



SZEGEDI TUDOMÁNYEGYETEM

Természettudományi és Informatikai Kar

Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszék

**SiO₂ – MgO / MWCNT nanokompozitok előállítása
és vizsgálata polimer erősítéséhez**

TDK dolgozat

KÉSZÍTETTE:

Varró Nikolett

I. éves vegyész MSc szakos hallgató

TÉMAVEZETŐK:

Dr. Hernádi Klára egyetemi tanár

Németh Krisztián doktorjelölt

Szeged, 2014.

Tartalom

1. Tartalmi összefoglaló.....	3
2. Bevezetés	4
3. Irodalmi áttekintés	5
3.1. Kompozitok.....	5
3.1.1. Fém mátrixú kompozitok	6
3.1.2. Kerámia mátrixú kompozitok.....	6
3.1.3. Polimer mátrixú kompozitok.....	6
3.1.4. Polimer – szén nanocső kompozitok	7
3.1.5. A polimer kompozitok fő alkalmazási / felhasználási területei.....	10
3.2. Szén nanocsövek vizsgálatára alkalmas módszerek	10
3.2.1. Transzmissziós elektronmikroszkóp	10
3.2.2. Röntgendiffraktometria	11
3.2.3. Raman spektroszkópia.....	11
3.3. Polimer – szén nanocső kompozitok vizsgálatára alkalmas módszerek	11
3.3.1. Pásztázó elektronmikroszkópia	11
3.3.2. Szakítóvizsgálat.....	12
4. Célkitűzés.....	13
5. Kísérleti rész:	14
5.1. Felhasznált anyagok:	14
5.2. SiO ₂ -MgO / MWCNT nanokompozitok szintézise.....	14
5.3. MWCNT / polimer kompozitok előállítása.....	15
6. Eredmények és kiértékelésük.....	17
6.1. Az SiO ₂ – MgO / MWCNT nanokompozitok transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálata	17
6.2. A SiO ₂ – MgO / MWCNT nanokompozitok röntgendiffrakciós vizsgálata	20

6.3. SiO ₂ – MgO / MWCNT minták Raman spektroszkópiás vizsgálata	21
6.4. SiO ₂ – MgO MWCNT / polipropilén kompozitok pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata.....	22
6.5. SiO ₂ – MgO MWCNT / polipropilén kompozitok Raman spektroszkópiás vizsgálata.....	25
6.6. SiO ₂ – MgO MWCNT / polipropilén kompozitok szakítóvizsgálata	26
6.7. SiO ₂ – MgO MWCNT / polietilén kompozitok szakítóvizsgálata.....	28
6.8. SiO ₂ – MgO MWCNT / poliamid kompozitok szakítóvizsgálata.....	28
7. Összefoglalás	31
8. Irodalomjegyzék	32

1. Tartalmi összefoglaló

A szén nanocsövek jó mechanikai, elektromos és kémiai tulajdonságai miatt napjainkban egyre elterjedtebb az erősítőanyagként való alkalmazása. Ezáltal különböző mátrixú kompozitokat hoznak létre. A legelterjedtebb és legtöbbet alkalmazott a polimer mátrixú kompozitok.

TDK dolgozatom témájának, kapcsolódva az Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszéken a közelmúltban kezdett kutatásokhoz, a SiO_2 – MgO réteggel bevont szén nanocsövek polimer erősítését választottam. A szén nanocsöveken a szervesetlen oxid réteg kialakításához szol–gél technikát alkalmaztam. Prekursorként magnézium-acetát-tetrahidrátot és tetraetil-ortoszilikátot használtam. Ezt követően a szén nanocső / polimer kompozitokat a Kecskeméti Főiskola Gépipari és Automatizálási Műszaki Főiskolai Kar Műanyagtechnológia Tanszékén olvadékkeveréssel állítottam elő.

A szén nanocsövek felületkezelésének sikerességét különböző anyagvizsgáló technikákkal ellenőriztük. A transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) felvételek alapján kijelenthetjük, hogy a szén nanocsövek felületén minden esetben kialakult a szervesetlen oxid réteg. A réteg a szén nanocsövek felületén mintánként változó. Egyes esetekben a réteg homogén, máshol csak részleges a szén nanocsövek borítottsága. A minták kristálytani vizsgálatára röntgendiffrakciós vizsgálatot végeztünk. A mintákról készített Raman spektrumok alapján feltételezhetjük, hogy a szén nanocső és a szervesetlen oxid réteg között sikerült kémiai kötést kialakítani.

Az elkészített MWCNT (Multi Walled Carbon Nanotube – többfalú szén nanocső) / polimer kompozitokról pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket (SEM) készítettünk. A felvételeken nagyon jól megfigyelhető a szén nanocsövek felszínén a szervesetlen oxid réteg, valamint a polimerből kilógó szén nanocsövek végei. A mintákat szakítóvizsgálatoknak is alávetettük. Az eredményeket kiértékelve kijelenthetjük, hogy a szén nanocsővel erősített polipropilén rugalmassági modulusa minden esetben nagyobb volt, mint a tiszta polimeré. A legjobb eredményt a 4 m/m% és az 5 m/m% nanocsövet tartalmazó minta mutatta. Ebben az esetben a szervesetlen oxid réteggel bevont szén nanocsővel erősített polimer rugalmassági modulusa kb. 1,7-szerese lett a tiszta polimer rugalmassági modulusához képest.

Kulcsszavak: szén nanocső nanokompozit, polimer, elektronmikroszkópia, szakítóvizsgálat

2. Bevezetés

Az elmúlt évtizedekben nagymértékben változtak az anyagtípusokkal szemben támasztott elvárások. Egyre nagyobb az igény, hogy ezek az új anyagok legyenek egyszerre erősek, mégis könnyűek, alkalmazhatóságuk széleskörű, előállításuk pedig ipari méretekben is megvalósítható. A technika fejlődése lehetővé tette a gyártási folyamatok optimalizálását, utat adva ezzel a nagy precizitást igénylő technológiák alkalmazásának.

A Szegedi Tudományegyetem Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszékén évek óta folynak szén nanocsövekkel és kompozitjaikkal kapcsolatos kutatások, melyek során mind az előállítási lehetőségeik tökéletesítésével, mind pedig a felhasználhatóságuk tanulmányozásával foglalkoznak.

Szén nanocső alapú nanokompozitok előállítása során gyakori probléma a nanocsövek kötegekbe rendeződése, mely a szén nanocsövek nehéz nedvesíthetőségével, valamint a nanocsövek közti Van der Waals erők dominanciájával magyarázható. A Tanszék kutatócsoportja azzal a kérdéssel is foglalkozik, hogy a szén nanocsövek felületkezelése során mennyire sikerül a felületet homogén szervesetlen réteggel borítani, és az milyen hatással van az aggregációra.

Kísérleti munkám során ezekbe a kutatásokba kapcsolódtam be. Kutatásaim alatt arra a kérdésre kerestem a választ, hogy magnézium-acetát-tetrahidrát és tetraetil-ortoszilikát prekursorok felhasználásával, szol–gél technikát alkalmazva milyen mértékben sikerül bevonni a szén nanocsövek felületét. A Tanszék támogatásával alkalmam nyílt a Kecskeméti Főiskola Gépipari és Automatizálási Műszaki Főiskolai Kar Műanyagtechnológia Tanszékén a felületkezelt nanocsöveket olvadékeveréses módszerrel három különböző polimer mátrixba keverni, és az elkészült kompozitokat különböző vizsgálatnak alávetni.

3. Irodalmi áttekintés

3.1. Kompozitok

A szén nanocsövek számos előnyös tulajdonsággal [1] rendelkeznek, melyek alkalmassá teszik őket, hogy különböző kompozitok erősítőanyagaként szolgáljanak. Kompozit anyagoknak nevezzük azokat a heterogén rendszereket, melyeket két vagy több anyag társításával állíthatunk elő. Ezekben a rendszerekben az alkotók különböző kémiai összetételűek. Alapvetően két részt tudunk elkülöníteni, melyek közül az egyik a mátrix, a másik összetevő a diszpergált fázis. A mátrix és a diszpergált rész közötti határfelületnek nagy szerepe van a kompozit tulajdonságainak kialakításában. A kompozit megalkotásával új tulajdonságok hozhatók létre, melyet vagy a mátrix, vagy a diszpergált rész önmagában nem mutat. A kompozitok megalkotásának elsődleges célja a szerkezeterősítés, azaz a mechanikai tulajdonságok javítása.

A kompozitokat többféle szempont szerint csoportosíthatjuk. A kompozitot alkotó anyagpárok szerint elkülöníthetünk:

- fém – fém kompozitokat
- fém – kerámia kompozitokat
- kerámia – kerámia kompozitokat
- polimer – üveg kompozitokat
- polimer – polimer kompozitokat.

A komponensek morfológiája szerint előfordulhatnak:

- szemcsés kompozitok
- szálak kompozitok
- lemezes vagy réteges kompozitok egyaránt.

A mátrix anyaga szerint három csoportba sorolhatjuk a kompozitokat:

- polimer mátrixú
- fém mátrixú
- kerámia mátrixú.

3.1.1. Fém mátrixú kompozitok

Fémkompozitoknak nevezzük azokat a kompozitanyagokat, amelyekben a mátrix valamilyen fémes anyag. A fémkompozitoknál a szerkezeti anyagok elsődleges feladata a mechanikai tulajdonságok javítása, különösképpen a szilárdság növelése. A kompozitok tulajdonságait az alkotók tömegaránya, az erősítő fázis eloszlásának homogenitása, illetve a köztük lévő kohéziós erő határozza meg. A fémkompozitok esetében fontos szempont, hogy a fém könnyű legyen, ezért gyakran használnak alumínium és magnézium ötvözeteket, mivel ezek viszonylag jó mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek és olcsók is. Az erősítéshez leggyakrabban kerámiaszemcséket használnak, illetve egyre többször találkozhatunk szénszálakkal és szén nanocsövekkel erősített fém mátrixú kompozitokkal. Széles körben alkalmazzák őket például az űrtechnikában, informatikai eszközöknél (processzorok) és helikopter szerkezeteknél [2].

3.1.2. Kerámia mátrixú kompozitok

A kerámia mátrixú kompozitokban a mátrix anyaga kerámiapor, illetve különböző porkeverékek lehetnek. A kerámia mátrixú kompozitok előállításának célja az anyag szívósságának növelése és a ridegség csökkentése. Erősítőanyagként gyakran alkalmaznak szervesetlen oxidot, karbidot. A legelterjedtebb erősítőanyag a SiC-szál, mely jelentősen megnöveli a szilárdságot. Azonban egyre több kutatás irányul a szén nanocsövekkel erősített kerámiák felé [3]. A kutatások célja, a szén nanocsövek jó mechanikai, elektromos és kémiai tulajdonságait ötvözni a kerámiával.

3.1.3. Polimer mátrixú kompozitok

A polimerek nagy molekulatömegű, ismétlődő egységekből felépülő anyagok. Molekulatömegtől függően a kémiai és fizikai tulajdonságok változhatnak. Előnyös tulajdonságaik közé tartozik, hogy híg savaknak és lúgoknak ellenállnak, vegyszerálló. Továbbá kis sűrűségűek, az apoláros szerkezet és a kis vízfelvétel miatt kitűnő dielektromos tulajdonságaik vannak, így szigetelőként alkalmazhatók. Az alkalmazás szempontjából fontos, hogy viszonylag könnyű az előállításuk és olcsók, ezért nagy mennyiségben gyárthatók.

