



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

MARTON GERGŐ ZSOLT

TDK DOLGOZAT

A TECHNOLÓGIAI PARAMÉTEREK HATÁSA PREPREGBŐL
AUTOKLÁVBAN GYÁRTOTT ÜVEGSZÁL/EPOXI KOMPOZIT
LEMEZEK RÉTEGKÖZI TULAJDONSÁGAIRA

Konzulens:

Dr. Czél Gergely

egyetemi docens

BUDAPEST, 2022

NYILATKOZAT

Nyilatkozat az önálló munkáról

Alulírott, *Marton Gergő Zsolt* (HU2JI8), a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Karának hallgatója, büntetőjogi és fegyelmi felelősségem tudatában kijelentem és sajátkezű aláírással igazolom, hogy ezt a TDK dolgozatot meg nem engedett segítség nélkül, saját magam készítettem, és dolgozatomban csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, melyet szó szerint vagy azonos értelemben, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a hatályos előírásoknak megfelelően, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2022.10.31.

Marton Gergő Zsolt
hallgató

TARTALOMJEGYZÉK

Jelölések jegyzéke.....	v
1. Bevezetés	2
2. Szakirodalmi áttekintés	3
2.1. Prepregs	3
2.1.1. <i>Prepregs előállítása</i>	4
2.1.2. <i>Prepregs feldolgozása</i>	5
2.1.3. <i>Autokláv és out-of-autoclave technológiák összehasonlítása</i>	8
2.2. A prepregs feldolgozási paramétereikhez kapcsolódó vizsgálatok.....	9
2.2.1. <i>A hőciklus hatásainak vizsgálata</i>	9
2.2.2. <i>A nyomás hatásai</i>	12
2.3. Rétegek közötti tulajdonságok vizsgálata.....	13
2.3.1. <i>Rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása</i>	13
2.3.2. <i>Törésmechanikai vizsgálatok</i>	16
2.4. Az irodalomkutatás kritikai elemzése	17
3. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések, vizsgálati módszerek	19
3.1. Felhasznált alapanyagok	19
3.1.1. <i>A vizsgált prepregben található epoxi mátrix</i>	19
3.1.2. <i>A lemezgyártáshoz felhasznált prepreg</i>	20
3.1.3. <i>Segédanyagok</i>	20
3.2. Alkalmazott berendezések	21
3.2.1. <i>Reológiai vizsgálatokhoz alkalmazott berendezés</i>	21
3.2.2. <i>A próbatestgyártás és -előkészítés berendezései</i>	21
3.2.3. <i>Mechanikai vizsgálatokhoz használt berendezések</i>	22
3.2.4. <i>Egyéb vizsgálatok berendezései</i>	22
3.3. Vizsgálati módszerek	23
3.3.1. <i>Reológiai vizsgálatok</i>	23
3.3.2. <i>Sűrűség- és száltartalom mérés</i>	24
3.3.3. <i>Mechanikai vizsgálatok</i>	26
3.3.4. <i>Mikroszkópos vizsgálat</i>	28
4. A technológiai paraméterek hatásainak vizsgálata.....	28
4.1. Kísérletterv, a kutatás célja	28
4.2. Reológiai vizsgálatok	29
4.2.1. <i>Vizsgálati paraméterek meghatározása</i>	29

4.2.2.	<i>A reológiai vizsgálatok eredményei</i>	31
4.3.	Kompozit lemezek előállítása.....	34
4.3.1.	<i>A gyártás előkészítése</i>	34
4.3.2.	<i>Alkalmazott térhálósítási ciklusok</i>	34
4.4.	Sűrűség- és száltartalom meghatározása.....	37
4.5.	Rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálat	40
4.6.	Rétegek közötti tulajdonságok szakításra visszavezetett vizsgálatai.....	44
4.6.1.	<i>A rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása kétszeresen átlapolt próbatestekkel</i>	44
4.6.2.	<i>A kritikus repedésterjesztő erő meghatározása</i>	46
4.7.	Optikai mikroszkópos vizsgálat	48
4.8.	Az eredmények értékelése, következtetések.....	49
5.	ÖSSZEFOGLALÁS	51
5.1.	További megoldásra váró feladatok	52
6.	Felhasznált források	53

JELÖLÉSEK JEGYZÉKE

Latin betűk

Jelölés	Megnevezés, megjegyzés, érték	Mértékegység
b	próbatest szélesség (specimen width)	mm
E	rugalmassági modulusz (elastic modulus)	GPa
F	erő (force)	N
G _c	törési szívósság (fracture toughness)	N/mm
h	vastagság (specimen thickness)	mm
M _f	a szálak tömege (fibre weight)	g
m _f	a szálak tömegaránya (fibre weight fraction)	-
M _m	a mátrix tömege (matrix weight)	g
p	porozitás (porosity)	V%
t	átvágott rétegek vastagsága (cut plies thickness)	mm
v _f	a szálak térfogataránya (fibre volume fraction)	-
V _f	az szálak térfogata (fibre volume)	cm ³
V _m	a mátrix térfogata (matrix volume)	cm ³

Görög betűk

Jelölés	Megnevezés, megjegyzés, érték	Mértékegység
ε	fajlagos nyúlás (strain)	-
Q _f	a szálak sűrűsége (fibre density)	g/cm ³
Q _k	a kompozit sűrűsége (density of the composite)	g/cm ³
Q _m	a mátrix sűrűsége (matrix density)	g/cm ³
σ	feszültség (stress)	MPa
σ _h	húzószilárdság (tensile strength)	MPa
τ	rétegek közötti nyírószilárdság (interlaminar shear strength)	MPa
ω	szögsebesség (angular velocity)	rad/s

Rövidítések

Rövidítés	Megnevezés
BMC	prézelés előre impregnált vágott szálakból (bulk moulding compound)
OOA	autoklávon kívüli (out-of-autoclave)
PCM	prepreg prézelés (prepreg compression moulding)
SBS	rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálat (short-beam shear test)
SMC	prézelés tekercs formájú előgyártmányból (sheet moulding compound)
VBO	vákuumzsákos eljárás (vacuum bag only)

1. BEVEZETÉS

Napjainkban egyre szélesebb körben alkalmaznak polimer kompozitokat. A legmagasabb minőségi követelményeket támasztó területeken leginkább prepregből készült kompozit szerkezetek kerülnek felhasználásra. Az elnevezés a „pre-impregnated” szóból ered, olyan kompozit előgyártmányokat jelent, amelyekben a szálas erősítőanyagot előre átítatják mátrixanyaggal, a mátrix pedig egy kis mértékben előtérhálósított, ún. „B” állapotban van. Prepregekből kiválóan reprodukálható, nagy teljesítményű kompozit alkatrészek állíthatók elő, ehhez azonban elengedhetetlen egy szigorúan kontrollált feldolgozási folyamat. Ennek biztosítása érdekében prepregok esetében leggyakrabban az autoklávban történő térhálósítást alkalmazzák, de egyre elterjedtebbek az autoklávon kívüli prepreg kikeményítési technológiák is [1, 2].

A kikeményítés során alkalmazott technológiai paraméterek számottevő hatást gyakorolnak az előállított kompozit szerkezetére és tulajdonságaira. A felfűtési sebesség meghatározza a mátrix viszkozitás esésének mértékét és ütemét, nagyobb felfűtési sebesség a ciklus során alacsonyabb viszkozitásértékekhez vezet. A hőciklusba a térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően esetlegesen beiktatott hőtartási szakasz, plató jelentős mértékben befolyásolja a gyanta viselkedését a feldolgozás során. Szerepe a vastagság mentén egyenletes hőmérséklet-eloszlás biztosítása és a térhálósodási reakcióval járó hőfejlődés korlátozása. Emellett megállítja a viszkozitás csökkenését, miközben a térhálósodási reakció előrehalad, így a plató hőmérsékletének helyes megválasztása kulcsfontosságú a sikeres gyártáshoz. Nem elhanyagolható hatása a térhálósításkor alkalmazott túlnyomás mértéke sem. A túlnyomás jelenti a legfontosabb különbséget az autoklávos és a legnépszerűbb OOA technológiának számító vákuumzsákos eljárás között. Kérdés, a két technológiával azonos hőciklus mellett gyártott termékek milyen eltéréseket mutatnak.

Az említett paraméterek hatással vannak többek között a szálak impregnáltságára, az eltávozó gyanta mennyiségére – ezáltal a kompozit száltartalmára – és a termékben kialakuló légüregek mennyiségére és méretére. A szerkezetbeli eltérések miatt a különböző paraméterekkel előállított kompozitok mechanikai, ezen belül főleg a rétegek közötti tulajdonságai is jelentősen eltérőek lehetnek. A gyártói adatlap általában pontosan előírja az alkalmazandó gyártási paramétereket, kérdés azonban, hogy az ettől való – gyakran kényszerű – eltérések, illetve a gyártó alternatív ciklus javaslatai milyen eredményre vezetnek [3-5].

Munkám során a felfűtési sebességének, a ciklus során a kompozitra kifejtett nyomás mértékének, illetve a plató alkalmazásának hatásait vizsgáltam üvegszál/epoxi kompozit lemezek prepregből autoklávban történő gyártása esetén. Ehhez különböző paraméterekkel állítottam elő lemezeket, majd meghatároztam ezek száltartalmát, sűrűségét és egyes mechanikai tulajdonságait. A szerkezetbeli eltérésekre leginkább érzékeny jellemzőkkel foglalkoztam, amelyek elsősorban a rétegek közötti tulajdonságok. Végül a vizsgálatok eredményei alapján elemeztem az adatlapon szereplő gyártási paraméterektől való eltérések következményeit.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

Az alábbi fejezetben kerül bemutatásra a tudományos diákköri munkám keretei között elvégzett irodalomkutatás. A szakirodalmi áttekintés központi témáját a prepregok mint kompozit előgyártmányok és feldolgozási technológiáik jelentik. Részletesen foglalkozom a térhálósítási ciklussal, illetve a feldolgozás során alkalmazott paraméterekkel és azok hatásaival. Emellett kitérek a kompozitok rétegek közötti tulajdonságainak vizsgálati lehetőségeire.

2.1. Prepregok

A polimer kompozitok között a legmagasabb minőséget a prepregből készült alkatrészek képviselik. Azokat az előgyártmányokat, amelyekben az erősítőanyagot előre átítatják mátrixanyaggal, prepregnek nevezzük. A prepreg elnevezés az angol „pre-impregnated” – előimpregnált – szóból származik [6, 7].

Az említett definíciónak megfelel minden, mátrixanyaggal előre átítatott szálerősítést tartalmazó kompozit előgyártmány, ám fontos megkülönböztetnünk ezeknek két csoportját. Léteznek kimondottan adott feldolgozás technológiákhoz kifejlesztett lapszerű és tömbszerű előre impregnált vágott szálak előgyártmányok. Ezeket a Sheet Moulding Compound (SMC) és Bulk Moulding Compound (BMC) elnevezésű préseléses kompozitgyártási technológiákkal dolgozzák fel. Ezek alkalmazásának elsődleges céljait a technológiai folyamat egyszerűsítése, a ciklusidő és a gyártási költségek csökkentése és a termelékenység fokozása jelentik. Ezen előgyártmányok erősítőanyagaként általában 50 mm-nél rövidebb, vágott szálak szolgálnak. Ezzel szemben a szigorúbb definíció szerinti, klasszikus értelemben vett prepregok közé kizárólag azon előgyártmányok tartoznak, amelyek végtelen hosszú szálúnak tekinthető erősítőanyagot tartalmaznak, ezek közül is a hőre nem lágyuló mátrixanyag felhasználásával gyártott prepregok állnak a kompozittechnológia középpontjában. Ezek használatának célja a lehető legmagasabb termékminőség, mechanikai tulajdonságok biztosítása. Dolgozatom elkészítése során az utóbbi, szigorúbb prepreg definíciót tekintettem mérv-adónak [1, 6, 7].

A prepregokban a mátrixanyag egy csekély mértékben előtérhálósított, ún. B állapotban van. Míg A állapotnak az tekinthető, amikor az anyag nem térhálós, C állapotát pedig a térhálósodás befejeződése után éri el. B állapotban a térhálósodási reakció már megkezdődött, az anyag viszkozitása és üvegesedési átmeneti hőmérséklete megemelkedett, felülete ragadós. A B állapot nem tekinthető stabilnak, az anyag ekkor reaktívan viselkedik, eltárolhatósága korlátozott, szavatossági idővel rendelkezik. Mivel a hőmérséklet jelentős mértékben befolyásolja a térhálósodási reakció sebességét, ezért a prepregokat általában mélyhűtve, -18°C környékén tárolják. Ezzel jelentős mértékben megnövelhető tárolási idejük, míg a prepregok szavatossági ideje szobahőmérsékleten legfeljebb 1 hónap, addig mélyhűtött állapotban ez megnőhet akár 1-2 évre is [8, 9, 10].

A prepregok leggyakoribb mátrixanyaga az epoxi, de léteznek vinilészter, fenol és poliimid alapú prepregok, illetve speciális alkalmazási területeken egyéb gyanták is előfordulhatnak [9, 11].

Erősítőanyagot tekintve a prepregoknál leggyakrabban szén- vagy üvegszálat, esetenként aramidszálat alkalmaznak. Az erősítőanyag a prepregben többnyire unidirekcionális elrendezésben van jelen, de nem ritkák a szövetet vagy akár multidirekcionális erősítést tartalmazó prepregok sem [9, 10].

Prepregekkel többnyire tekercs formájában találkozhatunk. Mivel felületük ragad, tekercselésükhöz mindkét oldalukat formaleválasztó fóliával vagy papírral látják el [1].

