az egyes nanorészecskék fajlagos felülete (4. táblázat).

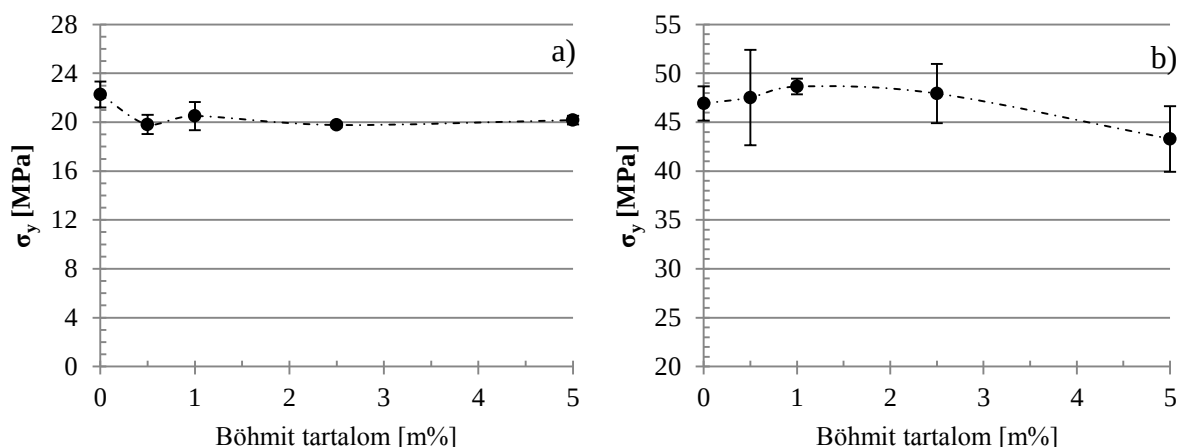
Nanorészecske típusa	Gade H	Disperal P3	Cloisite 30B	Baytubes C 150 P
Fajlagos felület [m^2/g]	80	180	~750	~2500

[4. táblázat]: Az előkísérlet során felhasznált nanorészecskék fajlagos felülete [18, 20-23]

Az előkísérleti eredmények alapján két anyag mutatkozott alkalmasnak a kutatás folytatásához. az egyik a Disperal P3 böhmít, a másik a Cloisite 30B montmorillonit. Mindkét nanorészecske számot tevő erősítést jelentett a PETG mátrixban való jelenléte esetén, ugyanakkor PP befoglaló anyagban nem reagáltak ilyen egyformán. Döntésemet a PP mátrixban mutatott hatás alapján a hoztam meg, ahol a böhmít a folyási feszültséget jelentősen nem befolyásolta, és relatíve kis szórásokat mutatott, ezzel szemben a montmorillonit diszperziója koránt sem volt megfelelő ez esetben, a σ_y és az ϵ_y értékek is csökkenést mutattak jelentős szórás mellett. A böhmít alkalmazását támasztja alá a 4. táblázatban bemutatott csekélyebb fajlagos felülete, ezáltal az anyag morfológiáját kisebb mértékben való befolyásolása.

5.2. Folyási feszültség és rugalmassági modulus meghatározása

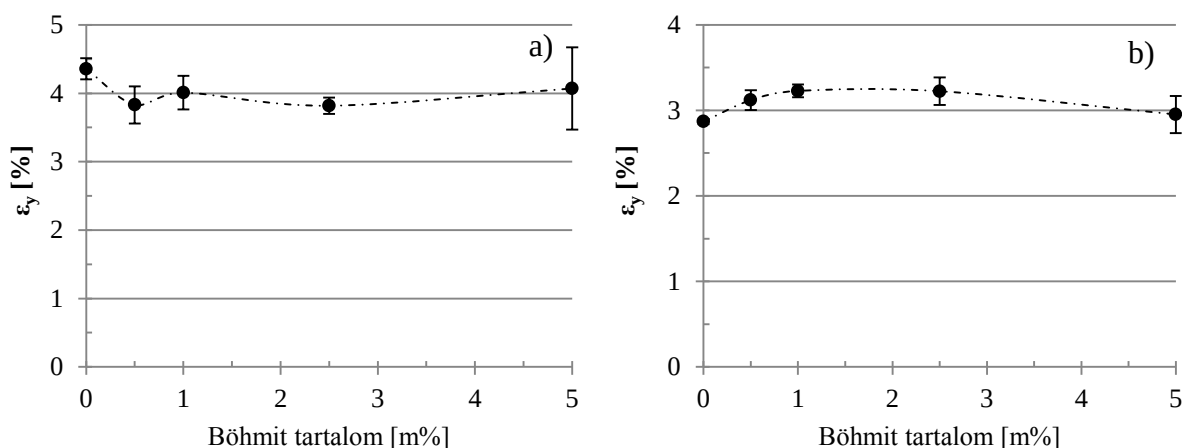
Az előkísérlet során kiválasztott nanorészecskével mindkét befoglalóanyagból többféle töltőanyag tartalom mellett állítottam elő kompozitkokat, majd az ezen anyagokból készített piskóta próbatesteken húzóvizsgálatokat végeztem el. A húzóvizsgálatokból a folyási feszültség (17. ábra), és rugalmassági modulus értékekre is fény derült.



[17. ábra]: A PP alapú (a) és PETG alapú (b) kompozitok folyási feszültsége a töltőanyag függvényében

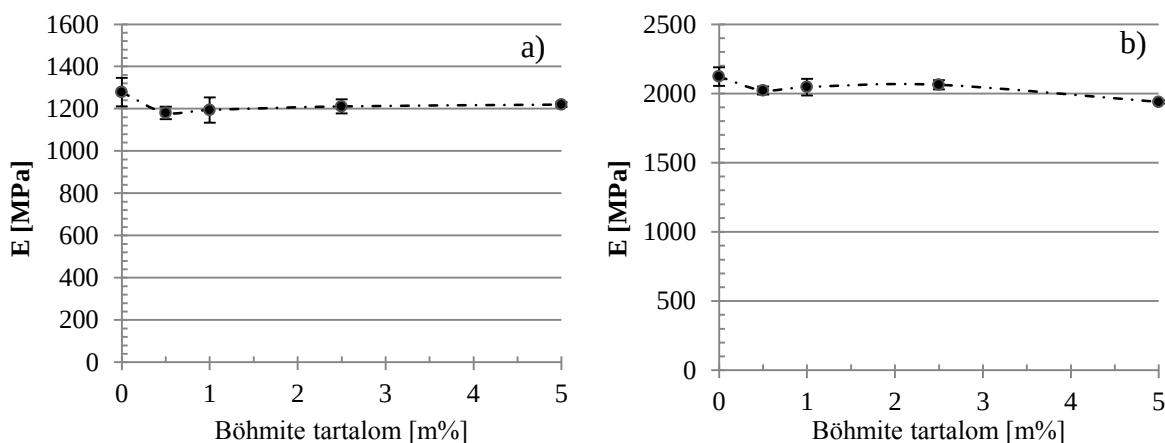
Az előkísérletek során kapott folyási feszültség értékektől való eltérést tapasztaltam, aminek oka az egyes mátrixanyagoknak az előkísérletek préselési fázisában kapott nagyobb hőterheléssel összefüggő degradációjában keresendő (éppen e hatás miatt csökkentettem a préselési időt). A degradáció jelentősebb mértékben mutatkozott meg a PETG mátrix esetében. A PP mátrixban némi tulajdonságromlás következett be, a PETG mátrixban kismértékű erősítés mutatkozott a 2,5 m%-ban töltött anyagig bezárólag.

A folyási feszültséghez tartozó megnyúlási értékek (18. ábra) a töltetlen anyagok esetében az előkísérletekkel megegyező értéket adtak, azonban a töltés hatására nem tapasztaltam olyan nagymértékű nyúlás növekményt. Ennek oka lehet a befoglaló anyagok kisebb mértékű degradációja, lánc-tördelődése, ami nagyobb kapcsolódási felületet biztosíthatott az egyes molekulaláncok, valamint az alkotók között is és nem engedte a polimer láncok korábban tapasztalt nagymértékű egymáson való elcsúszását.



[18. ábra]: A PP mátrixú (a) és a PETG mátrixú (b) anyagok folyási feszültséghez tartozó alakváltozás értékei

Az egyes anyagokhoz tartozó rugalmassági modulus értékek (19. ábra) a vizsgált töltőanyag tartalom esetében a töltetlen rendszerhez képest nem mutattak számottevő változást, ami azt mutatja, hogy a töltőanyag nem befolyásolta jelentős mértékben az anyag morfológiai szerkezetét.