A polimer mátrixú kompozitok az egyik leggyakrabban előállított, illetve a legszélesebb körben alkalmazott kompozitok közé tartoznak. Mátrixanyagként többféle polimer használható, például epoxigyanta [4], poli (metil-metakrilát) [5], poli-amid [6] és polipropilén [7]. Erősítő anyagként használnak többek között kerámia szemcséket [8], szerves töltőanyagot [9] grafént és szénszálakat [10] is.

3.1.4. Polimer – szén nanocső kompozitok

Napjainkban a mátrixot tekintve a polimer mátrixú anyagok kutatása és fejlesztése áll a középpontban. A legfőbb cél a polimer mechanikai tulajdonságainak javítása, kiemelve a szilárdság növelését. Összehasonlítva a szénszálakat a szén nanocsővel az utóbbinak kisebb a sűrűsége, a modulusa azonban nagyobb. Ily módon a szén nanocsővel erősített kompozitok előnyösebbnek bizonyulnak mind tudományos szempontból, mind pedig alkalmazhatóság szempontjából. Elméleti előrejelzés szerint az egyfalú szén nanocsőek Young modulusa több mint 1 TPa. Különböző kísérleti technikákat alkalmazva kiderült, hogy a többfalú szén nanocsőek axiális Young modulusa 200 – 400 GPa, a hajlító szilárdság 14 GPa és az axiális összenyomhatóság 100 GPa körül van. A legkülső réteget vizsgálva a szakítószilárdság 11 - 63 GPa és a Young modulus 270 – 950 GPa, azaz nagyon széles határok között változik. Azonban a nanocsőek kiemelkedő mechanikai tulajdonságai nem számottevőek mindaddig, míg nem sikerül mátrixba keverni [11].

Polimer – szén nanocső kompozitok esetében már nanokompozitról beszélhetünk, hiszen a hagyományos kompozitokhoz képest itt a diszpergált részecske mérete 2-3 nagyságrenddel kisebb a mátrix méretéhez képest, azaz a nanométeres mérettartományba esik.

A nanokompozitok előállítása több módon is történhet. Az első eljárás in situ polimerizációval történik a szén nanocsőek jelenlétében. A következő előállítási mód a hengerelés (kalanderezés) [12], mely során forgó hengerek között alakítják a megfelelő vastagságúra a polimert. A keverendő anyagokat egyszerre vezetik be. A folyamat során optimálisan kell megválasztani a hengerek közötti távolságot, a forgási sebességet illetve a tartózkodási időt, hogy a diszpergálás minél homogénebb legyen, ugyanakkor a nanocsőek ne sérüljenek. Alkalmaznak még oldószeres eljárást, valamint - a kísérleti munkám során is alkalmazott - az olvadékeveréssel való előállítást, azaz ömledékes eljárást. Ebben az esetben is egyszerre történik a keverni kívánt anyagok beadagolása. A

módszer azért előnyös, mert vannak olyan keverő berendezések, melyek fűthetők, így a szilárd, ám alacsony olvadáspontú polimerek is alkalmazhatók. A keverésnél figyelembe kell venni a keverés sebességét, idejét, a keverőlapátok alakját és nagyságát. Extrudálással is megoldható a szén nanocső – polimer hatékony összekeverése. Ez az eljárás elsősorban hőre lágyuló műanyagoknál [13] alkalmazható hatékonyan. Az eljárás során a polimer granulátumot egyszerre adagolják be a szén nanocsővel, majd a nagy sebességgel forgó extrúdercsigák homogenizálják. Ipari méretekben is jól használható a berendezés, főleg ha nagy töltőanyag-koncentrációt szeretnénk elérni.

A szén nanocsövek polimerbe történő keverése során fontos a nagy homogenitás, hogy nagy felületen kötődjön a szén nanocső és a polimer, továbbá lényeges a nanocsövek kötegekbe rendeződésének megakadályozása. Ha a szén nanocsövek kötegekbe rendeződnek, akkor gátolják a homogén eloszlást a mátrixban. Ennek hatására negatívan befolyásolják a polimer tulajdonságait. A kötegekbe rendeződés elkerülése érdekében Shaffer és Windle [14] a szén nanocső / poli-vinil-alkohol (PVA) kompozit előállításakor, a szén nanocsöveket kémiaiilag kezelték, hogy elektrosztatikus stabilitást mutasson, majd ezután keverték a vizes PVA oldattal. Ahogy a termogravimetriás (TG) és a dinamikus mechanikai analízis (DMA) vizsgálatok eredményeiből kiderült, az összekeverés után a PVA mátrix merevvé vált és néhány esetben kristályosodási hőmérsékletének eltolódása volt tapasztalható. A szén nanocső/epoxigyanta kompozit készítésekor felületaktív anyagot alkalmaztak. A dinamikus mechanikus analízis megmutatta, hogy a szén nanocsövek jelenlétével az anyag nyúlási modulusa jelentősen megnövekedett.

Zhaoxia Jin [15] és kutatócsoportja a PMMA-t alkalmazta mátrixként, megvizsgálva az így előállított kompozitok tulajdonságait. Jin és munkatársai az olvadékkeveréses módszert alkalmazva szintetizálták a kompozitokat. Mintáikat 200 °C-on állították elő, melyek különböző tömegarányokban tartalmaztak többfalú szén nanocsöveket. A TGA vizsgálatok során kiderült, hogy míg a tiszta PMMA nitrogén atmoszférában 320 °C körül kezdett el degradálódni, addig a 26 m/m%-ban többfalú szén nanocsövet tartalmazó kompozitnál ez az érték 350 °C volt. 430 °C alatt a kompozit tömege közel állandó maradt, jelezve a PMMA mátrix teljes degradálódásának hőmérsékletét, ahol már csak szén nanocsövek maradtak. A TEM felvételek alapján megállapították, hogy a szén nanocsövek nagyon jól diszpergálódtak a poli(metil-metakrilát) mátrixban.

A szén nanocső falában lévő szénatomok nagyon stabilisak a közöttük ható aromás jellegű kötések miatt, így maga a szén nanocső inertnek tekinthető és csak van der Waals kötések kialakítására képes a polimerrel. Ennek következtében úgy kell módosítani a nanocső felszínét, hogy minél erősebb határfelületi kötést tudjon kialakítani. Több kutatás elsődleges célja, hogy megtalálják a legjobb funkcionálizálási eljárást. Az oxidációhoz használhatunk tömény savat (salétromsavat), esetleg kálium-permanganátot. Ekkor hidroxil- és karboxil-csoportok jönnek létre a nanocső felületén, melyeket módosíthatunk, más csoportokkal kicserélhetünk. A funkcionizált szén nanocső erősebb kötésekkel képes kialakítani a polimerrel. Továbbá cél a szén nanocsőekkel erősített kompozitok homogenitásának és fizikai tulajdonságainak javítása. Zdenko Spitalsky [16] és kutatócsoportja összefüggő tanulmányt írt a szén nanocsővek oxidációval történő funkcionizálásáról.

G. Venkata Ramana [17] és kutatócsoportja is a szén nanocső/epoxigyanta kompozitokkal kapcsolatban végzett kutatásokat. Kísérleteik első lépéseként az általuk szintetizált szén nanocsőveket HNO_3 és H_2SO_4 elegyével tisztították és funkcionizálták, majd az epoxigyantába keverték. A különböző tömegszázalék MWCNT tartalmú MWCNT/epoxigyanta kompozitok viszkozitását szobahőmérsékleten vizsgálták. Megfigyelték, hogy a hozzáadott MWCNT tömegarányának növelésével a kompozit viszkozitása jelentősen növekedett. A MWCNT maximálisan 1 m/m% lehet, mivel ennél nagyobb arány alkalmazásakor már nagyobb volt az esély a szén nanocsővek aggregációjára, ami a diszperz rendszer inhomogenitásához vezet. A nanocsővek funkcionizálása valamint kémiai kezelése fontos, mert lehetőséget ad arra, hogy a MWCNT és a polimer mátrix között nagyobb valószínűséggel alakuljon ki kötés. A funkcionizált és az eredeti MWCNT-t összehasonlítva az előbbi nagyobb mértékben növelte a viszkozitást. Ezen kívül megvizsgálták még a polimer kompozit hajlító tulajdonságait is. A teszt megmutatta, hogy a szén nanocsővek tömegszázalékos összetételét növelve, a kompozit hajlító szilárdsága növekedett. Ebben az esetben is maximálisan 1 m/m% tisztított, kémiai eljárással kezelt MWCNT-t alkalmaztak. Az elvégzett kísérletek alapján megállapították, hogy a funkcionizált MWCNT / epoxigyanta kompozitban nagyobb mértékben növekszik a viszkozitás, mint azon kompozitok esetében, melyek nem a funkcionizált szén nanocsőekkel készültek. Az MWCNT / epoxigyanta kompozit mechanikai tulajdonságaival kapcsolatban kiderült, hogy a hozzáadott MWCNT

jelentős mértékben növelte a mechanikai stabilitásra vonatkozó értékeket. Továbbá a MWCNT kémiai funkcionálizálása hasznos megközelítésnek bizonyult a MWCNT diszperziójának és a határfelületi adhéziójának javítására.

3.1.5. A polimer kompozitok fő alkalmazási / felhasználási területei

A szénszálak és szén nanocsövek széles körben alkalmazott összetevői a kompozit anyagoknak. A szénszálakkal, illetve szén nanocsövekkel erősített polimer kompozitok előfordulnak sportfelszerelésekben, gépjárművek elemeiben és elektromos készülékekben is [18]. A szén nanoszálakkal erősített polimer mátrixú anyagokat alkalmazzák az orvostudományban, továbbá a nanoszálakkal módosított hőre keményedő polimereket is vizsgálják [19]. Kutatások folynak a szén nanocső / polimer kompozitok folyadékszenzorként való alkalmazását illetően, különösképpen a detektorokként való alkalmazásuk szerves oldószerekben [20]. Olvashatunk nanorészecskékkel kevert epoxigyanta légi közlekedési eszközök anyagaként való alkalmazásáról is [21]. I. S. Bayer cikkében olvashatunk az alkalmazni kívánt nanoszerkezetű szén – polimer kompozitokról, melyek víz- és olaj lepergető hatását kívánja alkalmazni fém felületek korrózióvédelmében. A cél egy szuper hidrofób réteg létrehozása [22].

3.2. Szén nanocsövek vizsgálatára alkalmas módszerek

3.2.1. Transzmissziós elektronmikroszkóp

A transzmissziós elektronmikroszkóp (transmission electron microscopy – TEM) az elektronmikroszkópok egy fajtája, mely a mintára bocsájtott és azon áthaladó elektronnyaláb érzékelésével szolgáltat információt a mintáról. A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatoknál az egyik legfontosabb teendő a minta előkészítés, hiszen a mintának elég vékonynak és tisztának kell lennie, hogy az elektronnyaláb át tudjon hatolni rajta. A vizsgálat során direkt képet kapunk a kompozit mátrixanyagában eloszlott részecskékről. Például elemezhetjük a mintában lévő nanocsövek átmérőit, hosszukat, illetve a különböző szennyezéseket is megfigyelhetjük (visszamaradt katalizátor szemcsék).

3.2.2. Röntgendiffraktometria

A röntgendiffraktometria (X-ray diffraction - XRD) az egyik leggyakrabban alkalmazott módszer a kompozitok vizsgálatánál. A röntgensugarak az atomok elektronjaival lépnek kölcsönhatásba. A sugárzásból több-kevesebb foton ütközik az elektronokkal és eltérülnek. Az atom elektronfelhője másodlagos sugárforrásként viselkedik és a tér minden irányába sugározza a röntgenfotonokat. Ez a röntgenszórás jelensége. A diffrakciós kísérletek során a rugalmas szóródást vesszük figyelembe. A röntgenszerkezet-vizsgálat alapja, hogy a röntgensugarakat az adott anyagon átbocsájtva elhajlás és interferencia lép fel. A kapott interferenciakép értékes információt ad a szerkezetről és az anyagi minőségről. A módszernek két típusát különíthetjük el, a röntgen-pordiffrakciót és az egykristály-diffrakciót.

