



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
VEGYÉSZMÉRNÖKI ÉS BIOMÉRNÖKI KAR

FIZIKAI KÉMIA ÉS ANYAGTUDOMÁNYI TANSZÉK

LEN SZAKÍTÓSZILÁRDSÁGÁNAK JELLEMZÉSE AKUSZTIKUS EMISSZIÓS
VIZSGÁLATTAL

ORSZÁGOS TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA

Szerző: GÖNCZI BARBARA

Témavezető: Dr. Csiszár Emília és Dr. Renner Károly



2015

1. Bevezetés	3
2. Irodalmi áttekintés	4
2.1 A len	4
2.1.1 Fizikai tulajdonságok	5
2.1.2 Kémiai tulajdonságok.....	6
2.2 A technológiai folyamatok hatása a len szilárdsági jellemzőire.....	6
2.2.1 Előkészítés és fehérítés.....	6
2.2.2 Lenszövetek pektináz enzimes bioelőkészítése.....	7
2.2.3 Gyűrődéscsökkentő kikészítés	8
2.2.4 Szálak szilárdsága	11
2.2.5 Akusztikus emisszió.....	12
3. Felhasznált anyagok, vizsgálati módszerek	18
3.1 Vizsgált szövetek.....	18
3.2 Mérési módszerek a kezelt szövetek jellemzésére	19
3.2.1 A szál morfológiája	19
3.2.2 Az anyag mechanikai tulajdonságai.....	19
3.3 A pektináz enzimes kezelés vegyszerei és paraméterei.....	21
3.4 A műgyantás kikészítés vegyszerei és paraméterei.....	21
4. Eredmények, értékelés	24
4.1 A kiindulási lenszövetek szilárdsági tulajdonságainak jellemzése.....	24
4.1.1 Natúr lenszövet.....	24
4.1.2 Fehérített lenszövet	26
4.2 A pektináz enzimes kezelés hatása natúr lenszövet tulajdonságaira	27
4.3 A műgyantás kikészítés hatása fehérített lenszövet tulajdonságaira	33
5. Összefoglalás	39
6. Irodalmi hivatkozás.....	40
F. Függelék.....	42
Mérési adatok	42

1. BEVEZETÉS

A lent kedvező tulajdonságainak köszönhetően széles körben alkalmazzák a textiliparban. Jó nedvszívó képessége és kellemes viselési komfortja miatt elterjedten használják nyári ruhák készítésére. Kedvező mechanikai tulajdonságait kihasználva bűtorszövetként és műszaki textíliaként is feldolgozzák. A lenszövetek gyűrődési hajlama és nem megfelelő mérettartása nem kívánatos tulajdonságok a konfekcionált termékeknél, amelynek javítására számos kikészítési eljárás ismert.

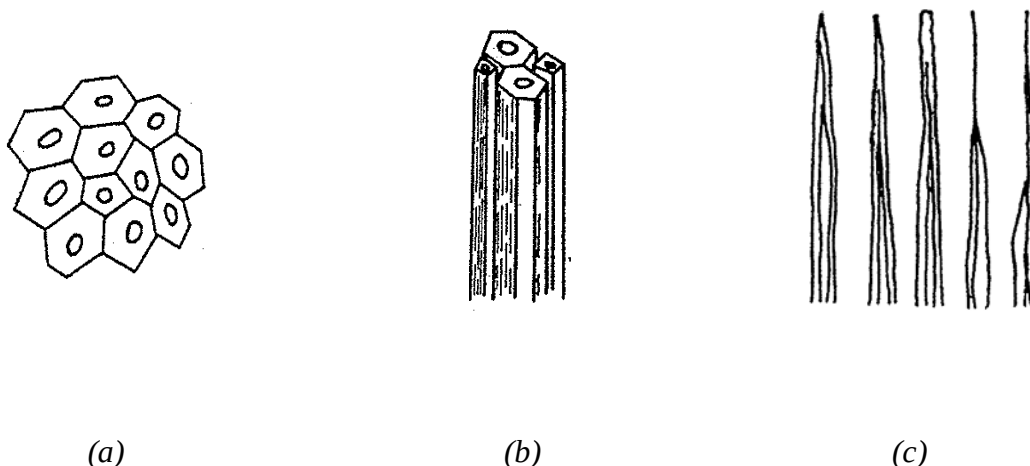
A len anyagtudományi szempontból kompozitnak tekinthető, ahol a főként cellulózból álló elemi szálakat pektin réteg veszi körül és ragasztja rostokká. A pektináz enzimes bioelőkészítés során szelektíven a pektin réteget bontják, ezáltal nő a kelme nedvesíthetősége [1]. A pektin túlzott mértékű, a rostköteg belsejéből történő eltávolítása a szakítószilárdság romlását okozza. Műgyantás kikészítéskor amino-aldehid gyantákkal savas közegben a cellulózláncok között hoznak létre keresztkötéseket. A szövet gyűrődéssel oldó képessége nagymértékben javul, de jelentős szilárdságcsökkenés is bekövetkezik a cellulóz savas hidrolízise és a keresztkötések révén kialakuló merevebb szerkezet következtében [2]. A különböző kezelésekből eredő szilárdságcsökkenés okai akusztikus emisszió módszerrel vizsgálhatók. A minták elszakítása közben mért hangokhoz elemi tönkremeneteli formák rendelhetők. A jelek amplitúdójának eloszlásából következtetni lehet a terhelés során lejátszódó deformációs folyamatokra, amik jellemzik az anyag szerkezeti tulajdonságait [3]. Textil alapanyagok vizsgálatára ezt a módszert eddig csak néhány esetben használták.

Dolgozatom célja a pektináz enzimes bioelőkészítés és műgyantás kikészítés hatására lenszövetek morfológiájában és mechanikai tulajdonságaiban bekövetkező változások megismerése, továbbá az akusztikus emisszió módszerével meghatározni az elemi deformációs folyamatokat lenszövetek tönkremenetele során. Kutatómunkámban az előkészítéshez különböző pektináz enzim koncentrációjú oldatokat használtam, a műgyantás kikészítést pedig nedves és száraz kondenzálással végeztem. Mértem a szálak szakításakor detektálható hangokat és következtetéseket vontam le a szálban lejátszódó deformációs folyamatokra. Az eredmények azt bizonyítják, hogy a szövetek szakítószilárdságának a mérésével meghatározható szövetjellemzők jelentősen bővíthetők a deformáció során keletkező hangeffektusok detektálásával.

2. IRODALMI ÁTTEKINTÉS

2.1 A len

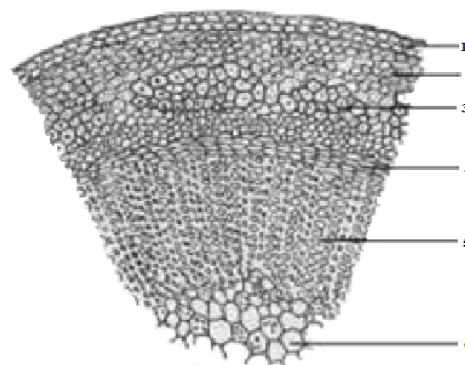
A lent, mint természetes szálanyagot a háncrestok közé soroljuk. A háncrestokat a növény háncrestegéből nyerik - mechanikai, biológiai és kémiai módszerek segítségével - amelyek szerepe a növény szakítószilárdságának biztosítása. A lenrostok pektinnel összeragasztott, szögletes keresztmetszetű elemi sejtekből épülnek fel (1.a ábra és 1.b ábra). A len elemi sejtjei hegyesek, lándzsaszerűek (1.c ábra). A sejteken eltolódásokat és csomókat találunk, amik a mikroszkópi képen jól láthatók. Az elemi sejtfa két részből áll, a primer falból, ami vékony, fibrilláris felépítésű cellulózzréteg, valamint a szekunder falból, ami réteges szerkezetű, kismértékben elfásodott cellulóz [4].



1. ábra Lenrost keresztmetszeti képe (a), lenrost hosszanti képe (b), lensejtek végei (c) [4]

A keresztmetszeti kép mutatja a lencsárban lévő hat réteget (2. ábra). Az epidermisz vastag falú sejtekből álló réteg, melynek külső felületét viaszszerű anyag borítja, amelynek pórusos szerkezete teszi lehetővé a feltárási folyadék behatolását. A háncresteg lágú kéregsejtek alkotják, ezek közé vannak beágyazva a rostkötegek. A kambium vékony falú sejtekből álló gyűrű, amely a háncrest a fás résztől elválasztja. A fás rész vastag falú, elfásodott sejtekből áll, a szárat merevvé teszi. A bél levegővel telt sejteket tartalmaz. Egy növény szárában 14–40 rostköteg van, kötegenként 12–40 elemi sejtet tartalmazva. A rostkötegeket az egyéb sejtekhez növényi ragasztóanyag, pektin rögzíti [5].

1 – epidermisz, 2 – háncsréteg
 3 – rostköteg, 4 – kambium
 5 – fás rész, 6 – bélüreg



2. ábra A lenszár keresztmetszeti képe [5]

A lenrost fő alkotórésze a cellulóz, de cellulóztartalma a pamuténál kisebb. A lenben, a nagy mennyiségben alkotó cellulóz mellett hemicellulóz, lignin, pektin, valamint egyéb természetes kísérők is találhatók [6]. A len összetevőinek százalékos mennyiségét az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat A len összetétele [6]

Összetevők	Összetétel (%)
Cellulóz	71 - 85
Hemicellulóz	9 - 17
Lignin	3 - 15
Pektin	0 - 9
Zsírok és viaszok	0 - 5
Fehérje	0 - 3
Hamu	1 - 4

2.1.1 Fizikai tulajdonságok

A jó minőségű lenrost általában halványsárga, mechanikai feltárás során válik zöld színűvé. A szálak feldolgozáskor jelentős mechanikai igénybevételnek vannak kitéve, ezért elengedhetetlen tulajdonságuk a megfelelő szakítószilárdság. A len szilárdsága kedvező, az elemi sejtek szakítóhossza 60–65 km, a rostok szakítóhossza 40 km. Nedvesség hatására az elemi sejtek szilárdsága 5–15 %-kal nő, azonban a rostok szilárdsága csökken a pektinréteg meglágyulása következtében [4]. A szálak fényességét a rost felületi simaságának köszönhetően, a fény visszatükröződése okozza. A sima felületű lenrostok kevésbé szennyeződnek, nem bolyhosodnak. Az ezekből előállított szöveteknél alig van légzárvány, ezért gyengén szigetelnek. Nedvességfelvevő képesség – 65 % relatív páratartalom mellett – 10 % körüli, gyors adszorpció

és deszorpció jellemzi. A vízmolekulák diffúziója a cellulóz kristályos régióival szemben, csak a nem kristályos hemicellulóz részekben megy végbe, így jelenlétük a szárban növeli a vízfelvételt. A lignin hidrofób, ezért a lignintartalom csökkenti a nedvességfelvételt. Az elemi sejteket összetartó pektinréteg miatt a len merevebb, mint a pamut. A len magas kristályossága miatt könnyen gyűrődik, rugalmatlan, ami ruházati szempontból nem kívánatos, ezért gyűrődésfeloldása speciális kikészítéssel javítható [4].

2.1.2 Kémiai tulajdonságok

Az ásványi savak károsítják a lent, de alkáli oldatok hatására nem sérül meg. A len alkáli oldatokban duzzad, az intermolekuláris kötések felszakadnak, megnő a cellulóz-molekulák mozgékonyága. A duzzadás mértéke függ az oldószertől és a cellulóz szerkezetétől. Fibrilláris szerkezetű natív cellulóz esetében a morfológiai változás minősége és mértéke attól függ, hogy interkrisztallitos vagy intrakrisztallitos a duzzadás. Az első esetben csak a mikrofibrillák rendezetlen tartományaiba és a mikrofibrillák közé hatol be az oldószer, a második esetben viszont a rendezett (kristályos) tartományokba is. Erős bázisok vagy savak, illetve bizonyos sók koncentrált oldata a cellulóz intrakrisztallitos duzzasztására képesek [5]. A lenrost hőre érzékeny, magasabb hőfokon csökken a szilárdsága, azonban bizonyos idejű pihentetés után a szilárdsága ismét javul [4].

2.2 A technológiai folyamatok hatása a len szilárdsági jellemzőire

2.2.1 Előkészítés és fehérités

Az előkészítés és fehérités célja a textília külső képének és a nedvszívó képességének javítása, valamint a további műveletekre, például színezésre való előkészítés. A művelet több lépésből áll, a részfolyamatok: perzselés, lúgos főzés, fehérités. Perzselés során a kiálló szálvégeket gázláng segítségével távolítják el. A perzselőtérből kilépve, a kelme hengerpárok között halad át, amelyek eloltják az esetleg lángra kapott textíliát. A primer falban elhelyezkedő viaszréteg miatt a len hidrofób, víztaszító tulajdonságú, ami a kelme kikészítése során előnytelen, hiszen a legtöbb művelet vizes közegben zajlik. A viasz réteget nátrium-hidroxiddal távolítják el, de emellett az oldat tartalmaz nedvesítőszereket, emulgálószereket, valamint komplexképzőket is. A háncsrostok esetén a kísérőanyagok nagy mennyisége miatt a lúgot sokszor NaCO_3 -tal helyettesítik. Enyhébb körülményeket alkalmaznak, de a folyamatot többször megismétlik. A főzés során végbemenő folyamatok: a fehérjék, zsírok, viaszok hidrolízise és emulgeálása, kalcium- és magnéziumsók komplexbe vitele. A len fehéritése során cél a természetes

színezőanyagok lebontása. A fehéritéshez leggyakrabban hidrogén-peroxidot vagy nátrium-hipokloritot használnak. A hidrogén-peroxid a legrégebben alkalmazott fehéritőszer, amely kevésbé károsítja a cellulózt, mint a hipoklorit. A hidrogén-peroxid gyenge sav, savas közegben stabil, ezért aktiválásához lúgot adnak, így a keletkező peroxi-anionok előidézik a kromofór csoportok bomlását. Nátrium-hipoklorit használatakor savas körülmények között klórgáz fejlődik, amely mérgező hatású, semleges közegben számolni kell a cellulóz károsodásával. Az optimális pH tartomány mindkét esetben 9–11 közé esik [5].

2.2.2 Lenzövetek pektináz enzimes bioelőkészítése

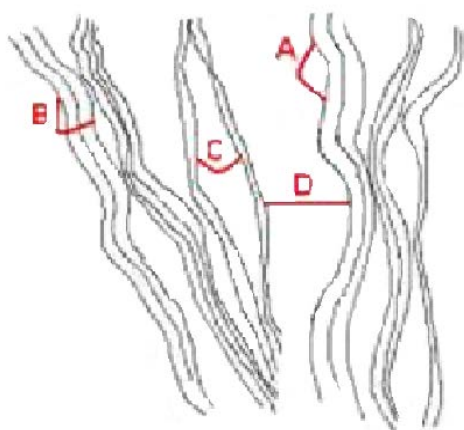
A lúgos főzés környezetbarát alternatívája a pektináz enzimmel végzett ún. bioelőkészítés, amely során a hidrofób, viaszos kísérőanyagokat azáltal távolítjuk el a szálfelületről, hogy a viasz alatti pektin "ragasztóréteget" degradáljuk pektináz enzimekkel. A folyamat 50–60 °C-on, semlegeshez közeli pH-n játszódik le és hidrofil szálfelületet eredményez. A pektináz enzimes kezelés lényegesen kisebb tömegvesztést okoz (1–2 %), mint a hagyományos lúgos főzés és a cellulóz degradációja elhanyagolható. Lenzövetek esetén a felületi pektinréteg eltávolítása mellett az elemi szálakat összetartó pektin eltávolítása is megkezdődhet a folyamat során, ami szilárdságromlást eredményezhet. Elkerülése a technológiai paraméterek betartásával lehetséges.

A pektináz a pektint, illetve a pektinszármazékokat tördeli vízzeloldható fragmensekké. A folyamat egy enzimszisztéma összehangolt működésének az eredménye. A pektinmetilészteráz a metoxi-csoport eltávolításáért felelős, a pektin-depolimeráz a pektin poligalakturonát láncban az 1,4-glikozidos kötéseket bontja el véletlenszerűen, a protopektináz pedig galakturonsavat szabadít fel [8]. Az enzimszisztéma működését akadályozhatják a poligalakturonát láncok között lévő, a kalcium-ionok által létesített keresztkötések. A folyamat nem eredményez nagy mennyiségű szennyvizet, az enzimek könnyen kezelhetők, nem toxikusak, deaktiválásuk egyszerűen megoldható a pH vagy a hőmérséklet változtatásával. A bioelőkészítés hidrofil szálfelületet eredményez, ezáltal nő a kelme nedvszívó képessége [9].