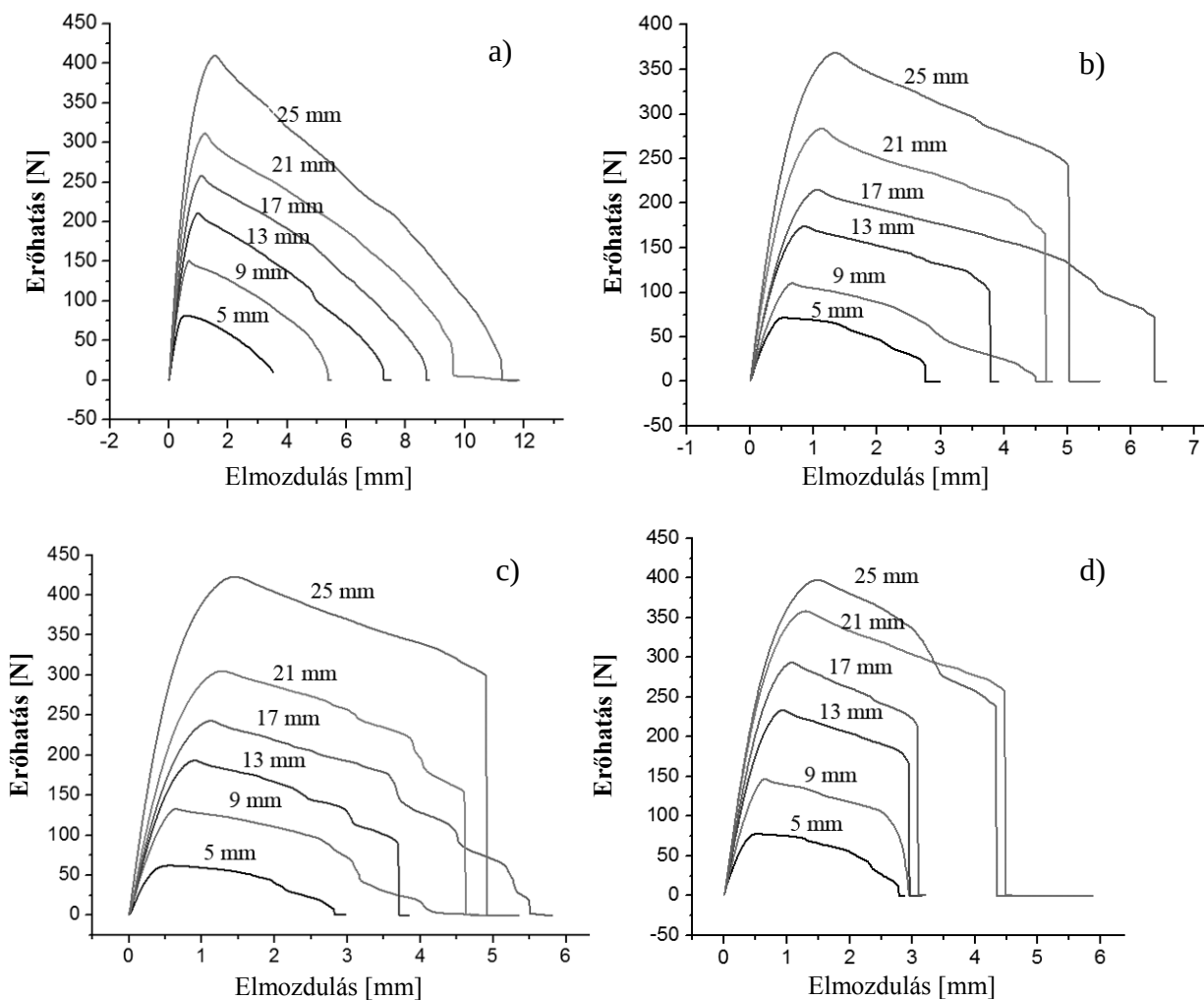
[19. ábra]: A PP mátrixú (a) és a PETG mátrixú (b) anyagok rugalmassági modulus értékei

5.3. Az EWF vizsgálatok primer görbéinek elemzése

A törés lényegi munkája elméletének alkalmazhatósági feltételei közül speciálisan bemetszett próbatesteken elvégzett húzóvizsgálatok során a primer görbék (20. és 21. ábra) hasonlósága első közelítésben a leglátványosabb. A hasonlóság egyértelműen felfedezhető volt a töltetlen rendszer esetében, azonban ez a böhmite részecskék kompozitban való megjelenésével mindkét mátrix esetén a töltés függvényében jelentősen megváltozott. Ahogyan erre az irodalmi áttekintésben is láttunk példát a görbék hasonlóságának megszűnése alapvetően az egyes erő-elmozdulás görbék második szakaszában tapasztalható. A maximális alakváltozás nagy szórást mutatott, valamint hirtelen tönkremenetel volt tapasztalható több alkalommal is. Ez azt jelenti, hogy a w_f értékek valószínűsíthetően nem adnak releváns értékeket a vizsgált anyagokban. Megfigyelhető azonban, hogy a görbealakok első szakasza a maximális erőhatás eléréséig hasonlóságot mutat, azaz a képlékeny törési munkával ellentétben a w_e értékek összehasonlításra és a vizsgálat folytatására minden esetben alkalmasnak látszanak.

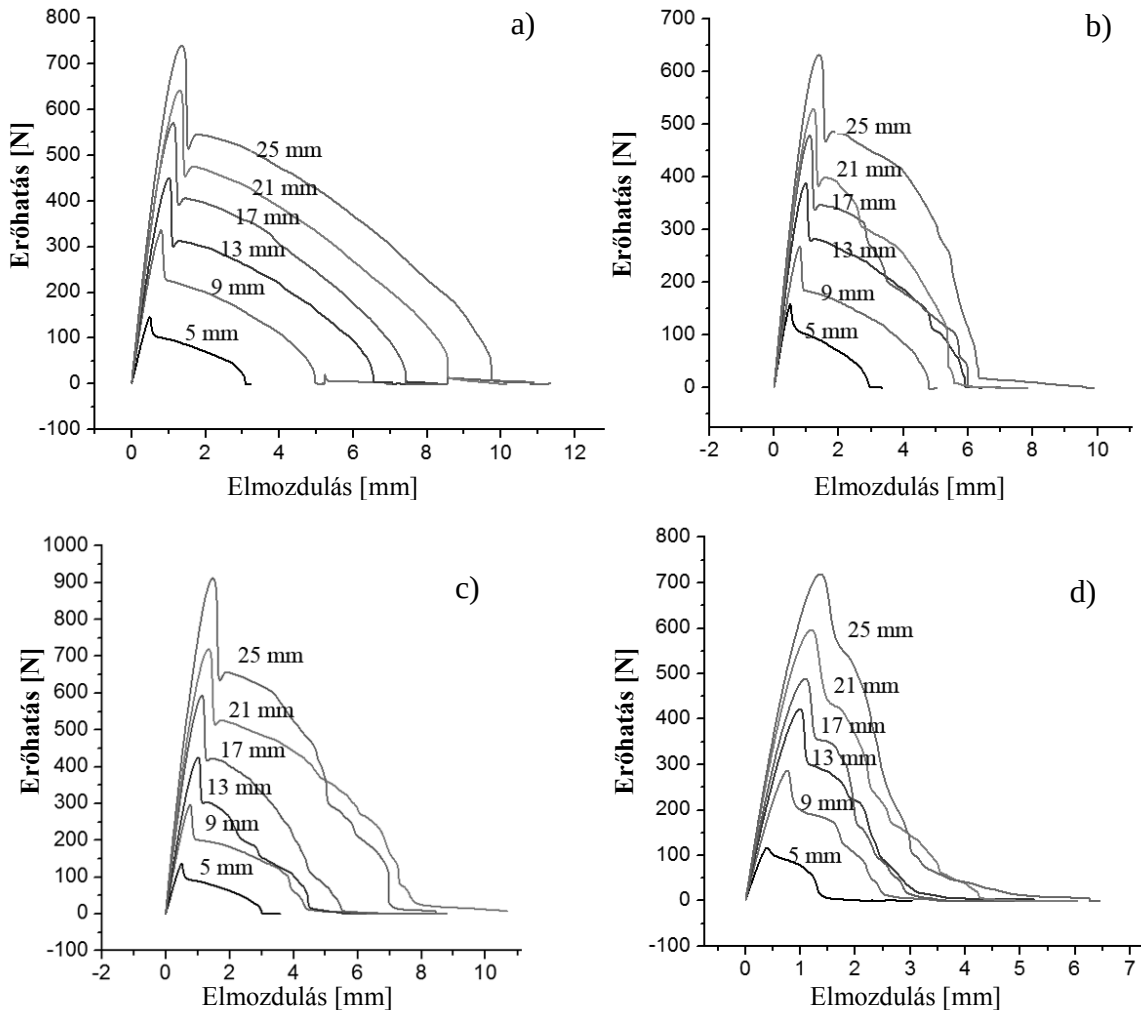
A PP mátrix esetén (20. ábra) a maximális erőhatást övező görbeszakasz esetén azt tapasztaltam, hogy annak csúcossága jelentős mértékben csökkent, tompább görbealak volt a

jellemző nagyobb arányú töltöttség esetén. A hasonlóság elmaradása jellemzően a primer görbék utolsó negyedében jelentkezett.