3.2.3. Raman spektroszkópia

A fényszóródás molekuláris rezgésekkel való kölcsönhatáskor Raman spektrumot eredményez. A mintán monokromatikus fény halad át. A molekulákon a beeső fény kb. 0,1%-a szóródik. A szórt sugárzás elenyésző része a rugalmatlan szóródás miatt rezgési módusokat eredményez, melyek energiaváltozáshoz vezetnek. A molekulák módusait meghatározza a molekulaméret, az atomok töltése és mérete, a kialakuló kötéserősség és a szimmetria. A Raman spektroszkópia alkalmazásával ezekről kaphatunk információt. A módszernek sok előnye van, ezért széles körben alkalmazzák. Többek között nem szükséges minta előkészítés, roncsolásmentes és gyors eljárás. Szilárd, folyadék és gázfázisú anyagok is tanulmányozhatók. A módszerrel igen jó mélységi és laterális felbontás érhető el.

3.3. Polimer – szén nanocső kompozitok vizsgálatára alkalmas módszerek

3.3.1. Pásztázó elektronmikroszkópia

A pásztázó elektronmikroszkóp (scanning electron microscopy - SEM) egy elektronoptikai eszköz, mely a vizsgált minta felszínét irányított, vékony elektronnyalábbal végigpásztázza, az elektronsugár és a tárgy kölcsönhatásából származó jeleket erre alkalmas detektorral érzékeli, majd képet szolgáltat. Mivel az elektronsugár és a tárgy kölcsönhatáskor az adott anyag felületére jellemző jelek keletkeznek, lehetőség nyílik a mintakülönböző tulajdonságainak képszerű megjelenítése. A legtöbb pásztázó elektronmikroszkópban az elektronforrás az elektronágyúban lévő

téremissziós katód. A katód legfontosabb része a hegyes volfrámcsúcs, melyre nagy feszültséget kapcsolva az elektronok a csúcsnál képződő nagy elektromos térerősség hatására hidegemisszióval lépnek ki. A kilépő elektronokat egy másik anódra kapcsolt gyorsítófeszültséggel gyorsítjuk. A gyorsított elektronok fókuszálására mágneses lencsét használnak. Az elektronágyúból kilépő elektronokat kondenzor és az objektívlencse összpontosítja a mintára. A mintára érkező elektronok részben visszaverődnek, részben szekunder elektronokat löknek ki. A SEM a keletkező szekunder elektronok segítségével szolgáltat képet a minta felszínéről.

3.3.2. Szakítóvizsgálat

A szakítószilárdság az anyag által törés nélkül kibírt legnagyobb feszültség. A deformálható anyagok egyik legfontosabb vizsgálati módszere a szakítóvizsgálat, mely során a mintát egyirányú mechanikai feszültségnek teszik ki, egészen az anyag töréséig vagy szakadásáig. A szakítószilárdság vizsgálatakor közvetlenül meghatározható a szakítószilárdság, a maximális megnyúlás és a keresztmetszet-csökkenés. Ezekből származtatható a Young-modulus, a Poisson-tényező és a folyáshatár. A folyáshatár az a feszültség, amit még az anyag maradandó alakváltozás nélkül elvisel. A Young-modulus vagy rugalmassági modulus egy anyagra jellemző állandó, ami az adott anyag merevségéről ad információt. A Poisson-tényező a szilárd testek mechanikájában használt szám, mely az egyirányú feszültségi állapotnál a keresztirányú alakváltozás és a hosszirányú alakváltozás viszonyát fejezi ki.

4. Célkitűzés

Az elmúlt években egyre gyakrabban alkalmaznak szén nanocsöveket különböző mátrixú anyagok erősítésére. A leggyakrabban alkalmazott mátrixok a különböző polimerek. Ezeknél az erősítés elsődleges célja a mechanikai stabilitás növelése. Erre a szén nanocsövek alkalmasak lennének, azonban a nanocsövek apoláris jellege és a köztük kialakuló Van der Waals kölcsönhatások miatt kötegekbe rendeződnek, amivel a mechanikai tulajdonságok romlanak. A polimer mátrix és a szén nanocső közötti megfelelő kölcsönhatások kialakításának érdekében a szén nanocső felületét funkcionalizálni kell vagy olyan összefüggő bevonatot kell képezni a szén nanocsövek felszínén, mellyel elősegíthetjük e kölcsönhatások kialakulását valamint a szén nanocsövek homogén eloszlását a polimer mátrixba.

A műanyagiparban a talkum ($[\text{Mg}_3(\text{SiO}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2)]$) töltőanyagként való alkalmazásával próbálják elősegíteni a különböző polimerek mechanikai tulajdonságait. Kutatócsoportunkban már korábban is folytak kísérletek a szervesen oxidréteggel bevont szén nanocsövek polimer töltőanyagként történő felhasználásáról [23]. TDK munkám során a talkuméhoz hasonló összetételű oxidréteget kívántam létrehozni a szén nanocsövek felületén, megkönnyítve ezzel homogén eloszlását a polimerben.

Kísérleteim során egyrészt vizsgálni kívántam, hogy a magnézium-acetát-tetrahidrát és a tetraetil-ortoszilikát prekursorok alkalmazásával milyen mértékben sikerül a szén nanocső felszínén összefüggő $\text{SiO}_2 - \text{MgO}$ bevonatot létrehozni.

Munkám során másrészt kíváncsiak voltunk arra is, hogy a bevont szén nanocsövek eloszlása mennyire homogén a különböző polimer mátrixon belül, illetve hogyan befolyásolják annak mechanikai tulajdonságait. Ezért célul tűztam ki a felületkezelt szén nanocsövek polipropilénbe keverését és a mechanikai tulajdonságok változásának vizsgálatát.

5. Kísérleti rész:

5.1. Felhasznált anyagok:

Többfalú szén nanocsövek (EPFL Lausanne)

Etanol (VWR)

Ammónia oldat (MolarChem)

Magnézium-acetát-tetrahidrát (Sigma – Aldrich)

Tetraetil-ortoszilikát (Sigma - Aldrich)

Polipropilén [H 388F070359 (TVK)]

Poliamid

Polietilén

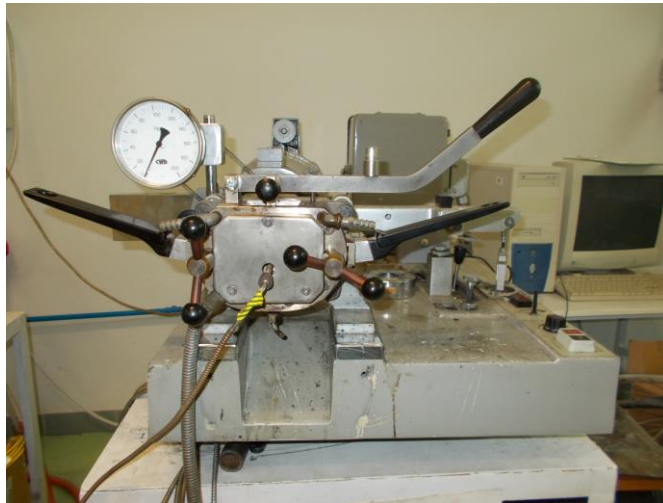
5.2. SiO₂-MgO / MWCNT nanokompozitok szintézise

Kísérleteim során 5g össztömegű mintából indultam ki. A minták szén nanocső tartalmát 0 – 5 m/m% között változtattam.

A minták előállításakor szol – gél eljárást alkalmaztam. Először a szén nanocsövekhez kb. 50 – 60 cm³ etanolt adtam, melyet 10 percig merülőfejes ultrahangos szonikátorral szuszpendáltam. Ezután a megadott mennyiségű magnézium-acetát-tetrahidráthoz kb. 50 cm³ etanolt öntöttem, melyet kb. 5 percig ultrahangos kádban szonikáltam, míg az anyag teljesen fel nem oldódott. A szén nanocsövet tartalmazó szuszpenziót fűthető mágneses keverőre helyeztem és bürettából 1 csepp / másodperc sebességgel hozzáadtam a tetraetil-ortoszilikát és az etanolban oldott magnézium-acetát-tetrahidrát prekursorok elegyét. Az oldat kémhatását ammóniaoldat segítségével 9-10-es értékre állítottam be. Az oldatot egy éjszakán át kevertettem. Másnap a mintát 70 °C-on szárítószekrényben szárítottam, míg az oldószer teljesen el nem párologott. A kiszárított mintát porrá őröltem, majd statikus kemencében levegőn 400 °C-on, 4 órán keresztül hőkezelttem.

5.3. MWCNT / polimer kompozitok előállítása

A felületkezelt szén nanocsöveket olvadékkeveréssel módszerrel polipropilénbe kevertem. Az MWCNT / polimer kompozitok előállítására a Kecskeméti Főiskola GAMF Karának Műanyagtechnológia Tanszékén található Brabender GNF106/2 típusú olvadékkeverőt (1. ábra) használtam. Kísérleteim során a polimerből 50,0 g-ot mértem be, melyhez 1 %, azaz 0,5 g felületkezelt szén nanocsövet adtam.



1. ábra Brabender GNF106/2 típusú olvadékkeverőt

A bekeverés előtt a keverő hőmérsékletét 180 °C-ra állítottam. A felfűtés után a polimer tömegének kb. a felét töltöttem a keverőbe, rövid ideig kevertettem, majd hozzáadtam a kimért szén nanocsövet és a maradék polimert. A keverést 5 percig folytattam, miközben a motor sebességét 40 – 50 fordulat / perc értéken tartottam.

Az 5 perces keverés befejezése után a polimer ömledéket egy fém lapra helyeztem. Ezután a mintát egy Fontune SRA100 típusú présel (2. ábra) 115x115x1 mm-es formákba préseltem. A folyamat során a présfőák hőmérsékletét a polimer olvadáspontja fölé állítottam be, mely ebben az esetben 200 °C volt. A préselés 5 percen keresztül történt kb. 13 kN nyomóerővel. A művelet végén a préslapok kivételét követően, azokra nehezéket helyezve hagytam kihűlni a mintát.