Prepregből kiváló minőségű, rendkívül jól reprodukálható termékek állíthatók elő. Legfontosabb előnyeik közé tartozik az egyenletes száeloszlás, a pontosan beállítható száltartalom és -orientáció. Kiemelendő még, hogy használatukkal biztosítható az erősítőanyag megfelelő átítatottsága, jelentős mértékben csökkenthető a termékben lévő légbuborékok száma és mérete, illetve kiváló felületi minőség érhető el. Hátrányként megemlíthető, hogy a prepreg előgyártmányok ára magas, tárolásuk energiaigényes, illetve feldolgozási technológiáik költségesek és többnyire szakképzett munkaerőt igényelnek [1, 9, 12].

2.1.1. *Prepregok előállítása*

Prepreg előgyártmányok kereskedelmi forgalomban is előfordulnak, a termék- vagy alkatrészgyártók azonban többnyire közvetlenül a prepreg gyártójától szerzik be a szükséges alapanyagot. Az is előfordul, hogy a feldolgozást végző cég rendelkezik prepreggyártó gépsorral [1].

A prepregok előállítására használt eljárások elvi alapon két csoportra bonthatók: oldószeres és ömledékes eljárásokra [13].

Az oldószeres eljárásokat alkalmazzák régebb óta. Ezek lényege, hogy a mátrix komponenseit alacsony forráspontú oldószer hozzáadásával hígítják a kívánt koncentrációig, ezáltal a gyanta viszkozitása lecsökken, folyóképesége megnő, és alkalmassá válik az erősítőanyag gyors és alapos átítatására. Az eljárás során az erősítőanyagot a hígított gyantafürdőn átvezetve impregnálják, majd egy fűtőkamra következik, ahol a hő hatására eltávozik az oldószer, és megindul a térhálósodás. A B állapot elérést követően a prepreget lehűtik, majd szélezzik és tekercselik [14, 15].

A módszer legfőbb előnye az alacsony viszkozításban rejlik, amely lehetővé teszi az erősítőanyag teljes impregnálását akár vastag, komplex erősítőstruktúrák esetén is. További előnyt jelent, hogy az így készült prepregok szavatossági ideje általában hosszabb, mint az ömledékes eljárásokkal készült változatoké. Az eljárás legnagyobb hátránya az oldószer, amely rendszerint környezetszennyező, eltávolítása és utókezelése növeli a technológia költségeit, továbbá a visszamaradó oldószer pórusok jelenlétét okozhatja a gyártandó termékben [10, 13].

A prepreggyártási technológiák másik nagy csoportját az ömledékes eljárások alkotják. Alapvetően ezek esetében két típusról beszélhetünk: egylépéses, direkt ömledékes eljárások és kétlépéses, ún. filmtranszfer eljárások [9].

A direkt eljárás alapja, hogy a mátrixanyag viszkozitását melegítéssel lecsökkentik, majd az erősítőanyag átítását fűtött kalanderhengerek segítségével végzik el. Filmtranszfer eljárás esetén a technológiát két részfolyamatra bontják. Az első a gyantafilm előállítás. A mátrixból emelt hőmérsékleten, többnyire 60-90°C-on gyantafilmot képeznek, amit hordozórétegre visznek fel, majd tekercselnek. A második lépésben gyantafilmról indulnak ki. Elsőként az erősítőanyagot két réteg gyantafilm közé vezetik, majd a mátrixanyagot fűtőelemek és temperált kalanderhengerek segítségével melegítik, ezáltal lecsökken a viszkozitása, ekkor az erősítőanyagot további hengereket felhasználva impregnálják át a mátrixanyaggal [9, 10, 13].

Az ömledékes eljárás alkalmazásával megelőzhető az oldószer okozta problémák, továbbá egyszerűbben és pontosabban szabályozható a gyantatartalom. A filmtranszfer eljárás további előnye, hogy a részfolyamatok szétválasztásával gazdaságosabbá tehető az alapanyag-felhasználás. Az ömledékes eljárások legfőbb hátrányát az oldószeres technológiákkal szemben a magasabb mátrixviszkozitás jelenti, ami gyengébb átítatottságot eredményezhet, különösen vastag, komplex erősítőstruktúrák esetén [9, 10].

Az iparban manapság gyakrabban alkalmazzák az ömledékes eljárásokat, de a legmodernebb multifunkciós berendezések már képesek mindkét elven történő működésre [10].

2.1.2. Prepregok feldolgozása

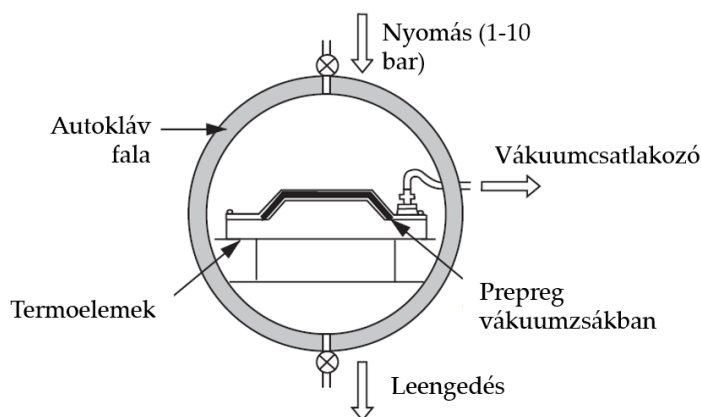
A prepregok feldolgozási technológiáit tekintve megkülönböztethetjük az autoklávus eljárást, illetve az autoklávon kívüli technológiákat. Előbbi számít a legjobb termékminőséget biztosító technológiának, de alacsonyabb költségeik, esetleg rövidebb ciklusidejük miatt az autoklávon kívüli (out-of-autoclave-OOA) technológiák is egyre elterjedtebbek [10].

Az autoklávus technológia kulcsa maga a berendezés, ami tulajdonképpen egy fűthető nyomástartó edény. A kompozittechnikában alkalmazott ipari autoklávokban a maximális létrehozható nyomás általában 10 bar, illetve legfeljebb 400°C-ig fűthetők fel. Emellett az autoklávban található vákuumcsatlakozókkal összekapcsolva a behelyezett vákuumzsákban fenntartható a vákuum [16].

A feldolgozás első lépése a mélyhűtve tárolt előgyártmány kiolvasztása, majd a megfelelő geometriájú rétegek kivágása a prepreg tekercsből. Ezt követően a szerszámban kialakítják a kívánt rétegrendnek megfelelő termékgeometriát. Ez többnyire kézi laminálással történik, de a folyamat akár automatizálható is. A laminálást általában néhány rétegenként megszakítják, és a terméket vákuum alá

helyezik, ezt nevezik konszolidációnak. Ennek célja a laminálás során keletkező általában makroszkopikus méretű légüregek eltávolítása a termékből. A laminálás végeztével felépítik a vákuumzsákot a szerszámra. Ez több különböző technológiai rétegből áll. Fontos, hogy a szerszámra először formaleválasztó fóliát tesznek, ezt követi a prepreg. Erre gyakran perforált formaleválasztó fóliát helyeznek, ezen keresztül távozhat el a gyanta a prepregből. A következő réteg általában a vákuumfilc (breather), ez gondoskodik a vákuum elosztatásáról a zsákon belül. Ezt pedig már követheti a vákuumfólia, amit vákuumtömítő szalaggal rögzítenek a szerszámhoz [17].

A levákuumozott szerszámot az autoklávba helyezik, ahol a termék térhálósítása szigorúan kontrollált körülmények között, vákuum és túlnyomás segítségével emelt hőmérsékleten történik. Az autoklávban történő feldolgozás elvi vázlatát az 1. ábra szemlélteti [17].



1. ábra Autoklávos gyártás vázlat, forrás: [17]

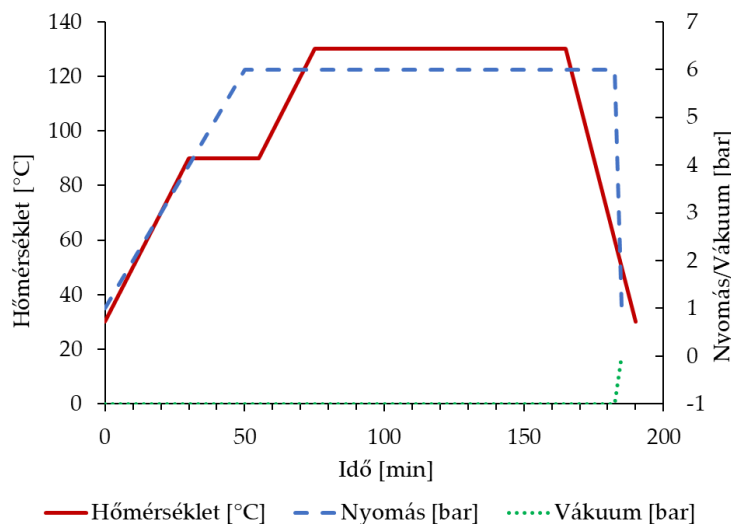
A térhálósítási ciklus folyamán alkalmazott technológiai paraméterek kulcsfontosságúak a sikeres termékgyártás szempontjából. Vákuumot, amely hozzájárul a termékben lévő légüregek számának és méretének csökkentéséhez, gyakran csak a ciklus kezdeti szakaszában alkalmaznak, amíg 1 bar túlnyomás fel nem épül az autokláv belsejében, de akár a ciklus egészére vákuum alatt maradhat a termék. Az autoklávban uralkodó nyomás a termékre külső nyomásként hat. A terméket leggyakrabban 6-7 bar túlnyomásnak teszik ki, amit a ciklus utolsó szakaszának, a hűtési fázisnak a végéig fenntartanak. A túlnyomás kompaktálja a terméket, és csökkenti a légüregek számát és méretét [17, 18].

A legfontosabb feldolgozási paraméternek a hőmérséklet tekinthető. A precízen szabályozott hőciklus a megfelelő minőségű termék gyártásának alapja. A felfűtési sebesség befolyásolja a mátrix viszkozitás esésének mértékét a ciklus során. Túl alacsony felfűtési sebesség alkalmazása esetén a mátrix viszkozitása nem csökken le a szükséges folyóképesség biztosításához szükséges mértékben, ami a termék tulajdonságainak romlásához, a gyártás sikertelenségéhez vezethet. Ezzel szemben a túl nagy felfűtési sebesség az optimálisnál nagyobb mértékű viszkozitás esést eredményezhet. Emellett különösen nagy falvastagságú termékeknél gyors felfűtés

esetén egyenlőtlen hőmérséklet-eloszlás alakulhat ki a falvastagság mentén, illetve előfordulhat, hogy az exoterm térhálósodási reakció során képződő hő nem tud eltávozni, ezáltal a termék túlhevülhet és akár károsodhat is [17, 18].

Ezen jelenségek kiküszöbölésére főleg gyorsabb felfűtési sebességek, illetve nagy falvastagságú termékek esetén gyakran beiktatnak a hőciklusba még a térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően egy a felfűtést ideiglenesen megszakító hűtési szakaszt, ezt nevezzük platónak [18].

Egy jellegzetes, platót tartalmazó térhálósítási ciklust mutat be a 2. ábra.



2. ábra Egy jellegzetes térhálósítási ciklus, forrás: [4]

Az OOA technológiák közül a legnépszerűbb a VBO eljárás. Itt a rétegek szerszámba laminálása és a vákuumzsák felépítése az autoklávus eljárással megegyező módon történik, viszont a terméket többnyire kemencében, esetleg fűtött szerszámban térhálósítják. A termékre tehát a ciklus során nem hat túlnyomás, kizárólag a vákuum és az emelt hőmérséklet befolyásolja a reakciót és a termékgyártást [5, 19].

Dinamikusan fejlődő technológia a prepreg préselés (Prepreg Compression Moulding, PCM). A technológia térnyerése rövid ciklusidejének – 3-5 perc– és nagyfokú automatizálhatóságának köszönhető, főként az autóiparban jelentős, karosszériaelemek előállítására használják. A kézi – vagy gépi – laminálást követően a lemezt előformázzák. Ehhez felmelegítik, a gyanta viszkozitás lecsökken, ezáltal a prepreg alakítható állapotba kerül. A lemezt egy szerszámon rugalmas membránnal előformázzák, majd hagyják lehűlni alakrögzítés céljából. Az előformázott lemezt szélezzik, majd egy fűtött présszerszámba helyezik; ahol kialakításra kerül a végső geometria [20].

A gyakorlatban viszonylag ritkán fordul elő az ún. quickstep eljárás. Első lépésként a prepreget egyoldalú szerszámba laminálják, majd erre vákuumzsákokat építenek fel. Ezt követően a laminátot tartalmazó szerszámba egy nyomástartó kamrába helyezik, amelynek belső felületeit rugalmas membránok alkotják. A membránokkal egy nagy

hőkapitású, kiváló hővezető-képességű, ún. hőközlő folyadék segítségével a vákuumzsákon keresztül legfeljebb néhány bar nagyságrendű nyomást fejtenek ki a termékekre. A hőközlő folyadék lehetővé teszi a szerszám és a laminát gyors felfűtését és lehűtését. Az eljárással közepes méretű, jó minőségű kompozit termékek állíthatók elő [19].

2.1.3. Autoklávós és out-of-autoclave technológiák összehasonlítása

Az autoklávós és OOA technológiákat összevetve elmondható, hogy a legmagasabb minőséget és legjobb reprodukálhatóságot egyértelműen az autoklávós eljárás biztosítja. Ez részben a precízen kontrollált feldolgozási körülményekre vezethető vissza, másrészt a hőmérséklet a nyomás és a vákuum együttes alkalmazására a térhálósítási ciklus során. Az eljárás legnagyobb hátrányait a berendezés költségigénye és a feldolgozási folyamat magas energiaigénye jelentik [5].