[20. ábra]: A PP mátrixú töltetlen (a) és töltött rendszerek primer görbéi az EWF vizsgálatok során, 1 m% böhmit (b), 2.5 m% böhmit (c), 5 m% böhmit (d)

A PETG mátrixú rendszer esetében (21. ábra) a görbe első, maximális erőhatáshoz tartozó szakasza megtartotta a töltetlen anyagnál tapasztalt jelleget. Ezen a részen azonban a görbeszakaszok második, képlékeny törési munkához tartozó részén tapasztalt változás, azaz töltetlen rendszerhez viszonyított hasonlótlanóság jelentősebbnek mutatkozott a PP mátrixhoz mérten. Az említett jelenség a görbealakok esetén korábban már az alakváltozási folyamat első harmadában jelentkezett. Ez egyrészt a magas töltöttség esetén az anyagban megjelenő tökéletlen diszperzióval magyarázható, valamint a töltésnek a PETG anyag morfológiai szerkezetére tett nagyobb mértékű befolyásolásával. A primer görbéken jól megfigyelhető, hogy PETG anyag esetén a ligament teljes megfolyása, amelynek regisztrálhatósága jobb modellanyaggá teszi azt az EWF módszer szempontjából.



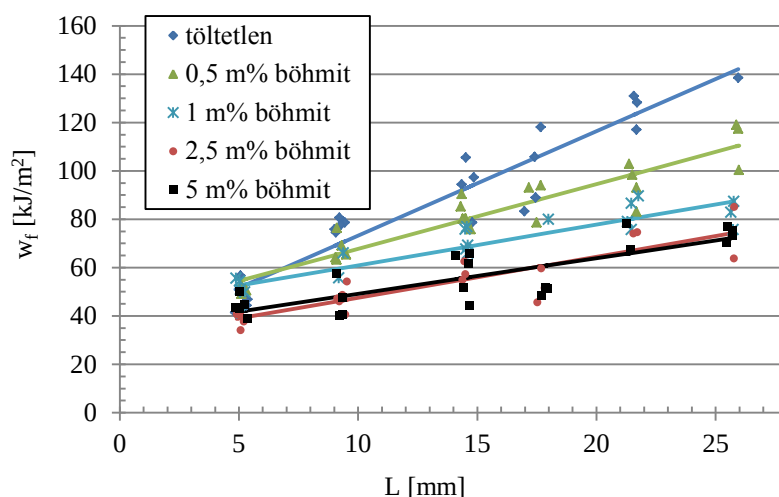
[21. ábra]: A PETG mátrixú töltetlen (a) és töltött rendszerek primer görbéi az EWF vizsgálatok során, 1 m% böhmit (b), 2.5 m% böhmit (c), 5 m% böhmit (d)

5.4. A lineáris regresszió alkalmazása

Az EWF módszer alkalmazhatóságának további feltétele az egyes paraméterek (e_u , w_f) ligamenthossz függvényében mutatott közel lineáris viselkedése. Ezt a linearitást a felvett mérési pontok esetében az illesztett egyenesek 95%-os konfidencia intervallumához tartozó kétszeres szórásmezőn kívül eső pontjainak figyelmen kívül hagyásával ábrázolhatjuk megfelelő módon.

A korábbi szakirodalmi eseteket [7, 14] alapul véve a teljes törési munkát vizsgálva, annak fajlagos lényegi törésmunka összetevője (w_e) képezi az egyes regressziós egyenesek tengelymetszetét, míg az adott próbatest alaki tényezőjének és fajlagos képlékeny törési munkájának szorzata (βw_p) adja annak meredekségét.

A PP befoglaló anyagnál a fajlagos törés lényegi munkája (5. táblázat) 0,5 és 1 m%-os töltöttség esetén a töltetlen rendszerhez képest növekményt mutatott. Ennél magasabb töltöttségi szintnél a w_e értéke csökkent, de a lineáris regresszió korrelációs együtthatója (R^2) ez utóbbi esetekben viszonylag alacsony volt, így az eredmények fenntartással kezelendők. Ezért a primer görbék vizsgálatából kiindulva, ahol a hasonlóság a folyási feszültséggel határolt tartományon belül, a böhmittel való töltetéstől függetlenül jelen volt, kell vizsgálnunk a folyási munka (W_y) (4. ábra), illetve annak fajlagos értéke esetén a mérési pontokon elvégzett regresszió által szolgáltatott egyes paramétereket (w_{ey} és βw_{py}). A w_{ey} megerősíti a teljes törési munkahányadban kapott eredményeket, itt is 0,5- és 1 m%-os töltöttség esetén figyelhető meg fajlagos törés lényegi munkájának kis mértékű növekménye a töltetlen rendszerhez mérten, ugyanakkor az R^2 értékek megfelelő tartományban helyezkednek el. A fajlagosított teljes munkát vizsgálva (22. ábra) már a 0,5-, 1 m% töltőanyag tartalom is jelentős mértékű csökkenést okozott, amely csökkenés a 2,5 m % ban töltött rendszernél megtorpant, és lényegi változást nem mutatott a legnagyobb töltéssel rendelkező rendszernél.

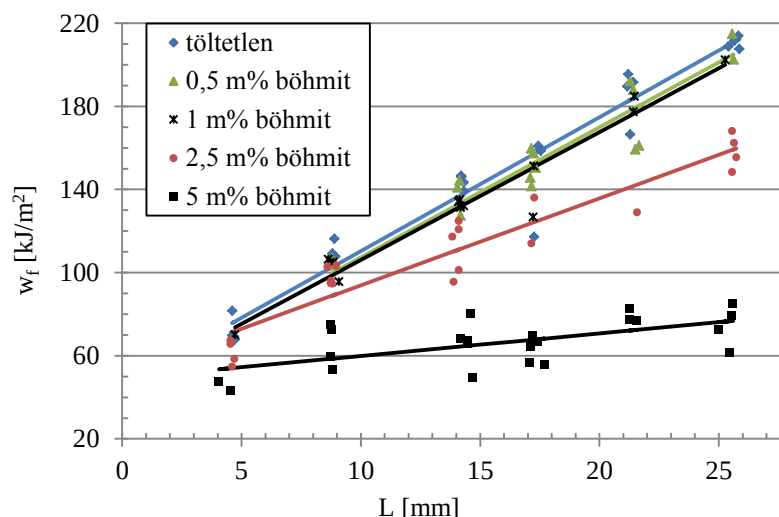


[22. ábra]: A PP mátrixú anyagok teljes fajlagos törési energiája a böhmittel való töltés függvényében

Böhmit [m%]	w_e [kJ/m²]	βw_p [MJ/m³]	R^2 [-]	w_{ey} [kJ/m²]	βw_{py} [MJ/m³]	R^2 [-]
0	30,02	4,32	0,903	2,93	0,75	0,990
0,5	41,10	2,67	0,865	2,97	0,75	0,975
1	44,15	1,68	0,811	2,89	0,71	0,974
2,5	30,52	1,70	0,750	2,60	0,65	0,949
5	34,48	1,47	0,662	2,77	0,66	0,957

[5. táblázat]: A teljes törési munka és a folyási feszültséghez tartozó munka a böhmittel való töltés függvényében PP mátrix esetén

A PETG mátrix esetében mind a w_e mind a w_{ey} értékek az első két töltöttségi szint (0,5-, 1 m%) esetén nem mutattak növekményt, majd nagyobb töltés (2,5-, 5 m%) elérésekor magasabb értékeket kaptam a kiindulóként anyaggal összemérve (6. táblázat). A w_e értékek vizsgálatakor nagyobb böhmit tartalomnál ismét csökkenni kezdett az R^2 értéke, ami az 5 m%-os esetben rendkívül alacsony értéket vett fel, így a kapott eredmények megleltősen nagy bizonytalanságúak, a fajlagos megfolyási munkához kapcsolódó paramétereknél ilyen probléma nem állt elő. A w_{ey} értékek hasonlóságot mutattak az előbb ismertetettekkel, kisebb töltöttség esetén csökkenést tapasztaltam, magasabb töltés esetén a töltetlen rendszert meghaladóak voltak az értékek magas R^2 mellett. A fajlagosított teljes munkát vizsgálva (23. ábra) kis töltöttség mellett nem tapasztaltam lényegi változást, viszont magasabb 2,5-5 m% böhmit tartalom esetén jelentős mértékű csökkenés állt elő.