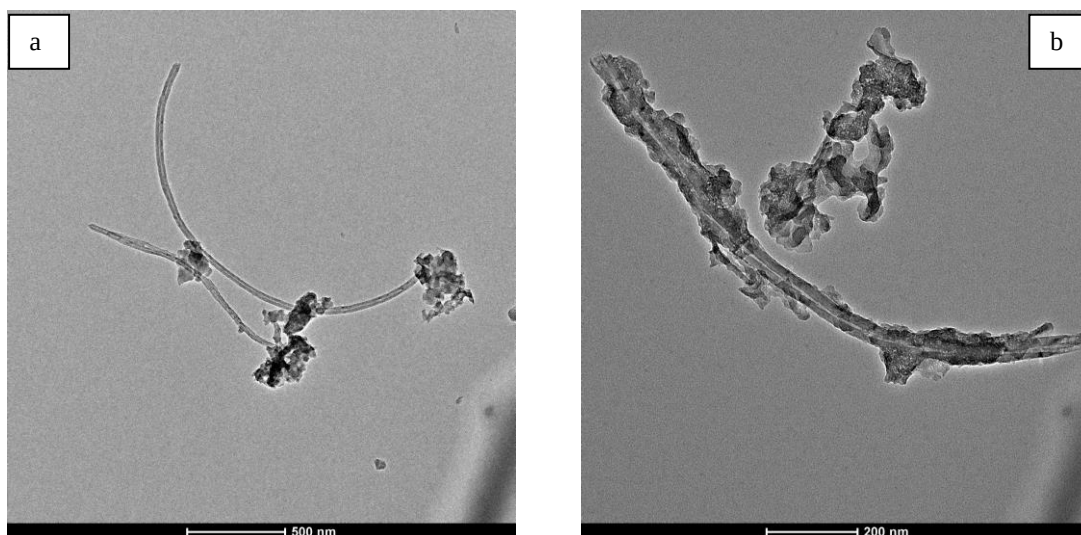
2. ábra Fontune SRA100 típusú prés

6. Eredmények és kiértékelésük

6.1. Az SiO_2 – MgO / MWCNT nanokompozitok transzmissziós

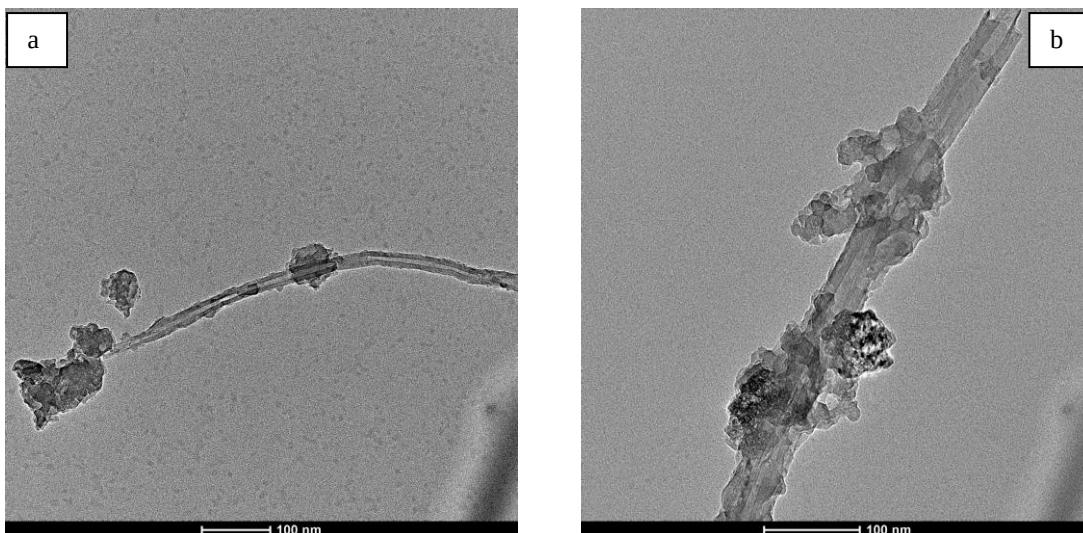
elektronmikroszkópos vizsgálata

A mintákon elvégzett hőkezelés után láttuk, hogy a minta színe világosabb lett, inkább mondható szürkének, mint feketének. Ebből már arra következtettünk, hogy nagy valószínűséggel sikerült bevonni a szén nanocsövek felületét. Ennek bizonyítására a kialakított oxidréteg homogenitását, a borítottságot transzmissziós elektronmikroszkóppal vizsgáltuk. Az 1 m/m% MWCNT-t tartalmazó nanokompozitról készült képeken látható, hogy a mintában előfordulnak olyan szén nanocsövek, melyek felülete szinte teljesen csupasz (3a. ábra). Azonban az 3b. ábrán látható, hogy előfordulnak a mintában olyan szén nanocsövek is, melyeken sikeres volt a szervesetlen réteg létrehozása.



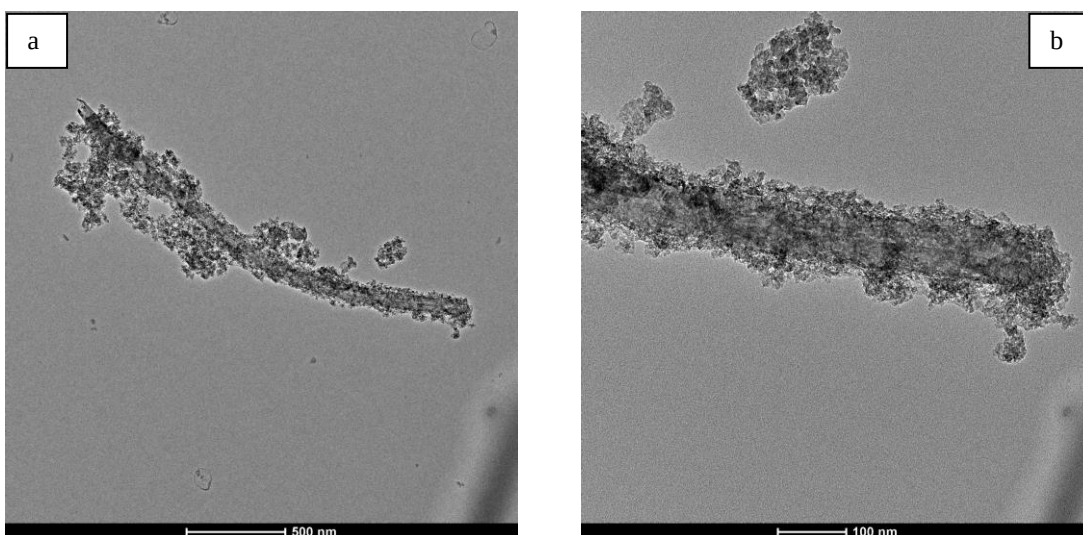
3. ábra SiO_2 - MgO / 1 m/m% MWCNT nanokompozit TEM képei

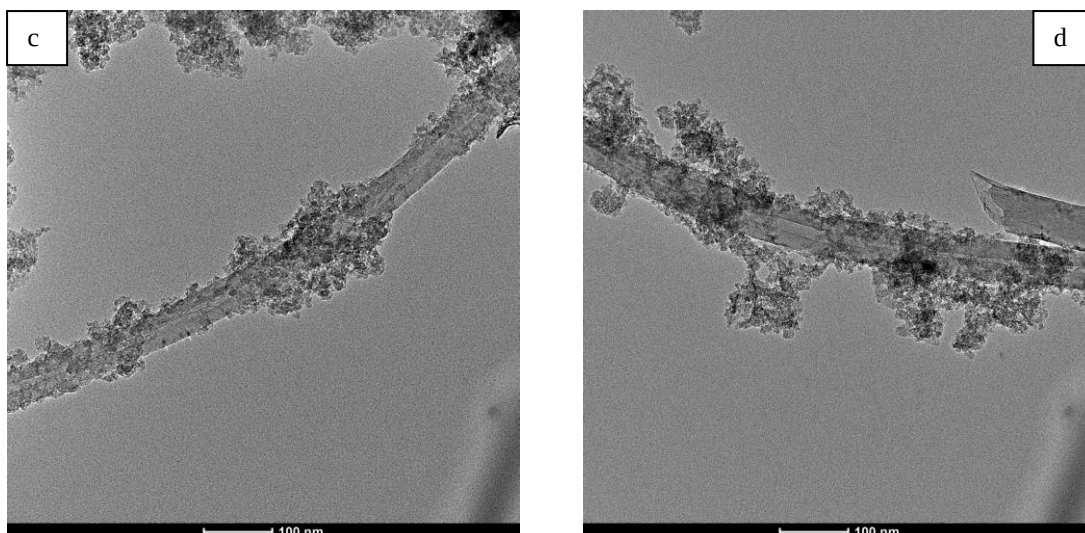
A 4a. ábrán megfigyelhető, hogy a 2 m/m% MWCNT-t tartalmazó mintában az előzőhöz hasonlóan találhatunk olyan szén nanocsöveket, melyek felületén nem alakult ki összefüggő bevonat, csupán kevés nanorészecske tapadt meg a szén nanocső felszínén. A 4b. ábrán látható, hogy a részlegesen beborított szén nanocsövek mellett előfordulnak olyan szén nanocsövek is, melyek felszínét a szervesetlen réteg sokkal nagyobb mértékben borít be.



4. ábra SiO₂-MgO / 2m/m% MWCNT nanokompozit TEM képei

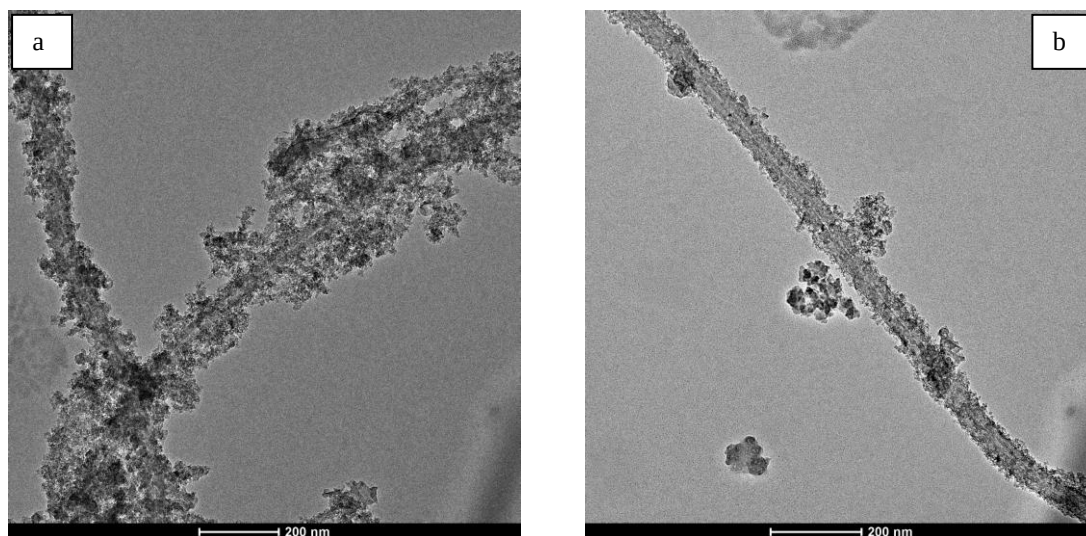
A szén nanocső tartalmát növelve megfigyelhetjük, hogy a mintában lévő nanocsövek felszínének borítottsága egyre jobb (5a. ábra). A 5b. ábra az előzőnek egy részét nagyítja ki. Ezen nagyon jól megfigyelhető, hogy a szervesetlen rész viszonylag homogén bevonatot képez a szén nanocső felszínén. A mintában egyre kevesebb az olyan szén nanocső, mely nincs valamilyen mértékben beborítva.





5. ábra SiO₂-MgO / 3 m/m% MWCNT nanokompozit TEM képei

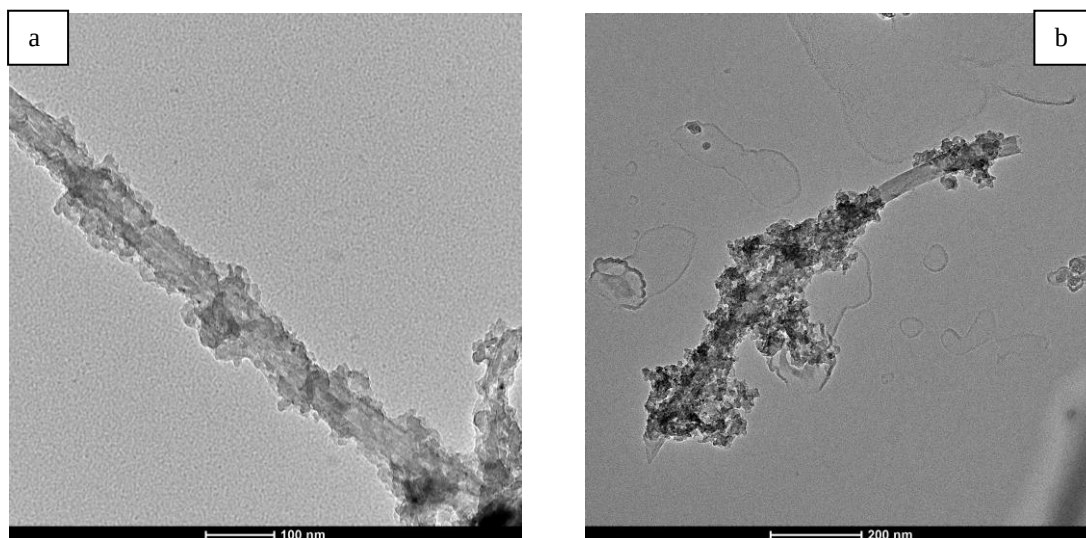
A 4 m/m% MWCNT-t tartalmazó nanokompozitról (6. ábra) megállapíthatjuk, hogy a szén nanocső borítottsága teljesen homogén. A 3 m/m%-os MWCNT-t tartalmazó mintához hasonlóan kisebb mértékben itt is megfigyelhetünk nanorészecskéket, melyek nem kötődtek meg a nanocső felszínén.