Az OOA technológiák is egyre nagyobb népszerűségnek örvendenek. Ennek oka, hogy bár általában gyengébb minőség mellett, de alkalmazásukkal nagymértékben csökkenthetők a gyártási költségek. A vákuumzsákos (Vacuum-Bag Only, VBO) technológiánál ennek alapjául a lényegesen egyszerűbb és olcsóbb feldolgozó berendezés szolgál, míg a prepreg préseléssel az autoklávós technológia másik jelentős hátrányát jelentő rendkívül hosszú ciklusidő csökkenthető, ezáltal fokozható a termelékenység [2, 20].

Az autoklávós és az autoklávon kívüli feldolgozásra szánt prepregok között van egy lényeges különbség. A kizárólag autoklávós technológiákkal feldolgozható prepregok esetében az erősítőanyagot teljes területén, a lehető legnagyobb mértékben előre átítatják, míg egyes, kizárólag OOA technológiákkal feldolgozható prepregok részben átítatott mikrostruktúrával rendelkeznek, gyantadús és gyantában szegény régiókból állnak. Ennek alapja, hogy az autoklávós eljárás esetén a termékre kifejtett túlnyomás megakadályozza a légüregek keletkezését és növekedését, ezzel ellentétben az OOA technológiáknál kizárólag a vákuum hat a kompozitra, ami nem képes ezen hatás kifejtésére, itt a száraz régiókon keresztül távozhat el a levegő. Emiatt míg autoklávós feldolgozásnál nincs szükség rendkívül alacsony gyantaviszkozitás elérésére, mivel az akár nem kívánt anyagáramokhoz (gyanta kiáramlás), vagy éppen nagyobb méretű légüregek kialakulásához is vezethet, az OOA technológiáknál a megfelelő gyártás alapja az alacsony viszkozitásértékek elérése, hiszen ezzel biztosítható a szálak megfelelő átítatottsága és a légüregek megszüntetése [21].

Bizonyos prepregok mindkét típusú technológiával feldolgozhatók. Ezek autoklávban történő térhálósításakor szintén a túlnyomás biztosítja a megfelelő termékminőséget, autoklávon kívüli feldolgozásuknál azonban az erősítőanyag megfelelő impregnáltságához és a légüregek méretének és számának csökkentéséhez alacsonyabb viszkozitásértékekre van szükség [21].

Az OOA technológiák, elsősorban a VBO eljárás számos kutatás témaként szolgálnak, ezek célja a meglévő költséghatékonyság mellett minél magasabb, az autoklávus technológiáéval összevethető termékminőség elérése. Erre az egyik lehetőséget az alapanyagok fejlesztése jelenti. Dang és társai [22] egy UD szénszál erősítésű, epoxi mátrixú, autoklávus gyártáshoz ajánlott prepreget hasonlítottak össze egy kimondottan OOA technológiához kifejlesztett, az előzővel megegyező erősítőanyagot tartalmazó és azonos felületi sűrűségű, epoxi mátrixú prepreggel. A prepregekből egy-egy azonos geometriájú kompozit alkatrészt állítottak elő. Az OOA prepreg feldolgozását fűtött szerszámon, VBO módszerrel végezték. A prepregeket azonos hőciklus szerint térhálósították, mindkettő esetében az OOA prepreghez ajánlott értékeket alkalmazták. Paraméterek tekintetében a különbséget az autoklávus technológia esetén alkalmazott 90 psi $\approx$ 6,21 bar abszolút nyomás jelentette. Az alkatrészből kialakított próbatesteken száltartalom-vizsgálatot és különböző mechanikai vizsgálatokat – szaktóvizsgálat, hajlítóvizsgálat, rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálat, nyomóvizsgálat – végeztek. Azt tapasztalták, hogy az OOA prepregből készült alkatrész minden vizsgált mechanikai jellemzője összemérhető az autoklávban gyártott alkatrésznél mért értékekkel. Emellett kiemelendő, hogy az OOA eljárással gyártott termék nem tartalmazott szignifikánsan több légbuborékot, ezt az alkalmazott speciális epoxi gyantarendszer hatásának tekintették. Az egyedüli jelentős különbséget a száltartalom eloszlása jelentette, amely az autoklávban gyártott alkatrész esetén egyenletesebbnek bizonyult.

2.2. A prepregek feldolgozási paramétereikhez kapcsolódó vizsgálatok

Prepregből kiváló minőségű kompozit alkatrészek állíthatók elő, ehhez azonban elengedhetetlen egy szigorúan kontrollált, szabályozott lépésekből álló feldolgozási folyamat. A térhálósítási ciklus során alkalmazott technológiai paraméterek hatással vannak a kompozit alkatrész tulajdonságaira. Ezekkel a hatásokkal, illetve a hozzájuk kapcsolódó vizsgálatokkal foglalkozom ezen alfejezetben [2].

2.2.1. A hőciklus hatásainak vizsgálata

Korábbi kutatásom során [4] a hőciklus paramétereinek a mátrix feldolgozás közbeni viselkedésére és a prepregből készült kompozit alkatrészek tulajdonságaira gyakorolt hatásaival foglalkoztam. Elsőként egy epoxi prepreg gyantán végeztem reológiai vizsgálatokat. A gyantát különböző felfűtési sebességekkel – 0,625, 1,25, 5 és 20°C/min – melegítettem a 120°C-os térhálósítási hőmérséklet elérésig, majd ott hőn tartottam. Eközben oszcillációs reométerrel detektáltam a viszkozitás alakulását. Céлом az volt, hogy megállapítsam, a felfűtés sebessége milyen hatással van a gyanta viszkozitásának változására, illetve a térhálósodási reakció kezdetére, emellett az egyes ciklusok folyamán mért legalacsonyabb viszkozitásértékekkel foglalkoztam részletesebben. Az eredmények azt mutatták, hogy a térhálósítási ciklus során a

nagyobb felfűtési sebesség alacsonyabb viszkozitásértékekhez vezet, illetve gyorsabb felfűtés esetén a térhálósodási reakció csak magasabb hőmérsékleteken indul be. Az egyes felfűtési sebességek mellett jelentkező viszkozitás minimumok között pedig technológiai szempontból is jelentős különbségeket tapasztaltam. Ezt követően 10 réteg 140 g/m² felületi sűrűségű 0/90°-os szénszövetet tartalmazó epoxi prepregből álló kompozit lemezeket gyártottam különböző térhálósítási ciklusokkal autoklávban. A vákuumzsák felépítésekor a termék és a vákuumfilm (breather) közé perforált formaleválasztó fóliát (bleeder) helyeztem, ez lehetővé tette a gyanta eltávozását a kompozitból a térhálósítás során. Kizárólag a hőciklust módosítottam, a túlnyomás és a vákuum értéke minden gyártásnál megegyezett az adatlapon előírtakkal, a prepreget percenként 2°C-kal melegítettem, a térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően pedig beiktattam 90°C-on egy 25 perces platót. A második ciklusnál elhagytam ezt a platót azonos felfűtési sebesség mellett, míg a harmadiknál szintén plató nélkül, viszont 0,5°C/min felfűtési sebességgel gyártottam. Ezután a lemezekből kialakított próbatesteken szakító- és hajlítóvizsgálatot végeztem, illetve kiégetéssel mértem száltartalmukat. A kompozit minden esetben azonos tömegű erősítőanyagot tartalmazott, a ciklus során a kompozitból kilépő gyanta mennyisége befolyásolta a száltartalmat. A plató nélkül, gyors felfűtéssel gyártott ciklus során a nagyobb mértékű viszkozitás esésnek köszönhetően a többi ciklushoz képest több gyanta távozott el, így ez eredményezte a legmagasabb száltartalmat, és ennek köszönhetően a legnagyobb húzó- és hajlítószilárdságot, illetve húzó és hajlító rugalmassági moduluszt. Az eredmények értékelésekor a második és harmadik ciklusban gyártott termékek között nem tapasztaltam jelentős különbséget, amely hasznosnak bizonyulhat olyan esetekben, amikor nem tarthatók az adatlapi paraméterek, hiszen lassabb felfűtés mellett a plató elhagyásával is elérhetők az adatlapi ciklustól várható mechanikai tulajdonságok. Az eredmények alapján az is megállapítható, hogy a plató alkalmazásával ellensúlyozható a gyorsabb felfűtés által okozott viszkozitás esés, illetve a plató alkalmazása már vékony termékek esetén is nagymértékben befolyásolja a termék tulajdonságait.

Park és társai [5] egy szénszövettel erősített, epoxi mátrixú, autoklávós és OOA technológiával egyaránt feldolgozható prepreg térhálósításához kapcsolódóan végeztek kutatást. A gyártói ajánlásokat követve a prepregből kézi laminálással elkészített lemezek hőmérsékletét 1,5°C/min felfűtési sebességgel növelték, 65°C-on beiktattak egy 30 perces platót, majd ezt követően 180°C-on 2 órán keresztül végezték a térhálósítást. A lemezek vizsgálatakor azt tapasztalták, hogy az autoklávban gyártott kompozit jelentősen alacsonyabb porozitással és magasabb szálhányaddal, ezáltal jobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkezett, mint a VBO eljárással előállított. A tulajdonságok javítása érdekében az OOA prepreg térhálósítási ciklusát kívánták optimalizálni, amit a plató hőmérsékletének megváltoztatásával terveztek elérni. Ehhez 65 és 130°C között 8 különböző hőmérsékleten beiktatott platóval végeztek viszkozitásmérést. Azt tapasztalták, hogy a plató hőmérsékletét 65-ről 130°C-ra növelve a viszkozitás közel egy nagyságrenddel alacsonyabb minimumértéket vesz

fel. Autoklávus feldolgozásnál a magasabb viszkozitásértékek megfelelő minőséget eredményeznek, OOA technológia esetében azonban alacsonyabb értékekre van szükség a megfelelő impregnáltság eléréséhez és a légüregek megszüntetéséhez. Ezen eredmények alapján 130°C-os hőmérsékletű platóval, VBO eljárással végeztek gyártást. Az így előállított termék száltartalma megnőtt, porozitása lecsökkent, mechanikai tulajdonságai pedig közelebb kerültek az autoklávval gyártott termékéhez. Különösen nagymértékű javulást tapasztaltak a rétegek közötti nyírószilárdság tekintetében. Az eredmények igazolták azon feltevésüket, hogy az OOA technológiák az autoklávus eljárásnál alacsonyabb gyantaviszkozitást igényelnek, ami magas hőmérsékletű plató alkalmazásával biztosítható.

Costa és társai [23] azt vizsgálták, hogy a felfűtési sebesség, illetve a felfűtést megszakító hűntartási szakasz (plató) hőmérséklete miként befolyásolja a mátrix viselkedését autoklávus feldolgozás során, különös tekintettel viszkozitásának alakulására és a térhálósodás folyamatára. Ehhez szénszállal erősített, epoxi mátrixú prepreget használtak. 2,5, 5 és 10°C/min felfűtési sebességek mellett végeztek vizsgálatokat. Azt tapasztalták, hogy lassabb felfűtés esetén lassabban megy végbe a gyanta térhálósodása, ami előnyös a prepreg szerkezetek tulajdonságaira nézve, mivel így több idő jut a térhálókötések kialakulására, ami kontrolláltabb reakciót eredményez. Ezután a 177°C-os térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően a ciklusba beiktatott plató optimális hőmérsékletét kívánták meghatározni. Három különböző hőmérsékletű plató – 100, 110, 120°C – alkalmazásával végeztek vizsgálatokat, ezek közül a legalacsonyabb hőmérsékleten érték el a legjobb eredményeket. Arra a következtetésre jutottak, hogy a lassabb felfűtés és az alacsonyabb hőmérsékletű plató hatására a termék kevesebb légüregot tartalmaz, ami jobb mechanikai tulajdonságokat eredményez.

Dong és társai [2] egy repülőgépgyártásban alkalmazott, szívósított fenol-epoxi mátrixú, szénszál erősítésű UD prepreg térhálósítási ciklusát optimalizálták VBO technológiához. Fő céljuk az ideális technológiai paraméterek meghatározása volt a lehetőségek szerint legrövidebb ciklusidő mellett. Elsőként a felfűtési sebesség hatását vizsgálták, kísérleteikhez a gyártó által javasolt 1,5°C/min és 5°C/min sebességértékeket alkalmazták. A kísérletek során a hőciklusba beiktattak egy 1 órás platót 120°C-nál, majd a térhálósítás 180°C-on történt. A felfűtési sebesség hatására a mátrix viszkozitásának alakulásából következtettek. Azt tapasztalták, hogy bár alacsonyabb felfűtési sebesség esetén a plató elérésekor nagyobb volt a térhálósági fok, ami a lassabb felfűtés miatt eltelt hosszabb idővel magyarázható, a ciklus további szakaszaiban már hasonló jeleget mutatott a térhálósági fok változása, majd a ciklus végéhez érkezve mindkét minta megfelelő mértékben térhálósodott. Ez alapján arra következtettek, hogy a gyorsabb felfűtés sem okoz problémát a térhálósodási reakcióra nézve. Ezután reométerrel detektálták a gyanta viszkozitását a hőciklus közben. Az adatok azt mutatták, hogy a mátrix viszkozitása mindkét esetben hasonló jelleggel csökken, illetve a várakozásoknak megfelelően a gyorsabb felfűtésnél alacsonyabb minimumértéket vesz fel – 6,9 Pa·s a 10,5 Pa·s-mal szemben –, ugyanakkor arra a

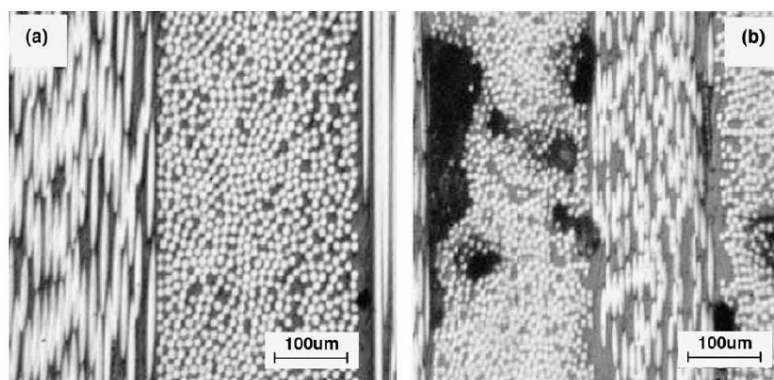
következtetése jutottak, hogy ez a különbség nem okoz szignifikáns eltérést az erősítőanyag átítatottságában.