[23. ábra]: A PETG mátrixú anyagok teljes fajlagos törési energiája a böhmittel való töltés függvényében

Böhmit [m%]	w_e [kJ/m²]	βw_p [MJ/m³]	R^2 [-]	w_{ey} [kJ/m²]	βw_{py} [MJ/m³]	R^2 [-]
0	46,11	6,43	0,948	8,07	1,22	0,951
0,5	44,72	6,26	0,955	8,14	1,12	0,954
1	44,54	6,15	0,947	8,76	1,12	0,955
2,5	52,12	4,18	0,887	8,12	1,05	0,971
5	49,11	1,08	0,335	7,25	0,85	0,957

[6. táblázat]: A teljes törési munka és a folyási feszültséghez tartozó munka a böhmittel való töltés függvényében PETG mátrix esetén

Az elvégezett lineáris regresszió alapján kijelenthető, hogy a vizsgált anyagok tekintetében, a megfelelő kikötéseket megtéve, azaz a megfolyáshoz tartozó intervallumban

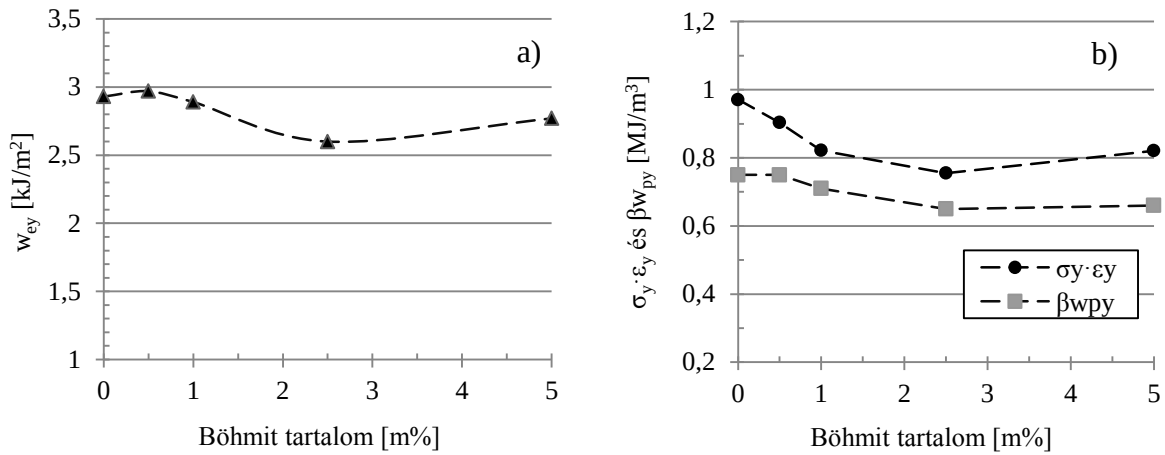
megfigyelt fajlagos munka értékeit tekintve az EWF módszer alkalmasnak mutatkozik a viselkedés leírására.

5.5. A mechanikai tulajdonságok közti korreláció

A fajlagosított megfolyási munka (w_y) és a húzóvizsgálati görbe folyási feszültségig terjedő kezdeti szakaszának területe $\left(\frac{\sigma_y \cdot \varepsilon_y}{2}\right)$ közt korreláció áll fenn, hiszen mindkét esetben a keresztmetszet megfolyásához és az egyes molekulaláncok egymáson való elcsúszásához szükséges energiamennyiség kerül befektetésre. Ezért a vizsgálati módszer nanorészecskékkel töltött polimerek esetén való alkalmazásának jó próbája lehet az említett két paraméter összevetése. Kutatásom következő szakaszában megvizsgáltam a piskóta próbatesteken végzett húzóvizsgálat, valamint az EWF vizsgálatok egyes eredményeit. A húzóvizsgálatok során kapott feszültség és alakváltozás értékek által határolt terület kétszeresével, azaz $(\sigma_y \cdot \varepsilon_y)$ képlet alapján számoltam, mert így minden vizsgált anyagnál egy nagyságrendbe esetek az értékek, ez megkönnyítette azok ábrázolását és összehasonlíthatóságukat is.

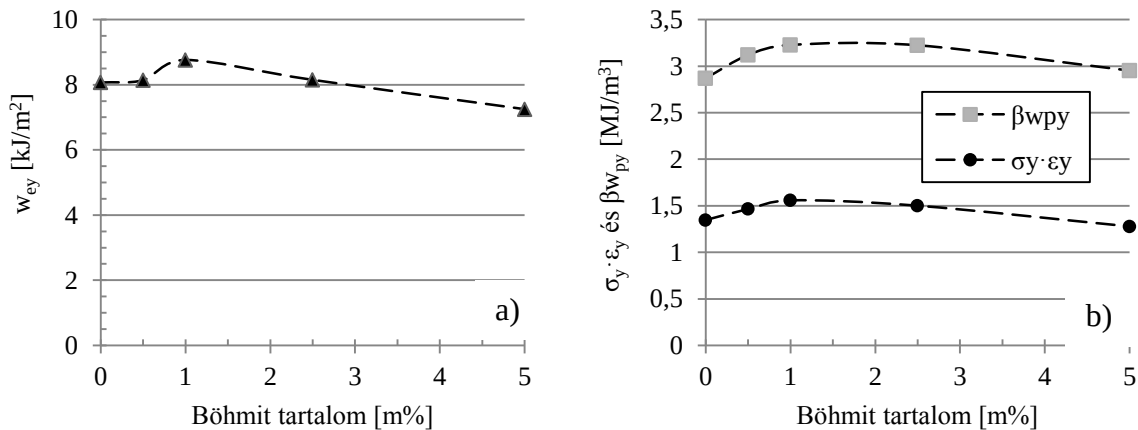
A fajlagos megfolyáshoz szükséges munka két összetevőből épül fel, az egyik a fajlagos megfolyási munka lényegi része (w_{ey}) a másik pedig az alaki tényezővel szorzott megfolyási fajlagos képlékeny törési munka ($\beta \cdot w_{py}$). Az említett paraméterek nem egy dimenzióban vannak, hiszen a w_y kiszámításához a $\beta \cdot w_{py}$ -t még a ligamenthosszal kell beszorozni, ez esetben a szorzást nem tettem meg, így fajlagosítva az értékeket, valamint így egy dimenzióba kerültek a $\sigma_y \cdot \varepsilon_y$ szorzat eredményeivel.

A kevésbé jó modellanyagnak számító PP mátrix esetében (24. ábra) teljes mértékben megfigyelhető volt a hasonlóság, az egyes töltöttségi szintek egymáshoz hasonlóan változtatták meg a vizsgált paramétereket.



[24. ábra]: A PP w_{ey} (a), valamint $\sigma_y \cdot \epsilon_y$ és βw_{py} (b) értékei a töltöttség függvényében

A jobb modellanyagnak számító PETG mátrix esetén (25. ábra) szintén szemmel látható hasonlóság mutatkozott a töltöttségi szint és az egyes értékek közt. A w_{ey} görbe 0,5 m%-hoz tartozó pontja esetében kis kiugrás észlelhető, de ez nem változtat az összképen, hiszen a w_{ey} valamint a βw_{py} L paraméterrel szorzott értékeinek összege így is nagymértékű hasonlóságot mutat a húzógörbe paramétereinek szorzatával.



[25. ábra]: A PETG w_{ey} (a), valamint $\sigma_y \cdot \epsilon_y$ és βw_{py} (b) értékei a töltöttség függvényében

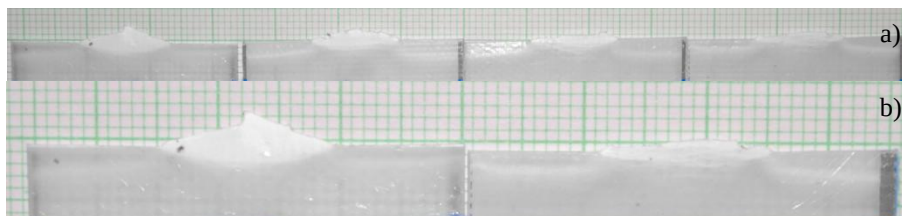
Az egyes vizsgálati eredmények összevetése után elmondható, hogy az EWF módszer által szolgáltatott paraméterek a várakozások szerint viselkedtek, a várt hasonlóságok megmutatkoztak nanotöltöttség esetén is, így újabb kritériumnak felelt meg a módszer.

5.6. Makroszkopikus és mikroszkópos vizsgálatok

Az EWF módszer kritériumai közt szereplő teljes ligamenthosszat érintő megfolyás, és a képlékeny zónában történő stabil repedésterjedés optikailag ellenőrizhető az elszakított

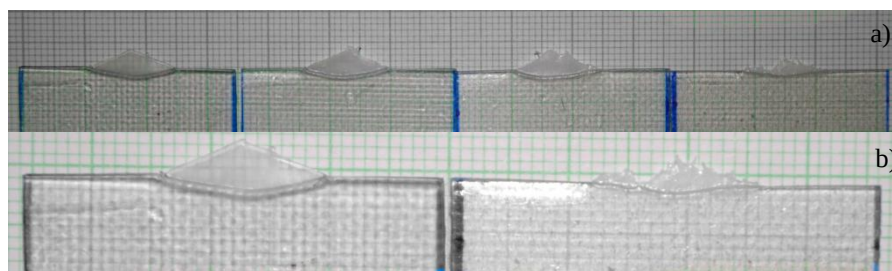
próbatestekről készült makroszkopikus felvételek összehasonlításával. Ez a vizsgálat választ adhat a törés lényegi munkája elvének alkalmazása során kapott fajlagos munka eredményekre is.