6. ábra SiO₂-MgO / 4m/m% MWCNT nanokompozit TEM képei

Az 5 m/m% MWCNT-t tartalmazó minták TEM felvételein látható (7. ábra), hogy a legtöbb szén nanocső felületén sikerült részleges szervetlen oxid réteget létrehozni. Az ábrán látható szén nanocsövet megfigyelve kijelenthetjük, hogy a bevonat homogénnek mondható, illetve ennek a nanocsőnek a teljes hosszán sikerült

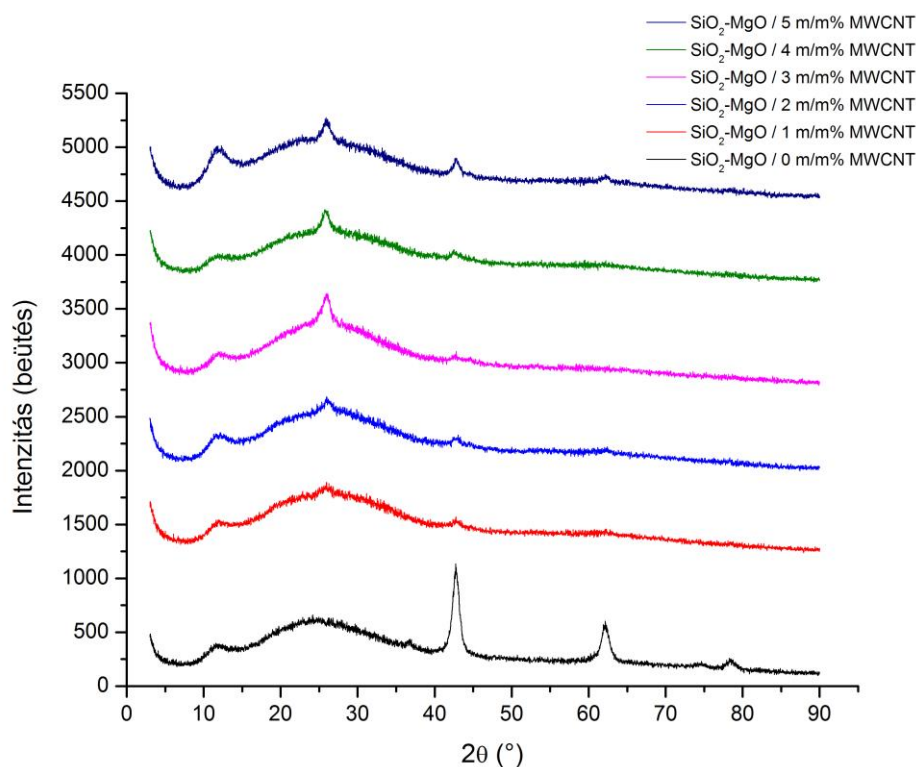
létrehozni a szervesetlen réteget. A mintában alig található olyan nanorészecske, mely nem kötődött meg a nanocsövek felszínén.



7. ábra SiO₂-MgO / 5 m/m% MWCNT nanokompozit TEM képei

6.2. A SiO₂ – MgO / MWCNT nanokompozitok röntgendiffrakciós vizsgálata

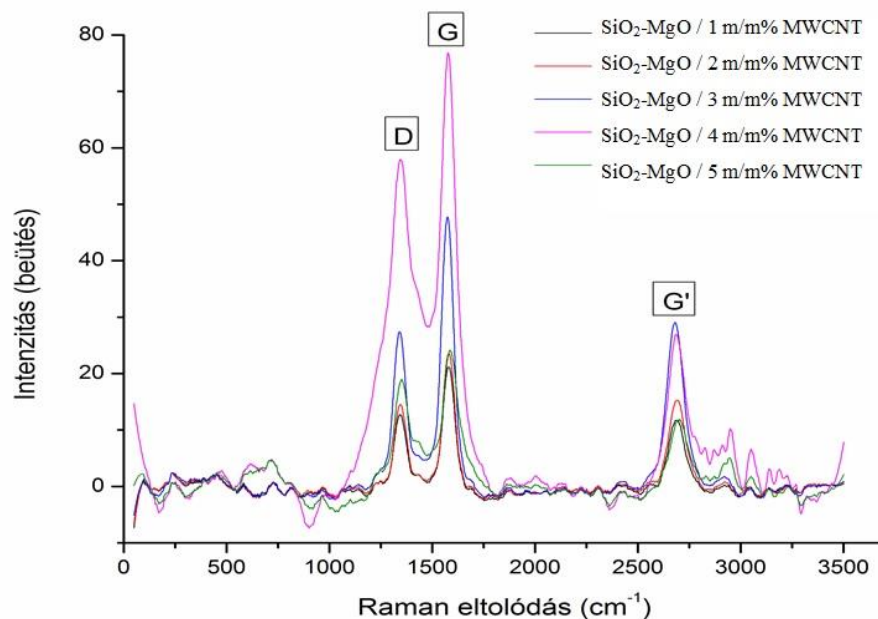
A képződött szervesetlen oxidréteg kristálytani jellemzésére röntgendiffrakciós vizsgálatot végeztem. A mérések során a szögteromány 3 és 90 2 θ /° közé esett, a vizsgálati sebesség 2°/perc volt. A mintákról készült diffraktogramon látszik, hogy a szén nanocsövet nem tartalmazó referenciamintában öt jellemző reflexió található. Ezek 11,7°- nál, 24,1°- nál, 42,7°- nál, 62,2°-nál és 78,4 °-nál vannak, melyek a különböző Si- és Mg-oxidokra jellemzők. Irodalmi adatokat és a diffraktogramon lévő reflexiókat összevetve megállapíthatjuk, hogy a mintában lévő oxidok egyezést mutatnak az enstatit, a klinoenstatit és a forsterit ásványok kémiai összetételével. A 0m/m% MWCNT-t tartalmazó mintában a 25°-nál lévő ellaposodó reflexió a SiO₂-ra jellemző. Ez a reflexió sajnos egybeesik a szén nanocsövekre jellemző reflexióval, ezért a kevesebb szén nanocsövet tartalmazó mintákban nehezebben észrevehető a szén nanocső reflexiója. Ennek megfelelően a szén nanocső tartalom növelésével egyre jobban megfigyelhető ez a reflexió, mely 26,2°-nál olvasható le. A 42,8°-nál található reflexió megtalálható a szén nanocsövet nem tartalmazó mintában, azonban a szén nanocső adagolásával ez először eltűnik, majd az 5 m/m% MWCNT-t tartalmazó mintában újra megfigyelhető. A referenciamintában 62,2°-nál és a 78,5°-nál láthatunk reflexiókat, melyek a nanocsövet tartalmazó mintákban ellaposodnak.



8. ábra $\text{SiO}_2 - \text{MgO} / \text{MWCNT}$ nanokompozitok diffraktogramja

6.3. $\text{SiO}_2 - \text{MgO} / \text{MWCNT}$ minták Raman spektroszkópiás vizsgálata

A TEM felvételek és az XRD vizsgálatok már bebizonyították az oxidréteg sikeres kialakítását, de ahhoz hogy megtudjuk tényleges kötés van-e a szén nanocsövek és az oxidréteg között Raman spektroszkópiás vizsgálatokat végeztünk. A kapott eredményeket a 9. ábrán foglaltuk össze. A spektrumon jól láthatóak a szén nanocsövekre jellemző D, G és G' csúcsok. Az $\text{SiO}_2 - \text{MgO} / \text{MWCNT}$ mintákat megvizsgálva kijelenthetjük, hogy ezek a csúcsok mindegyik minta spektrumában megjelennek, az intenzitásuk azonban változó. A Raman spektrumon látható, hogy az $540 \text{ cm}^{-1} - 790 \text{ cm}^{-1}$ közötti tartományban a tisztított szén nanocsőhöz képest új csúcsok jöttek létre. Ezek alapján elmondhatjuk, hogy nagy valószínűséggel alakult ki kötés a szén nanocső felülete és a szervetlen oxid réteg között.