2.2.3 Gyűrődéscsökkentő kikészítés

A len kedvezőtlen, gyűrődésre hajlamos tulajdonsága miatt a műgyantás kikészítéssel javítani lehet a méret- és formatartósságát, gyűrődésfeloldó képességét, valamint kezelhetőségét. A műgyantás kikészítés során a cellulóz molekulák között keresztkötéseket hozunk létre. A műgyantás kikészítés eredményessége függ az alkalmazott technológiától és vegyszerektől, a keresztkötések típusától és a kikészítés előtt alkalmazott kezelésektől.

A műgyantás kezelés során olyan keresztkötő bi- vagy polifunkciós keresztkötő ágenseket alkalmaznak, amelyek a cellulózmolekula szabad hidroxil-csoportjaival kovalens keresztkötést létesítenek a polimer amorf tartományában, főként az elemi- és mikrofibrillák között. A kikészítőszerrel reagáltatott cellulóz láncmolekulák mozgékonyága csökken, illetve a szupermolekuláris szerkezet stabilizálódik [10]. A bifunkciós vegyületek különböző módon alkothatnak a cellulózzal keresztkötéseket (3. ábra).



3. ábra Pamutcellulóz vázlatos szerkezete a feltételezett keresztkötések lehetőségeivel [5]:

A – molekulán belüli kötés két glükózanhidrid között az elemi fibrilla felületén

B – molekulák közötti kötés egyazon elemi fibrilla felületén

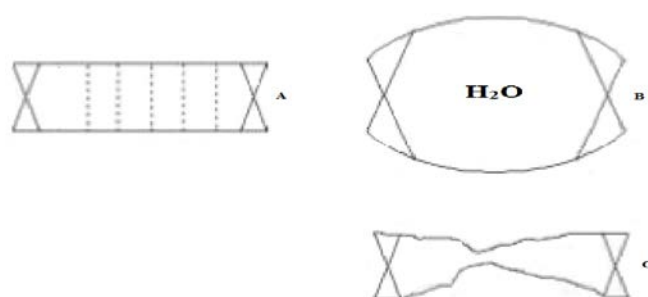
C – szomszédos elemi fibrillák felületén levő molekulák közötti kötés

D – szomszédos mikrofibrillák felületén levő molekulák közötti kötés

A cellulóz duzzasztott állapotában a mikrofibrillák egymás közötti nagy távolsága miatt a D kötések lehetősége kicsi. A kötések főként B- és C-típusúak. Az A- és B-típusú kötések nem növelik a rugalmasságot. Száraz kondenzáláskor a nem duzzasztott állapotú cellulózban a mikrofibrillák egymás közötti kis távolsága miatt a D-típusú keresztkötések is létrejöhetnek [5].

A térhálósító eljárások felosztásának alapja függ a cellulóz víztartalmától a keresztkötések kialakulása közben. Száraz térhálósításkor a kondenzálást a cellulóz száraz állapotában 0,5–2 % víztartalom mellett végzik. A száraz gyűrődésfeloldódó képesség nagymértékben nő, a szilárdságveszteség 30–50 %-os. Nedves térhálósításkor a cellulóz duzzasztott állapotban van, víztartalma 6–16 %, ekkor kisebb mértékben csökken a szilárdság, mint száraz térhálósí-

táskor. A nedves kikészítés eredményezi a legkedvezőbb nedves gyűrődésfeloldási tulajdonságokat, ami a lenszövetek mosógépben történő mosásánál fontos követelmény [7]. Ha a szövetet a száraz térhálósítási technológiát alkalmazva készítik ki, akkor a hidrogén-hidas háló megmarad, így hozzájárulva a jó száraz gyűrődésfeloldáshoz. Ezt mutatja a Marsh által felállított modell (4/A. ábra), ahol a folytonos vonal a cellulóz láncok közötti keresztkötéseket jelöli, a szaggatott vonal pedig a hidrogén-kötéseket szimbolizálja a láncok között. Nedves térhálósításkor azonban a hidrogén-hidas kötések megbomlanak, így csak kovalens kötések kötik össze a láncokat (4/B. ábra). A nedves gyűrődésfeloldás ettől javul, de száradáskor deformálódik a szál, amit az 4/C. ábra szemléltet [11].



4. ábra

A – a száraz,

B – a nedves állapotban keresztkötött szál gyűrődésfeloldását,

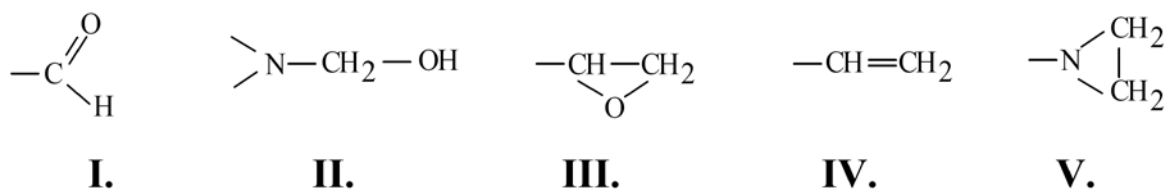
C – az utóbbi gyűrődésfeloldásának hiányát mutatja szárítás után [11]

A lenszövetek kikészítésénél a fő nehézséget az okozza, hogy a kémiai reagensek a szálak csomóponti régióiban koncentrálnak. Nedvesség hatására a keresztkötő reagensek könnyen vándorolnak a szárítási folyamat közben, a vándorlást korlátozza a homopolimerizáció, illetve a cellulózzal történt reakció. A len kikészítésének nehézsége abból adódik, hogy a kikészítésnél alkalmazott sav katalizátorok kis molekulák, melyek könnyen behatolnak a kis pórusokba és ott felhalmozódnak, ezáltal a cellulózláncok degradációját idézik elő, rontva a szövetek szilárdsági jellemzőit [12].

A cellulóz vizes duzzasztásának mértéke, valamint duzzadási állapota a keresztkötések kialakulása közben, döntően befolyásolja a kikészített szövet tulajdonságait. A duzzasztás mértékének növelése elsősorban a nedves állapotú gyűrődésfeloldó képességet növeli, a szárazon mért érték csak kismértékben javul. A szilárdságvesztés azonban a duzzasztás növelésével csökken. A nedves térhálósítással nagy nedves gyűrődésfeloldás érhető el, viszont száraz gyűrődésfeloldás növekedése jelentéktelen. A száraz térhálósítással a száraz és nedves gyűrődésfeloldás egyaránt növekszik, de ezzel együtt jár a szakítóerő jelentős csökkenése.

A kikészítés ipari körülményei között a cellulóz kémiai módosítására alkalmas vegyületek a következő funkciós csoportokkal jellemezhetők: aldehidcsoport (I), N-hidrox-

metilcsoport (II), epoxics csoport (III), vinilcsoport (IV), etilén-imincsoport (V) (5. ábra), amelyek közül nagy jelentőségű az N-hidroxi-metil vagy más néven N-metilol funkciós csoportú vegyületek [5].



5. ábra A cellulóz kémiai módosítására alkalmas funkciós csoportok: aldehidcsoport (I), N-hidroxi- metilcsoport (II), epoxics csoport (III), vinilcsoport (IV), etilén-imincsoport (V) [5]

A kikészítő vegyszerek polimerképző és térhálósító vegyszerekre oszthatók. A polimerképző vegyszerek kettőnél több funkciós csoportjuk révén önmagukkal polimerizálódva térhálós homopolimereket képeznek és a cellulózzal társított polimer rendszerek kialakítására vezetnek. Gyakran alkalmazott képviselőik a karbamid és melamin N-alkoxi-metil-származékai. Térhálósító vegyszerek esetén a cellulózzal végbemenő keresztkötéses reakció a főfolyamat. Az $>\text{N}-\text{CH}_2-\text{OH}$ csoportot tartalmazó vegyületekkel keresztkötött cellulózból a formaldehid lehasadása lassú reakció, amely konfekcionáláskor, tároláskor, szállításkor egyaránt problémát jelent. A bomlás pH függő folyamat. A hagyományos kikészítőszerkezők közül - a formaldehid emissziót tekintve - legelőnyösebb a N-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilénkarbamid (DMDHEU). A formaldehid rákkeltő tulajdonsága miatt előtérbe kerültek a formaldehidszegény, illetve formaldehidmentes eljárások. Formaldehidszegény kikészítés az az eljárás, amely során a formaldehid emisszió maximálisan 1000 ppm, amit szeretnének a későbbiekben tovább korlátozni, 300 ppm alá csökkenteni¹ [14]. Cellulózalapú szálanyagok térhálósításához katalizátorként szervesetlen savak, szerves savak, ammóniumsók, aminosók és fémsók alkalmazhatók. Nedves térhálósításkor szervesetlen savakat használnak, míg száraz térhálósításkor fémsó katalizátor jelenlétében megy végbe a reakció. Az ipari gyakorlatban a száraz térhálósítás terjedt el, aminek katalizátorai az ammónium-klorid és néhány fémsó (Lewis-sav): magnézium-klorid, cink-klorid [5].

A tulajdonságokat javító eredmények a száraz és nedves gyűrődésfeloldó képesség növekedése, mosási méretváltozás csökkenése, forma- és éltartás javulása. A mechanikai tulajdonságokat rontó hatások a szakítószilárdság, a nyúlás, valamint kopási ellenállás csökkenése. Folyadéktranszporttal összefüggő változások az egyensúlyi vízfelvétel és duzzadás csökkenése

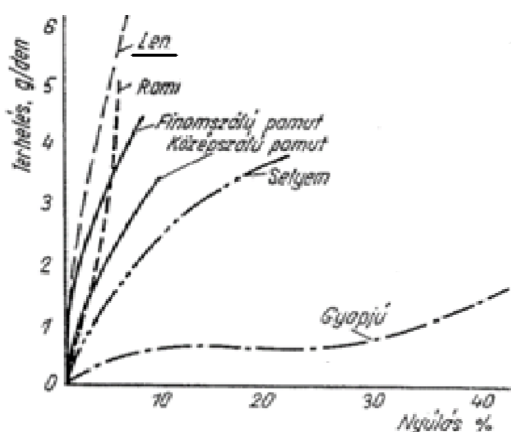
¹ Az Öko-Tex Standard 100 minimalizálta a gyerek ruhák formaldehid tartalmát. 2008 áprilisa óta ez az érték 16 ppm alatt kell, hogy legyen [13].

vízben. Egyéb járulékos hatások a színezett textíliák színváltozása, színezett textíliák fényállóságának csökkenése és formaldehid lehasadása. A cellulóz térhálósításakor tapasztalható szilárdságveszteség két részre bontható, tartós és átmeneti jellegű veszteségre. Az irreverzibilis veszteség polimerizációs fok csökkenéssel járó károsodás, ami egyes glikozidos kötések felszakadása miatt következik be, tehát a szilárdságveszteség cellulóz degradálódásának következménye. Az átmeneti jellegű szilárdságveszteség reverzibilis, mivel a merevséget okozó keresztkötések felhasításával a kiindulási szilárdság visszanyerhető. A reverzibilis változás során a molekulaszegmensek egymáshoz rögzítettebb állapotba kerülnek, ezért a szomszédos molekulák húzóerő hatására egymás után szakadnak. A keresztkötések reakció és a reakció sebességét növelő katalizátor hő hatására a szakítóerő csökkenését okozza.

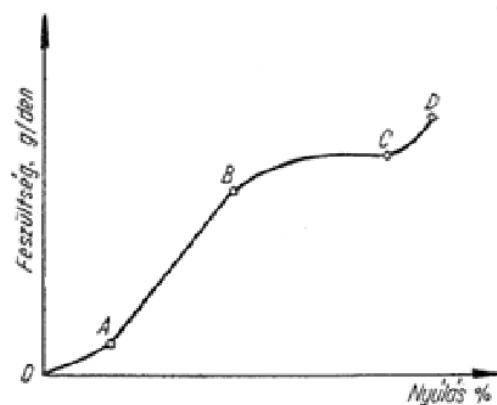
2.2.4 Szálak szilárdsága

A szálanyagok feldolgozásuk és használatuk során jelentős mechanikai igénybevételnek vannak kitéve, így elengedhetetlen, hogy megfelelő szilárdságuk legyen. A szálak szilárdsága a szakítóerővel vagy a szakítószilárdsággal adható meg. A szakító erő nem jellemző érték, mivel a szál finomságától függően változik. Jellemző szilárdsági adatot akkor kapunk, ha az elszakításhoz szükséges erőt a szál méreteihez viszonyítjuk, azaz szakító szilárdságot számítunk. A szilárdság vonatkoztatható az elszakított szál keresztmetszetére (kg/cm^2) vagy valamely direkt számozási rendszerben kifejezett finomsági számra (g/den). Fajlagos szilárdságtani érték a szakítóhossz is, ami km-ben adja meg azt a szálhosszúságot, amelynél a felfüggesztett szál a saját súlya alatt éppen elszakad. A méréssel meghatározott szilárdsági értékeket jelentősen befolyásolja a szakítás időtartama és a minta befogási hossza.

A szálak húzóerő hatására megnyúlnak, majd elszakadnak. A szálszakadás pillanatában mért nyúlás a szakadási nyúlás. A szálak nyúlása három részből tevődik össze, amelynek részei a kezdeti rugalmas deformáció, majd a késleltetett nyúlás és végül a plasztikus deformáció. A feszültség-nyúlás diagramok a szálak szakításakor a nyúlásváltozást szemléltetik a növekvő terhelés hatására (6. ábra és 7. ábra). A diagramon több jellegzetes részt különböztetünk meg. A 0–A szakaszban a befogott szál kiegyenesedik. Az A–B szakaszban a nyúlás a terheléssel arányosan változik. A B–C szakaszban kis erőváltozások is nagy nyúlásnövekedést okoznak. A nyúlások nagy része maradó nyúlás. A C–D szakaszban ismét nagyobb terhelésnövekedés szükséges, mivel nyújtás hatására kiegyenesedett láncmolekulák egymáshoz közel kerülnek és közöttük új oldalkötések jöhetnek létre. A D pont a szál szakadását jelenti. A pontokat a tengelyekre vetítve a szakítófeszültséget illetve szakadási nyúlást kapjuk [4].



6. ábra Különböző szálak terhelés-nyúlás diagramjai [4]



7. ábra Szálasanyagok feszültség-nyúlás diagramja [4]

2.2.5 Akusztikus emisszió

Az 1960-as években fedezték fel az akusztikus emissziót, mint új roncsolásmentes anyagvizsgálati technikát, amivel anyaghibákat és repedés-növekedést tudtak azonosítani. Az akusztikus emisszió azonban különbözik az eddig roncsolásmentes vizsgáló eljárásoktól, ugyanis a megfigyelt és az analizált jel magából a vizsgált anyagból származik. Az akusztikus emissziós vizsgálatot gyakran kiegészítő technikaként alkalmazzák szakítóvizsgálatok során, ahol detektálni tudják a szerkezetet károsító feszültségek hatására lejátszódó deformációs folyamatok hangjait. Az akusztikus emisszió fő forrásai azok az anyaghibák, amelyek terhelés hatására növekednek. Az akusztikus emisszió jel maga a szilárdtestben tárolt energia felszabadulása közben keletkező rugalmas hullám. Ha a szilárd test szerkezetében tárolt energia fizikai hatás következtében felszabadul, akkor jelentkezik a mechanikai, termikus vagy metallurgiai eredetű akusztikus emisszió. A különböző akusztikus emissziók más és más frekvencia sávba esnek. Szűkebb értelemben a 100 kHz–1 MHz közé eső sávot szokás az akusztikus emisszió területének nevezni. A rugalmas hullámokat keltő akusztikus emisszió forrásokat elsőként fémek esetében vizsgálták és általában négy csoportba sorolják: diszlokációs mozgások, fázisátalakulások, súrlódások, repedések kialakulása és növekedése. A fémek anyagszerkezet-kutatása során az akusztikus emisszió mikroszkopikus forrásai szerint beszélhetünk krisztallit deformációról, szemcsehatár-mozgásról, mikrotörésekről és kiválásokról. Az akusztikus emisszió alkalmazási területei: mechanikai tulajdonságok és repedések keletkezésének vizsgálata, hegesztési folyamatok felügyelete, szivárgás-detektálás, geofizikai alkalmazások [15]. Az akusztikus emisszió típusait illetően vannak folyamatos és kitöréses jelek (8. ábra) [16]. A kitöréses emisszió jellemzője a jel meredek felfutása és exponenciális lecsengése, ami általában hibahelyek

mozgásához köthető (9. ábra) [17]. A szál szakadása során lejátszódó folyamatokra az ilyen kitöréses jelek szolgáltatnak információt.