A PP mátrixú próbatestekről készült felvételek (26. ábra) egyértelműen alátámasztják az EWF vizsgálat által kapott értékeket, miszerint a görbesztválasztás nélküli esetben a teljes törési munkát vizsgálva a metódus nem alkalmazható erre az anyagra. A töltetlen anyag esetében a stabil repedésterjedést igazolja a csúcsos háromszög alakú képlékeny zóna-fél, ugyanakkor a töltött anyagok esetében a töltöttség függvényében egyre ridegebb tönkremenetel látszik, nem ment végbe egyik esetben sem a ligamenthossz teljes megfolyása a legnagyobb mértékben töltött rendszer esetén pedig egyenesen rideg törésről beszélhetünk.



[25. ábra]: A PP mátrixú anyag elszakított DEN-T próbaestjei balról kezdve sorban 0-, 1-, 2,5-,5 m% bőhmit töltéssel (a), a töltetlen és az 5 m%-ban töltött anyagból készült próbatestek (b)

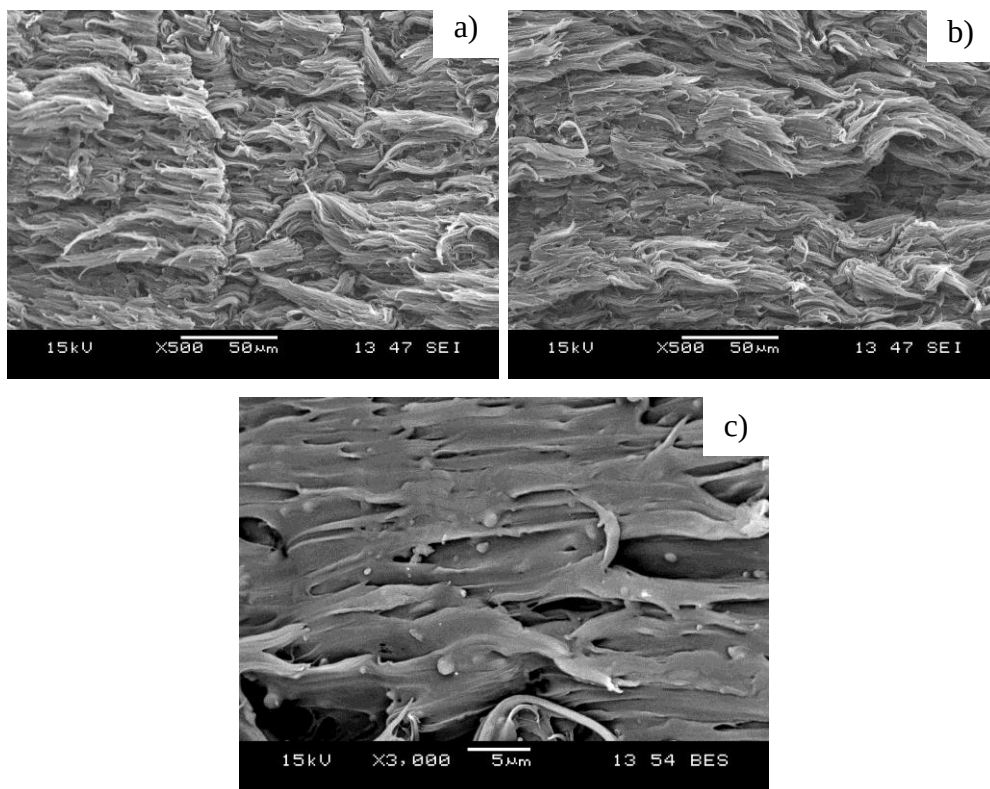
A PETG mátrixú anyagokról készített felvételek (27. ábra) szabályos képlékeny zónát mutatnak a töltetlen rendszer és 0,5- valamint 1 m% töltési esetén, a ligamnet teljes hosszában megfolyt e próbatesteknél. Ez az eredmény alátámasztja a primer görbék valamint a lineáris regresszió korrelációs együtthatója által mutatottakat, miszerint az EWF metódus a görbesztbontás nélküli esetben w_f -et vizsgálva 1 m%-os töltöttségig alkalmazható erre a befoglaló anyagra.



[25. ábra]: A PETG mátrixú anyag elszakított DEN-T próbaestjei balról kezdve sorban 0-, 1-, 2,5-,5 m% bőhmit töltéssel (a), a töltetlen és az 5 m%-ban töltött anyagból készült próbatestek (b)

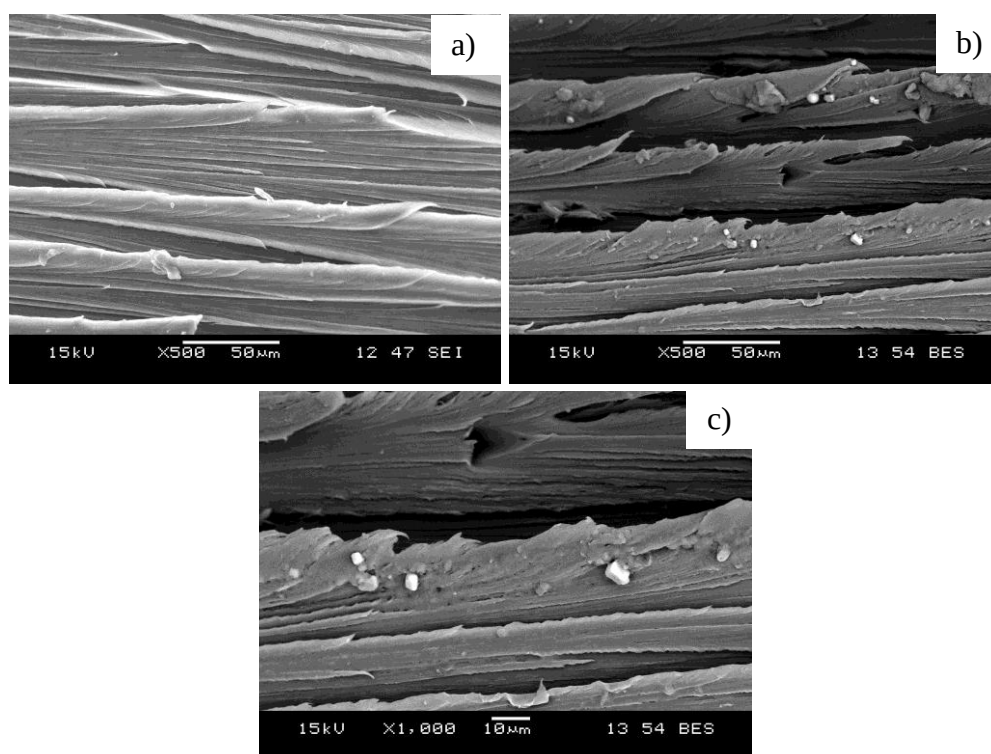
A vizsgált anyagok nano mérettartományba eső részecskékkal való töltése esetén célszerű meggyőződni az egyes mechanikai tulajdonság-változások okairól, könnyedén vizualizálható vizsgálatok révén. A töltőanyag diszperziójáról jó képet adhat egy megfelelő nagyítású elektronmikroszkópos felvétel, amely egyszerre információt szolgáltat a töltőanyag részecskénagyságáról és eloszlásáról a befoglaló anyagban. Mindkét anyag esetében az 1 m% töltésű rendszer került megvizsgálásra, ez a töltöttségi szint volt ahol jellemzően egyik anyag sem szolgáltatott görbeszétválasztás nélküli esetben kritériumoknak megfelelő eredményeket.

A böhmít töltésű PP anyag esetén az elektronmikroszkópos felvételek (28. ábra) az 500 szoros nagyítás esetén nem tárnak fel különösebb okot a rendszer viselkedésére, ugyanakkor nagyobb nagyítás alkalmazásakor az elméletileg nano mérettartományba eső töltőanyag mikrométer méretű agglomerátumai felfedezhetők, amelyek eloszlása kielégítő ugyan, de mérettartománya egy nagyságrenddel a töltőanyag méretei felett áll. Az említett méretnek és eloszlásnak tudható be az, hogy az anyag duktilitásán nem változtatott különösebb mértékben, folyási feszültségi-, valamint az ehhez tartozó nyúlási-, és a rugalmassági modulus értékeken töltetlen rendszerhez viszonyítva.



[28. ábra]: A töltetlen PP (a) és az 1 m% böhmít töltésű PP (b, c) SEM felvételei

A böhmit töltésű PETG anyagról készített elektronmikroszkópiás felvételek (29. ábra) szerint szintén nem történt lényeges változás az anyag duktilitásában. Az eloszlás és a részecskeméret hasonló értékeket mutatott, mint az előző anyag esetében. Itt is jelen voltak a töltőanyag kiinduló méretétől egy nagyságrenddel nagyobb méretű egységek, de eloszlásuk elfogadhatónak látszik. Mindezeket egybevetve az EWF módszer görbeszétválasztás nélkül való alkalmazhatóságának magasabb töltöttségre való kitolódása nem a jobb diszperzió, csupán az adott anyagnak az EWF metódus alapfeltevéseit nézve az ideálist jobban modellező mivoltának tudható be.