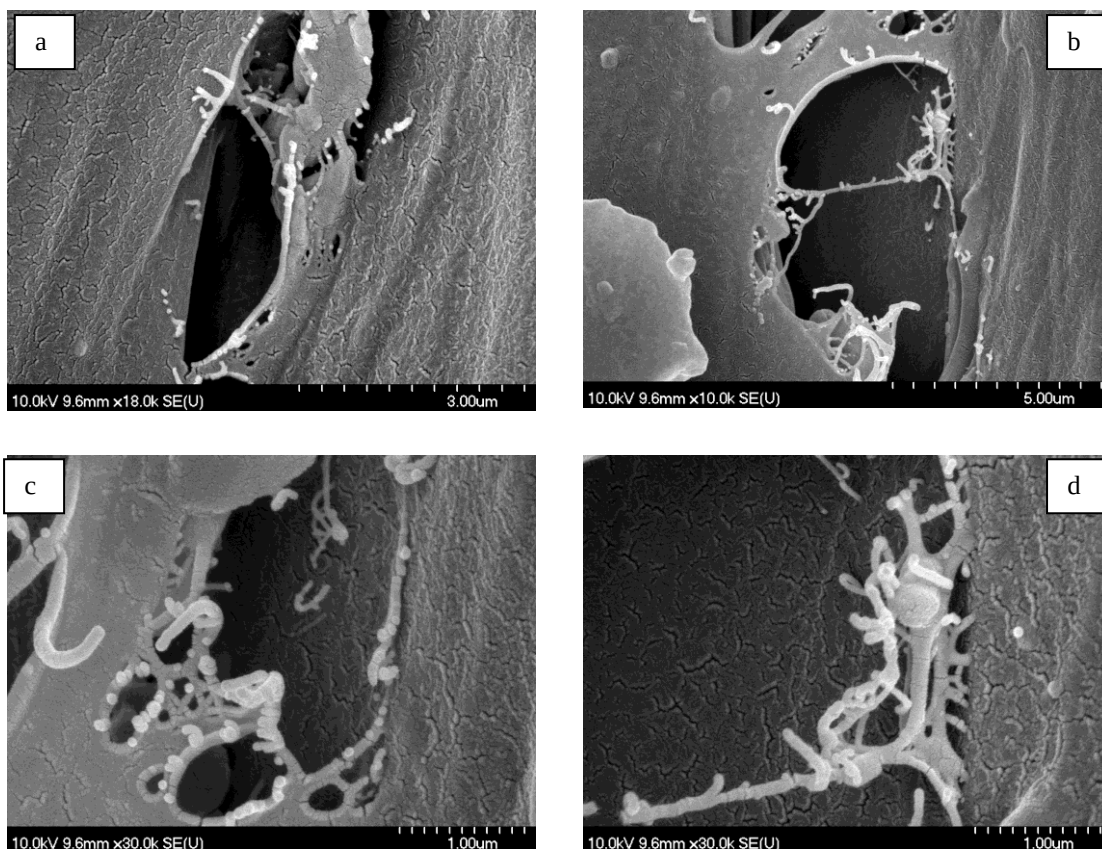


9. ábra SiO₂ – MgO /MWCNT nanokompozitok Raman spektruma

6.4. SiO₂ – MgO MWCNT / polipropilén kompozitok pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata

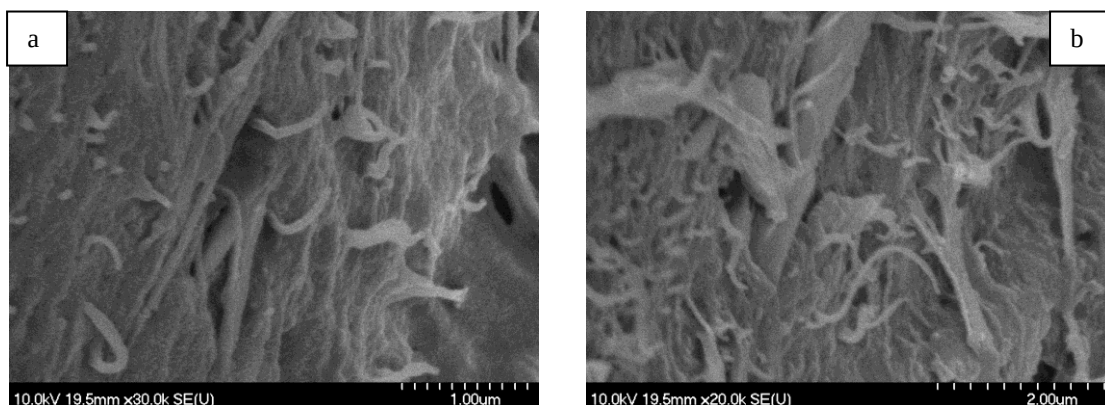
Az előállított polipropilén kompozitok felületének vizsgálata céljából pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket készítettünk. A vizsgálathoz kb. 1 cm² – nyi mintát vágunk ki, majd annak törésfelületét vizsgáltuk. A SEM képek elkészítése előtt a mintán létre kellett hozni egy vékony arany - palládium bevonatot, hogy megfelelő felvételeket készíthessünk. Az aranyozás műveletére azért volt szükség, mert a konvencionális pásztázó elektron mikroszkópban, nagyvákuumban elsősorban elektromosan jól vezető anyagokat lehet közvetlenül vizsgálni, hiszen a minta felületét bombázó elektronokat el kell vezetni. Szigetelők esetében a minta elektromosan feltöltődik, eltéríti a besugárzó nyalábot és a kép eltorzul.

Az 1 m/m% szén nanocsövet tartalmazó polimer kompozitról készített SEM felvételen látható (10. ábra), hogy a polimer szakadásánál a szén nanocsövek a szakadás szélén helyezkednek el, összekötve a polimert. A felvételen a szerves oxid réteg is nagyon jól megfigyelhető, melyet a TEM felvételek előzetesen már megerősítettek.



10. ábra SiO₂-MgO 1 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit SEM képei

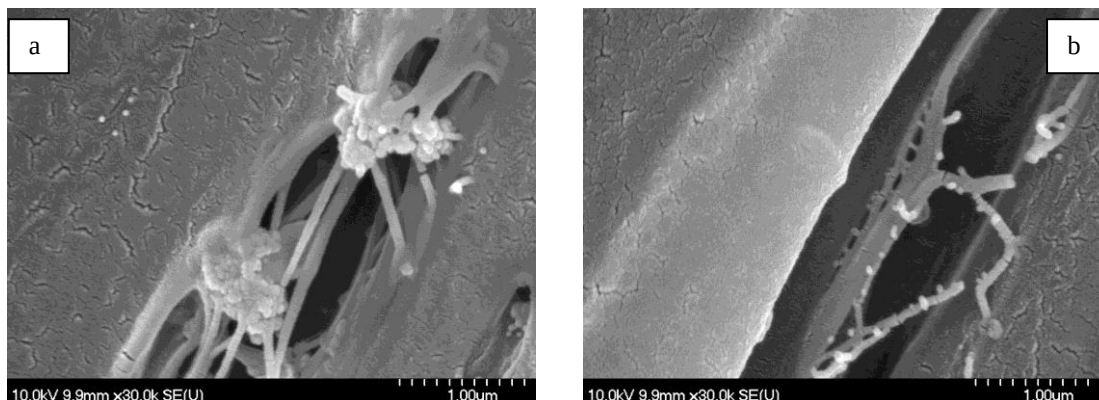
A 2 m/m% szén nanocsövet tartalmazó kompozitokról készített SEM felvételeken (11. ábra) látható, hogy több szén nanocső található a polimerben. A felvételeken jól szemléltetik, amint a szén nanocsövek végei kilógnak a polimerből.



11. ábra SiO₂-MgO 2 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit SEM képei

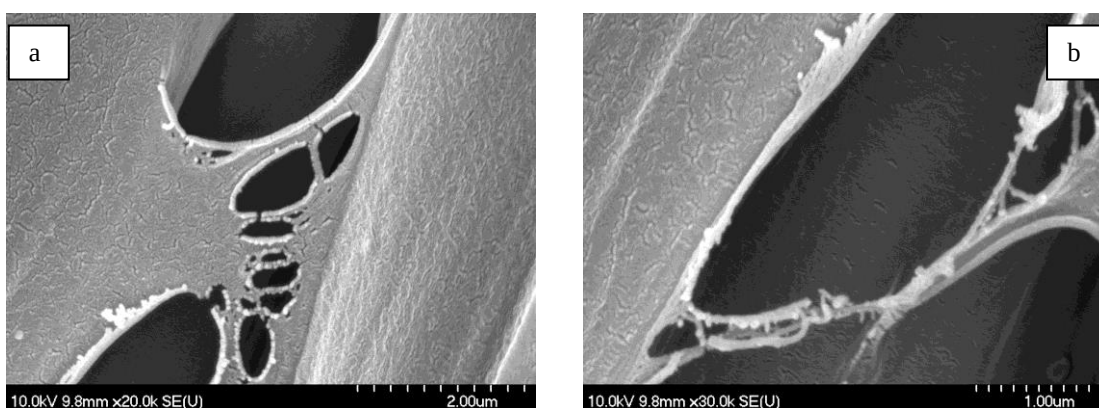
A 3 m/m% nanocsövet tartalmazó mintában az előbbiekhöz hasonlóan itt is megfigyelhetők a polimerben lévő szén nanocsövek felületén megkötődött

nanorészecskék. Az 12. ábrán az 1 m/m% nanocsövet tartalmazó mintával ekvivalens módon láthatjuk, amint több nanocső összeköti a polimer részeket.



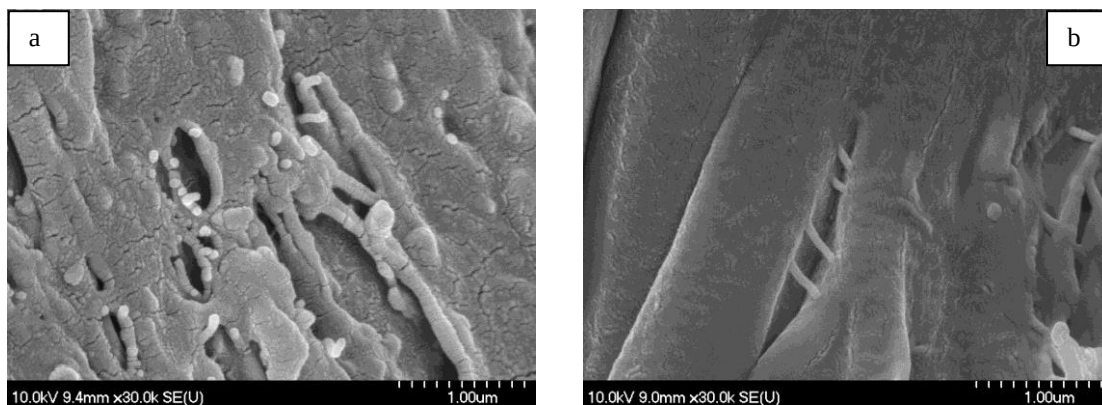
12. ábra SiO₂-MgO 3 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit SEM képei

A 4 m/m% nanocsövet tartalmazó mintában (13. ábrán), jól megfigyelhető, hogy a nanocsövek a polimer szakadásakor keletkező törések szélén találhatók, illetve az elszakadó polimer részt még összekötik. A 14. ábrán látható, amint a polimer teljes szakadásának bekövetkezte előtt a nanocső még megtartja a két elváló részt.



13. ábra SiO₂-MgO 4 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit SEM képei

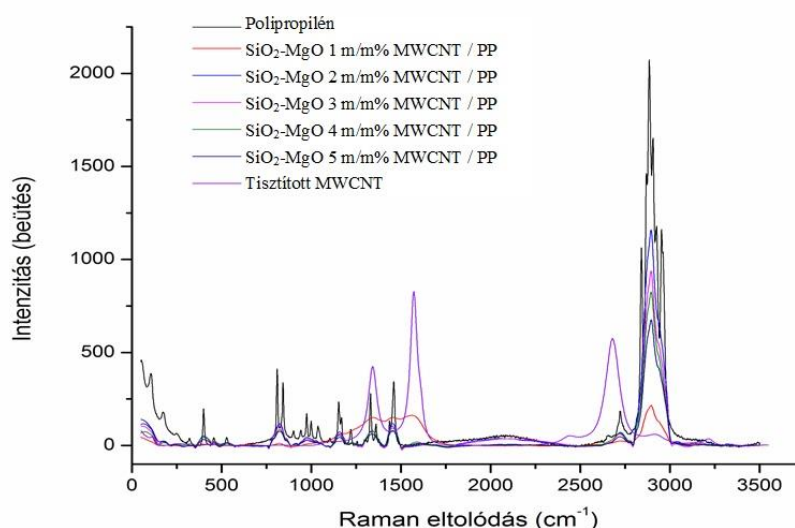
A legtöbb szén nanocsövet tartalmazó mintán az előzőekhez hasonlóan megfigyelhetők a polimer mintából kilógó nanocsövek végei. A 14. ábrán látható kép jól mutatja, hogyan köti össze a polimert a szén nanocső, ezzel remélhetőleg erősítve a polimer mátrixot.