Agius és társai [24] a felfűtési sebesség hatásait kutatták szén/epoxi prepreg autoklávon kívüli, VBO eljárással történő térhálósítása esetén. Ehhez mérték a gyanta viszkozitásának alakulását a térhálósítási ciklus alatt 1,5 és 10°C/min felfűtési sebességek alkalmazása mellett, továbbá meghatározták a termékben porozitásának mértékét, továbbá a légüregek méretét. Azt tapasztalták, hogy a gyorsabb felfűtéssel alacsonyabb viszkozitásértékek érhetők el, azonban amennyiben ez az érték túl alacsony, a mobilisabbá váló kisebb légüregek egyesülése révén nagyobb méretű pórusok alakulhatnak ki.

2.2.2. A nyomás hatásai

Olivier és társai [3] szén/epoxi prepreg autoklávos térhálósításával kapcsolatban végeztek kísérleteket. Kutatásuk célja az volt, hogy megismerjék a térhálósítási ciklus folyamán alkalmazott túlnyomás mértékének a termékben lévő légüregek mennyiségére és méretére, illetve a kompozit mechanikai tulajdonságaira gyakorolt hatását. Előkísérletekkel, illetve a téma szakirodalmának áttekintését követően megállapították, hogy a rétegek közötti nyírószilárdság a hajlítási rugalmassági modulusz és a transzverzális húzó rugalmassági modulusz a leginkább érzékenyek arra, hogy a kompozit alkatrész milyen arányban tartalmaz légüregeket, így ezen tulajdonságok álltak a vizsgálataik középpontjában. Ezt követően különböző nyomásértékekkel – 1, 2, 5, 7 és 10 bar – gyártottak kompozit lemezeket, majd mérték ezek porozitását és az említett mechanikai jellemzőit. A termékgyártást és a vizsgálatokat két eltérő típusú prepreg esetében is elvégezték. Azt tapasztalták, hogy a túlnyomást 1 bar-ról egészen 7 bar értékig emelve a porozitás jelentős mértékben csökken, de e fölött a nyomás változtatása már nem befolyásolja érdemben sem a légüregek számát, sem méretüket. A porozitással párhuzamosan ugyanez a trend jelentkezett a mechanikai tulajdonságok tekintetében is. Az eredményeket értékelve megállapították, hogy módszerükkel meghatározható egy a térhálósítási ciklushoz javasolt, közel optimális nyomásérték. Ehhez azonban fontosnak tartják a légüregek alakjának és eloszlásának figyelembevételét, mivel kísérleteik azt mutatták, hogy ez a két további tényező jelentős mértékben befolyásolja a kompozit vizsgált mechanikai tulajdonságait.

Liu és társai [25] is hasonló következtetésre jutottak a nyomás hatásának vizsgálatakor. A kísérleteket szintén szén/epoxi prepreggel végezték. Amennyiben az autoklávos gyártás során kizárólag vákuumot alkalmaztak, túlnyomást nem, 3,2 V%-os porozitást tapasztaltak, ami 6 bar túlnyomás mellett 0,6 V%-ra csökkent. A légüregek mennyiségének csökkenésével párhuzamosan a rétegek közötti nyírószilárdság és a hajlítási szilárdság jelentős, a húzószilárdság pedig kis mértékben nőtt. A 3. ábrán látható két általuk készített optikai mikroszkópos felvétel, ami bemutatja a porozitásbeli különbséget a két említett esetben.



3. ábra A porozitás a) 6 bar, b) 0 bar túlnyomás alkalmazása esetén, forrás: [25]

2.3. Rétegek közötti tulajdonságok vizsgálata

A 2.2 alfejezetben bemutatott kutatások is arról tanúskodnak, hogy a prepregek kikeményítésének technológiai paraméterei jelentős hatást gyakorolnak az elkészült kompozit alkatrészek rétegek közötti tulajdonságaira. A rétegek közötti tulajdonságok vizsgálatára számos szabványos és nem szabványos módszer létezik, ezek közül néhányat és az ezekkel kapcsolatos kutatási eredményeket mutatom be az alábbi alfejezetben.

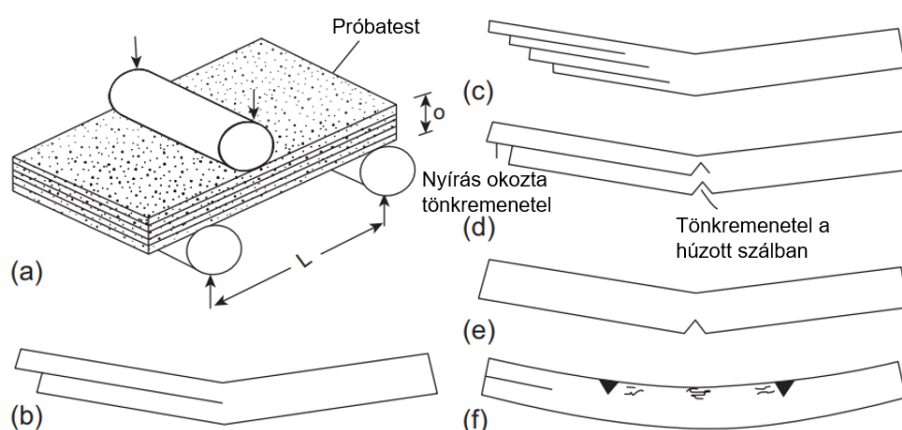
2.3.1. Rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása

Az egyik legegyszerűbb és leggyakrabban alkalmazott módszer a rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat (short-beam shear test, SBS test), amellyel meghatározható egy kompozit lemez rétegek közötti nyírószilárdsága. Ez egy szabványosított vizsgálat, amelyet többek között az ISO 14130 és az ASTM D 2344 szabványok tárgyalnak. A vizsgálat elrendezése megegyezik a normál hárompontos hajlítóvizsgálatával, azzal a különbséggel, hogy a lemezvastagsághoz viszonyítva lényegesen kisebb az alátámasztási távolság, szabványtól függően a vastagság négyszerese vagy ötszöröse [26, 27].

A rövid támaszköz célja a hajlítófeszültség minimalizálása a lehető legnagyobb nyírófeszültség biztosítása mellett, így érhető el a nyírás okozta tönkremenetel. A keresztmetszeten belül a nyírófeszültség parabolikusan oszlik el, így a próbatest középsíkjában veszi fel maximális értékét. A hajlítófeszültség ezzel szemben éppen a középső síkban, az ún. semleges szálban nulla. A nyírás okozta tönkremenetel ezért általában a középsíkból vagy annak környékéről indul ki. Ezáltal amennyiben rétegelválás jelentkezik, a mérés reális értéket ad a próbatest rétegek közötti nyírószilárdságára [28].

A mért adatokból a tönkremenetelnél detektált erőérték felhasználásával számítható a rétegek közötti nyírószilárdság. A vizsgálat értékelésekor különös figyelmet kell fordítani a próbatest tönkremenetelére. Kizárólag az egy vagy több határfelületen jelentkező, nyírás okozta tönkremenetel fogadható el, de sajnos felléphetnek a

próbatest tönkremenetelének ettől eltérő típusai is. Gyakori deviáns tönkremeneteli mód a nyomó igénybevétel okozta tönkremenetel, főként a középső terhelő henger alatt, továbbá a klasszikus hajlítóvizsgálatra emlékeztető, húzott szálaban ébredő tönkremenetel. Az sem ritka, hogy a nyíró igénybevétel okozta tönkremenetel együtt jelentkezik valamelyik egyéb típussal, a kiértékelés szempontjából ez a lehetőség is távol áll az ideáltól. A vizsgálati elrendezés és a tönkremenetel leggyakoribb típusai a 4. ábrán láthatók [29, 30].



4. ábra a) A SBS teszt elrendezése; Nyírás okozta tönkremenetel b) egy, c) több határfelületen;
d) Nyírás + húzott szálaban bekövetkező tönkremenetel; e) Tönkremenetel a húzott szálaban;
f) Nyírás mellett nyomó tönkremenetel a terhelő henger alatt és a nyomott oldalon, forrás: [30]

A módszernek természetesen vannak hátrányai, korlátai. Adams és Busse [31] vizsgálták az ASTM D 2344 szabvány szerinti eljárásváltozatot, majd eredményeik alapján javaslatokat fogalmaztak meg a módszer javítására. Két fő problémát neveznek meg a vizsgálat kapcsán. Egyrészt a rövid támaszköz miatt a terhelő erő és az alátámasztásoknál ébredő reakcióerők jelentős hatással vannak a teljes feszültségmezőre, ezáltal nem tudnak kialakulni olyan nagyobb méretű zónák, ahol a nyírófeszültség értéke állandó. A másik problémát a terhelő hengernél jelentkező nagymértékű feszültségkoncentráció jelenti, ami gyakran a próbatest lokális tönkremeneteléhez vezet.

Előbbi problémára megoldásként a próbatest-vastagság (t) és az alátámasztási távolság (L) arányának növelését javasolták, míg utóbbira a hajlító feltét hengerátmérőinek növelését. Különböző L/t viszonyokkal végeztek vizsgálatokat üveg/epoxi, illetve szén/epoxi kompozit próbatestek felhasználásával. Azt tapasztalták, hogy a két méret arányának növelésével csökken a mért nyírószilárdság értéke, továbbá az L/t viszony függvényében változik a tönkremenetel típusa. Túl rövid támaszköz esetén nem tisztán nyíró, hanem nyomó jelleget is mutató, vegyes tönkremenetel jelentkezett, míg túl nagy alátámasztási távolság mellett már a hajlító igénybevétel dominált. Azt állapították meg, hogy az L/t arányt 4 és 9 között megválasztva a tönkremenetel általában megfelelő, de a legjobb eredményekhez az vezet, ha az alátámasztási távolság a lemezvastagság 6-7-szeresével egyezik meg [31].

A feszültségkoncentráció kiküszöbölését a hengerátmérők növelésével kívánták megvalósítani. A szabványos terhelő henger átmérőt – 0,25 inch $\approx$ 6,35 mm – négyszeresére növelve jobban eloszthatóvá vált a terhelés, és megszűnt a henger alatti koncentrált nyomó igénybevétel hatására jelentkező lokális tönkremenetel. Azt is megállapították, hogy a nagyobb hengerátmérő alkalmazásával csökkenthető az alátámasztási távolság hatása a szilárdság értékére és a tönkremenetel típusára. Kutatásukban foglalkoztak azzal is, hogy a kompozit erősítőanyagának típusa befolyásolja-e a terhelő henger átmérőjére való érzékenységet. Arra jutottak, hogy míg a hengerátmérő változtatása szén- vagy üvegszál erősítés esetén jelentős különbséghez vezetett az eredményekben, addig a jóval szívósabb aramidszállal történő erősítés esetén lényegesen kisebb hatással volt a vizsgálat végkimenetelére [31].

Epoxi mátrixú, üvegszállal erősített, egyirányú szálelrendezést tartalmazó prepregből gyártott kompozitok rövid támaszközű hajlítóvizsgálatával több kutatás is foglalkozik.

Fernando és Al-Khodairi a Hexcel által gyártott 913-as epoxi gyantát tartalmazó, E-üveggel unidirekcionálisan erősített prereggel dolgoztak. Az általuk használt prepregben a gyanta tömegaránya 30% volt, ami kb. 53 V%-os száltartalomnak felel meg. 16 réteg prepreget egymásra lamináltak, ami 2,5 mm körüli vastagságot eredményezett, majd a lemezt fűtött szerszámban történő préssel, a gyártói ajánlásoknak megfelelően térhálósították. Emellett olyan lemezeket is gyártottak, ahol minden réteg közé felvittek egy réteg 913-as gyantafilmet, ettől a módszertől a rétegek közötti tulajdonságok javulását várták. A lemezekből kialakított próbatesteken rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálatot végeztek. A referencia lemez esetében 83 MPa értékű átlagos rétegek közötti nyírószilárdságot tapasztaltak 4 MPa szórással, míg a gyantafilmmel gyártott lemez esetében a rétegek közötti nyírószilárdság ezt kis mértékben meghaladó, 83,7 MPa-os értéket vett fel, 2,4 MPa értékű szórás mellett. Várakozásaikkal ellentétben tehát nem tapasztaltak jelentős növekedést a rétegek közötti nyírószilárdság tekintetében [32].