[29. ábra]: A töltetlen PETG (a) és az 1 m% böhmit töltésű PETG (b, c) SEM felvételei

A makro- és mikroszkopikus vizsgálatok olyan eredményt szolgáltatottak, amelyek alátámasztják ez egyes anyagok eddigiekben tapasztalt viselkedését, mind a húzó vizsgálatok mind az EWF vizsgálatok terén. Fény derült a töltőanyagban keletkezett aggregátum szétválasztási nehézségeire, ugyanakkor azt is láthattuk, hogy a vártnál nagyobb méretű részecskék viszonylag homogén eloszlást mutattak az alapanyagokban, ezzel nem rontották a mechanikai tulajdonságokat. Az előállított anyagok ezért nem tekinthetők hagyományos értelemben vett kompozitnak inkább töltött rendszernek, amelyben mikro mérettartományú részecske-aggregátumok és nano méretű részecskék is helyet kaptak. A lényegi törésmunka elvének kritériumainak való megfelelés, vagy adott esetben meg nem felelés is alátámasztást nyert a bemutatott makro felvételek alapján.

6. Összefoglalás

Kutatásom során kétféle anyag, egy részben kristályos polipropilén és egy amorf polietilén tereftalát glikol esetén hajtottam végre különböző nanorészecskékkel való töltést. Céloom annak megállapítása volt, hogy alkalmazható-e a törés lényegi munkájának az elve nanorészecskékkel töltött polimerek esetén. A felhasznált nanorészecskék böhmit, grafén, montmorillonit, és szén nanocső voltak. A részecskék közül piskóta próbatesteken elvégzett húzóvizsgálat, és morfológiai jellemzők alapján választottam ki azt, amelyet felhasználva elvégeztem a lényegi törésmunkával kapcsolatos vizsgálatokat. Az egyes részecskék nem mutattak egyértelmű erősítő hatást a befoglaló anyagban, ezért a legkisebb szórásokat és egyenetlenségeket mutató töltőanyag került kiválasztásra, amely a böhmit volt.

Munkám második fázisában a PP és a PETG anyagok különböző mértékű töltését hajtottam végre böhmittel, majd e töltött rendszereken szakító, és EWF módszernek megfelelő mechanikai vizsgálatokat végeztem el. Az EWF vizsgálatok során első lépésben a kapott primer erő-elmozdulás görbéket vizsgáltam, amelyek töltés hatására nem mutattak hasonlóságot, így a teljes görbeszakasz alkalmazása nem felelt meg a módszer kritériumainak. A görbét szétbontva, a maximális erőhatáshoz tartozó elmozdulásig tekintve azt a szükséges hasonlóság megmaradt, így ez a terület alkalmazható a törés lényegi munkája módszerének elvégzésére nanotöltés esetén.

A továbbiakban az EWF vizsgálatok által szolgáltatott fajlagos lényegi törésmunka és képlékeny törési munka értékeket vizsgáltam a különböző ligamenthosszak, azaz eltérő terhelt felülettel rendelkező próbatestek esetén. A kapott mérési pontokra lineáris regressziós egyenest illesztettem. A töltés mértékének emelésével a kapott eredményekhez tartozó korrelációs együttható értéke jelentősen csökkent a töltetlen rendszerhez mérten, így az értékek bizonytalansága megnőtt, elvesztette használhatóságát az EWF módszer keretein belül. Más volt a helyzet a folyási feszültségekhez tartozó fajlagos munka értékekkel, ezek hasonlóságot mutattak az imént említett értékekkel, ugyanakkor korrelációs együttható értékeik megfelelő tartományba estek, így újabb kritérium került a teljesítettek közé.

Eztán az egyes fajlagos munka összetevőket hasonlítottam a piskóta próbatesteken végzett húzóvizsgálati eredményekhez. Itt a folyási feszültség és a hozzá tartozó alakváltozás értékek által meghatározott terület által definiált munkát hasonlítottam össze a fajlagos lényegi- és képlékeny törési munkákkal. A hasonlóság újabb bizonyíték a módszer nanotöltés

esetén való alkalmazhatóságára, és ez a görbeszétválasztáson átesett paramétereknél a folyási feszültségig vizsgált fajlagos munka értékeknél elő is állt.

Az egyes törési és mechanikai tulajdonságokat makro-, és mikroszkopikus képalkotó módszerekkel szándékoztam alátámasztani. A makroszkopikus felvételek megerősítették azt, hogy magasabb töltöttségi szinteken a teljes tönkremeneteli folyamathoz tartozó törési munka értékek nem használhatóak, hiszen a képlékeny alakváltozási zónák a töltöttség függvényében egyre csökkenő mértékben mutattak stabil repedésterjedést, és teljes keresztmetszetben való megfolyást. A pásztázó elektronmikroszkóppal készült felvételek tanulmányozása alapján megállapíthatjuk, hogy befoglaló-anyagokban mikro és nanorészecskék egyaránt megtalálhatóak, és az anyagok duktilitása számot tevő mértékben nem változott.

Végkövetkeztetésként elmondható, hogy a törés lényegi munkájának elve alkalmazható a nano méretű részecskékkel töltött anyagok esetén, azonban csak a primer görbék első, folyási feszültség értékeivel bezáruló szakaszát lehet felhasználnunk a kiértékelés folyamán, hiszen ez ad megfelelő értékeket az töltött rendszerek törésmechanikai tulajdonságairól ez esetben.

7. Irodalomjegyzék

- [1] H. Blumenauer, G. Pusch: Műszaki törésmechanika, Műszaki könyvkiadó, Budapest, (1987).
- [2] T. Bárány: A termoplasztikus poliészterek öregedésének meghatározása lényegi törésmunka módszerrel, PhD értekezés, BME (2004).
- [3] A.B. Martinez, J. Gamez-Perez, M. Sanchez-Soto, J.I. Velasco, O.O. Santana, M. Ll MasPOCH: The essential work of fracture (EWF) method – Analyzing the Post-Yielding Fracture Mechanics of polymers, *Engineering Failure Analysis* **16** 2604–2617 (2009).
- [4] T. Bárány, T. Czigány, J. Karger-Kocsis: Application of the essential work of fracture (EWF) concept for polymers, related blends and composites: A review, *Progress in Polymer Science* **35** 1257–1287 (2010).
- [5] D. Ferrer-Balas, M. Ll. MasPOCH. A. B. Martinez, O. O. Sanchez-Soto: Influence of annealing on the microstructural, tensile and fracture properties of polypropylene films, *Polymer* **42** 1697-1705 (2001).
- [6] F. Tuba: Fracture toughness -microstructure relationships in biodegradable medical polymers, PhD értekezés, BME (2012),
- [7] J.G. Williams, M. Rink: The standardisation of the EWF test, *Engineering Fracture Mechanics* **74** 1009–1017 (2007).
- [8] G. Gong, B. H. Xie, W. Yang, Z. M. Li, W.-G. Zhang, M. B. Yang: Essential work of fracture (EWF) analysis for polypropylene grafted with maleic anhydride modified polypropylene/calcium carbonate composites, *Polymer Testing* **24** 410–417 (2005).
- [9] J. Karger-Kocsis, T. Czigány, E. J. Moskala: Deformation rate dependence of the essential and non-essential work of fracture parameters in an amorphous copolyester, *Polymer* **39** 3939-3944 (1998).
- [10] J. Karger-Kocsis, T. Czigány, E. J. Moskala: Thickness dependence of work of fracture parameters of an amorphous copolyester, *Polymer* **38** 4587-4593 (1997).
- [11] S. Hashemi: Work of fracture of PBT/PC blend: Effect of specimen size, geometry and rate of testing, *Polymer Engineering and Science* **37** 912-921 (1997).
- [12] F. Tuba, L. Oláh, P. Nagy: Characterization of reactively compatibilized poly(D,L-lactide)/poly(e-caprolactone) biodegradable blends by essential work of fracture method, *Engineering Fracture Mechanics* **78** 3123–3133 (2011).
- [13] D. Arenco, J.I. Velasco, V. Realinho, M. Antunes, M.Ll. MasPOCH: Essential work of fracture analysis of glass microsphere-filled polypropylene and polypropylene/poly(ethylene terephthalate co-isophthalate) blend-matrix composites, *Polymer Testing* **26** 761–769 (2007).
- [14] M. N. Bureau, M. T. Ton-That, F. Perrin-Sarazin: Essential work of fracture and failure mechanisms of polypropylene–clay nanocomposites, *Engineering Fracture Mechanics* **73** 2360–2374 (2006).

- [15] A. Dorigato, A. Pegoretti: Fracture behaviour of linear low density polyethylene – fumed silica nanocomposites, *Engineering Fracture Mechanics* 79 213–224 (2012).
- [16] http://www.tvk.hu/hu/termekek/pp_polypropylene/ (2012 10. 18.)
- [17] <http://www.eastman.com/Products/Pages/Polymers.aspx> (2012 10. 18.)
- [18] http://www.scprod.com/product_bulletins/PB%20Cloisite%2030B.pdf (2012 10. 23.)
- [19] A. R. Ramadan, A. M.K. Esawi, A. A. Gawad: Effect of ball milling on the structure of Na⁺-montmorillonite and organo-montmorillonite (Cloisite30B), *Applied Clay Science* 47 3–4 196–202 (2010).
- [20] http://www.sasolgermany.de/fileadmin/doc/alumina/DISPERAL-DISPAL.GB_04.pdf (2012 10. 23.)
- [21] <http://www.nanoclay.com/faqs.asp> (2012 10. 23.)
- [22] http://www.baytubes.com/product_production/baytubes_data.html (2012 10. 23.)
- [23] <http://www.xgsciences.com/aboutxgnp.html> (2012 10. 23.)