8. ábra Folyamatos és kitöréses típusú akusztikus emissziós jelek hullámformája [16]

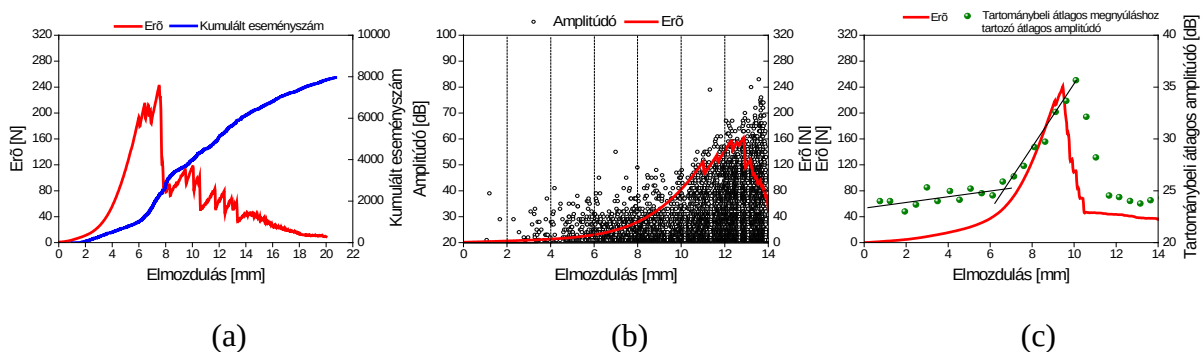


9. ábra Tipikus kitöréses akusztikus emissziós jel [17]

Az akusztikus emissziós érzékelő feladata az anyagban terjedő hangjel átalakítása elektromos jellé. A detektort az anyag felületére szorítják valamilyen módon, hogy átvegye a hanghullámok következtében előálló felületi rezgéseket. Az anyagfelület és a detektorfelület közötti hézagot akusztikus csatolóanyag például olaj, zsír tölti ki. A méréseimben piezoelektromos elven működő detektort használtam. A piezoelektromos hatás lényege, hogy bizonyos keramikusan anyagokban mechanikai alakváltozás a fémlektrodán elektromos töltésváltozást hoz létre. A töltésváltozás a deformáció mértékével, ez pedig a ható erővel arányos. Általában korong alakú kerámiákat használnak, amik elsősorban a részecskék detektor felületére merőleges elmozdulását érzékelik.

A mérés tervezése és értékelése szempontjából érdemes feltérképezni az anyag akusztikus aktivitását. Alacsony hőmérséklet, inhomogenitás növelik az akusztikus jel amplitúdóját, míg kis szilárdság, izotróp közeg csökkentik azt. Az akusztikus emissziós mérés célja a vizsgált anyagban igénybevétel hatására lejátszódó folyamatok figyelemmel kísérése és ez alapján a folyamatok minősítése. A mérés során a detektált jelek segítségével meghatároztam a szakítási erőt, kumulált eseményszámot, amplitúdót és az ezekhez tartozó megnyúlást. A mennyiségpárok kapcsolatának elemzésére jó eszköz a függvényként való grafikus ábrázolás. Fontos, hogy a különböző jellemzők között statisztikailag kimutatható-e valamilyen összefüggés.

A mért adatok feldolgozásának fontos részét képezik az utólagos szűrések, amelyek révén bizonyos feltételeket nem teljesítő események kizárhatók a további adatfeldolgozásból. Általános gyakorlat az események valamely (amplitúdó, időtartam, oszcilláció száma) adott időszakra történő összegzése, amely az akusztikus aktivitás mértékét adja meg. A detektált jelek számát a nyúlás függvényében ábrázolva megállapítható, milyen feszültség mellett zajlottak le az emisszióval járó folyamatok. Az kumulált eseményszám görbe alakja is információt adhat az adott terhelés alatt domináló deformációs folyamatokról, illetve ezen folyamatok időbeli sorrendjéről [15]. A görbék alakja monoton nő addig a pontig, míg az anyag elszakad, de utána is találunk lokális maximumokat, amik a fonalak és az őket felépítő elemi szálak elszakításhoz rendelhetők (10.a ábra, piros görbe). A kumulált eseményszám görbe megmutatja, hogy az akusztikusan mennyire aktív az anyag, illetve meredekségének növekedése újabb elemi tönkremeneteli forma megjelenését jelezheti (10.a ábra, kék görbe). Az amplitúdó alapú kiértékelés alapja, hogy az akusztikus emissziós eseményeket amplitúdó szerint csoportosították, és ezekhez elemi tönkremeneteli formákat rendeltek (10.b ábra). Ezután meg lehetett állapítani, hogy milyen tönkremeneteli formák, milyen sorrendben és egymáshoz képest mekkora hányadban vesznek részt a tönkremenetelben [16]. A mérés kiértékelését segíti az amplitúdók bizonyos tartományokban való átlagolása, amely során egy szakaszba körülbelül 20-30 jel amplitúdója tartozik (10.c ábra, zöld jelek). A tartománybeli átlagos amplitúdók kiszámításával pontosabban lehet nyomon követni a deformációs folyamatokat, valamint ezek segítségével lehet meghatározni a kezdeti szakadási nyúlást és szakítóerőt.



10. ábra Erő-elmozdulás és kumulált eseményszám görbe jellegzetes alakja (a), az amplitúdók eloszlása (b), a kezdeti szakadási nyúlás és kezdeti szakítóerő meghatározása a tartománybeli átlagos amplitúdókból (c)

Mikromechanikai deformációs folyamatok szálerősítésű polimerekben

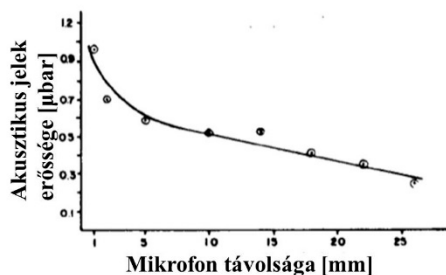
A szálerősítésű polimerek szerkezete heterogén, általában többkomponensű, többfázisú anyagok. A szálerősítésű polimerekben külső feszültség hatására a heterogenitások környezetében feszültség koncentrációk alakulnak ki, amelyek következtében lokális mikromechanikai deformációs folyamatok mennek végbe [18]. Ezek a mikromechanikai deformációs folyamatok az anyag tönkremeneteléhez vezetnek, így meghatározzák az anyag makroszkopikus tulajdonságait. Heterogén rendszerekben a leggyakoribb mikromechanikai deformációs folyamatok a nyírási folyás, mikrorepedezés, határfelületek elválása és a kavitáció. Ahhoz, hogy megértsük a kompozitok mikromechanikai deformációs folyamatait, ismernünk kell a heterogén polimer rendszer tulajdonságait, amit négy tényező határoz meg: a komponensek jellemzői, az összetétel, a határfelületi kölcsönhatások és a szerkezet [19]. Az akusztikus emisszió módszerét egyre gyakrabban alkalmazzák vizsgálati eszközként a heterogén polimerek mikromechanikai deformációs folyamataik követésére, különösen szálerősítésű kompozitok esetében [20,21,22]. Az ilyen kompozitok deformációja során nagy amplitúdójú jelek várhatók és a fő deformációs folyamat a legtöbb esetben azonosítható a jelek amplitúdójának és frekvenciájának vizsgálatával. Rendszerint a határfelületek elválása, a szál kihúzóódása és száltöredezése a fő meghatározói a deformációs folyamatnak [17].

Szálasanyagok akusztikai vizsgálata

Egy 1975-ban publikált cikk foglalkozik legkorábban a szálak akusztikus tulajdonságaival. Lyons és szerzőtársa azt vizsgálták, hogy a textil szálak szakadása során keletkező hangeffektusok milyen kapcsolatban vannak a szál szilárdsági tulajdonságaival [23]. A vizsgálatok alapján a következő eredményeket kapták:

- Szálszakadáskor hallható hang a szálvégek száltengely irányába eső gyors (100-200 m/s) visszapattanásából származik, de hangeffektus szempontjából irreleváns az elszakadt szálvégek száltengely irányú mozgása.
- A hangeffektus intenzitása lineáris kapcsolatban van a szál reverzibilis rugalmas nyúlásával, valamint a szálban tárolt rugalmas energiával.
- Szálak szakításakor keletkező hangeffektus hossza 50–150 μ s között van és függ a szálátmérőtől. Kis átmérőjű pamutszálak esetén 40–60 μ s.
- A nyújtási sebesség nem befolyásolja a keletkező hang intenzitását.

- Ha a mikrofon száltól mért távolsága nagyobb, mint 5 mm, akkor a mikrofon pozíciója nem befolyásolja a mért hang intenzitását, egyébként ennél kisebb távolságban már jelentő hatása van (11. ábra).



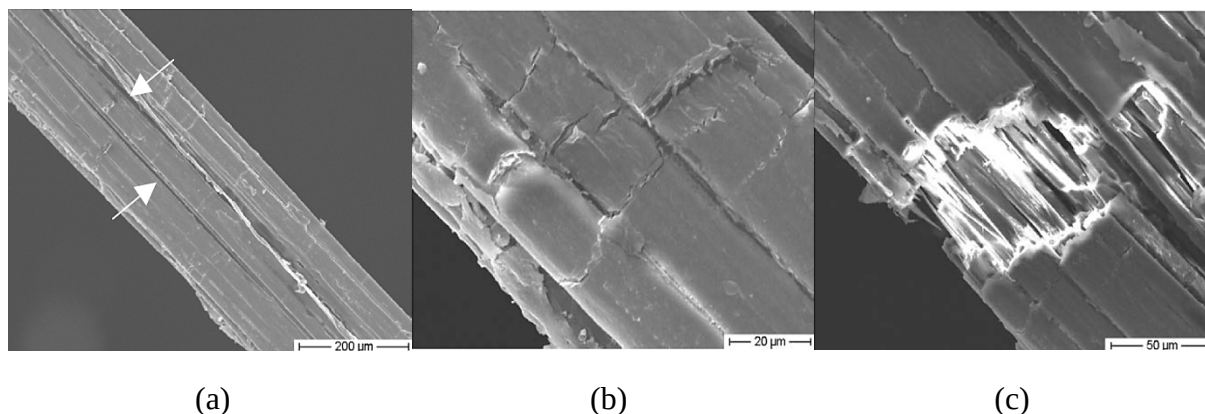
11. ábra Akusztikus jelek erősségének változása a mikrofon távolságának függvényében [23]

1996-ban a Clemson Egyetemen poliamid 6 és polipropilén szálak akusztikus emissziós jelei és a szilárdsági adataik között kapcsolatot fedeztek fel [24]. Megállapították, hogy a befo-gási hossz növelésével nő a hangeffektus időtartama, ugyanakkor nem találtak összefüggést a szakadási nyúlás, valamint a szálfinomság és akusztikus emissziós jelek között. Lényeges különbség a két anyag között, hogy az akusztikus jel energiája és a szakítási munka közötti lineáris összefüggés jobban illik polipropilénre, mint poliamid 6-ra. A 100-150 elemi szálból álló pamutköteg vizsgálata során megállapították, hogy nem-lineáris kapcsolat van az akusztikus jelek időtartama és amplitúdója között, valamint az akusztikus jel energiája és a szakadási munka között [25]. Pamut esetén sem találtak kapcsolatot a szakadási nyúlás és az akusztikus emissziós jelek között. A gyenge szálak gyenge akusztikus jelet, míg a nagy szilárdsággal bíró szálak nagyobb amplitúdójú jelet adtak.

Gyapjúszővetek akusztikus emissziós vizsgálata során megállapították, hogy a feszült-ség-nyúlás görbe monoton nő addig a pontig, míg el nem szakad. A szövet feszítésekor a fona-lak kiegyenesednek és megfeszülnek, a szövetszerkezetben lévő fonalak elcsúsznak és eltávo-lodnak egymástól, a fonalban lévő szálak pedig megfeszülnek és elszakadnak. Mindkét szerkezetben lévő szálak elszakadása hangeffektussal jár együtt. A hangeffektus kez-dete és intenzitása a szövet összetételétől és szerkezetétől függ és alkalmas annak jellemzésére. Ugyanakkor a különböző módon fehérített gyapjúszővetek között nem tudtak különbséget tenni ezzel a módszerrel [26].

A lenszál tönkremeneteli mechanizmusa

A technikai lenszálat alkotó elemi szálak és az azokat körülvevő pektinréteg összetett kompozit rendszert alkot. Az elemi szálakon belül még egy alsóbb szintű kompozit rendszer is elkülöníthető, ahol a mikrofibrillák, mint erősítőszálak és a hemicellulóz, mint mátrixanyag különböztethető meg.



12. ábra Elemi szálak elválása a gyenge pektin határfelületen (a), keresztirányú mikrorepedések kialakulása az elemi szálakon (b), repedések tépődésszerű végighaladása keresztirányban az elemi szálakon (c) [16]

A pásztázó elektronmikroszkópos képek (12. ábra) láthatóvá teszik a technikai lenszál szerkezetében bekövetkező változásokat húzóerő hatására. A növekvő erő hatására az elemi szálak között lévő pektin kötés felszakad, így az elemi szálak vagy szálkötegek elválnak egymástól. A húzóerőt növelve a feldolgozáskor károsodott lenrostok hibahelyein mikrorepedések alakulnak ki a terhelésre merőlegesen. A maximális erőnél a megindult mikrorepedések mentén a szálak tépődésszerűen elszakadnak. A len szakítószilárdsága függ a mintadarab szakítási hosszától. A kapott eredmények alapján megállapítható, hogy a befogási hossz növelésével csökken a szakítószilárdság. Folytonos szálak esetén ez magyarázható a nagyobb térfogatba eső hibák számának növekedésével. A len szakítóvizsgálata során megállapították, hogy az erőgörbén lévő erőesések az egyes elemi szálak szakadásához rendelhetők, ezután a terhelést a megmaradt szálak veszik át. Számos akusztikus emissziós vizsgálat kimutatta, hogy az egyes mikromechanikai deformációs folyamatokhoz amplitúdó tartományok rendelhetők hozzá. Az amplitúdó hisztogramon három amplitúdó tartományt különítettek el. A rostokat összetartó anyag szakadása alacsonyabb amplitúdójú (20–35 dB) hangokkal jelenik meg a rendszerben. A középső tartományban (35–60 dB) feltételezhetően a mikrorepedések alakulnak ki. A folyamat végén és az erőeséseknél nagy amplitúdójú jelek keletkeznek (60–80 dB), amik az elemi szálak, szálkötegek elszakadásához rendelhetők [16].

3. FELHASZNÁLT ANYAGOK, VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

Dolgozatomban a 2. táblázatban feltüntetett szövettípusokat, kezelési eljárásokat és vizsgálati módszereket alkalmaztam, amelyek részletes bemutatása a további fejezetekben található.