Wisnom és Jones [33] a mérethatás jelenségét vizsgálták üvegszállal unidirekcionálisan erősített, epoxi mátrixú prepregből gyártott kompozitok esetén. A vizsgálatokhoz a Hexcel E-üveg/913 epoxi prepregjét alkalmazták. A lemezeket 120°C-on térhálósították, a térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően pedig 90°C-on beiktattak a hőciklusba egy platót, hogy ezáltal elkerüljék a túlzott mértékű exoterm hőfejlődést. Három vastagsággal gyártottak lemezeket – 16 réteg $\approx$ 2 mm, 32 réteg $\approx$ 4 mm és 64 réteg $\approx$ 8 mm –, a ciklusban a plató hosszát a vastagság függvényében növelték. Az így előállított lemezekből kivágott próbatesteken SBS vizsgálatokat végeztek a lemezvastagság ötszörösével megegyező alátámasztási távolsággal. A kísérletekhez alkalmazott hajlítófeltét hengereinek méretét is növelték a vastagsággal és az alátámasztási távolsággal párhuzamosan, a hengerek sugara minden esetben az alátámasztási távolság értékének felével volt azonos. A vizsgálatok folyamán jelentős mérethatást tapasztaltak. Az eredmények értékelésekor arra jutottak, hogy míg a 16 rétegből felépülő lemez esetén a rétegek közötti nyírószilárdság

átlagértéke 4,9%-os szórás mellett 97 MPa, addig a vastagabb próbatestek esetében ez jelentősen csökken. A 32 rétegből gyártott lemez esetén az említett szilárdság átlagértéke 90,4 MPa volt, míg a legvastagabb, 64 rétegből álló lemeznel a rétegeközi nyírószilárdság már csak 85 MPa átlagértéket vett fel. Előbbi lemez esetében 4,3%, míg utóbbinál 3,1%-os szórást tapasztaltak [33].

Számos más vizsgálati módszer létezik, amellyel meghatározható polimer kompozitok rétegeközi nyírószilárdsága. Egy ilyen eljárás a Iosipescu-teszt, amellyel a rétegeközi nyírószilárdság mellett a nyíró modulusz értéke is meghatározható. A vizsgálat egy viszonylag vastag, két oldalán V alakú bemetszést tartalmazó kompozit próbatest és egy speciális befogó segítségével történik. Bár elméletben a vizsgálat alkalmas a nyírószilárdság az SBS tesztnél pontosabb meghatározására, a gyakorlatban mégis ritkábban alkalmazzák. Ennek oka, hogy lényegesen bonyolultabb a vizsgálat, az eredményeket számos körülmény és tényező befolyásolja, amelyekkel a mért eredményeket korrigálni kell. A másik hátrányt maga a próbatest jelenti, amely egyrészt jelentős vastagsága – min. 20 mm – miatt kevésbé releváns gyakorlati szempontból, másrészt előkészítése nehézkes és rendkívül költséges, a bemetszések geometriájára kimondottan érzékeny a vizsgálat [34].

2.3.2. Törésmechanikai vizsgálatok

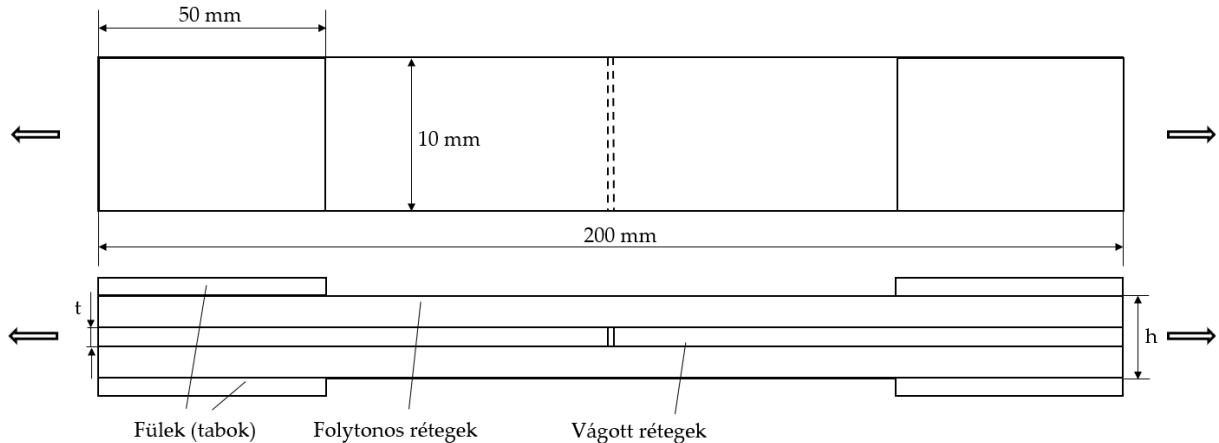
A kompozitok tönkremenetelét meglehetősen gyakran okozza rétegelválás így kimondottan fontos, hogy megfelelő információkkal rendelkezünk arról, hogy mikor lép fel ez a jelenség. A tönkremenetel előrejelzése többnyire törésmechanikai megközelítéssel történik, ehhez azonban szükséges a G_c paraméter, az ún. kritikus repedésterjesztő erő ismerete. Ezen paraméter nagysága függ a tönkremenetelt okozó I-es nyitó, illetve II-es nyíró igénybevételi módok arányától. A G_c meghatározása úgy történik, hogy a tisztán I-es, illetve II-es módot jellemző kritikus repedésterjesztő erőt előbb külön-külön mérik, majd ezekből a megfelelő összefüggés alkalmazásával már számítható a paraméter értéke [35].

Wisnom [35] foglalkozott a kritikus repedésterjesztő erő meghatározásával tisztán nyíró mód hatására jelentkező rétegelválás esetén. Ehhez egy kimondottan egyszerű módszert alkalmaztak, amelynek lényege, hogy egy több réteg üveg/epoxi prepregből felépített kompozit középső egy vagy több rétegét a teljes szélesség mentén átvágták. Az így kialakított próbatest-geometriát az 5. ábra szemlélteti. A próbatesteket ezt követően szakítóvizsgálatnak vetették alá. A mérések során a vágott rétegek végei között a mátrix már alacsony terhelés mellett tönkrement. A terhelést tovább növelve pedig a próbatest tisztán II-es módnak tekinthető igénybevétel hatására, a folytonos és vágott rétegek közti rétegelválással ment tönkre. A $G_{II,c}$ [N/mm] kritikus repedésterjesztő erő értéke az (1) egyenletben szereplő összefüggéssel számítható:

$$G_{II,c} = \frac{\sigma^2 h t}{4E(h - t)} \quad (1)$$

ahol:

- E a szálirányú rugalmassági modulusz [GPa],
- σ a teljes keresztmetszettel számított húzófeszültség [MPa]
- t a vágott rétegek vastagsága [mm],
- h a próbatest teljes vastagsága [mm].



5. ábra A vágott réteget tartalmazó próbatestek geometriája, forrás: [35]

Wisnom [35] illetve Cui és társai [36] egyaránt foglalkoztak az egyes rétegek vastagságának a $G_{II,c}$ paraméterre gyakorolt hatásával. Azt tapasztalták, hogy a vastagsággal változik a paraméter értéke, ez igazolta azt a feltevést, hogy a $G_{II,c}$ nem tisztán anyagparaméter, hanem több tényező, többek között a geometria is befolyásolja.

A kritikus repedésterjesztő erő meghatározására léteznek szabványosított vizsgálatok is, I-es mód esetén a DCB, II-es mód esetén az ENF vizsgálat alkalmas erre. A DCB vizsgálat viszonylag egyszerűen kivitelezhető, ám gyakorlati jelentősége kisebb, mivel a nyitó terhelési módot a termék tervezésekor igyekeznek kiküszöbölni. Az ENF-hez használatos próbatest kialakítása, illetve a vizsgálat végrehajtása pedig lényegesen bonyolultabb, mint a szakításra visszavezethető módszer [37].

2.4. Az irodalomkutatás kritikai elemzése

Irodalomkutatásom során a prepregok térhálósításához kapcsolódó szakirodalommal foglalkoztam. Prepregből kiváló minőségű kompozit alkatrészek állíthatók elő, ehhez azonban elengedhetetlen egy szigorúan kontrollált térhálósítási ciklus. A feldolgozás során alkalmazott technológiai paraméterek, elsősorban a felfűtési sebesség, a nyomás, illetve a plató beiktatása és paraméterei jelentős mértékben befolyásolják a gyártandó kompozit alkatrész szerkezetét és tulajdonságait.

A szakirodalomban fellelt kutatások eredményei azt mutatják, hogy a magasabb felfűtési sebesség alacsonyabb viszkozitásértékekhez vezet, ami befolyásolhatja a kompozitból eltávozó gyanta mennyiséget, ezáltal a kialakuló száltartalmat, továbbá hatással lehet a légüregek számára és méretére, illetve a szálak átitatottságára is. A

plató megállítja a viszkozitás csökkenését, közel konstans értéken tartja azt, de a hőn tartás ideje alatt a térhálósítási reakció is előrehalad, így a plató hőmérséklete jelentős mértékben befolyásolja szerepét.

Nem elhanyagolható az sem, hogy milyen technológiával történik a prepreg feldolgozása. Az autoklávos technológiához szánt prepregok feldolgozása magasabb viszkozitásértékek mellett történik, míg OOA technológiáknál az erősítőanyag megfelelő impregnáltsága és a levegő eltávolítása csak alacsonyabb viszkozitásértékek mellett biztosítható. A túl alacsony viszkozitás azonban egyik technológia szempontjából sem előnyös, mert nagy méretű légüregek kialakulásához, illetve a gyantatartalom jelentős mértékű csökkenéséhez vezethet. Ezen tényezőket szem előtt kell tartani a térhálósítási ciklus megtervezésekor, különösen a felfűtési sebesség, illetve a plató hőmérsékletének megválasztásakor.

A nyomás mint technológiai paraméter hatását tekintve elmondható, hogy a nyomás növelése alapvetően a termék porozitásának csökkenéséhez vezet. Az általam megismert kutatások azonban azt mutatják, hogy a porozitás érzékenysége az alkalmazott nyomás értékére alapanyagonként eltérő, amit a vizsgálati eredmények értékelésekor és a következtetések levonásakor nem szabad figyelmen kívül hagyni.

A túlnyomás alkalmazásának vizsgálata azonos hőciklus mellett autoklávval és autoklávon kívül is térhálósítható prepregok esetén lehetőséget ad a két eljárás csoport közvetlen összehasonlítására. Ezzel a lehetőséggel több általam tanulmányozott kutatás is élt, itt azonban fontos megjegyezni, hogy mivel hasonló termékminőség – porozitás és mechanikai tulajdonságok – eléréséhez OOA feldolgozás esetén alacsonyabb viszkozitásértékek szükségesek, mint az autoklávos eljárásnál, így az adott felfűtési sebességgel, autoklávon kívül gyártott termékek szerkezetét és tulajdonságait érdemes lehet összevetni a lassabb felfűtés mellett, autoklávban gyártott termékeknel tapasztaltakkal.

Több kutatás is arra jutott, hogy a technológiai paraméterek és az általuk okozott száltartalom- és porozitásbeli eltérések kompozit tulajdonságaira gyakorolt hatása jelentős. Azt állapították meg, hogy az említett szerkezetbeli eltérésekre a rétegek közötti tulajdonságok a legérzékenyebbek. Ezen kutatásokkal szemben kritikaként megfogalmazható, hogy a rétegek közötti tulajdonságokra vonatkozó vizsgálatokat kizárólag egyfajta, szabványos (ISO 14130) hengerátmérővel végzett rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálatok alapján vonták le. Ez a vizsgálati módszer hengerátmérőre való érzékenysége miatt akár téves következtetésekhez is vezethet. Különösen igaz ez az említett szabvány szerint elvégzett vizsgálatokra, mivel az rendkívül kis hengerátmérőt ír elő – a középső henger esetében 10 mm, míg az alátámasztást biztosító hengereknél 4 mm. Emellett fontosnak tartom a paraméterek rétegek közötti tulajdonságokra kifejtett hatásainak egyéb mérőszámokkal való jellemzését, ilyen lehet többek között a rétegelválás jelentkezése és előrejelzése szempontjából lényeges $G_{II,c}$ kritikus repedésterjesztő erő.

A fellelt szakirodalom alapján kijelenthető, hogy a számos előremutató kutatási eredmény ellenére számtalan kérdés megválaszolatlan maradt a technológiai

paraméterek prepregből készült alkatrészek szerkezetére és tulajdonságaira gyakorolt hatásait illetően, a TDK munka keretein belül végzett kutatásomban ezek egy részére kívántam választ találni.

3. FELHASZNÁLT ANYAGOK, ALKALMAZOTT BERENDEZÉSEK, VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

Az alábbi fejezetben mutatom be részletesen a TDK munka keretein belül felhasznált alapanyagokat, alkalmazott berendezéseket, illetve az elvégzett vizsgálatok módszertanát. Mindezek részletes ismertetésének célja a kutatás reprodukálhatóságának biztosítása.

3.1. Felhasznált alapanyagok

Ezen alfejezetben a TDK dolgozat témájául szolgáló kutatáshoz felhasznált alapanyagok kerülnek bemutatásra.

3.1.1. A vizsgált prepregben található epoxi mátrix

Az alkalmazott prepreg HexPly 913 (Hexcel) típusú epoxi mátrixanyagot tartalmaz. A gyanta 34 g/m² felületi sűrűségű, B állapotú gyantafilmként állt rendelkezésemre, ezt egymásra rétegezve alakítottam ki a viszkozitásméréshez szükséges geometriájú mintát. Az 1. táblázatban foglaltam össze a gyanta néhány jellemzőjét [38].