8. Mellékletek

Melléklet a 15 és 16. ábrához

Anyag	Töltőanyag (1m%)	Sorsz.	l0 (mm)	a0 (mm)	b0 (mm)	zFmax (mm)	Fmax (N)	σ_y (MPa)	ϵ_y (%)	σ_{yatl} (MPa)	szórás σ_y (MPa)	ϵ_{yatl} (%)	szórás ϵ_y (%)
PP	-	1	80	0,65	10,52	4,81	121,87	17,82	6,01	19,33	2,34	4,93	1,47
PP	-	2	80	0,69	10,45	1,90	114,83	15,93	2,38				
PP	-	3	80	0,69	10,47	4,58	151,37	20,95	5,73				
PP	-	4	80	0,69	10,43	4,02	150,58	20,92	5,03				
PP	-	5	80	0,67	10,35	4,42	145,69	21,01	5,53				
PP	Böhmít	1	80	0,69	10,45	5,00	142,93	19,82	6,25	19,95	0,28	6,52	0,65
PP	Böhmít	2	80	0,67	10,51	5,55	139,18	19,77	6,94				
PP	Böhmít	3	80	0,72	10,39	5,84	147,95	19,78	7,30				
PP	Böhmít	4	80	0,66	10,54	4,48	142,14	20,43	5,60				
PP	Böhmít	5	80	0,74	10,50	5,21	154,96	19,94	6,51				
PP	CNT	1	80	0,74	10,26	4,14	164,87	21,72	5,18	21,33	0,43	4,85	0,28
PP	CNT	2	80	0,71	10,31	4,04	154,77	21,14	5,05				
PP	CNT	3	80	0,72	10,50	3,78	164,43	21,75	4,73				
PP	CNT	4	80	0,65	10,43	3,87	140,42	20,71	4,84				
PP	CNT	5	80	0,68	10,39	3,57	150,59	21,31	4,46				
PP	Grafén	1	80	0,72	10,31	3,84	141,99	19,13	4,80	20,59	1,20	5,09	0,34
PP	Grafén	2	80	0,76	10,33	4,02	155,67	19,83	5,03				
PP	Grafén	3	80	0,63	10,34	3,80	136,09	20,89	4,75				
PP	Grafén	4	80	0,69	10,32	4,32	148,20	20,81	5,40				
PP	Grafén	5	80	0,68	10,31	4,39	156,26	22,29	5,49				
PP	MMT	1	80	0,73	10,46	1,91	113,39	14,85	2,39	16,98	2,08	3,88	1,36
PP	MMT	2	80	0,70	10,41	4,88	148,19	20,34	6,10				
PP	MMT	3	80	0,65	10,29	2,80	108,03	16,15	3,50				
PP	MMT	4	80	0,71	10,68	2,82	122,46	16,15	3,53				
PP	MMT	5	80	0,75	10,58	3,12	138,19	17,42	3,90				

Melléklet a 15. és 16. ábrához

Anyag	Töltőanyag (1m%)	Sorsz.	l0 (mm)	a0 (mm)	b0 (mm)	zFmax (mm)	Fmax (N)	σ_y (MPa)	ϵ_y (%)	σ_{yatl} (MPa)	szórás σ_y (MPa)	ϵ_{yatl} (%)	szórás ϵ_y (%)
PETG	-	1	80	0,66	10,32	2,35	170,50	25,03	2,94	25,72	1,43	2,51	0,40
PETG	-	2	80	0,59	10,26	1,99	157,18	25,97	2,49				
PETG	-	3	80	0,55	10,31	1,51	137,66	24,28	1,89				
PETG	-	4	80	0,62	10,36	1,99	180,04	28,03	2,49				
PETG	-	5	80	0,59	10,43	2,21	155,62	25,29	2,76				
PETG	Böhmít	1	80	0,65	10,35	3,55	297,88	44,28	4,44	35,69	6,39	3,80	0,65
PETG	Böhmít	2	80	0,68	10,41	3,61	218,71	30,90	4,51				
PETG	Böhmít	3	80	0,61	10,31	2,69	241,48	38,40	3,36				
PETG	Böhmít	4	80	0,51	10,16	2,87	190,64	36,79	3,59				
PETG	Böhmít	5	80	0,80	10,53	2,46	236,42	28,07	3,08				
PETG	CNT	1	80	0,72	10,43	2,59	250,91	33,41	3,24	33,58	3,45	3,37	0,50
PETG	CNT	2	80	0,69	10,38	2,45	208,29	29,08	3,06				
PETG	CNT	3	80	0,58	10,39	3,40	232,11	38,52	4,25				
PETG	CNT	4	80	0,61	10,34	2,58	218,68	34,67	3,23				
PETG	CNT	5	80	0,65	10,33	2,47	216,39	32,23	3,09				
PETG	Grafén	1	80	0,66	10,33	2,97	238,63	35,00	3,71	31,96	5,99	3,08	0,60
PETG	Grafén	2	80	0,54	10,34	2,97	226,50	40,57	3,71				
PETG	Grafén	3	80	0,54	10,38	1,97	170,92	30,49	2,46				
PETG	Grafén	4	80	0,65	10,52	2,28	171,87	25,13	2,85				
PETG	Grafén	5	80	0,60	10,39	2,12	178,32	28,60	2,65				
PETG	MMT	1	80	0,68	10,38	3,09	255,51	36,20	3,86	39,09	2,48	4,44	0,50
PETG	MMT	2	80	0,58	10,44	3,94	224,17	37,02	4,93				
PETG	MMT	3	80	0,58	10,37	3,76	235,72	39,19	4,70				
PETG	MMT	4	80	0,56	10,43	3,82	243,01	41,61	4,78				
PETG	MMT	5	80	0,65	10,35	3,14	278,87	41,45	3,93				

Melléklet a 17. és 18. ábrához

Anyag	Töltés [m%]	Sorszám	l_0 [mm]	a_0 [mm]	b_0 [mm]	F_v [N]	σ_v [MPa]	$\sigma_{v\text{ átlag}}$ [MPa]	szórás [MPa]	ε_{vL} [%]	$\varepsilon_{v\text{ átl}}$ [%]	szórás [%]
PP	PP	1	50	0,66	5,23	73,70	21,35	22,28	1,06	4,2900	4,3580	0,15
		2	50	0,53	5,17	65,24	23,81			4,27		
		3	50	0,63	5,10	73,67	22,93			4,19		
		4	50	0,67	5,16	75,54	21,85			4,52		
		5	50	0,56	5,18	62,20	21,44			4,52		
	PP+0,5 m% böhmit	1	50	0,69	5,26	68,91	18,99	19,81	0,79	7,48	4,5600	1,65
		2	50	0,64	5,10	67,65	20,73			3,77		
		3	50	0,73	5,26	74,08	19,29			4,23		
		4	50	0,54	5,29	58,77	20,57			3,69		
		5	50	0,64	5,17	64,50	19,49			3,63		
	PP+1 m% böhmit	1	50	0,58	5,20	63,50	21,05	20,51	1,16	4,36	4,0080	0,25
		2	50	0,64	5,18	65,38	19,72			3,89		
		3	50	0,54	5,18	62,03	22,18			4,15		
		4	50	0,64	5,22	64,22	19,22			3,90		
		5	50	0,59	5,22	62,70	20,36			3,74		
	PP+2,5 m% böhmit	1	50	0,66	5,17	68,35	20,03	19,77	0,19	3,86	3,8180	0,12
		2	50	0,67	5,20	69,26	19,88			3,75		
		3	50	0,67	5,25	69,39	19,73			3,74		
		4	50	0,67	5,19	67,89	19,52			3,73		
		5	50	0,63	5,20	64,56	19,71			4,01		
	PP+5 m% böhmit	1	50	0,54	5,24	56,82	20,08	20,17	0,37	3,88	4,0700	0,60
		2	50	0,54	5,23	56,49	20,00			5,07		
		3	50	0,47	5,23	48,82	19,86			3,53		
		4	50	0,46	5,23	48,41	20,12			3,73		
		5	50	0,61	5,15	65,35	20,80			4,14		