14. ábra SiO₂-MgO 5 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit SEM képei

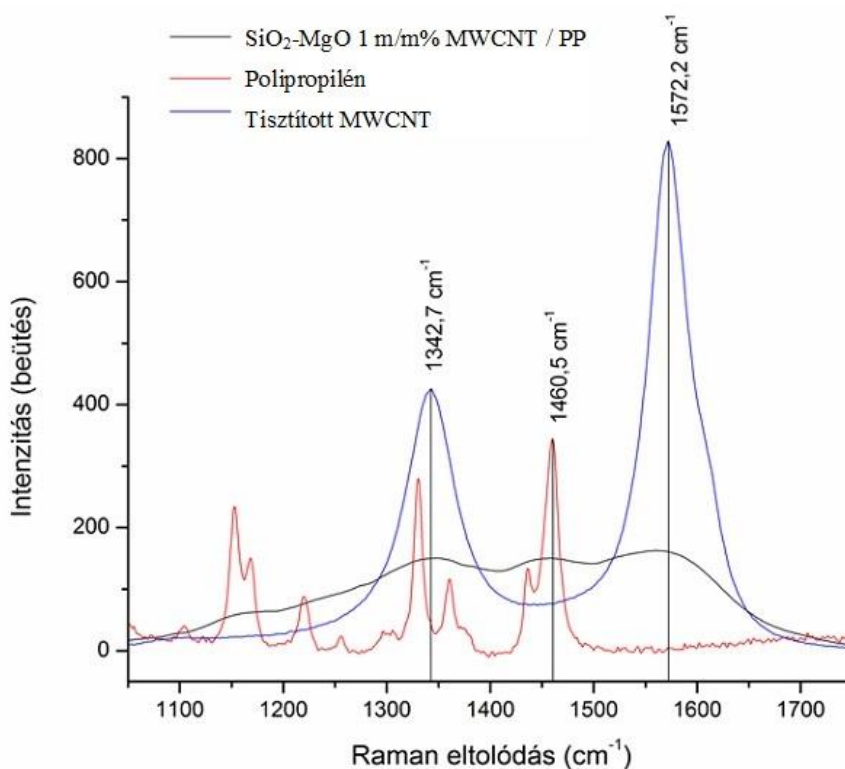
6.5. SiO₂ – MgO MWCNT / polipropilén kompozitok Raman spektroszkópiás vizsgálata

A szén nanocső - polimer mintákról készített SEM felvételek alapján kijelenthetjük, hogy a polimerbe sikeresen belekevertük a szén nanocsöveket. Ennek igazolására vizsgálataink következő lépéseként Raman spektroszkópiás vizsgálatokat is végeztünk. A 15. ábrán láthatók az összes előállított mintáról, a polipropilénről és a tisztított szén nanocsövekről készített Raman spektrumok. Az elkészített Raman felvételek alapján megállapíthatjuk, hogy megtalálhatók benne a szén nanocsövekre és a polipropilénre jellemző csúcsok is. Ahhoz, hogy jobban lássuk, az ábra egy kis részletét ki is nagyítottuk.



15. ábra SiO₂-MgO MWCNT / polipropilén kompozitok Raman spektrumai

A 16. ábra a polipropilén, a tisztított szén nanocső és az 1 m/m% szén nanocsövet tartalmazó polimer kompozitok Raman spektrumának az 1050 cm^{-1} – től az 1750 cm^{-1} – ig tartó részét ábrázolja. Ez alapján kijelenthetjük, hogy az 1 m/m% szén nanocsövet tartalmazó kompozitban $1342,7\text{ cm}^{-1}$ – nál és $1572,2\text{ cm}^{-1}$ – nál megjelenik a szén nanocsőre jellemző D és G csúcs is. Továbbá az $1460,5\text{ cm}^{-1}$ – nál lévő, polipropilén jellegzetes csúcsa is.

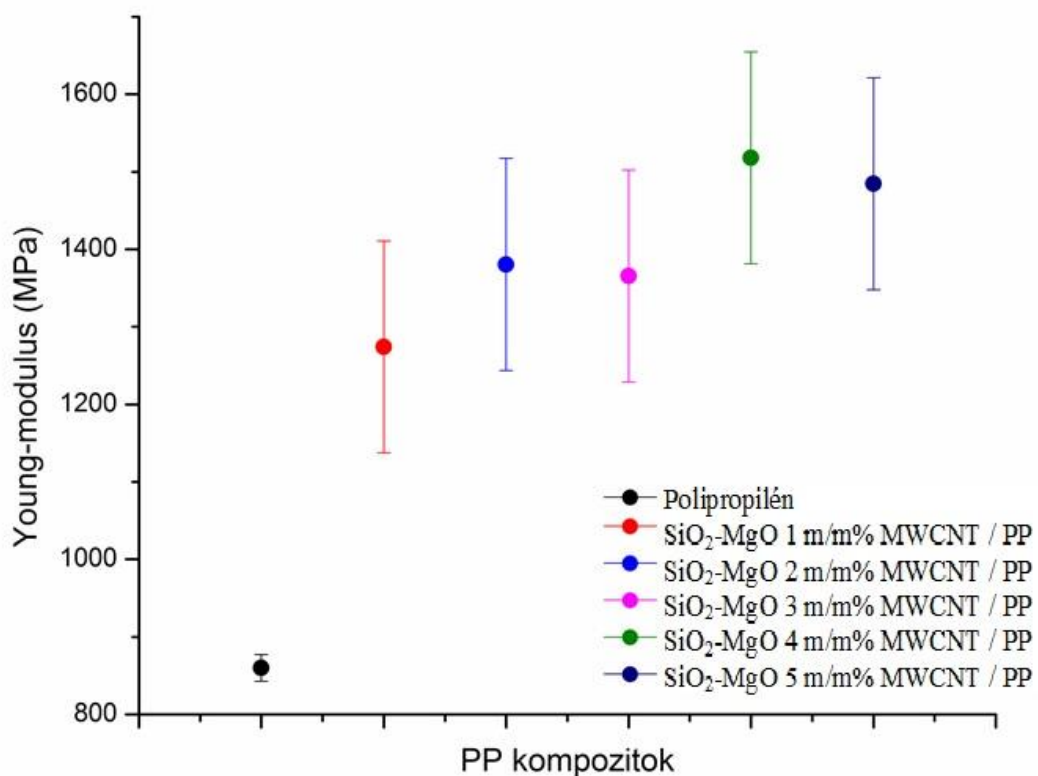


16. ábra $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ 1 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit, tisztított MWCNT és a polipropilén Raman spektrumainak kinagyított képe

6.6. $\text{SiO}_2 - \text{MgO}$ MWCNT / polipropilén kompozitok szakítóvizsgálata

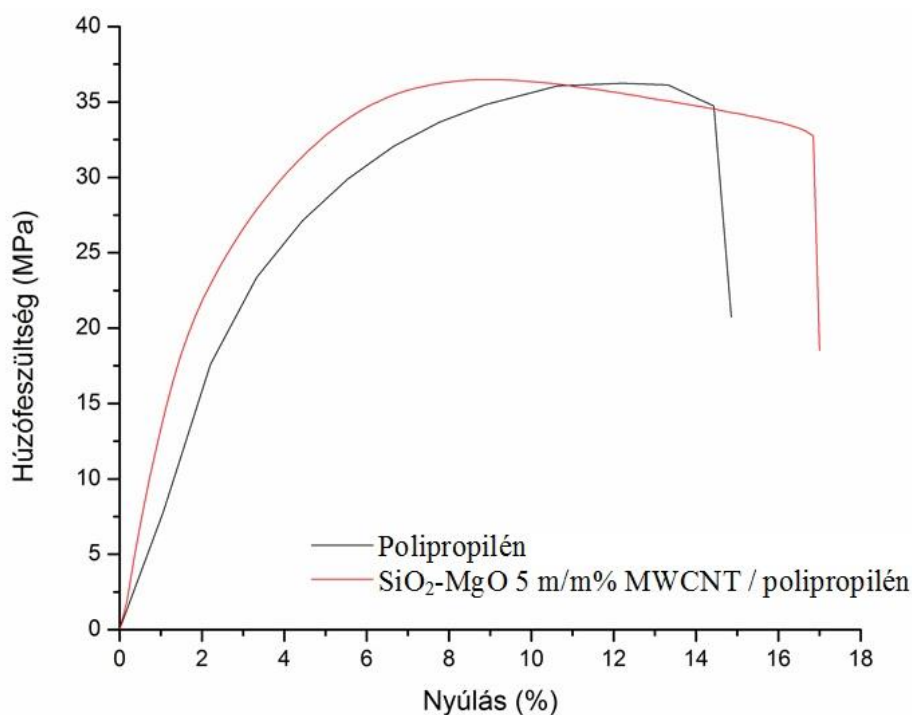
Az elkészített mintákat szakítóvizsgálatnak vetettük alá annak érdekében, hogy megvizsgáljuk az általunk szintetizált felületkezelt szén nanocső nanokompozitok hogyan befolyásolták a polipropilén tulajdonságait. Ehhez a polimerből $10 \times 80\text{ mm}$ -es próbatesteket vágunk ki, melyeket az Instron 3366 típusú szakítógéppel 200 mm / perc sebességgel húztunk. A Young-modulus az adott anyag merevségéről ad információt. Az 17. ábrán látható, hogy a tiszta polipropilénnek van a legkisebb értéke, mely $860 \pm 17,26\text{ MPa}$. Mindegyik szén nanocső tartalmú minta rugalmassági modulusa nagyobb

lett, mint a polipropiléné. Ebből arra következtethetünk, hogy a szervesetlen oxidréteggel bevont szén nanocső hozzáadásával a polipropilén és a szén nanocső között valóban kölcsönhatás alakult ki, javítva a polimer mechanikai tulajdonságát. A diagram alapján a 2 m/m% és 3 m/m% szén nanocsövet tartalmazó minta hozzáadásával hasonló mértékben nőtt meg a rugalmassági modulus. A 4 m/m% és az 5 m/m% szén nanocsövet tartalmazó minta bizonyult a legjobbnak, ahol a kompozitok Young – modulusa kb. 1,7 – szer nagyobb, mint a tiszta polipropiléné.



17. ábra SiO₂-MgO MWCNT / polipropilén kompozitok és tiszta polipropilén Young – modulusai

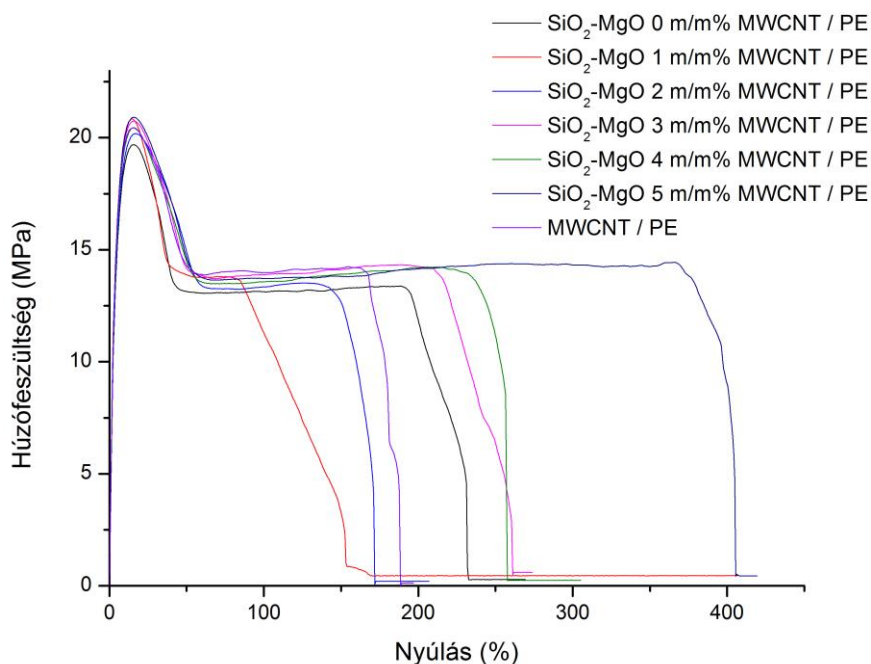
A kapott eredmények alapján elkészítettük az minták szakítógörbéit. Ezek közül az 5 m/m % szén nanocsövet tartalmazó minta diagramja itt látható. A 18. ábrából látszik, hogy a polimer erősítése sikeres volt, hiszen a minta megnyúlása nagyobb lett, mint a tiszta polipropilén esetében.