2. táblázat A kutatómunka vázlata

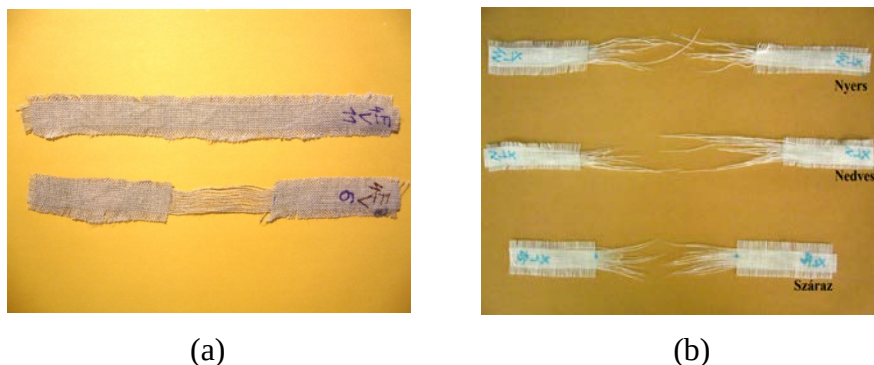
		Vizsgált szövettípusok	
		fehérített len	natúr len
Kezelés	Pektináz enzimikus előkészítés		+
Enzim koncentráció	4 % a szövettömegre vonatkoztatva		+
	8 % a szövettömegre vonatkoztatva		+
Kezelés	Műgyantás kikészítés	+	
Kondenzálás típusa	nedves	+	
	száraz	+	
Vizsgálat	szilárdsági jellemzők	+	+
	akusztikus emisszió	+	+
	polarizációs optikai mikroszkóp	+	+
	gyűrődésfeloldó képesség	+	

3.1 Vizsgált szövetek

A mérések során kétfajta lenszövetet vizsgáltam. A pektináz enzimikus kezelés során natúr lenszövettel dolgoztam (Nm 9,6 nyers szállen²), míg műgyantás kikészítéshez fehérített lenszövetet használtam (Nm 15 szállen). Mindkét szövetet a győri Pannonflax Lenszövő Rt. biztosította. A műgyantás kezeléshez 30×40 cm-es mintákat használtam (kb. 24 g), a pektináz enzimikus előkészítéskor 8×20 cm-es mintákat (kb. 3,5 g) kezeltem. A szilárdsági jellemzők mérésekor megkülönböztettem lánc, vetülék, teli és üres mintákat. A teli minták "normál", azaz lánc- és vetülékfonalakból álló szövetek. Az üres minták nem tartalmaznak oldalirányú fonalakat. Minden esetben 18 db fonalból állnak a minták, ami kb. 2 cm-es sávszélességnek

² A metrikus számozási rendszerben kifejezett finomsági szám jelölése, mértékegysége [m/g].

felel meg. A képek a pektináz enzimikus előkészítéshez használt teli és üres mintákat (13.a ábra), valamint a műgyantás kikészítés után elszakított üres mintákat mutatják (13.b ábra).



13. ábra Natúr teli és üres minták (a), valamint szakítás utáni fehérített üres minták (b)

3.2 Mérési módszerek a kezelt szövetek jellemzésére

3.2.1 A szál morfológiája

A fonal keresztmetszetét beágyazásos technikával, Zeiss Axioscop 20 típusú optikai mikroszkóppal figyeltem meg. A minta előkészítését Leica UC6/FC7 típusú mikroszeletelővel, üveggészítségével végeztem. A levágott szeletek 4 μm vastagságúak. A képek segítségével láthatóvá válik a fonalat felépítő rostok keresztmetszete és az egymástól való távolságuk, amelyek segítségével magyarázhatók az akusztikus emisszió során detektált hangok forrása.

3.2.2 Az anyag mechanikai tulajdonságai

Szakítóerő, szakadási nyúlás

Instron 5566 univerzális szakító berendezésen mértem a szövetek szakítóerejét és szakadási nyúlását. A szilárdsági vizsgálatokat szobahőmérsékleten, 65 %-os relatív páratartalom mellett végeztem. A mintákat a mérés előtt ugyanilyen hőmérsékletű és páratartalmú térben kondicionáltattam. Az eredmények értékelésekor a szakítóerőt, a szakadási nyúlást, a kezdeti szakítóerőt és a kezdeti szakadási nyúlást vettem figyelembe.

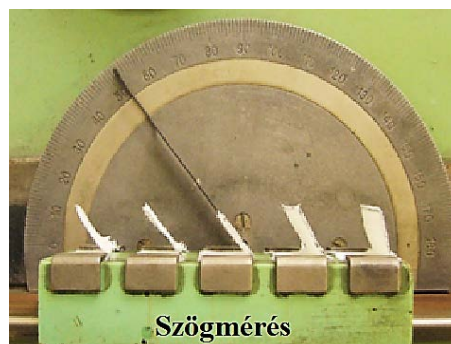
Gyűrődésfeloldó képesség

A gyűrődésfeloldó képesség vizsgálatát az ISO 2313:1972 szabvány alapján végeztem, száraz és nedves állapotban. Nedves gyűrődésfeloldási szög meghatározásakor a szöveteket desztillált vízben áztattam 15 percre, majd itatós papírok között, hengerlővel kipréseltem a vizet. A terhelést 15 percre végeztem (14.a ábra), majd 15 perc pihentetés után leolvastam

a gyűrődésfeloldási szöget (14.b ábra). A száraz állapotú mintákat 24 óráig, szobahőmérsékleten, 65 %-os páratartalmú légtérben kondicionáltattam, majd 15 percig terheltem, végül 15 perc pihentetés után leolvastam a gyűrődésfeloldási szöget.



(a)

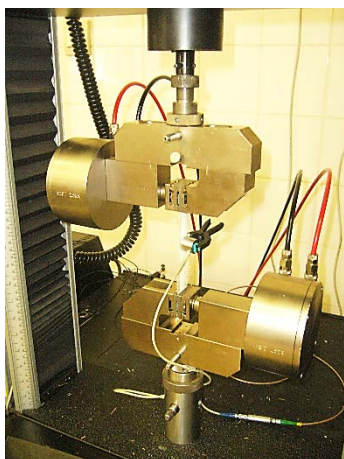


(b)

14. ábra A szövetek terhelése (a) után leolvasott szög (b) adja a gyűrődésfeloldási szöget

Akusztikus emissziós vizsgálat

Az egyes akusztikus jeleket és a hangokhoz tartozó amplitúdókat, szakító vizsgálatokkal (15.a ábra) párhuzamosan a szövetmintákra illesztett detektorral (15.b ábra) és akusztikus emissziós készülékkel (Sensophone AED 40/4) mértem. A minták szakítóerejének és szakadási nyúlásának mérésével párhuzamosan működött az érzékelő, ami az elmozdulás függvényében detektálta az összeseményszámot és az amplitúdókat. Megállapításaimat az ábrázolt értékekkel támasztom alá kép formájában. A minta befogási hossza 10 cm, a nyújtási sebesség 50 mm/perc volt.



(a)



(b)

15. ábra A szakítógép (a) és az alkalmazott detektor (b) képe

3.3 A pektináz enzim kezelés vegyszerei és paraméterei

Beisol PRO: (Bezema AG, Montlingen, Svájc) pektinbontó enzimkészítmény, amely semleges és kissé lúgos pH tartományban növeli a nedvszívóképességet. Alkalmazásával egyenletes nedvszívóképesség és lágy fogás érhető el. Az optimális pH-tartomány: 6–9. Az optimális hőmérséklet-tartomány: 20–98 °C.

Pufferoldat: 0,2 M NaH_2PO_4 oldatból 160 ml-t, 0,2 M Na_2HPO_4 oldatból 840 ml-t mértem be mérőlombikba, amit 1000 ml desztillált vízzel jelre töltöttem. Az így kapott oldat pH-ja= 7,5.

Felosan RG: zsíralkohol–etoxilát keverék. Alacsony habzású vegyszer, amit természetes és mesterséges zsírtartalom eltávolítására használnak. Alkalmazható folyamatos és szakaszos technológiákban. Könnyedén eltávolítja a textília felületéről a kötés során felhasznált olajokat anélkül, hogy más oldószert adnánk az oldathoz.

Natúr lencsövetet Beisol PRO pektináz enzimmel kezeltem. A kezelőfürdőt pH= 7,5 pufferoldattal készítettem. A pektináz enzim mennyisége a szövettömegre vonatkoztatva 4- és 8 % volt, a kontrol mérésénél pedig 0 % (csak puffer). A fürdőarány 1:40 a szövettömegre vonatkoztatva. A kezelőoldatokhoz 1 g/l Felosan RG nemionos nedvesítőszer is adtam. A kezeléseket a Werner-Mathis cég által gyártott Labomat BFA-12 színező berendezésben végeztem (programszám 10), 55 °C-on (pektináz enzim működési hőmérséklete) 60 percig, majd 85 °C-on (pektináz enzim működésének leállítási hőmérséklete) 15 percig. Utókezelést 8 ml/l sósavoldattal semlegesítettem, majd desztillált vízzel alaposan kiöblítettem a mintákat. A szárítást szobahőmérsékleten, szűrőpapíron végeztem.

3.4 A műgyantás kikészítés vegyszerei és paraméterei

- Kémiai kikészítőszer

Reaknitt BC: módosított DMDHEU alapú, CHT-Katalysator FS-sel és CHT-Katalyzator-BFM-mel kombinálva kiváló „Easy-Care” tulajdonságot eredményez száraz kondenzálást alkalmazva. Speciálisan a „CHT-Comfort-Finish” eljárásra lett kifejlesztve. A textília könnyen kezelhetővé válik kikészítés után.

Reaknitt B-FV: módosított DMDHEU alapú, CHT-Katalyzator-BFM katalizátorral alkalmazva kiváló „Easy-Care” tulajdonság érhető el nedves kondenzálást alkalmazva. A textília könnyen kezelhetővé válik kikészítés után.

- Katalizátorok

Reaknitt Katalysator FV: savas katalizátor, vizes közegben, cellulóz alapú textíliák műgyantás kikészítésekor alkalmazzák.

CHT-Katalysator BFM: cellulózalapú szálanyagok és keverékeiből előállított textíliák kétfázisú „CHT–Comfort–Finish” kikészítésének speciális katalizátora. Alkalmazásával a szálkárosodás és a szakítószilárdság veszteség kisebb, továbbá a súrlódási tulajdonságok jobbak, mint a hagyományos katalizátorok esetén.

- Segédanyagok

Tubingal RWM: lágyítószer, amely egyesíti a nemionos és kationaktív szerek előnyeit. Lágy fogást, felületi simaságot, nyíróerővel szemben jobb ellenállást biztosít, a textília könnyen kezelhetővé válik.

Kollasol HV: textil segédanyag, zsíralkohol-etoxilát és zsíralkohol-alkoxilát kombinációja.

A nedves technológia alapján a telítést kétszer 1 percre végeztem, a két telítés között és a második telítés után a szöveteket kipréseltem. Ezután a szöveteket vastag üvegbotra tekercseltem, befóliáztam, majd 24 órán át szobahőmérsékleten pihentettem. Ezt követően különböző hőfokú desztillált vízben 7 alkalommal kimostam, majd szűrőpapíron, szobahőmérsékleten megszáritottam. A száraz technológia szerint a telítést kétszer 1 percre végeztem, a két telítés között és a második telítés után a szöveteket kipréseltem. A szárítást és a kondenzálást két lépésben végeztem Werner-Mathis gyártmányú hórögztető ráján. Első lépésben 100 °C-on szárítottam 2 percre, majd kondenzálással folytattam 1 percre 145 °C-on. A mosás három lépésben történt, mindhárom alkalommal 40 °C-os desztillált vízzel. A szárítást feszítőráján végeztem 130 °C-on fél percre. A különböző kondenzálási technológiákhoz felhasznált vegyszereket a 3. táblázat tartalmazza.

3. táblázat *A műgyantás kikészítés technológiái*

	Kondenzálás módja		
Technológia	Nedves		Száraz
Kikészítés	180 g/l Reaknitt B-FV	Kikészítőszer	180 g/l Reaknitt BC
	70 g/l Reaknitt Katalysator FV	Katalizátor	36 g/l CHT Katalysator BFM
	30 g/l Polyavin PEN	Segédanyagok	30 g/l Polyavin PEN
	20 g/l Tubingal RWM		20 g/l Tubingal RWM
	3 g/l Kollasol HV		3 g/l Kollasol HV
	Mosás	1. fürdő: hideg desztillált víz	
2. fürdő: 50 °C-os desztillált víz		2. fürdő: 40 °C-os desztillált víz	
3. fürdő: 80 °C-os desztillált víz + 3 g/l szóda		3. fürdő: 40 °C-os desztillált víz	
4. fürdő: 40 °C-os desztillált víz		Szárítás: 100 °C 120 sec	
5. fürdő: hideg desztillált víz		Kondenzálás: 145 °C 60 sec	
6. fürdő: 50 °C-os desztillált víz			
7. fürdő: hideg desztillált víz			

4. EREDMÉNYEK, ÉRTÉKELÉS

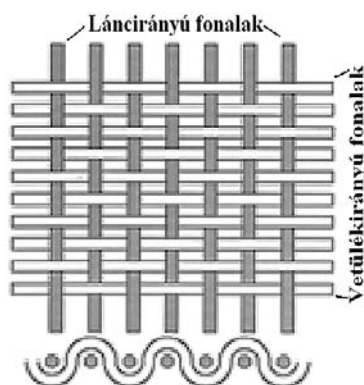
A vizsgálatok során nyert eredményeimet három részre osztva tárgyalom. Az első részben a kiindulási natúr és fehérített lenszövetek szilárdsági jellemzőit mutatom be és vizsgálom a keresztirányú fonalak szerepét a szövetek szilárdsági, degradációs és akusztikus tulajdonságaira. Ezt követően a pektináz enzimés bioelőkészítés hatására a natúr len mechanikai tulajdonságaiban bekövetkező változásokat értékelem. A harmadik részben a műgyantás kikészítés hatását vizsgálom fehérített lenszövetek mechanikai tulajdonságaiban. A szakítóerő és szakadási nyúlás eredmények értékelésekor a teli minták adatait veszem figyelembe, mivel textilipari szempontból a normál szövetminták mechanikai tulajdonságai a fontosak. Az akusztikus emisszióval meghatározott értékek esetén az üres minták adnak egyszerűbb és pontosabb választ a mikromechanikai deformációs folyamatokról.

4.1 A kiindulási lenszövetek szilárdsági tulajdonságainak jellemzése

4.1.1 Natúr lenszövet

Szakítóerő és szakadási nyúlás

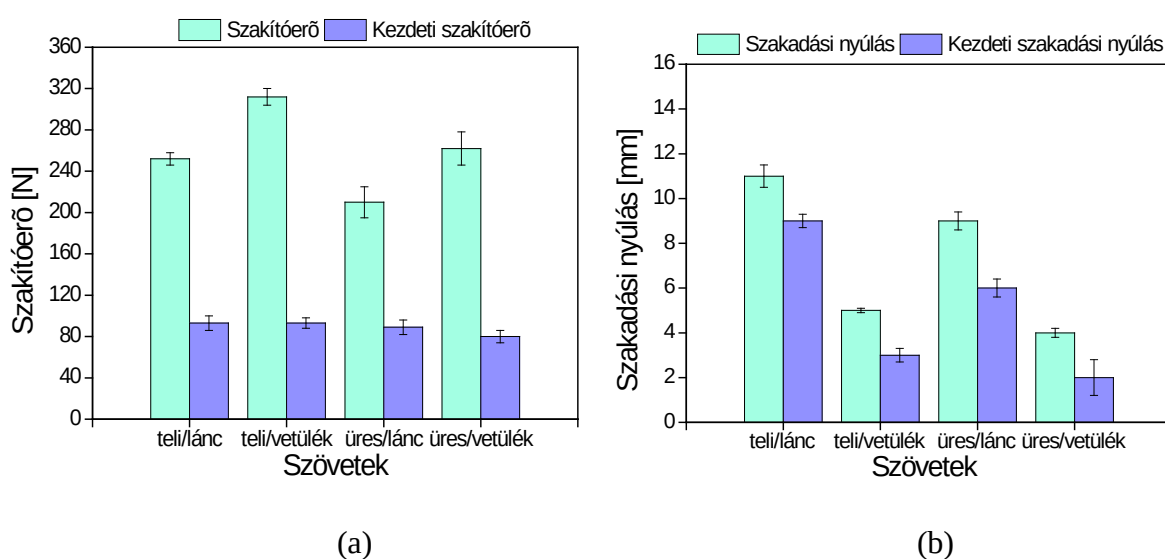
Az eredmények értékelésekor különbséget teszek teli és üres minták, valamint lánc- és vetülékirányú fonalak között. A teli minták szerkezetét a 16. ábra magyarázza, ahol a keresztmetszeti kép (16. ábra alsó része) a keresztirányú fonalak hullámos formáját mutatja, ami a feszítés során először kiegyenesedik.