Melléklet a 17. és 18. ábrához

Anyag	Töltés [m%]	Sorszám	a_0 [mm]	b_0 [mm]	F_v [N]	σ_v [MPa]	σ_v átlag [MPa]	py szórás [MPa]	ε_v [%]	$\varepsilon_{v\text{ átl}}$ [%]	szórás [%]
PETG	PETG	1	0,46	5,15	117,31	49,52	47,37	1,74	2,87	2,8700	0,02
		2	0,48	5,12	110,58	45,00			2,84		
		3	0,5	4,98	120,65	48,45			2,87		
		4	0,51	5,23	124,14	46,54					
		5	0,49	5,05	117,09	47,32			2,90		
	PETG+0,5m% böhmit	1	0,51	5,15	142,62	54,30	47,52	4,89	3,05	3,0760	0,08
		2	0,6	5,02	131,36	43,61			3,02		
		3	0,58	5,22	127,75	42,20			3,00		
		4	0,53	5,06	134	49,97			3,20		
		5	0,5	5,13	121,87	47,51			3,11		
	PETG+1m% böhmit	1	0,59	5,21	150,17	48,85	49,15	1,31	3,14	3,2020	0,05
		2	0,61	5,17	156,33	49,57			3,19		
		3	0,66	5,21	163,79	47,63			3,19		
		4	0,65	5,1	160,93	48,55			3,28		
		5	0,62	5,06	160,41	51,13			3,21		
	PETG+2,5m% böhmit	1	0,52	5,09	137,82	52,07	47,94	3,02	3,21	3,1300	0,05
		2	0,62	5,05	141,41	45,16			3,08		
		3	0,64	5,02	155,69	48,46			3,15		
		4	0,6	5,11	137,36	44,80			3,11		
		5	0,64	5,05	158,96	49,18			3,10		
	PETG+5m% böhmit	1	0,57	5,06	127,32	44,14	43,29	3,36	2,58	2,9520	0,22
		2	0,75	5,06	167,61	44,17			3,10		
		3	0,66	5,04	134,54	40,45			2,98		
		4	0,56	5,13	138,01	48,04			2,99		
		5	0,79	5,04	157,98	39,68			3,11		

Melléklet a 19. ábrához

Anyag	Töltés [m%]	Sorszám	L_0 [mm]	a_0 [mm]	b_0 [mm]	l_0 [mm]	F_0 [N]	l_1 [mm]	F_1 [N]	$\Delta\epsilon$ [mm]	$\Delta\sigma$ [MPa]	E_0 [MPa]	E_{allag} [MPa]	$E_{szorítás}$ [MPa]
PP	0	1	50	0,66	5,23	0,0605	4,546	0,254	20,779	0,004	4,7027638	1214,39	1278,52	67,89
		2	50	0,53	5,17	0,0098	0,852	0,244	18,382	0,005	6,3975165	1367,77		
		3	50	0,63	5,10	0,0100144	0,716803	0,22374	18,841	0,004	5,6409577	1319,67		
		4	50	0,67	5,16	0,0296757	1,7347	0,242173	19,517	0,004	5,1435555	1210,26		
		5	50	0,56	5,18	0,019839	1,57181	0,101137	7,61144	0,002	2,0820567	1280,51		
	0,5	1	50	0,69	5,26	0,0194763	1,08194	0,253383	20,9612	0,005	5,4772855	1170,83	1180,40	29,23
		2	50	0,64	5,10	0,0404872	2,16807	0,224248	16,5997	0,004	4,4214553	1203,05		
		3	50	0,73	5,26	0,0295175	2,23703	0,211845	18,1493	0,004	4,1440361	1136,43		
		4	50	0,54	5,29	0,0397129	1,98365	0,233421	15,375	0,004	4,6878632	1210,03		
		5	50	0,64	5,17	0,0201355	1,16787	0,192639	14,6572	0,003	4,0768043	1181,66		
	1	1	50	0,58	5,20	0,0095683	0,555423	0,181908	12,892	0,003	4,090377	1186,72	1194,02	59,63
		2	50	0,64	5,18	0,039543	2,00997	0,263461	19,0573	0,004	5,1421724	1148,23		
		3	50	0,54	5,18	0,0404475	2,90406	0,20284	14,6326	0,003	4,1929572	1290,99		
		4	50	0,64	5,22	0,0097124	0,586946	0,212549	16,0759	0,004	4,6363009	1142,87		
		5	50	0,59	5,22	0,0306742	1,74093	0,193025	13,7543	0,003	3,9006981	1201,32		
	2,5	1	50	0,66	5,17	0,0300845	2,28082	0,182243	15,1246	0,003	3,764076	1236,89	1211,23	32,91
		2	50	0,67	5,20	0,0502417	3,39881	0,202973	15,9272	0,003	3,5959788	1177,22		
		3	50	0,67	5,25	0,0200498	1,5686	0,13205	11,4384	0,002	2,8059133	1252,64		
		4	50	0,67	5,19	0,0495676	3,49665	0,192638	15,4963	0,003	3,4508527	1206,00		
		5	50	0,63	5,20	0,0507559	3,18957	0,213803	15,8317	0,003	3,859014	1183,40		
	5	1	50	0,54	5,24	0,0203038	1,47041	0,142374	9,98976	0,002	3,0107966	1233,22	1219,59	11,12
		2	50	0,54	5,23	0,0903791	3,9278	0,23349	13,7349	0,003	3,4725232	1213,23		
		3	50	0,47	5,23	0,111268	4,18824	0,254134	12,7731	0,003	3,4924779	1222,29		
		4	50	0,46	5,23	0,0803206	2,91554	0,253602	12,9568	0,003	4,1737171	1204,33		
		5	50	0,61	5,15	0,0299513	1,96997	0,202373	15,2393	0,003	4,2238835	1224,87		

Melléklet a 19. ábrához

Anyag	Töltés [m%]	Sorszám	L_0 [mm]	a_0 [mm]	b_0 [mm]	F_0 [N]	l_0 [mm]	F_1 [N]	l_1 [mm]	$\Delta\epsilon$ [mm]	$\Delta\sigma$ [MPa]	E_0 [MPa]	E_{allag} [MPa]	$E_{szorítás}$ [MPa]
PETG	0	1	50	0,46	5,15	0,009648	1,09512	0,395999	39,6776	0,008	16,2864	2107,72	2122,03	101,06
		2	50	0,48	5,12	0,009829	1,23107	0,294537	29,2336	0,006	11,39426	2001,04		
		3	50	0,5	4,98	0,009878	1,27921	0,357135	38,4232	0,007	14,91727	2147,87		
		4	50	0,47	5,05	0,00994	1,17672	0,385976	41,7885	0,008	17,1105	2275,12		
		5	50	0,49	5,05	0,009533	1,19619	0,375948	38,8858	0,007	15,2312	2078,41		
	0,5	1	50	0,51	5,15	0,009669	1,26035	0,336172	40,0217	0,007	14,7578	2259,98	2021,64	171,68
		2	50	0,6	5,02	0,010388	1,31111	0,193453	22,0161	0,004	6,874167	1877,52		
		3	50	0,58	5,22	0,009851	1,39887	0,131553	14,9059	0,002	4,461299	1832,88		
		4	50	0,53	5,06	0,00959	1,30599	0,100959	11,4963	0,002	3,799802	2079,37		
		5	50	0,5	5,13	0,020138	2,02099	0,192272	20,198	0,003	7,086554	2058,44		
	1	1	50	0,59	5,21	0,020127	2,48652	0,213139	27,3201	0,004	8,078851	2092,84	2046,07	62,94
		2	50	0,61	5,17	0,010307	1,49786	0,285845	37,8755	0,006	11,53491	2093,16		
		3	50	0,66	5,21	0,009982	1,50724	0,273649	36,7089	0,005	10,23721	1941,31		
		4	50	0,65	5,1	0,009496	1,44227	0,28307	38,3933	0,005	11,14662	2037,22		
		5	50	0,62	5,06	0,010063	1,33901	0,121776	15,8192	0,002	4,615641	2065,84		
	2,5	1	50	0,52	5,09	0,010356	1,22586	0,315573	36,2882	0,006	13,24707	2170,11	2062,62	183,47
		2	50	0,62	5,05	0,009779	1,50843	0,211796	26,4725	0,004	7,973194	1973,39		
		3	50	0,64	5,02	0,009899	1,64549	0,335748	50,0768	0,007	15,07449	2313,11		
		4	50	0,6	5,11	0,182858	18,2507	0,458724	52,395	0,006	11,13643	2018,45		
		5	50	0,64	5,05	0,030257	4,00646	0,162479	19,7159	0,003	4,860594	1838,04		
	5	1	50	0,57	5,06	0,019846	2,73066	0,325104	40,8216	0,006	13,20676	2163,21	1938,99	154,99
		2	50	0,75	5,06	0,010076	1,93778	0,090761	14,2119	0,002	3,234287	2004,29		
		3	50	0,66	5,04	0,100879	9,79675	0,293605	33,3551	0,004	7,082236	1837,38		
		4	50	0,56	5,13	0,00959	1,30599	0,254017	28,3737	0,005	9,422066	1927,38		
		5	50	0,79	5,04	0,090293	10,9272	0,313597	42,2713	0,004	7,872237	1762,67		

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni a BME Polimertechnika Tanszék minden dolgozójának, és az MTA-BME Kompozittechnológiai Kutatócsoportnak, hogy a TDK munkám elkészítésében szakmailag segítettek, illetve Szakács József hallgatótársamnak a labormunkálatok során nyújtott baráti segítségéért.