Anyag	913 epoxi
Húzószilárdság [MPa]	65,5
Húzó rugalmassági modulusz [GPa]	3,39
Sűrűség térhálósított állapotban [g/cm ³]	1,23

1. táblázat A HexPly 913 epoxi prepreggyanta néhány jellemzője, forrás: [38]

Az adott gyanta használatát két fő tényező indokolta. Egyrészt a mátrixanyag feldolgozható nemcsak autoklávus, hanem OOA technológiákkal is, ami lehetővé tette a leggyakoribb ilyen technológiának számító VBO eljárás és az autoklávus feldolgozás összehasonlítását. Emellett a másik motivációt az jelentette, hogy a HexPly 913 típusú epoxigyanta és az abból készült prepregok számos kutatás alapjául szolgáltak, vizsgálatuk jelentős szakirodalmi háttérrel rendelkezik, többek között a rétegek közötti tulajdonságokra vonatkozóan is.

A gyártó a technikai adatlapon a gyanta autoklávus feldolgozására vonatkozóan számos ajánlást tesz: [38]

- 2°C/min felfűtési sebesség,
- térhálósítás 125°C-on,
- 1 óra hőn tartás a térhálósítási hőmérsékleten,

– térhálósítás 7 bar túlnyomáson.

Az adatlap szerint a gyártó a hőciklusba beiktatott plató használatát 3 mm-es termékvastagság fölött javasolja, a plató hőmérsékletét illetően pedig a 80-100°C-os hőmérséklet-tartományt ajánlja [38].

3.1.2. A lemezgyártáshoz felhasznált prepreg

A lemezgyártáshoz, majd az ezt követő vizsgálatokhoz alkalmazott prepreg mátrixanyagaként a 3.1.1 alfejezetben bemutatott HexPly 913 epoxi prepreggyanta szolgált. Ezáltal a reológiai vizsgálatok tapasztalatai felhasználhatók a mechanikai és egyéb vizsgálatok eredményeinek magyarázatára. A felhasznált prepreg üvegszál erősítésű. Az erősítőanyag az AGY által gyártott UD elrendezésű S-üvegből készült rovingokból áll. Az erősítőanyag néhány jellemzőjét tartalmazza a 2. táblázat, míg a prepreg egyes tulajdonságait a 3. táblázatban foglaltam össze [39].

Típus	AGY Y110-S-2 üvegszál
Húzószilárdság [MPa]	4890
Húzó rugalmassági modulusz [GPa]	89
Szakadási nyúlás [%]	5,7
Sűrűség [g/cm ³]	2,47

2. táblázat Az erősítőanyag jellemzői, forrás: [39]

Típus	S-üveg/913 prepreg
Erősítőanyag felületi sűrűsége [g/m ²]	190
Szálhányad [-]	0,51
Rétegvastagság térhálósítás után [mm]	0,152
Húzó rugalmassági modulusz [GPa]	45,6
Szakadási nyúlás [%]	3,05

3. táblázat A prepreg jellemzői, a gyártótól származó adatok alapján becsült értékek, forrás: [38, 39]

3.1.3. Segédanyagok

A lemezgyártáshoz szükséges vákuumzsák felépítéséhez a Polimertechnika Tanszék által biztosított segédanyagokat használtam, ezek a következők: formaleválasztó fólia, perforált fólia (bleeder), vákuumfilc (breather), vákuumfólia és nagy hőállóságú vákuumszigetelő szalag.

A mikroszkópos vizsgálatokhoz a mintákat átlátszó epoxi öntőgyantába ágyaztam be. A beágyazó anyagot az MR3012 jelzésű gyanta és az MH 3122 jelzésű térhálósítószer bekeverésével állítottam elő. A gyantához térhálósítószert tömeg szerint 100:40 arányban adtam hozzá [40].

3.2. Alkalmazott berendezések

Az alábbi alfejezet tartalmazza a próbatestgyártáshoz- és előkészítéshez, továbbá az egyes vizsgálatokhoz alkalmazott berendezések részletes ismertetését.

3.2.1. Reológiai vizsgálatokhoz alkalmazott berendezés

A viszkozitásmérést a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Vegyész- és Biomérnöki Karának Szerves Kémia és Technológia Tanszékén található, TA AR2000 típusú komplex reométerrel végeztem. A reométer alkalmas oszcillációs, illetve rotációs módban történő viszkozitásmérésre is, segítségével végezhetők izoterm mérések, illetve különbözőhőmérsékleti profilok – adott sebességgel történő felfűtési fázisok, hőn tartás meghatározott ideig – is megvalósíthatók, ezáltal lehetővé teszi a gyanta térhálósítási ciklus közben mutatott viselkedésének vizsgálatát. A reométer típusa megegyezik az irodalomkutatás 2.2 alfejezetében bemutatott kutatásoknál használt berendezések típusával. Az alkalmazott reométert a 6. ábra szemlélteti [41].



6. ábra TA AR2000 típusú reométer

3.2.2. A próbatestgyártás és -előkészítés berendezései

A próbatestek gyártásához a BME Gépészmérnöki Kar Polimertechnika Tanszékének Olmar ATC 1100/2000 típusú autoklávját használtam. A berendezéssel legfeljebb 260°C-os hőmérséklet és 10 bar nyomás biztosítható. A maximális felfűtési sebesség 2°C/min [42].

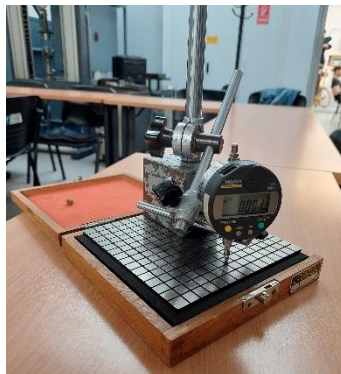
A mikroszkópi csiszolatokat Buehler Beta polírozógép alkalmazásával készítettem el. A berendezés percenkénti 30 és 600 fordulat közötti tartományban szabályozható [43].

3.2.3. Mechanikai vizsgálatokhoz használt berendezések

A rétegközi tulajdonságok egytengelyű húzásra visszavezetett mechanikai vizsgálatait Zwick Z250 250 kN méréshatárú univerzális szakítógép segítségével hajtottam végre. A fajlagos nyúlások pontos követéséhez Mercury Monet DIC optikai nyúlásmérő berendezést alkalmaztam. A szakítóvizsgálatokat 100 kN felső erőkorláttal rendelkező ékpályás befogóval végeztem [44, 45].

A rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálatokhoz szintén a Zwick Z250 típusú univerzális szakítógépet alkalmaztam. Itt az ISO 14130 szabványnak megfelelő hajlítófeltéttel végeztem vizsgálatokat. A próbatestek tönkremenetelét Mercury Monet DIC berendezés segítségével követtem nyomon [26].

A rövid támaszközü hajlítóvizsgálatok esetében a próbatest vastagságának pontos meghatározása kulcsfontosságú, mivel jelentős mértékben befolyásolja az eredményeket, ezért a vastagságmérést akkreditált mérőasztalon, század milliméteres pontossággal végeztem a 7. ábra szerinti elrendezésben elrendezésben Mitutoyo ID-C112B típusú digitális mérőórával. A mérési hibák kiküszöbölése érdekében a mintát minden esetben úgy helyeztem a mérőasztalra, hogy az a termék szerszámmal érintkező, jobb síklapúsággal rendelkező felületével találkozzon.



7. ábra A vastagságméréshez alkalmazott elrendezés

3.2.4. Egyéb vizsgálatok berendezései

A minták sűrűségét a Sartorius gyártó Quintix 125D típusú mérlegével határoztam meg. A mérleg a megfelelő feltét és mérési elrendezés alkalmazása mellett a sűrűség értékét g/cm³-ben 3 tizedesjegy pontossággal adja meg.

A száltartalom kiégetéssel történő meghatározását Denkal 6B típusú izzító kemencében végeztem, amely 50-1100°C-os hőmérséklettartományban történő hevítést tesz lehetővé [46].

A kompozit termékek száltartalmát TGA Q500 (TA Instruments) termogravimetriás berendezéssel (TGA) is vizsgáltam. A mérőberendezés vizsgálati hőmérséklettartománya: 23-1000°C [47].

A beágyazást követően elkészített csiszolatokat Olympus BX51M típusú optikai mikroszkóppal vizsgáltam. A mikroszkóp legfeljebb százszoros nagyítást tesz lehetővé [48].

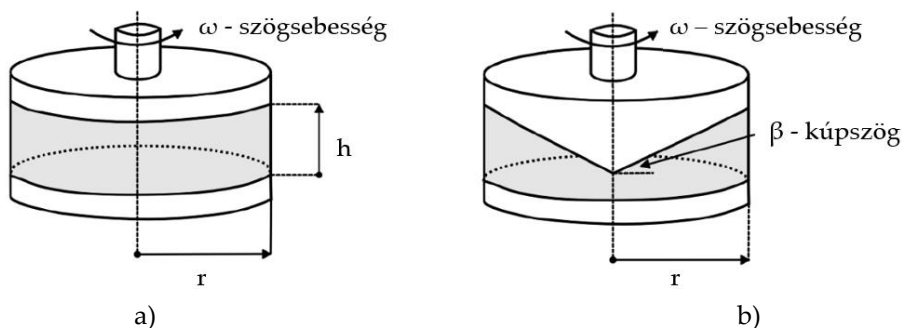
3.3. Vizsgálati módszerek

Ezen alfejezetben kerül bemutatásra a kutatás során végrehajtott vizsgálatok módszertana.

3.3.1. Reológiai vizsgálatok

A viszkozitásmérést a 3.2.1 alfejezetben részletesen bemutatott TA AR 2000 típusú komplex reométerrel végeztem. A mérés lényege, hogy a vizsgálandó anyag a két adott geometriájú tárcsa közötti, pontosan beállított méretű résben helyezkedik el, azt tölti ki. Az egyik tárcsa – jellemzően az alsó – fix, míg a másik a működési módnak megfelelően oszcilláló vagy rotációs mozgást végez meghatározott szögsebességgel – illetve oszcillációs mód esetén frekvenciával –, ezáltal nyíró deformációnak teszi ki a vizsgált anyagot. A vizsgálat lehet deformáció- vagy feszültségvezérelt. Előbbi esetében a berendezés meghatározott mértékben deformálja a vizsgált anyagot, míg utóbbinál az anyagra a berendezés által kifejtett nyomaték értéke adott. Előbbi vizsgálati mód számít elterjedtebbnek, én is ezt alkalmaztam méréseim során. [49]

Deformációvezérelt módban a berendezés a tárcsa elforgatásához, tehát az anyag meghatározott mértékű alakváltozásának eléréséhez szükséges nyomatékot detektálja. A beállított paraméterek és a berendezés által kifejtett nyomaték értékeinek segítségével a berendezés meghatározza az anyagban ébredő nyírófeszültséget, majd ebből a viszkozitás értékét. Emellett számos egyéb jellemző is meghatározható a mérés eredményeiből, többek között az anyag viszkoelasztikus jellemzőiről is szerezhetünk információt reométeres vizsgálattal. Fontos paraméter a mérési elrendezés, tehát az anyaggal közvetlenül érintkező tárcsák geometriája. A két leggyakoribb elrendezést és legfontosabb geometriai jellemzőiket mutatja be a 8. ábra [49, 50].



8. ábra a) Sík-sík elrendezés, b) Kúp-sík elrendezés, forrás: [50]

A mérési mód és elrendezés megválasztása mindig a vizsgálandó alapanyag függvényében történik. Kutatásom során a szakirodalmi ajánlásoknak megfelelően a

térhálós anyagok viszkozitásának meghatározásához legalkalmasabb, deformációvezérelt, oszcillációs módban és sík-sík elrendezésben történő mérés mellett döntöttem [49].

A vizsgálatokat 25 mm átmérőjű sík alumínium tárcsákkal végeztem. A kísérletekhez 1%-os alakváltozást állítottam be, további bemenő paramétereként pedig 2 rad/s szögsebességet és 10 Hz frekvenciát alkalmaztam. A tárcsák közötti résméretet 1000 µm-re vettem fel.

Munkám során négy viszkozitásmérést hajtottam végre eltérő beállításokkal, amelyek célja az volt, hogy meghatározzam, a hőciklusba a végleges térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően beiktatható plató alkalmazása, illetve hőmérsékletének megválasztása milyen hatást gyakorol a gyanta viszkozitásának alakulására és a térhálósodási reakcióra. A kísérletek folyamán a hőciklus paramétereit a gyanta technikai adatlapját szem előtt tartva választottam meg, a pontos okokat és célokat a 4. fejezetben ismertetem.

Ennek megfelelően a négy vizsgálat az alábbi paraméterekkel zajlott:

- 2°C/min felfűtési sebesség, térhálósítás 125°C-on, legfeljebb 1 óra hőn tartással,
- 2°C/min felfűtési sebesség, plató 90°C-on 25 perces hőntartási idővel, majd térhálósítás 125°C-on, legfeljebb 1 óra hőn tartással,
- 2°C/min felfűtési sebesség, legfeljebb 1 óra hőn tartás 90°C-on,
- 2°C/min felfűtési sebesség, legfeljebb 1 óra hőn tartás 110°C-on.

3.3.2. Sűrűség- és száltartalom mérés

Két eltérő módszerrel, kemencében történő kiégetéssel és termogravimetriával vizsgáltam a lemezek száltartalmát. Emellett meghatároztam a száltartalommal szorosan összefüggő sűrűséget is. A vizsgálatokhoz a 3.2.4 alfejezetben bemutatott berendezések kerültek felhasználásra.