16. ábra A vászonkötés vázlata és vetülékirányú metszete

A mért eredmények alapján megállapítható, hogy a natúr, kiindulási teli minták szakítóereje nagyobb, mint az üres mintáké (17.a ábra). A fonalak irányát tekintve az tapasztalható, hogy a vetülékirányú sáv elszakításához nagyobb erő szükséges (312 N) a láncirányú mintákkal szemben (252 N). A kezdeti szakítási erőre lényeges megállapítás nem tehető, mivel

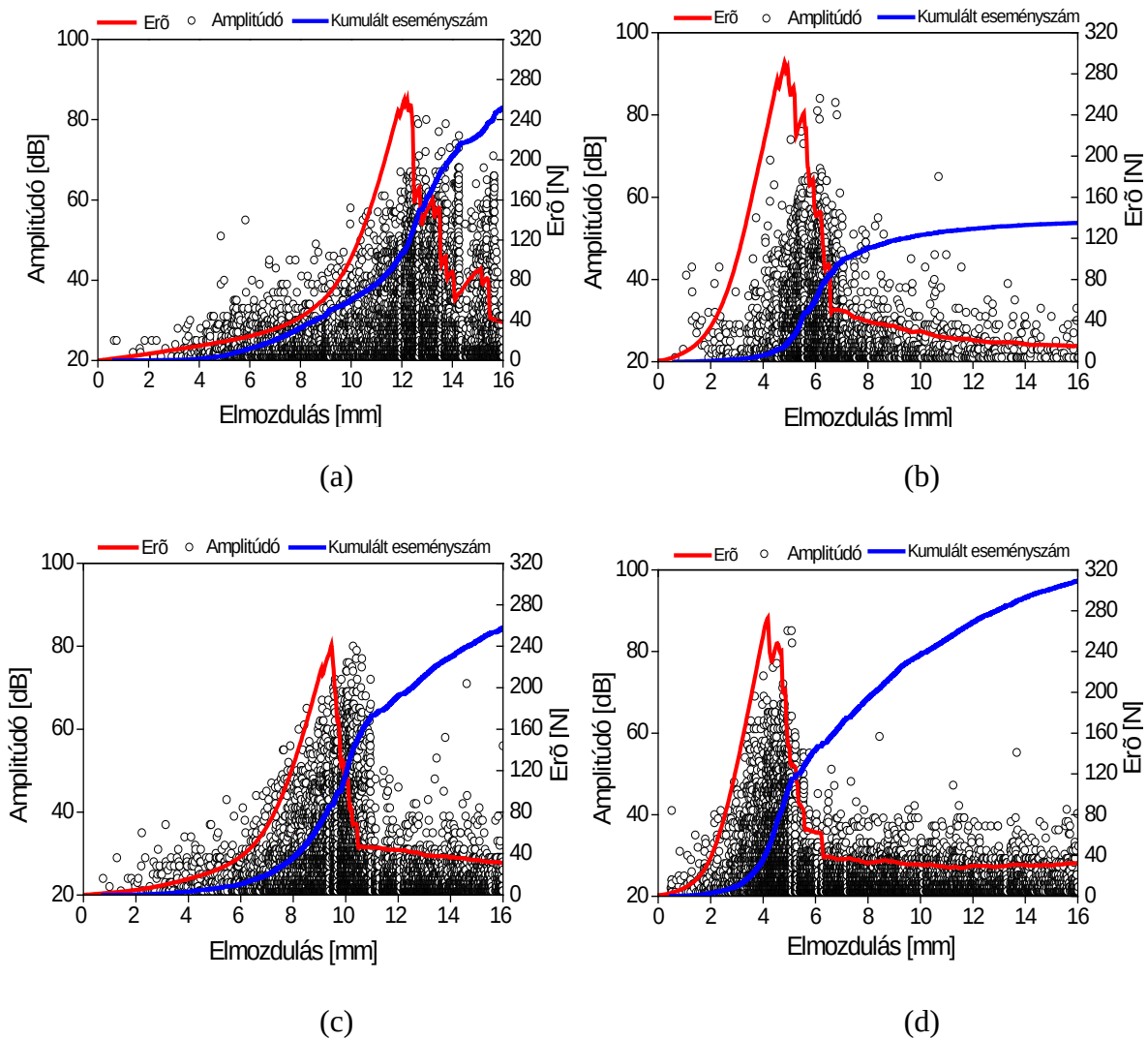
nincs szignifikáns különbség az értékek között (17.a. ábra). A szakadási nyúlás értékek teli minták esetén nagyobbak az üres mintákhoz képest, illetve a láncirányú fonalak megnyúlása nagyobb a vetülékirányú fonalakkal szemben (17.b ábra). A kezdeti szakadási nyúlás összhangban van a szakadási nyúlás során megállapított tendenciával, miszerint a teli minták az üres mintákkal, a láncirányú fonalak a vetülékirányú fonalakkal szemben nagyobb értéket adnak (17.b ábra). A teli minták a keresztirányú fonalak miatt rugalmasabbak és nagyobb erő szükséges az elszakításukhoz, míg láncirányú fonalak könnyebben nyúlnak, de szakítóerejük kisebb, mint a vetülékirányú fonalaké. A mérési adatokat a 2./F. táblázat tartalmazza a dolgozat Függelék részében.



17. ábra Natúr, kiindulási lencszövetek szakítóerő (a) és szakadási nyúlás (b) diagramjai

Akusztikus emisszió

Lánc- és vetülékirányú fonalakat összehasonlítva megállapítható, hogy a rugalmasabb láncirányú fonalak kumulált eseményszám görbéjének kezdeti szakasza elnyújtottabb mind a teli, mind az üres minták esetében (18.a és c ábra, kék görbék), valamint ennél a szakasznál jól elkülöníthetően megjelennek az alacsony, 20–35 dB-es amplitúdók (18.a és c ábra, fekete jelek). Vetülékirányú fonalak esetén a rövid megnyúlást (18.b és d ábra, piros görbék) kevesebb kis amplitúdójú hang kíséri, a kezdeti 25–30 dB-es jeleket elnyomják a fonalak szakadásából eredő hangok (18.b és d ábra, fekete jelek).



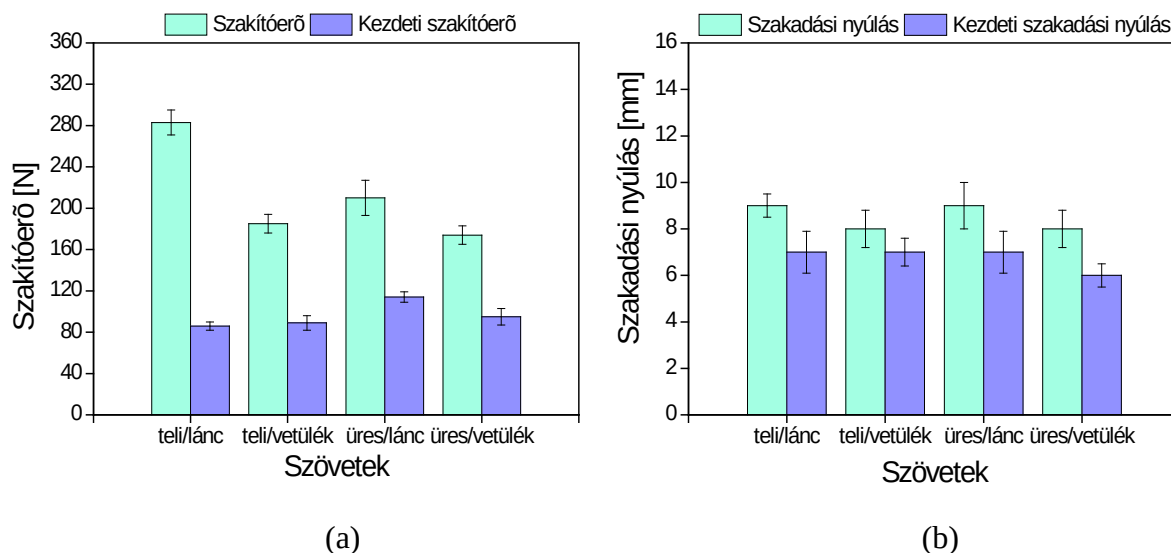
18. ábra A natúr, kiindulás teli/lánc (a), teli/vetülék (b), üres/lánc (c) és üres/vetülék (d) minták amplitúdó eloszlásai

4.1.2 Fehérített lenszövet

Szakítóerő és szakadási nyúlás

Fehérített, kiindulási lenszöveteket összehasonlítva megállapítható, hogy a teli minták elszakításához szükséges erő nagyobb az üres mintákkal szemben, valamint a láncirányú sávok szakítóereje (283 N) nagyobb a vetülékirányú mintákéhoz (185 N) képest (19.a ábra). A kezdeti szakítóerőkre pontos lényegi megállapítás nem tehető (19.a ábra). A szakadási nyúlás értékeket tekintve teli és üres minták között nem tudunk különbséget tenni, kis különbség csak a lánc- és vetülékirányú fonalakban mutatkozik, ahol a láncirányú fonalak megnyúlása nagyobb a vetülékirányú fonalakhoz képest (19.b ábra). A kezdeti szakadási nyúlás összhangban van

a szakadási nyúlás során megállapított tendenciával, miszerint a láncirányú fonalak a vetülék-irányú fonalakkal szemben nagyobb értéket adnak (19.b ábra). A mérési adatokat a 3./F. táblázat tartalmazza a dolgozat Függelék részében.



19. ábra Fehérített, kiindulási lenszövetek szakítóerő (a) és szakadási nyúlás (b) diagramjai

Akusztikus emisszió

A natúr len esetében tett megállapítás igaz a fehérített lenre is. A láncirányú fonalak nagyobb megnyúlása miatt a kezdeti szakaszban megjelennek a kis amplitúdójú jelek, míg a merevebb vetülékirányú fonalak elszakadásából eredő 60–80 dB hangok elnyomják a kezdeti szakaszban detektált kis amplitúdójú jeleket. A teli és üres minták között nincs jelentős eltérés.

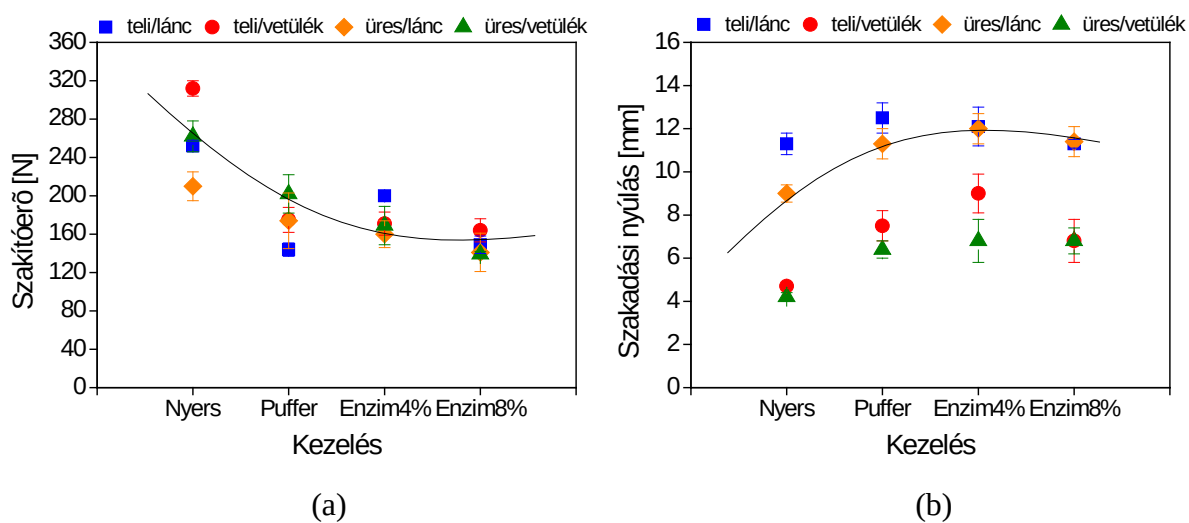
4.2 A pektináz enzim kezelés hatása natúr lenszövet tulajdonságaira

A pektináz enzim kezelés a lenszövetek bioelőkészítésének a fő folyamata. A pektin a primer fal legkülső rétegében (kutikula) elhelyezkedő viaszos komponensek és a szál főtömege között, mint növényi ragasztóanyag működik. Kontrollált enzim kezelésével hidrofíl szálfelület nyerhető, mivel a pektin lebontása mellett a szálfelület viaszos komponensei is eltávolíthatók. Intenzívebb - hosszabb és nagyobb pektináz enzim koncentrációval végrehajtott - kezelés viszont a sejtközi állományban lévő pektin degradációját is okozhatja, ami nem kívánt folyamat a bioelőkészítés során. Ennek következtében az elemi sejteket (azaz a rostokat alkotó elemi szálakat) összetartó pektin is sérülhet, ami a rostköteg gyengítését eredményezi.

Kutatómunkámnak ebben a részében feladatomb volt a különböző enzim koncentrációk hatására megváltozott mechanikai tulajdonságok jellemzése a szakítóerővel és szakadási nyúlással, továbbá len akusztikus aktivitásában bekövetkező változások követése. Észrevételeimet a szál keresztmetszetéről készült polarizációs optikai mikroszkópos felvételek segítségével magyaráztam.

Szakítóerő és szakadási nyúlás

A kiindulási lenszövet foszfát pufferoldatos kezelése is (ahol az enzim koncentrációja a szövettömegre vonatkoztatva nulla) megváltoztatja a szálak szilárdságát. Lánc- és vetülék-irányban is csökkentek a szakítóerő értékek. Pektináz enzimes kezelés, 4 %-os enzim koncentrációt alkalmazva tovább csökkenti a szálak szakítóerejét lánc- és vetülék-irányban. A mért értékek azt bizonyítják, hogy a 8 %-os enzim koncentráció még hatékonyabban távolítja el a pektintartalmat, aminek következtében nagymértékben csökkent a lánc- és vetülék-irányú sávok szakítóereje. Megállapítható, hogy a teli minták és a vetülék-irányú sávok elszakításához nagyobb erő szükséges, mint ami az üres és a lánc-irányú minták elszakítását okozza. A szilárdságvesztés azzal magyarázható, hogy pufferoldat hatására jelentős a kísérőanyagok és vízoldható komponensek kioldódása, pektináz enzimes kezeléskor pedig a pektin, mint ragasztóanyag eltávolításával is számolni kell (20.a ábra). A lenszövetek szakadási nyúlás értékeinek elemzésekor az a következtetést vonható le, hogy az alkalmazott kezelések hatására javult a szálak rugalmassága (20.b ábra). A mérési adatokat a 2./F. táblázat tartalmazza a dolgozat Függelék részében.



20. ábra Szakítóerő (a) és szakadási nyúlás (b) változása foszfát pufferes és pektináz enzimes kezelés hatására natúr lenszövetekben

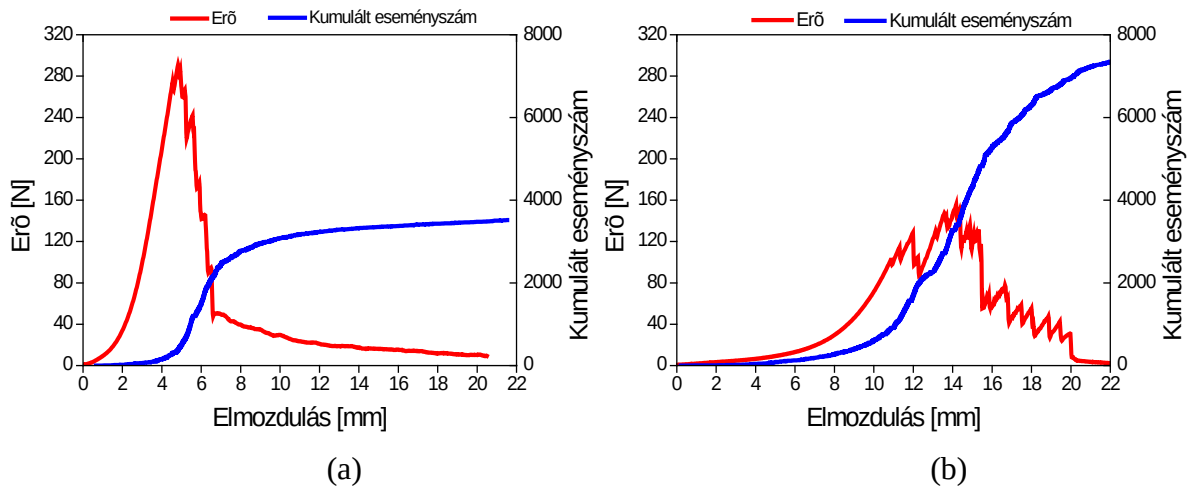
A kezdeti szakítóerő és szakadási nyúlás meghatározásának módját a 10. ábrán már bemutatam. A vizsgált szövetekre kapott értékek alapján megállapítható (4. táblázat), hogy nincs nagy eltérés a lánc- és vetülékirányú fonalak kezdeti szakítási ereje között. A kezelések (foszfát puffer és pektináz enzim) hatására viszont az üres minták kezdeti szakítóereje kismértékben nagyobb a teli mintákhoz képest. A szakadási nyúlás részben tett megállapítások igazak a kezdeti szakadási nyúlásra is. Az értékek igazolják, hogy láncirányban a fonalak könnyebben megnyúlnak feszültség hatására, mint vetülékirányban. A foszfát pufferoldatban való kezelés és az enzim koncentráció növelése kismértékben növeli a kezdeti szakadási nyúlás értékeket. A kezdeti szakítóerő értékeiben azért nincs szignifikáns különbség, mert ez a mennyiség az elemi szálak szakadására jellemző, míg a pektináz enzimes kezelés elsősorban a pektin réteg tulajdonságait változtatja meg, ami viszont az akusztikus vizsgáltok kezdeti szakaszán követhető az amplitúdók segítségével.