18. ábra SiO₂-MgO 5 m/m% MWCNT / polipropilén kompozit és tiszta polipropilén szakítógörbéi

6.7. SiO₂ – MgO MWCNT / polietilén kompozitok szakítóvizsgálata

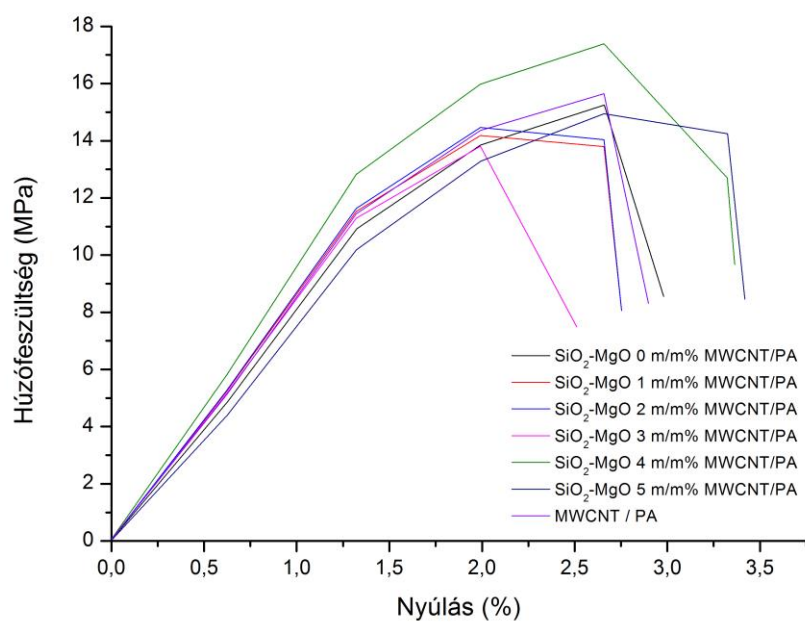
A szervesetlen oxidréteggel bevont szén nanocsöveket az előzőekhez hasonlóan olvadékkeveréssel kevertem polietilénbe. A minták szakítógörbéit elemezve (19. ábra) látható, hogy a polietilénnél megtalálható a nyakképződési fázis. A nyakképződési feszültség az a terhelés, amelynél a műanyag maradandó deformációt szenved, azaz a gyakorlatban alkalmazható maximális külső feszültség. A 3 m/m%-os felületkezelt szén nanocsövet tartalmazó kompozitminta is meglepően jó eredményt mutatott, mely a korábbiakban nem volt jellemző. A többi polimernél tapasztalható eredményekkel ekvivalens módon a polietilénnél is az 5 m/m%-os minták bizonyultak a legígéretesebbnek.



19. ábra SiO₂-MgO MWCNT / polietilén kompozitok szakítógörbéi

6.8. SiO₂ – MgO MWCNT / poliamid kompozitok szakítóvizsgálata

Az elkészített nanokompozitokat a polipropilénnél ismertetett eljárással kevertük poliamidba is. Az elkészített mintákat szakítóvizsgálatnak vetettük alá annak érdekében, hogy megvizsgáljuk az előállított nanokompozitok hogyan befolyásolták a poliamid tulajdonságait. A mérési adatok alapján elkészítettük a szakítógörbéket (20. ábra). A diagramot megtekintve kijelenthetjük, hogy ebben az esetben is a 4 és 5 m/m% nanokompozitot tartalmazó minta szakítószilárdsága bizonyult a legjobbnak. A 4 m/m%-os mintánál látható, hogy a megnyúlás már a kezdeti szakaszban meredekebben nő a többi mintához képest, azonban ez a minta bírta a legnagyobb terhelést. Az eredményeket összevetve a polietilénnél, illetve a polipropilénnél tapasztaltakkal megállapítható, hogy a szakítószilárdság ebben az esetben nőtt meg a legnagyobb mértékben.



20. ábra SiO₂-MgO MWCNT / poliamid kompozitok szakítógörbéi

7. Összefoglalás

Kísérleteim során többfalú szén nanocsövek felületén magnézium-acetát-tetrahidrát és tetraetil-ortoszilikát prekursorok felhasználásával oxidréteget alakítottam ki. Az elkészített nanokompozitokat transzmissziós elektronmikroszkópiás, röntgendiffrakciós, valamint Raman spektroszkópiás vizsgálatokkal jellemeztük.

A TEM felvételek alapján megbizonyosodtunk róla, hogy a szén nanocsövek felszínén sikeresen hoztunk létre összefüggő szervesetlen oxid réteget. A képeken a minták mellett nanorészecskéket is megfigyeltünk, melyek nem kötődtek meg a nanocsövek felületén.

A minták kristálytani jellemzésére XRD vizsgálatot is végeztünk. A diffraktogramokon mind a szén nanocsőre, mind a szén nanocsövet nem tartalmazó referencia mintára jellemző SiO_2 – MgO reflexiók megtalálhatóak. A szén nanocső tartalom növelésével arányosan egyre jobban látható a szén nanocsőre jellemző reflexió.

A Raman spektrumok alapján bebizonyosodott, hogy a szén nanocsövek és a szervesetlen oxid réteg között kémiai kötés alakult ki. Erre a nanokompozitjaink spektrumában 540 cm^{-1} - 790 cm^{-1} tartományban újonnan megjelenő csúcsok megjelenéséből következtethetünk.

A szén nanocső nanokompozitokat olvadékkeveréses módszerrel kevertem a polipropilén mátrixba. Az elkészített kompozitokat pásztázó elektronmikroszkópiás és Raman spektroszkópiás technikával jellemeztük. Mintáinkon szakítóvizsgálatot végeztünk, vizsgálván kompozitjaink mechanikai tulajdonságát.

A SEM felvételeken jól megfigyelhetők a polimer mintába sikeresen bekevert szén nanocsövek. Az ábrákon kitűnően látszanak a polimerből kilógó szén nanocsövek végei, valamint a polimer törésfelületeit összekötő szén nanocsövek is. A Raman spektrumok is a sikeres szintézist bizonyították. A szén nanocső jellemző csúcsai mellett a polimer karakterisztikus csúcsai is megfigyelhetők a spektrumokon.

A szakítóvizsgálatok során megállapítottuk, hogy a polimer erősítése sikeres volt, hiszen minden esetben a bekevert nanocsövek hatására megnőtt a tiszta polipropilén Young – modulusa. A legígéretesebbnek a 4 és 5 m/m% szén nanocsövet tartalmazó minták bizonyultak, melyeknél a Young – modulus a tiszta polipropilénénél kb. 1,7 – szer nagyobb.

8. Irodalomjegyzék

- [1] V. N. Popov, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, **43**, (2004), 61-102
- [2] R. K. Everett: *Metal Matrix Composites: Processing & Interfaces* (1991)
ISBN: 0123418321, 9780123418326
- [3] M. Estili, H. Kwon, A. Kawasaki, S. Cho, K. Takagi, K. Kikuchi, N. Kawai, *Journal of Nuclear Materials*, **398** (2010), 244-245
- [4] Y. Shimamura, K. Oshima, K. Tohgo, T. Fujii, K. Shirasu, G. Yamamoto, T. Hashida, K. Goto, T. Ogasawara, K. Naito, T. Nakano, Y. Inoue, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **62** (2014), 32-36
- [5] C. Zeng, N. Hossieny, C. Zhang, B. Wang, S. M. Walsh, *Composites Science and Technology*, **82**, (2013), 29-37
- [6] S. Chatterjee, F. A. Nüesch, B. T. T. Chu, *Chemical Physics Letter*, **557**, (2013), 92-96
- [7] E. Logakis, E. Pollatos, Ch. Pandis, V. Peoglos, I. Zuburtikudis, C. G. Delides, A. Vatalis, M. Gjoka, E. Syskakis, K. Viras, P. Pissis, *Composites Science and Technology*, **70**, (2010), 328-335
- [8] V. Cannillo, F. Bondioli, L. Lusvarghi, M. Montorsi, M. Avella, M. E. Errico, M. Malinconico, *Composites Science and Technology*, **66**, (2006), 1030-1037
- [9] J. Z. Liang, *Composites Part B: Engineering*, **51**, (2013), 224-232
- [10] G. Mittal, V. Dhand, K. Y. Rhee, S. J. Park, W. R. Lee, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* (2014)
DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jiec.2014.03.022>
- [11] B. I. Yakobson, C. J. Brabec, J. Bernholc, *Physical Review Letters*, **76**, (1996), 2511
- [12] Czvikovszky Tibor, Nagy Péter, Gaál János: *A polimertechnika alapjai* (2007), 7. fejezet, ISBN 963 420 855 X
- [13] P. Costa, C. Silvia, J. C. Viana, S. L. Mendez, *Composites Part B: Engineering*, **57**, (2014), 242-249
- [14] P. J. F. Harris, *International Materials Reviews*, **49**, (2004), 31-43
- [15] Z. Jin, K. P. Pramoda, G. Xu, S. H. Goh, *Chemical Physics Letters*, **337**, (2001), 43-47

-
- [16] Z. Spitalsky, D. Tasis, K. Papagelis, C. Galiotis, *Progress in Polymer Science*, **35**, (2010), 357-401
- [17] G. V. Ramana, B. Padya, R. N. Kumar, K. V. P. Prabhakar, P K Jain, *Indian Journal of Engineering & Materials Sciences*, **17**, (2010), 331-337
- [18] G. Beyer, *Polymer-Carbon Nanotube Composites*, (2011), 746-759
ISBN: 978-1-84569-761-7
- [19] L. Jiang, C. Zhang, M. Liu, Z. Yang, W. W. Tjiu, T. Liu, *Composites Science and Technology*, **91**, (2014), 98-103
- [20] T. Villmow, S. Pegel, A. John, R. Rentenberger, P. Pötschke, *Materials Today*, **14**, (2011), 340-345
- [21] U. Vietri, L. Guadagno, M. Raimondo, L. Vertuccio, K. Lafdi, *Composites Part B: Engineering*, **61**, (2014), 73-83
- [22] I. S. Bayer, *Handbook of Smart Coatings for Materials Protection*, (2014), 510-529, ISBN: 978-0-85709-680-7
- [23] K. Nemeth, B. Reti, M. Posa, K. Belina, K. Hernadi, *Physica Status Solidi B*, **249**, (2012), 2333-2336

Köszönetnyilvánítás

Köszönetemet fejezem ki témavezetőmnek, Dr. Hernádi Klára egyetemi tanárnak, hogy munkámat irányította és tudásával nélkülözhetetlen segítséget nyújtott dolgozatom elkészítésében.

Köszönettel tartozom Dr. Belina Károly egyetemi tanárnak, hogy lehetőséget biztosított számomra, hogy kutatómunkámat a Kecskeméti Főiskola Gépipari és Automatizálási Műszaki Főiskolai Kar Műanyagtechnológia Tanszékén végezhettem.

Köszönetet mondok Németh Krisztián doktorjelöltnek, aki hasznos magyarázataival és tanácsaival, illetve a Raman spektroszkópiai vizsgálatok során nyújtott segítségével hozzájárult TDK dolgozatom elkészítéséhez.

Külön köszönetet mondok Réti Balázs doktorjelöltnek a TEM felvételek, valamint Berki Péter PhD hallgatónak a SEM felvételek elkészítéséért, továbbá Ádám Balázs tanszéki mérnöknek a Kecskeméten végzett szakítóvizsgálatokért.

Köszönet illeti mind az Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszék, mind a Kecskeméti Főiskola Műanyagtechnológia Tanszékének dolgozóit, akikhez bármikor fordulhattam segítségért.

Hálával tartozom továbbá szüleimnek és testvéreimnek, akik nélkül ez a dolgozatom nem jöhetett volna létre. Köszönöm nekik, hogy tanulmányaim során türelemmel és megértéssel támogattak, és minden helyzetben mellettem álltak.