A kiégetés során az egyes lemezekből 5-5 db 15x30 mm alapterületű mintát vizsgáltam, amelyeket 4 órán keresztül 550°C-os hőmérsékletnek tettem ki. A kiégetés után a szálak szabadon mozogtak, visszamaradó gyanta jeleit nem tapasztaltam. A minták kiégetés utáni, illetve kiégetés előtti tömegének hányadosaként határoztam meg a tömegszázalékban vett száltartalmat. Ezt számítottam át szál térfogathányaddá az erősítőanyag és a mátrix sűrűségének felhasználásával, a (2) egyenletben szereplő összefüggéssel:

$$v_f = \frac{V_f}{V_f + V_m} = \frac{\frac{M_f}{\rho_f}}{\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M}{\rho_m}} = \frac{\frac{m_f M}{\rho_f}}{\frac{m_f M}{\rho_f} + (1 - m_f) \frac{M}{\rho_m}} = \frac{m_f}{m_f + (1 - m_f) \frac{\rho_f}{\rho_m}} \quad (2)$$

ahol:

- v_f a szálhányad [-],
- V_f a szálak térfogata [cm^3],
- V_m a mátrix térfogata [cm^3],
- M_f a szálak tömege [g],
- M_m a mátrix tömege [g],
- ρ_f a szálak sűrűsége [g/cm^3],
- ρ_m a mátrix sűrűsége [g/cm^3],
- M a kompozit tömege [g]
- m_f a szálak tömegaránya [-].

A kiégetésnél jóval pontosabb módszer a termogravimetriai analízis. Termogravimetriával a minta tömegváltozása detektálható a hőmérséklet függvényében. A mérés során a mintákat platina tégelybe vagy tálcára helyezzük, majd ezzel együtt egy elektromosan fűtött kemencébe tesszük. A kemence atmoszféráját kitöltő gáz megválasztása a vizsgálat céljának függvényében történik. A minta tömegének detektálása a mérési térben egy speciális analitikai mérleggel történik, amit termomérlegnek nevezünk. A TGA vizsgálatok során a mintákat $5^\circ\text{C}/\text{min}$ sebességgel, nitrogén közegben hevítettem 650°C -ra, miközben detektáltam a tömegük változását. A vizsgálat végén a visszamaradó tömeg megadta a tömegszázalékban mért száltartalmat [51]. Ezt szintén a (2) egyenletben szereplő összefüggés segítségével számítottam át szál térfogataránnyá.

A (2) egyenlet tömör kompozitokra vonatkozik, így csak alacsony porozitás esetén érvényes, a kompozit elméleti szál térfogatarányát adja meg. A pontosabbnak tekinthető TGA módszerrel meghatározott térfogathányadból keverékszabállyal becsültem meg a tömör kompozit elméleti sűrűségét a (3) egyenlet szerint: [1]

$$\rho_k = v_f \rho_f + (1 - v_f) \rho_m \quad (3)$$

ahol:

- v_f a szálhányad [-],
- ρ_f a szálak sűrűsége [g/cm^3],
- ρ_m a mátrix sűrűsége [g/cm^3],
- ρ_k a kompozit sűrűsége [g/cm^3].

Ezt követően az előállított lemezek valós sűrűségét arkhimédészi elven határoztam meg a 3.2.4 alfejezetben ismertetett mérleg segítségével. Ehhez a próbatestek tömegmérését levegőben, majd ismert sűrűségű mérőközegben is elvégeztem. Mérőközegként desztillált vizet alkalmaztam, amelynek sűrűsége a helyiség $24,4^\circ\text{C}$ -os hőmérsékletén $0,99722 \text{ g}/\text{cm}^3$. Az egyes lemezek esetében 5-5 mintát vizsgáltam.

Az ASTM D2374 szabvány ajánlásainak megfelelően a térfogatszázalékban értelmezett porozitás becsülhető a sűrűség elméleti és arkhimédészi elven meghatározott értékei alapján, a (4) egyenletben szereplő összefüggéssel: [52]

$$p = \frac{\rho_{k,elm} - \rho_{k,mért}}{\rho_{k,elm}} \cdot 100 \quad (4)$$

ahol:

- p a porozitás [V%],
- ρ_{elm} a tömör kompozit elméleti sűrűsége [g/cm³],
- $\rho_{mért}$ a kompozit valós, mért sűrűsége [g/cm³].

A kompozit valós sűrűségének ismerete a tömegszázalékban meghatározott száltartalom pontosabb szál térfogataránnyá történő átszámítását teszi lehetővé az (5) egyenletnek megfelelően:

$$v_f = \frac{m_f \rho_{k,mért}}{\rho_f} \quad (5)$$

ahol:

- v_f a szálhányad [-],
- $\rho_{k,mért}$ a kompozit sűrűsége [g/cm³].
- m_f a szálak tömegaránya [-],
- ρ_f a szálak sűrűsége [g/cm³].

3.3.3. Mechanikai vizsgálatok

A különböző paraméterekkel, autoklávban gyártott lemezekből kivágott próbatesteken mechanikai vizsgálatokat végeztem. Elsőként rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálatot hajtottam végre. A méréseket alapvetően az MSZ EN ISO 14130 szabványnak megfelelően, minden lemez esetében 10-10 próbatest felhasználásával végeztem el. A szabvány előírásait szem előtt tartva, 3 mm-es névleges próbatest-vastagság (h) mellett a vizsgálatokat az alábbi paraméterekkel végeztem: [26]

- Próbatest hossza: $l = 10h = 30$ [mm],
- Próbatest szélessége: $b = 5h = 15$ [mm],
- Alátámasztási távolság: $L = 5h = 15$ [mm],
- Terhelő henger sugara: $r_1 = 5$ [mm],
- Alátámasztást adó hengerek sugara: $r_2 = 2$ [mm],
- 2 mm/min vizsgálati sebesség,
- 2 N előterhelés.

A vizsgálatot azonban a 2.3 alfejezetben ismertetett szempontokat figyelembe véve a szabvány által előírtnál nagyobb hengerátmérőkkel megismételtem. Ekkor 10 mm sugarú terhelő hengert és 5 mm sugarú alátámasztást alkalmaztam.

A vizsgálat értékelése szempontjából az elsődleges a tönkremenetel értékelése. Ennek pontosabb meghatározását elősegítve a próbatestek tönkremenetelét Mercury Monet DIC berendezéssel készített felvételeken is figyelemmel kísértem, majd

szemrevételezéses vizsgálatot végeztem. A kísérlet szempontjából a nyírás okozta, rétegek közötti törésmenetel tekinthető elfogadhatónak. A nyírás következtében törésmenettel próbatestek esetében a mért adatok felhasználásával meghatároztam a rétegek közötti nyírószilárdság értékét a (6) egyenletben szereplő képlet felhasználásával: [26]

$$\tau = \frac{3}{4} \cdot \frac{F}{bh} \quad (6)$$

ahol:

- τ a rétegek közötti nyírószilárdság [MPa],
- F a törésmenettel pillanatában mért erő [N],
- b a próbatest szélessége [mm],
- h a próbatest vastagsága [mm].

A rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat mérési elrendezését a nagyobb átmérőjű hengerek esetén a 9. ábra szemlélteti.



9. ábra A rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat mérési elrendezése

Emellett végeztem szakításra visszavezethető vizsgálatokat a rétegek közötti tulajdonságok meghatározására, amelyhez speciális geometriájú próbatesteket alkalmaztam. Kétféle próbatesttípussal dolgoztam, az egyik esetében a cél a nyírás hatására bekövetkező törésmenettel jellemző II. módú kritikus repedésterjesztő erő ($G_{II,c}$) értékének meghatározása volt, míg a másik esetben a rétegek közötti nyírószilárdságot kívántam meghatározni. A próbatestek geometriájának tervezését és kialakítását a 4.6 alfejezetben mutatom be részletesen. A vizsgálatokat 250 mm hosszúságú, speciális szakítópróbatesteken végeztem. A mintákra a befogásnál 50-50 mm hosszan ragasztószalag segítségével csiszolópapírt rögzítettem. Ez segített megelőzni a próbatesteknek az éles körmöket tartalmazó befogópofával érintkező felületein bekövetkező törésmenettel. A kísérleteket 2 mm/min vizsgálati sebességgel és 10 N előterheléssel hajtottam végre. A próbatestek alakváltozását optikai nyúlásméréssel rögzítettem. Ezáltal kiküszöbölhető számos, a nyúlás keresztfej-elmozdulásból történő számítása esetén a mérési eredményeket terhelő pontatlanság. Az alakváltozás méréséhez a próbatesteken egymástól 100 mm távolságra feljelöltem két megfelelő kontraszttal rendelkező területet, amelyekre ráilleszthetők az optikai nyúlásmérő rendszer célkeresztjei.

3.3.4. Mikroszkópos vizsgálat

A lemezekből vett keresztmetszeti mintákat epoxi gyantába ágyaztam be, majd csiszoltam és políroztam őket a 3.2.2 alfejezetben bemutatott berendezés segítségével. A csiszolást folyóvíz alatt, négy különböző szemcseméretű – P180, P500, P1000, P2000 – csiszolópapírral végeztem 50 1/perc fordulatszámmon. Ezt követően polírkendő és 1 µm szemcseméretű szuszpenzió alkalmazásával alakítottam ki a végleges felületi minőséget. Az előkészített mintákat optikai mikroszkópos vizsgálatnak vettem alá. Két, különböző paraméterekkel gyártott lemezből vett 3-3 db, 10x15 mm-es mintát vizsgáltam. A mikroszkóp segítségével a minták jellemző felületeiről különböző nagyításokban felvételeket készítettem, majd ezek alapján összevettem az egyes lemezek porozitását. A beágyazott és polírozott mintákat a 10. ábra szemlélteti.



10. ábra A mikroszkópos vizsgálat beágyazott, polírozott mintái

4. A TECHNOLÓGIAI PARAMÉTEREK HATÁSAINAK VIZSGÁLATA

Az alábbi fejezetben a térhálósítási ciklus során alkalmazott technológiai paraméterek UD üvegszál /epoxi kompozit lemezek tulajdonságaira gyakorolt hatásait vizsgáltam, különös tekintettel a rétegek közötti tulajdonságokra.

4.1. Kísérletterv, a kutatás célja

A kísérletterv összeállításakor figyelembe vettem az irodalomkutatásban feltárt, a kutatott témával foglalkozó publikációkat. Szem előtt tartottam saját korábbi, szénszövettel erősített epoxi mátrixú prepregből gyártott kompozitokkal kapcsolatos kutatásom módszertanát is, ezzel biztosítva az eredmények összehasonlíthatóságát.

Kutatásom célja az volt, hogy megismerjem, a térhálósítási ciklus során alkalmazott nyomás, illetve a hőciklus legfontosabb paraméterei, a felfűtési sebesség és az esetlegesen beiktatott plató milyen hatással vannak az UD üvegszál /epoxi kompozit szerkezetére és tulajdonságaira. A nyomás hatásának vizsgálata lehetővé tette továbbá az autoklávos és a legnépszerűbb OOA technológiának számító VBO eljárással gyártott termékek szerkezetének és tulajdonságainak összehasonlítását.

A TDK munka keretei között elvégzett kutatás két részre osztható: mátrixanyaghoz kapcsolódó reológiai vizsgálatokra, illetve prepregből, különböző feldolgozási

paraméterekkel gyártott lemezek szerkezetének és tulajdonságainak megismerését szolgáló kísérletekre.

Elsőként a mátrixanyaghoz kapcsolódó reológiai vizsgálatokat kívántam elvégezni, azzal a céllal, hogy ezek eredményeit és az itt szerzett tapasztalatokat a lemezgyártás, elsősorban a térhálósítási ciklusok tervezéséhez, továbbá a lemezek vizsgálataihoz hasznosítani tudjam. A vizsgálatokhoz ugyanazt a gyantát alkalmaztam, mint ami a termékgyártáshoz használt prepreg mátrixanyagaként is szolgált. A felfűtési sebesség viszkozításra gyakorolt hatásával számos publikáció foglalkozik, belátható, hogy a gyorsabb felfűtés a térhálósítási ciklus során alacsonyabb viszkozitásértékeket eredményez. Korábbi kutatómunkám keretei között én is végeztem kísérleteket ezzel kapcsolatban, így a reológiai mérésekkel ettől eltérő kérdésekre kívántam választ találni. Ennek megfelelően azzal foglalkoztam, hogy a plató alkalmazása, illetve hőmérsékletének megválasztása miként befolyásolja a gyanta feldolgozás közbeni viselkedését, elsősorban viszkozitásának alakulását és a térhálósodási reakciót.

Ezt követően áttértem a prepreghez kapcsolódó feladatokra. A technikai adatlapon szereplő gyártói ajánlásokat és a kutatás céljait szem előtt tartva meghatároztam az egyes térhálósítási ciklusok során alkalmazandó technológiai paramétereket. Összesen négy ciklussal gyártottam lemezeket, amelyeknek meghatároztam a sűrűségét és a száltartalmát, majd a lemezekből kialakított próbatesteken különböző mechanikai vizsgálatokat végeztem.

Végül értékeltem az eredményeket, összevetettem őket a szakirodalomban fellelhető kutatásokkal, illetve levontam a szükséges következtetéseket.

4.2. Reológiai vizsgálatok

A kutatás első szakaszában a prepreg mátrixanyagán végeztem reológiai vizsgálatokat. A végrehajtott kísérleteket és azok eredményeit mutatom be ebben az alfejezetben.

4.2.1. Vizsgálati paraméterek meghatározása

Az első mérést az adatlapon előírt hőciklussal végeztem, ezáltal meghatároztam egy referenciagörbét, amely a gyantának a gyártó által optimálisnak tartott feldolgozás közbeni viselkedéséről ad tájékoztatást. A gyantát 2°C/min felfűtési sebességgel 125°C-ra hevítettem, majd ott hőn tartottam. 60 perces hőn tartást állítottam be, de a mérés hamarabb befejeződött, amennyiben a gyanta deformálásához szükséges nyomaték elérte a berendezés méréshatárát, 50 000 $\mu\text{Nm-t}$.