4. táblázat *Natúr lenszövetek kezdeti szakítóerő- és szakadási nyúlás értékei a foszfát pufferes és különböző enzimes kezelések függvényében*

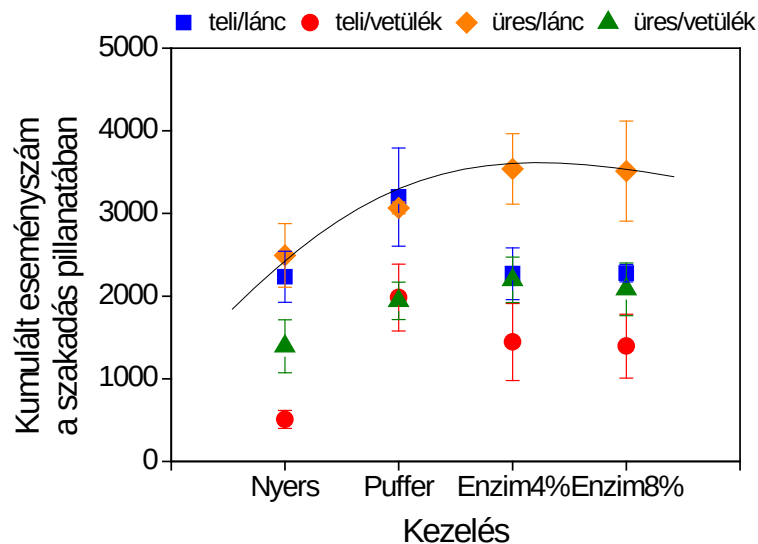
Minta	Kezdeti szakítóerő [N]		Kezdeti szakadási nyúlás [mm]	
	Lánc	Vetülék	Lánc	Vetülék
Kiindulási teli	93 ± 7	93 ± 5	9 ± 0,3	3 ± 0,3
Kiindulási üres	89 ± 7	80 ± 6	6 ± 0,4	2 ± 0,8
Puffer teli	88 ± 4	82 ± 13	8 ± 1,6	5 ± 0,8
Puffer üres	101 ± 7	105 ± 3	7 ± 1,0	4 ± 0,3
Enzim 4 % teli	89 ± 5	89 ± 4	8 ± 0,9	5 ± 0,5
Enzim 4 % üres	97 ± 2	96 ± 3	9 ± 0,7	5 ± 0,5
Enzim 8 % teli	77 ± 4	90 ± 6	7 ± 0,7	5 ± 0,9
Enzim 8 % üres	92 ± 2	101 ± 6	7 ± 0,7	5 ± 0,7

Erő-elmozdulás és kumulált eseményszám görbe

A mintákat vizsgálva megállapítható, hogy a lánc- és vetülékirányú fonalak az erő-elmozdulás és kumulált eseményszám görbe kezdeti szakaszában különböznek és ez a tulajdonság kezelés hatására sem változott meg. Az erő-elmozdulás görbe kezdeti „sima” felfutása után, a maximum elérést követően megjelennek lokális maximumok is, amik az egyes fonalak és azon belül az elemi szálak szakadásához rendelhetők. A kiindulási minták erő-elmozdulás görbéjén (21.a ábra, piros görbe) kevesebb kitörés található, mint a kezelt (foszfát puffer és pektináz enzim) minták esetén (21.b ábra, piros görbe). A lánc- és vetülékirányban tapasztalt különbséget szintén a 21. ábra mutatja. A kezelések (foszfát puffer és pektináz enzim) hatására az akusztikusan aktívabb anyagok a szakadás pillanatában mért kumulált eseményszám értékei megnövekedtek (22. ábra). A mérési adatokat az 5./F. táblázat tartalmazza a dolgozat Függelék részében.



21. ábra Natúr, kiindulási teli/vetülék lenszövet (a) és natúr, enzim 8 % teli/lánc lenszövet (b) erő-elmozdulás és kumulált eseményszám görbéi

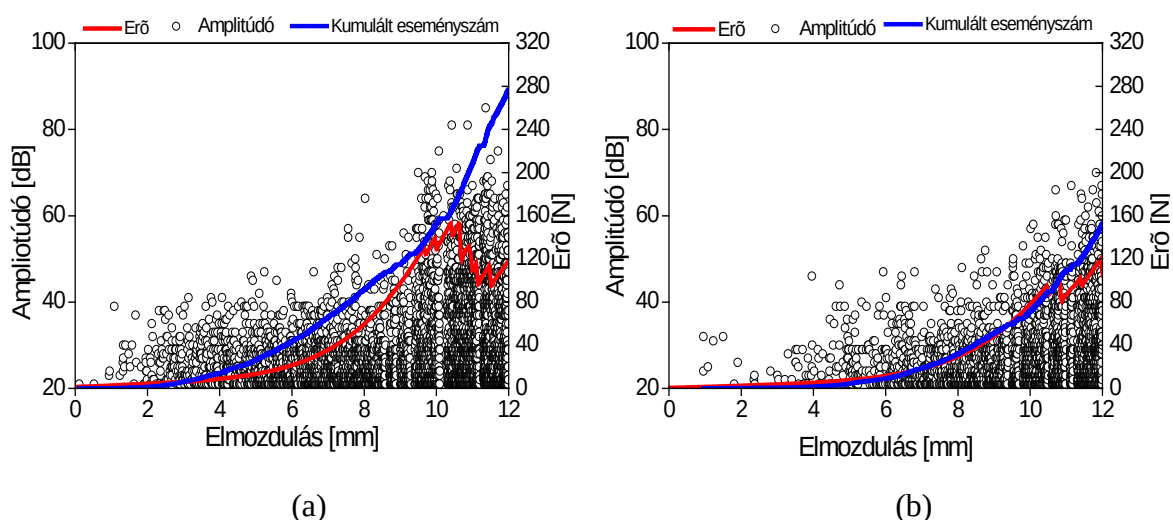


22. ábra A foszfát pufferes és pektináz enzimés kezelések hatása a szakadás pillanatában mér kumulált eseményszámra

Akusztikus emisszió

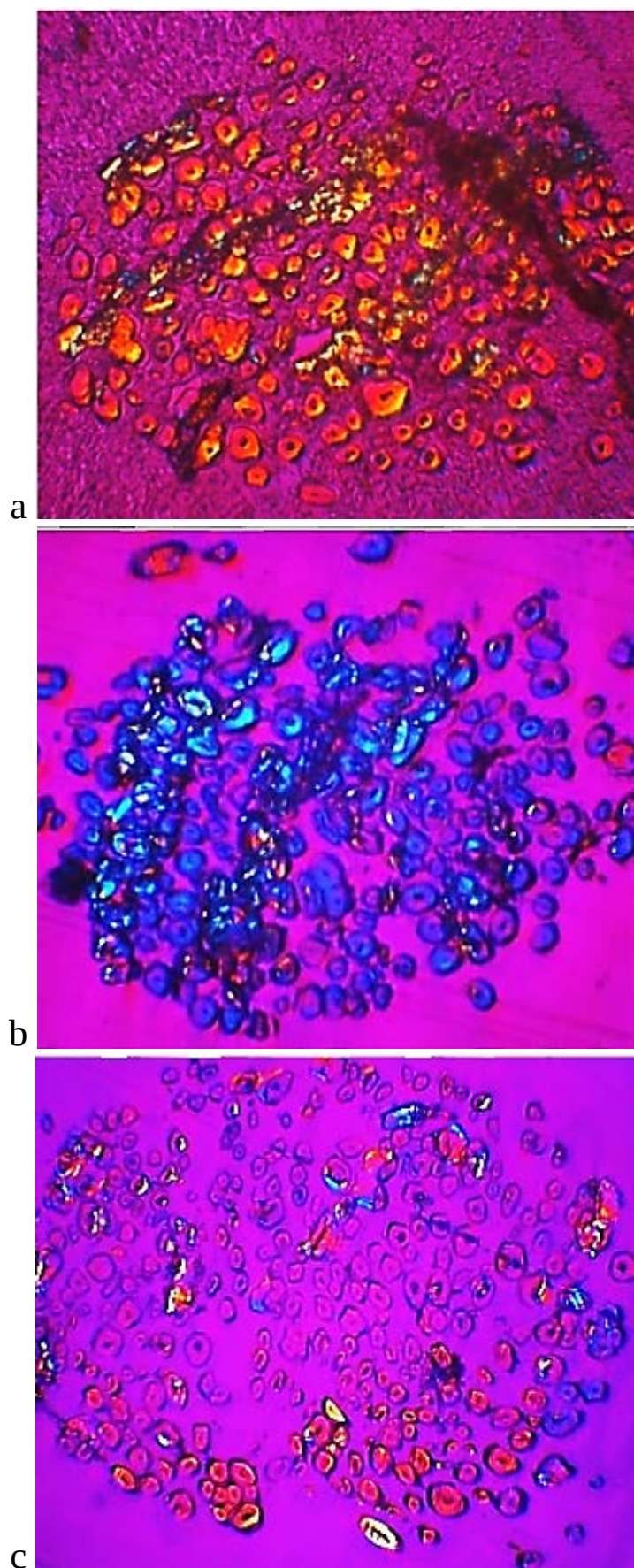
A kumulált eseményszám görbe alakja és az amplitúdók eloszlása összhangban van egymással, de a deformációs folyamatok pontosabb definiálásához szükség van a tartománybeli átlagos amplitúdók megállapítására. Az akusztikus emissziós jelek amplitúdó eloszlása alapján három csoport különíthető el. A kezdeti, 20-35 dB-es hangok a pektin és a szálak elválásából erednek, a középső, 35-60 dB-es hangok a szálak repedezéséhez köthetők, míg a felső, 60-80 dB-es tartományban lévő hangok a szálak szakadásához rendelhetők. A jelek gyakran átfedik egymást, ezért a tartományok pontos helyzetét nehéz meghatározni [12]. A különböző kezelések hatására megmaradt az a tulajdonság, hogy a rugalmasabb láncirányú fonalak a kezdeti nyúlás szakaszban akusztikusan aktívabbak a vetülékirányú fonalakkal szemben.

Foszfát pufferoldatos kezelés hatására növekedett a 25-30 dB-es amplitúdók száma, ami annak a következménye, hogy a pufferoldat behatolt a szálak közé, eltávolította a vízzoldható anyagok egy részét, aminek következtében egy tömörebb szerkezet jött létre. A kompakt szerkezetben a szálak közelsége miatt számolni kell ezek sűrűlódásával és elválásával húzóerő hatására, így az amplitúdók a kisebb tartományok felé tolódtak el (23.a ábra). A 4- és 8 %-os enzim koncentrációval kezelt lencsövek hangjaiban eltérés mutatkozik a kiindulási lencsövekkel szemben (23.b ábra). A pektinréteg részleges eltávolításával csökkent a 20-35 dB-es hangok száma a kezdeti megnyúlási szakaszban, ami azzal magyarázható, hogy az enzim részlegesen lebontja azt a pektint, ami a rostokon belüli tartományban van, így a szálak elválása és repedezése, majd elszakadása lesz a domináló folyamat.



23. ábra Foszfát pufferoldat (a) és 8 %-os pektináz enzim koncentrációjú oldat hatása (b) natúr üres/lánc minták amplitúdó eloszlására

A jelek eloszlását alátámasztják a polarizációs optikai mikroszkóppal készült képek is. A szál keresztmetszetéről készült képek az egy fonalban lévő rostokat mutatják. Jól látható, hogy a kiindulási mintával (24.a ábra) szemben a foszfát pufferes kezelés hatására egy tömörebb szerkezet jött létre (24.b ábra), aminek köszönhetően már a nyújtás kezdetén detektálhatók a kis amplitúdójú hangok. A 8 %-os enzim koncentráció mellett a fonalban lévő szálak eltávolodtak egymástól, így azok sűrűlódásából származó hangok csak később jelentek meg (24.c ábra). A képek nem jelölik a szálak közötti pektin réteget, illetve számolni kell a gyanta behatolásával a szálak közé.



24. ábra Kiindulási láncfonal (a), foszfát pufferoldat (b) és 8 %-os pektináz enzim koncentrációjú oldat (c) hatása natúr láncfonal keresztmetszetére

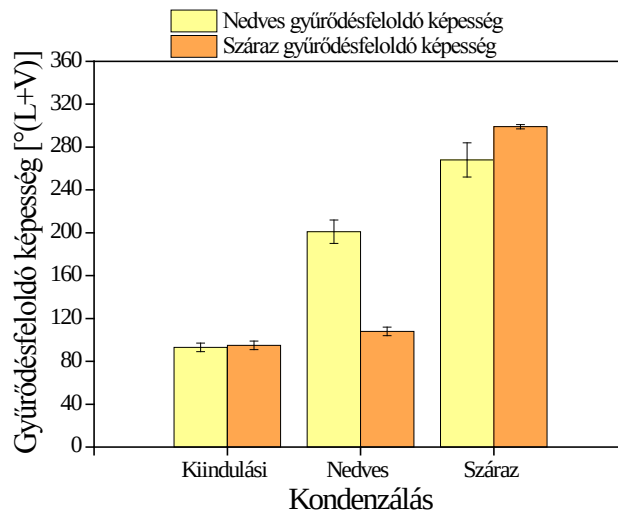
Összefoglalásként elmondható, hogy a foszfát pufferes és pektináz enzim kezelés hatására csökkent a szakítóerő, ami részben a vízoldható komponensek eltávolításával, valamint a rostokat összetartó pektinréteg lebontásával magyarázható. A foszfát pufferoldattal kezelt minták esetén a szálak szorosabb illeszkedéséből eredő kis amplitúdójú jeleket, míg enzim kezelés után a szálak könnyebb elválásából és szakadásából eredő hangokat kell figyelembe venni.

4.3 A műgyantás kikészítés hatása fehéritett lencszövet tulajdonságaira

A műgyantás kikészítés fő feladata a lencszövetek fokozott gyűrődési hajlamának a csökkentése. Mivel a kikészítés során jelentős szilárdságvesztés következik be, a megfelelő technológia kiválasztásával a folyamat negatív hatásai mérsékelhetők az elért pozitív tulajdonságok megtartása mellett. Kutatómunkám során vizsgáltam a lencszövet mechanikai tulajdonságaiban, nedves és száraz kondenzálást alkalmazó műgyantás kikészítés hatására bekövetkező előnyös (gyűrődésfeloldó képesség) és hátrányos (szakítószilárdság csökkenés) tulajdonságok változását.

Gyűrődésfeloldó képesség

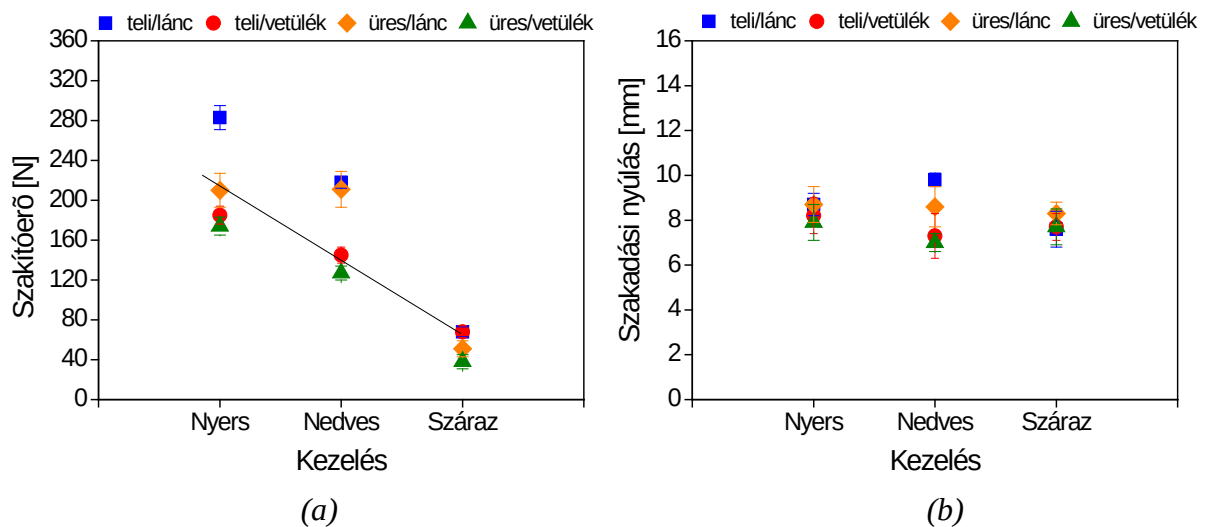
A lencszövetekre jellemző gyűrődési hajlam a cellulóz magas fokú orientációjának következménye [27]. Ez a kedvezőtlen tulajdonság rontja a lencszövetek ruházati célú felhasználását. A műgyantás kikészítés hatására nő a szövetek gyűrődésfeloldó képessége. A gyűrődésfeloldásban elérhető eredményeket a műgyanta kondenzálásának a módja jelentősen befolyásolja. A nedves kondenzálást követően, a nedves állapotban mért gyűrődésfeloldási szögek közel kétszeresére nőttek, míg a száraz állapotban mért gyűrődésfeloldási szögek csak kismértékben növekedtek. A száraz kondenzálás a száraz és a nedves állapotú gyűrődésfeloldási képességet is megnövelte, a gyűrődésfeloldási szögek mindkét esetben megkétszereződtek (25. ábra). A mérési adatokat a Függelék 4./F. táblázata tartalmazza.



25. ábra Nedves- és száraz gyűrődésfeloldó képesség változása kiindulási, nedves és száraz kondenzált lencsövetekben

Szakítóerő és szakadási nyúlás

Nedves kikészítés hatására a szakítóerő láncirányban és vetülékirányban is kismértékben csökkent. A száraz műgyantás kezelést követően viszont a szakítóerő drasztikusan megváltozik, közel a negyedére csökkent lánc- és vetülékirányban. A száraz és nedves technológiával kikészített szövetek szakítóerejét összehasonlítva megállapítható, hogy a száraz kondenzálás rendkívül hátrányosan befolyásolja a szövetek szilárdsági jellemzőit. A nedves eljárás szakítóerőre kifejtett hatása ennél lényegesen enyhébb. Száraz kikészítés után a lencse szilárdsága harmada a nedves kondenzálással kikészített szövetek szilárdságának (26.a ábra). A műgyantás kikészítésnek nincsen jelentős hatása a szakadási nyúlásra (26.b ábra). A mérési adatokat a Függelék 3./F. táblázata tartalmazza.



26. ábra Szakítóerő (a) és szakadási nyúlás (b) változása nedves és száraz kondenzálás hatására fehérített lencsövetekben

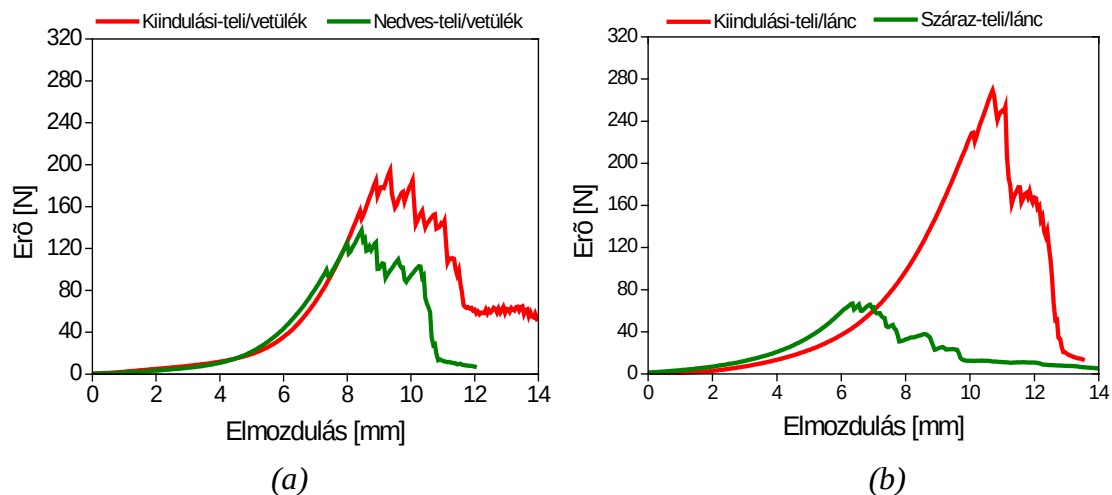
Az 5. táblázat értékei alapján megállapítható, hogy a láncirányú fonalak nagyobb kezdeti szakítási ereje nem változott műgyantás kikészítés hatására. Általánosságban elmondható, hogy láncirányban nagyobb a kezdeti szakadási nyúlás, mint vetülékirányban. Lenszövetek kezdeti szakadási nyúlás értékeire általános érvényű, műgyantás kikészítés hatásának tulajdonítható megállapítás nem tehető.

5. táblázat Fehérített lenszövetek kezdeti szakítóerő és kezdeti szakadási nyúlás értékei a műgyantás kikészítés paramétereinek függvényében

Minta	Kezdeti szakítóerő [N]		Kezdeti szakadási nyúlás [mm]	
	Lánc	Vetülék	Lánc	Vetülék
Kiindulási teli	86 ± 4	89 ± 7	7 ± 0,9	7 ± 0,6
Kiindulási üres	114 ± 5	95 ± 8	7 ± 0,9	6 ± 0,5
Nedves teli	90 ± 4	85 ± 9	7 ± 0,5	5 ± 0,6
Nedves üres	102 ± 2	107 ± 8	6 ± 0,9	6 ± 0,4
Száraz teli	98 ± 8	90 ± 7	5 ± 0,7	6 ± 0,7
Száraz üres	95 ± 4	65 ± 5	5 ± 0,6	3 ± 0,3

Erő – elmozdulás és kumulált eseményszám görbe

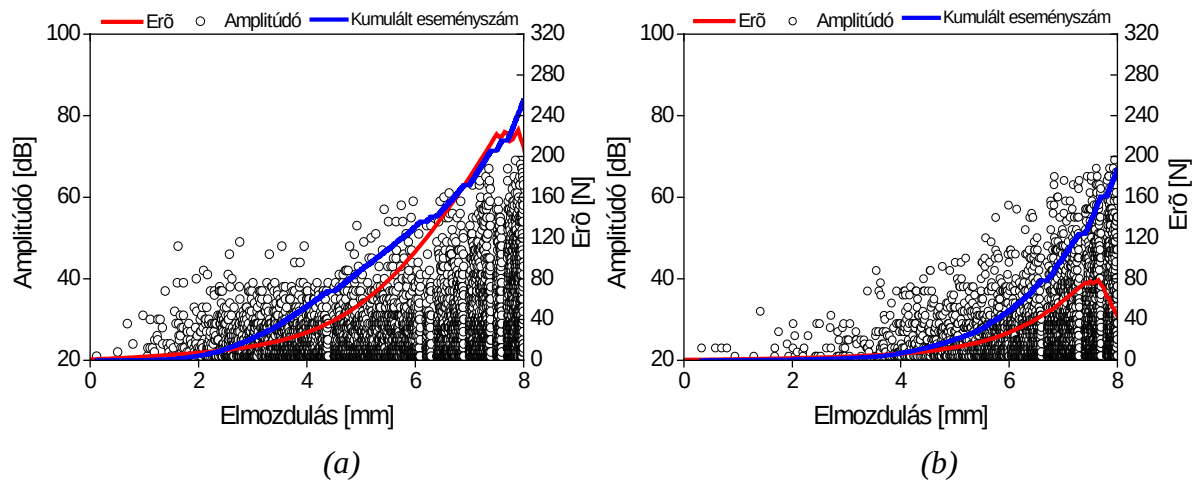
A nedves műgyantás kezelést követően az erő-elmozdulás görbéken megjelennek a kitörésszerű maximumok, míg száraz műgyantás kezelés után csökken a számuk. Az erő-elmozdulás görbék alakja azzal magyarázható, hogy a kiindulási len esetében a szálak egyszerre szakadnak, a rostok csak az előkészítésből és fehérítésből adódó károsodással rendelkeznek. Nedves kikészítés során kisebb mértékű a cellulóz degradálódása (27.a ábra), mint száraz kikészítéskor, ahol nemcsak a polimerizációs fok csökkenés, hanem a magas hőmérséklet és a savas katalizátor is hozzájárul a szálak szilárdságvesztéséhez, így azok könnyebben válnak el egymástól és szakadnak el hirtelen (27.b ábra). A kumulált eseményszám görbe maximális értékei csak a száraz kondenzálás hatására csökkennek nagymértékben teli/üres minták és lánc/vetülékfonalak esetén is.



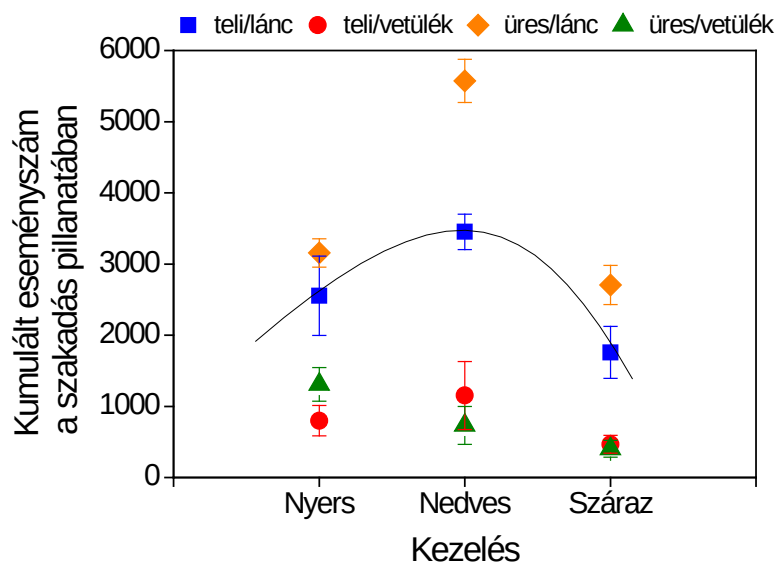
27. ábra Nedves kondenzálás hatása fehérített, kiindulási teli/vetülék minta (a), valamint a száraz kondenzálás hatása fehérített, kiindulási teli/lánc minta (b) erő-elmozdulás görbéire

Akusztikus emisszió

A kumulált eseményszám görbék kezdeti szakasza összhangban van az amplitúdó alapú kiértékelésnél kapott eredményekkel. Kiindulási fehérített len esetében a láncirányú fonalak kezdeti szakaszához rendelhető jelek a pektinréteg deformációjához, a pektin és szál elválásához, valamint a szálak repedezéséhez köthetők. Kiindulási vetülékirányú fonalak elemzésekor megállapítható, hogy a kezdeti szakaszhoz nem rendelhetők kis amplitúdójú jelek, azok később jelennek meg, ahol már összeolvadnak a szálak szakadásából eredő hangokkal. Elmondható, hogy a fonalak rugalmassági tulajdonságai eltérnek, ezért az akusztikus események is különböző szakaszokban jelentkeznek. Mivel a láncirányú fonalak szakítási ereje nagyobb, feltételezhető, hogy a láncirányú fonalakat felépítő rostokon kevesebb hibahely található, aminek következtében már kis erő hatására is repedések jelennek meg és ezen deformációk hangjai kezdetben a 20–35 dB-es, majd 35–50 dB-es tartományban találhatók (28.a ábra). Ezzel ellentétben, a vetülékirányú fonalak rostjain több hibahely lehet, ezért kis erő hatására már nem jönnek létre új repedések, hanem a meglévő hibahelyeken kezdődik a szakadás. Nedves műgyantás kezelés hatására megmaradtak a kezdeti, kis amplitúdójú jelek láncirányú fonalaknál, vetülékirányban viszont megjelentek a 20–35 dB-es hangok és növekedett a 35–50 dB-es tartományú jelek száma. Összességében elmondható, hogy a nedves kondenzálás hatására akusztikusan aktívabb lett az anyag (29. ábra). Száraz műgyantás kikészítés során a cellulózból álló rostok jobban károsodnak, aminek a következménye, hogy mind lánc-, mind vetülékirányban ritkul a 20–35 dB-es tartományban a jelek száma (28.b ábra) és az anyag akusztikus aktivitása csökkent (29. ábra). Az amplitúdók változása alátámasztja a műgyantás kikészítés hátrányos hatását. A mérési adatokat az 5./F. táblázat tartalmazza a dolgozat Függelék részében.

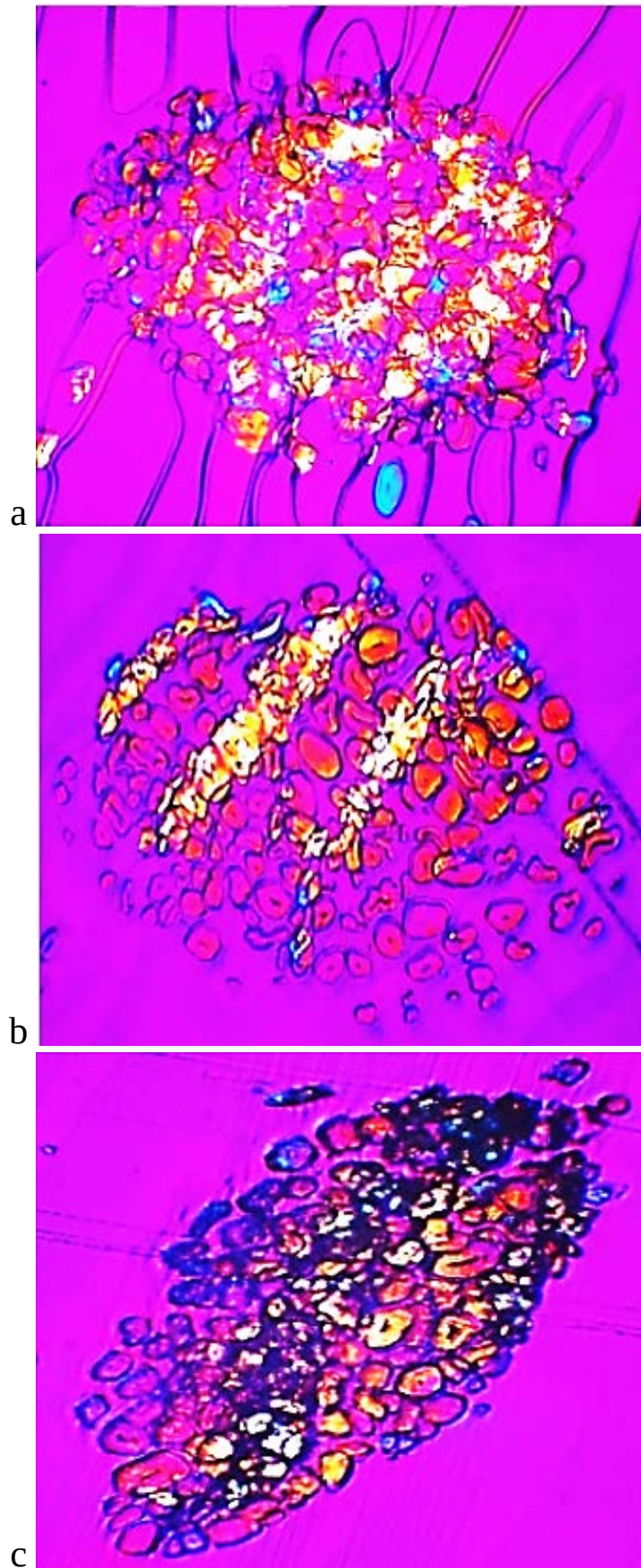


28. ábra Nedves kondenzálás (a) és száraz kondenzálás (b) hatása fehérített, kiindulási üres/lánc minták amplitúdó eloszlására



29. ábra A műgyantás kezelések hatása a szakadás pillanatában mér kumulált eseményszámra

A polarizációs optikai mikroszkóppal felvett képek azt mutatják, hogy nedves kondenzálás hatására az elemi szálak közötti távolság nagyobb lett (30.b ábra) a száraz kondenzáláshoz képest (30.c ábra). Mind száraz és nedves kondenzálás hatására egy feszültségekkel teli, kereszt kötött szerkezet jön létre. A nedves kondenzáláskor a duzzasztott szál- és fonalszerkezet miatt kisebb mértékű a cellulóz degradációja, ezért a szálak szakadása később indul meg, így a kezdeti szakaszban a kereszt kötése révén kialakuló feszültségek feloldásához rendelhető hangok jól detektálhatók. A száraz kondenzálás hatására olyan nagymértékű a cellulóz degradációja, hogy a szálak szakadásához rendelhető hangok elnyomják a kezdeti szakaszban detektálható kis amplitúdójú jeleket, amik valószínű, hogy a tömörebb szerkezetből adódóan a szálak súrlódásából származnak.



30. ábra Kiindulási láncfonal (a), nedves kondenzálás (b) és száraz kondenzálás (c) hatása fehérített láncfonal keresztmetszetére

5. ÖSSZEFOGLALÁS

Kutatómunkámban akusztikus emisszióval kombinált szakítóvizsgálatokat alkalmaztam különböző (natúr, fehérített) lencszövetek szilárdsági jellemzőinek, valamint a hangeffektus alapján a szakadás során lejátszódó folyamatok meghatározására tettem kísérletet. A kutatómunka első részben a kiindulási natúr és fehérített lencszövetek szilárdsági jellemzőit vizsgálva bemutattam a keresztirányú fonalak szerepét a szövetek szilárdsági és akusztikai tulajdonságaiban változásában. Ezt követően natúr lencszövetek pektináz enzim bioelőkészítésével foglalkoztam, amelynek hatására a natúr len mechanikai tulajdonságaiban bekövetkező változásokat értékeltem. Vizsgáltam még a műgyantás kikészítés hatására, a fehérített lencszövetek mechanikai tulajdonságaiban lejátszódó változásokat is.

Az eredmények alapján elmondható, hogy nemcsak szálak – mint ahogy azt a szakirodalomból tudjuk –, hanem szövetek is eredményesen vizsgálhatók akusztikus emisszióval. Már a foszfát pufferoldatos kezelés is csökkentette a lencszövet szakítóerejét a kiindulási szövetéhez képest. Pektináz enzim jelenlétében és növekvő enzimkoncentrációnál a szakítóerő tovább csökkent. A kezelések kismértékben növelték a szövetek rugalmasságát. A foszfát pufferoldatos kezelés hatására az anyagok akusztikusan aktívabbak lettek egy tömörebb szerkezet kialakulása miatt, amit a polarizációs optikai mikroszkópos képek is ábrázolnak. Pektináz enzim kezelés hatására, valamint a szálak távolságának növekedése miatt csökkent a szálak súrlódásából eredő hangok száma.

A nedves kondenzálással végzett műgyantás kikészítés mérsékelte, a száraz kondenzálás jelentős szakítóerő csökkenést eredményeztek mind lánc-, mind vetülékirányban. Száraz kikészítés után a lencszövet szakítószilárdsága harmada a nedves kondenzálással kikészített szövetéhez képest. A száraz kondenzálással végzett kikészítés mind a száraz, mind a nedves állapotban mért gyűrődésfeloldó képességet jelentősen javítja, míg a nedves kondenzálás csak a nedves gyűrődésfeloldó képességet növelte meg. Nedves műgyantás kezelés hatására növekedett a szövetek akusztikus aktivitása, vetülékirányban is megjelentek a kis amplitúdójú jelek, valamint a középső tartomány (35–60 dB) jelei intenzívebbé váltak. Száraz műgyantás kikészítés hatására csökkent a jelek száma nemcsak a lánc-, hanem vetülékirányban is. Eredményeim bizonyították, hogy a különböző kikészítettségi fokú lencszövetek degradációja során a keletkező hangeffektusok jellemzik az alkalmazott kikészítés szerkezetmódosító hatását. Az akusztikus emisszió mérése jelentősen bővíti a hagyományos vizsgálati módszerekkel meghatározható makroszkópikus szövetjellemzőket, mivel jelzi az alkalmazott kezelés hatására mikroszkópikus és szubmikroszkópikus szinten bekövetkező változásokat.

6. IRODALMI HIVATKOZÁS

- [1] Lewin, M., Roldan, L.G. (1998) Cotton Fibers. *Handbook of Fiber Chemistry*, New York, 577-721
- [2] Kim, E., Csiszár, E. (2005) Chemical Finishing of Linen and Ramie Fabrics. *Journal of Natural Fibres*, 2(3), 35-48
- [3] Dányádi L, Renner K, Móczó J, Pukánszky B. (2007) Wood flour filled polypropylene composites: interfacial adhesion and micromechanical deformations, *Polymer Eng. Sci.*, 47(8), 1246-1255
- [4] Kovács, J., Marosi, J. (1973/74) Anyagismeret, *Műszaki könyvkiadó*, Szeged
- [5] Rusznák, I. (1988) Textilkémia I-II, *Tankönyvkiadó*, Budapest
- [6] Sharma, H.S., Van Sumere, C.F. (1988) The Biology and Processing of Flax. *M Publication*, Belfast, UK
- [7] Salmon-Minotte. J., Franck, R.R. (2005) Flax. in: Bast and other plant fibres. (eds. Franck, R. R.) *Woodhead Publishing Limited*, Cambridge, 95-137
- [8] Bailey, M.J., Pessa, E. (1990) Strain and Process for production of Polygaracturonase. *Enzyme Microb. Technol.*, 12, 266-271
- [9] Losonczi, A. (2004) Bioscouring of cotton fabrics. Ph.D. Thesis, Budapest University of Technology and Economics, Department of Plastics and Rubber Technology
- [10] Rémi, E., Perdi, S., Lepenye, Gy., Rusznák, I., Víg, A. (1988) Formaldehidmentes kikészítés reaktív ciklodextrinekkal. *Magyar Textiltechnika*, 1, 19-22
- [11] Marsh, J.T. (1962) Self-smoothing Fabrics. *Chapman and Hall Ltd.*, 3, 359, London
- [12] Lewin, M., Roldan, L. G. (1971) The Effect of Liquid Anhydrous Ammonia in the structure and Morphology of Cotton Cellulose. *Journal of Polymer Science*, 36, 213-229
- [13] http://www.performancechemicals.basf.com/ev-wcms-in/internet/en_GB/function/concerin/internet/en_GB/function/conversions:/publish/content/EV/EV8/publications/doc/EVX_T_FA-free_Finishing.pdf
- [14] Bille, H., Petersen, H. (1976) Formaldehyde in textile finishing. Possibilities for a formaldehyde-free or alow-formaldehyde textile finish. *Melliand Textilberichte*, 57 (2), 155-156
- [15] Pellionisz, P. (1992) Akusztikus emissziós anyag- és szerkezetvizsgálatok. GTE Bp.

- [16] Romhány, G. (2004) Lenzál alkalmazhatósága biokompozitok erősítőanyagaként. Ph.D. értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Polimertechnika Tanszék
- [17] Czigány, T. (2000) Az anyag hallhatatlan hangja. *Élet és Tudomány*, 55, 461-463
- [18] De Rosa, M. I., Santulli, C., Sarasini, F. (2009) Acoustic emission for monitoring the mechanical behaviour of natural fibre composites: A literature review. *Elsevier, Composites: Part A* 40, 1456-1469
- [19] Pukánszky, B., Turcsányi, B., Tüdős, F. (1988) Interfaces in Polymer, Ceramic, and Metal Matrix Composites. *Elsevier, New York*, 467-477
- [20] Karger-Kocsis, J., Harmia, T., Czigány, T. (1995) Comparison of the Fracture and Failure Behavior of Polypropylene Composites Reinforced by Long Glass Fibers and by Glass Mats. *Compos. Sci. Technol.*, 54, 287-298
- [21] Haselbach, W., Lauke, B. (2003) Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion. *Compos. Sci. Technol.*, 63, 2155-2162
- [22] Bohse, J. (2000) Acoustic emission characteristics of micro-failure processes in polymer blends and composites. *Compos. Sci. Technol.*, 60, 1213-1226
- [23] Lyons, D.W., Graham, J. (1975) Acoustic measurement of fiber properties. *Textile Research Journal*, 45 (7), 549-553
- [24] Ellison, M.S., Dai, J. (1996) Description and application of an acoustic pulse detector to Nylon 6 and polypropylene single fiber fracture. *Textile Research Journal*, 66 (5), 295-299
- [25] Velu, Y.K., Ellison, M.S., Dai, J., Rogers, C.D. (1999) Single fiber acoustic emission and tensile properties from cotton bundle fracture tests. *Textile Research Journal*, 69 (8), 616-620
- [26] Lewin, M., Pearce, E. M. (1998) Handbook of Fiber Chemistry, Second Edition, Marcel Dekker Inc.
- [27] Booth, J. E. (1969) Principles of Textile Testing, *Chemical Publishing Company, Inc.*, New York, pp. 287-289

F. Függelék

Mérési adatok

A vizsgált szövetek típusát és az alkalmazott jelöléseket a 7. táblázatban foglaltam össze.

Az alkalmazott jelölés: **BC-d/x**

B= szövet típusa: F – fehérített len, N – natúr len

C= kezelés típusa: K – kiindulási, N – nedves kondenzálás, Sz – száraz kondenzálás, P – csak puffer, tehát 0 %-os enzim koncentráció, E 4 – 4 %-os enzim koncentráció, E 8 – 8 %-os enzim koncentráció

d= teli (szövet) vagy üres (szálköteg): t – teli, ü – üres

x= fonalak iránya: l – lánc, v – vetülék

1./F. táblázat Vizsgált szövetek típusa

Jelölés	Szövet típusa	Kezelés	Szövet vagy szálköteg	Fonalak iránya
NK-ü/l	natúr len	kiindulási	üres	lánc
NK-ü/v	natúr len	kiindulási	üres	vetülék
NK-t/l	natúr len	kiindulási	teli	lánc
NK-t/v	natúr len	kiindulási	teli	vetülék
NP-ü/l	natúr len	puffer	üres	lánc
NP-ü/v	natúr len	puffer	üres	vetülék
NP-t/l	natúr len	puffer	teli	lánc
NP-t/v	natúr len	puffer	teli	vetülék
NE 4-ü/l	natúr len	enzim 4 %	üres	lánc
NE 4-ü/v	natúr len	enzim 4 %	üres	vetülék
NE 4-t/l	natúr len	enzim 4 %	teli	lánc
NE 4-t/v	natúr len	enzim 4 %	teli	vetülék
NE 8-ü/l	natúr len	enzim 8 %	üres	lánc
NE 8-ü/v	natúr len	enzim 8 %	üres	vetülék
NE 8-t/l	natúr len	enzim 8 %	teli	lánc
NE 8-t/v	natúr len	enzim 8 %	teli	vetülék
FK-ü/l	fehérített len	kiindulási	üres	lánc
FK-ü/v	fehérített len	kiindulási	üres	vetülék
FK-t/l	fehérített len	kiindulási	teli	lánc
FK-t/v	fehérített len	kiindulási	teli	vetülék
FSz-ü/l	fehérített len	száraz kondenzálás	üres	lánc
FSz-ü/v	fehérített len	száraz kondenzálás	üres	vetülék
FSz-t/l	fehérített len	száraz kondenzálás	teli	lánc
FSz-t/v	fehérített len	száraz kondenzálás	teli	vetülék
FN-ü/l	fehérített len	nedves kondenzálás	üres	lánc
FN-ü/v	fehérített len	nedves kondenzálás	üres	vetülék
FN-t/l	fehérített len	nedves kondenzálás	teli	lánc
FN-t/v	fehérített len	nedves kondenzálás	teli	vetülék

2./F. táblázat Natúr lenszövetek erő és nyúlási értékei foszfát pufferes és pektináz enzimés kezelés hatására

Minta neve	Kezdeti szakítóerő [N]	Szakítóerő [N]	Kezdeti szakadási nyúlás [mm]	Szakadási nyúlás [mm]
NNy-t/l	93 ± 7	252 ± 6	9 ± 0,3	11 ± 0,5
NNy-ü/l	89 ± 7	210 ± 15	6 ± 0,4	9 ± 0,4
NNy-t/v	93 ± 5	312 ± 8	3 ± 0,3	5 ± 0,1
NNy-ü/v	80 ± 6	262 ± 16	2 ± 0,8	4 ± 0,2
NP-t/l	88 ± 4	144 ± 7	8 ± 1,6	13 ± 0,7
NP-ü/l	101 ± 7	174 ± 29	7 ± 1	11 ± 0,7
NP-t/v	82 ± 13	175 ± 13	5 ± 0,8	8 ± 0,7
NP-ü/v	105 ± 3	202 ± 20	4 ± 0,3	6 ± 0,4
NE 4-t/l	89 ± 5	200 ± 5	8 ± 0,9	12 ± 0,9
NE 4-ü/l	97 ± 2	160 ± 14	9 ± 0,7	12 ± 0,7
NE 4-t/v	89 ± 4	171 ± 12	5 ± 0,5	10 ± 0,9
NE 4-ü/v	96 ± 3	169 ± 20	5 ± 0,5	7 ± 1,0
NE 8-t/l	77 ± 4	149 ± 9	7 ± 0,7	11 ± 0,2
NE 8-ü/l	92 ± 2	141 ± 20	7 ± 0,7	11 ± 0,7
NE 8-t/v	90 ± 6	164 ± 12	5 ± 0,9	7 ± 1,0
NE 8-ü/v	101 ± 6	139 ± 3	5 ± 0,7	7 ± 0,6

3./F. táblázat Fehérített lenszövetek erő és nyúlási értékei nedves és száraz kondenzálás hatására

Minta neve	Kezdeti szakítóerő [N]	Szakítóerő [N]	Kezdeti szakadási nyúlás [mm]	Szakadási nyúlás [mm]
FNy-t/l	86 ± 4	283 ± 12	7 ± 0,9	9 ± 0,5
FNy-ü/l	114 ± 5	210 ± 17	7 ± 0,9	9 ± 1
FNy-t/v	89 ± 7	185 ± 9	7 ± 0,6	8 ± 0,8
FNy-ü/v	95 ± 8	174 ± 9	6 ± 0,5	8 ± 0,8
FN-t/l	90 ± 4	218 ± 6	7 ± 0,5	10 ± 0,3
FN-ü/l	102 ± 2	211 ± 18	6 ± 0,9	9 ± 0,9
FN-t/v	85 ± 9	145 ± 8	5 ± 0,6	7 ± 1
FN-ü/v	107 ± 8	127 ± 7	6 ± 0,4	7 ± 0,4
FSz-t/l	98 ± 8	68 ± 5	5 ± 0,7	8 ± 0,8
FSz-ü/l	95 ± 4	51 ± 8	5 ± 0,6	8 ± 0,5
FSz-t/v	90 ± 7	68 ± 6	6 ± 0,7	8 ± 0,6
FSz-ü/v	65 ± 5	38 ± 7	3 ± 0,3	8 ± 0,8

4./F. táblázat Fehérített lenszövetek gyűrődésfeloldási szöge nedves és száraz kondenzálás hatására

Gyűrődésfeloldási szög [L + V; °]	Kiindulási		Nedves kondenzálás		Száraz kondenzálás	
	Nedves	Száraz	Nedves	Száraz	Nedves	Száraz
	94	95	197	104	257	300
	100	99	187	107	250	301
	95	91	202	105	287	301
	90	98	200	111	281	296
Átlag	93 ± 5	95 ± 4	201 ± 11	108 ± 4	268 ± 16	299 ± 2

5./F. táblázat Fehérített és natúr lencszövetek kumulált eseményszámai a kezelések hatására

Minta	Kumulált eseményszám (Fmax)	
	Lánc	Vetülék
NNy-teli	2234 ± 308	508 ± 109
NNy-üres	2491 ± 385	1394 ± 320
NP-teli	3198 ± 595	1983 ± 404
NP-üres	3067 ± 72	1942 ± 226
NE 4-teli	2271 ± 314	1445 ± 465
NE 4-üres	3539 ± 427	2197 ± 275
NE 8-teli	2277 ± 106	1395 ± 386
NE 8-üres	3513 ± 605	2083 ± 318
FNy-teli	2553 ± 558	798 ± 214
FNy-üres	3156 ± 200	1309 ± 237
FN-teli	3452 ± 248	1152 ± 479
FN-üres	5573 ± 302	732 ± 266
FSz-teli	1758 ± 366	467 ± 125
FSz-üres	2706 ± 275	403 ± 119