Az összes mérésnél azonos, 2°C-os felfűtési sebességet alkalmaztam, ezt a paramétert nem változtattam, így valóban a plató beiktatásának, illetve hőmérsékletének hatásairól szerezhettem információkat.

A második mérésnél a 125°C-os térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően beillesztettem a hőciklusba egy platót. A plató hőmérsékletének és hosszának megválasztásakor szem előtt tartottam az adatlapon szereplő gyártói ajánlásokat, ez alapján a plató egy 90°C-on történő – ez az ajánlott hőmérséklet-tartomány közepe – 25 perces hőn tartást jelentett. Ennek leteltét követően fűtöttem tovább a gyantát a térhálósítási hőmérsékletre, ahol az előzővel azonos idejű, 1 órás hőn tartást állítottam be. Ez a kísérlet arról adott tájékoztatást, hogy miként befolyásolja a viszkozitás változását és a térhálósodási reakciót a gyártó által ajánlott plató alkalmazása.

A harmadik és negyedik méréssel a plató hőmérsékletének szerepéről kívántam további ismereteket szerezni. A harmadik vizsgálat esetében a gyantát 90°C-ra fűtöttem fel, majd ott 1 órán keresztül hőn tartottam. A negyedik, utolsó kísérletnél az epoxigyantát 110°C-ra melegítettem, a felfűtést pedig szintén egy 1 órás hőn tartás követte.

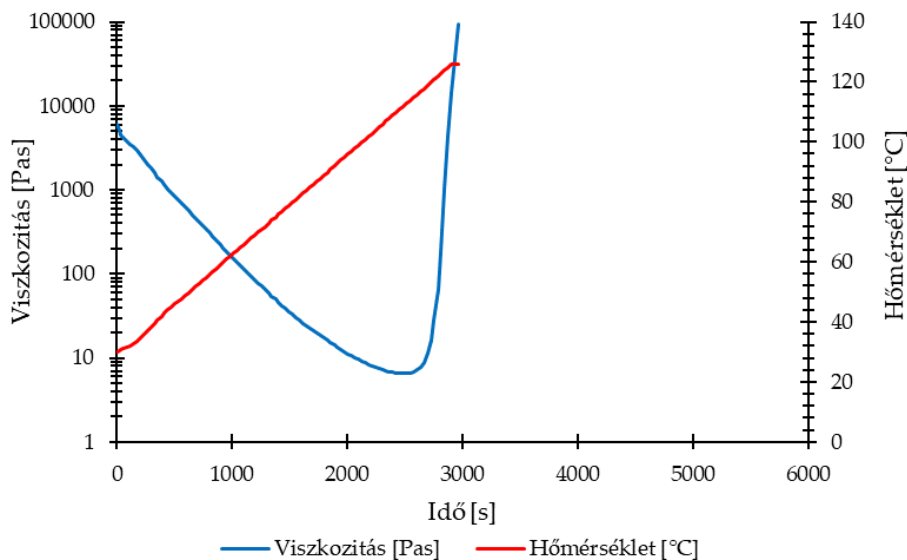
A mérésekhez a kamrát 30°C-ra előmelegítettem, innen indítottam a vizsgálatot. Ennek oka az volt, hogy szobahőmérsékleten a B állapotú gyanta deformációjához szükséges nyomaték meghaladta a gép által engedélyezett maximális értéket.

Az eredmények későbbi értékelése szempontjából fontos tényező, hogy a hőmérséklet detektálását végző szenzor a fűtőkamrában, az alsó tárcsa alatt helyezkedett el, tehát nem közvetlenül a vizsgálandó anyag hőmérsékletét mérte. Így a vizsgálat pontosságának fokozása érdekében a másik lehetőségként felmerülő acéltárcsákkal szemben alumínium tárcsák használata mellett döntöttem. Az alumínium az acélnál lényegesen jobb hővezető-képességgel rendelkezik, továbbá sűrűsége is alacsonyabb, ezáltal a tárcsák tömege is kisebb. Ez a két tényező hozzájárul ahhoz, hogy az anyag valós hőmérséklete és a mért hőmérséklet közti különbség minél kisebb legyen. Emellett a hibák minimalizálása érdekében törekedtem a mérés szempontjából megfelelő, de minél kisebb mennyiségű anyag használatára. Így igyekeztem elkerülni azt, hogy a gyantaréteg vastagsága mentén egyenlőtlen hőmérséklet-eloszlás alakuljon ki.

A mérés célja egyrészt a viszkozitásminimum, másrészt a platónál tapasztalható viszkozitásértékek meghatározása volt. Mindkét tényező jelentős mértékben befolyásolhatja az eltávozó gyanta mennyiségét, ezáltal a kompozit tényleges száltartalmát, továbbá hatással lehet a légüregek számára és méretére, illetve a szálak átitatottságára is. Ezek a kompozit szerkezetét érintő változások jelentős tulajdonságbeli eltéréseket eredményezhetnek. Az említett egzakt viszkozitásértékek mellett a kísérletekkel a plató használatának, illetve hőmérsékletének a gyanta viszkozitásának változására, illetve a térhálósodási reakció előrehaladására gyakorolt hatásait kívántam megismerni. Ennek megfelelően az eredmények értékelése során nagy hangsúlyt fektettem a tapasztalt trendekre is.

4.2.2. A reológiai vizsgálatok eredményei

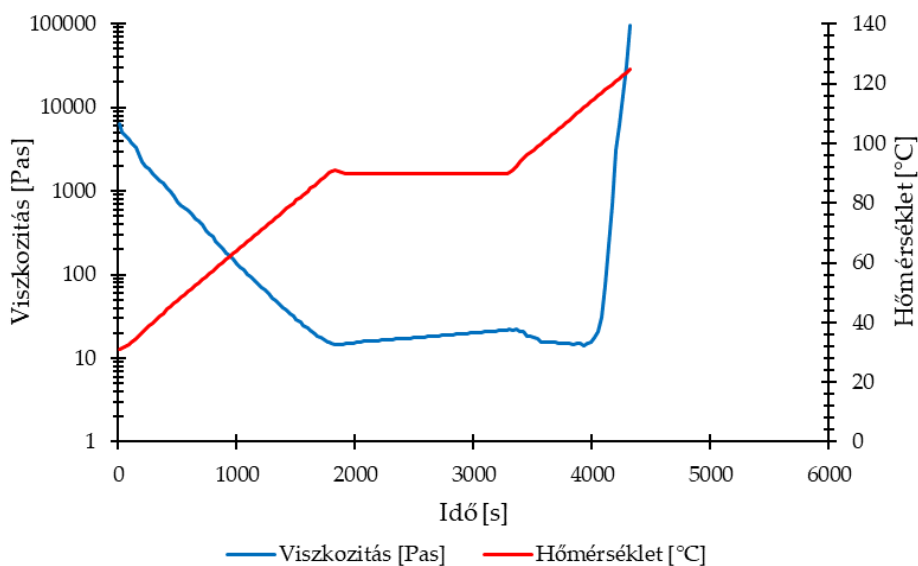
Az első, adatlapi hőciklussal végzett mérés folyamán felvett görbéket – viszkozitás, illetve hőmérséklet az idő függvényében – mutatja be a 11. ábra.



11. ábra Az adatlapi hőciklussal végzett viszkozitásmérés görbéi

A diagramon látható, hogy a hőmérséklet emelkedésével a gyanta viszkozitása a B állapotban mért 6000 Pa·s körüli értékről lecsökken, 110°C-on éri el minimumát (6,60 Pa·s), ahol a térhálósodási reakció beindulásának eredményeként megáll a viszkozitasesés, és a térháló kötésponthoz kialakulásával a gyanta viszkozitása növekedésnek indul. A reakció rendkívül gyorsan zajlik le, a 125°C-os hőntartási szakaszba érve a térhálósodás olyan mértékben előrehalad, hogy az anyag deformálásához szükséges nyomatek megközelítőleg 90 másodperc elteltével eléri a berendezés méréshatárát.

A második mérés eredményeként kapott diagramot a 12. ábra szemlélteti.



12. ábra A platót tartalmazó hőciklussal végzett viszkozitásmérés eredményei

Ennél a vizsgálatnál a felfűtés során a gyanta viszkozitása szintén esésnek indul, azonban a viszkozitás csökkenését a 90°C-on történő hőntartás 15 Pa·s környékén megállítja. Látható, hogy a plató ideje alatt a viszkozitás értéke kis mértékben emelkedik, ami a térhálósodási reakció előrehaladásával, a térhálósági fok növekedésével magyarázható. Mivel azonban a térhálósodás sebessége erősen hőmérsékletfüggő, így ezen a 125°C-os térhálósítási hőmérséklethez képest viszonylag alacsony hőfokon a reakció kimondottan lassan játszódik le. Ennek eredményeként a 25 perces plató végén is csak kb. 22 Pa·s-os értéket vesz fel. A hőmérséklet további emelésével a viszkozitás újra lecsökken, értéke azonban ekkorra sem megy 14 Pa·s alá. 110°C fölött a térhálósági fok és azzal párhuzamosan a viszkozitás is gyorsan nő, majd utóbbi még a térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően meghaladja a berendezés méréshatárát.

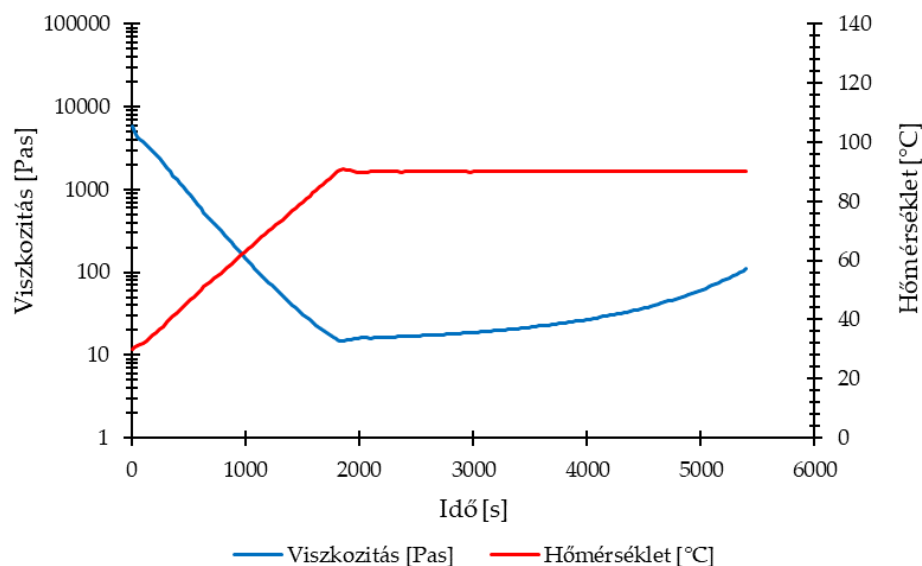
Az egyes méréseknél tapasztalt viszkozitásminimumokat és detektálásuk hőmérsékletét a 4. táblázat tartalmazza.

Mérés száma	Jellemző	Viszkozitás [Pa·s]	Hőmérséklet [°C]
1	Abszolút minimum	6,60	112,9
2	1. felfűtés és plató lokális minimuma	14,52	90,8
2	2. felfűtési szakasz lokális minimuma	14,13	111,9

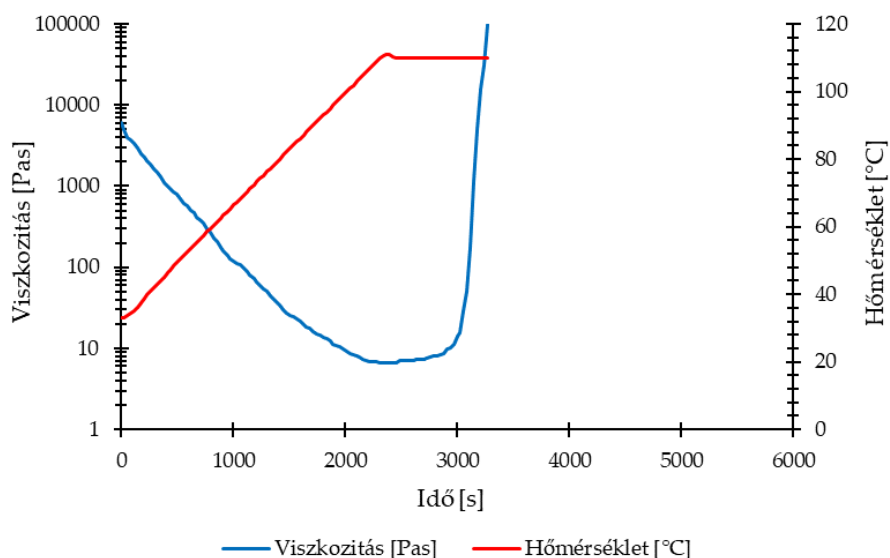
4. táblázat Az első két mérés viszkozitásminimumainak értékei és detektálásuk hőmérséklete

A 4. táblázat adatai alapján látható, hogy míg plató nélkül a viszkozitás minimuma 6,60 Pa·s, a platót tartalmazó ciklusban nem csökken 14 Pa·s alá. Utóbbi hőciklus esetén a plató elején detektált lokális minimum értéke alig haladja meg a második felfűtési szakaszban mért abszolút viszkozitásminimumot. Ennek oka, hogy a 25 perces plató ideje alatt a térhálósodási reakció még ezen az alacsony hőmérsékleten is kismértékben előrehalad, így az újabb, kevésbé erőteljes viszkozitásés kb. 22 Pa·s-ról indul. A viszkozitásminimumok között tapasztalható különbség bár a kezdeti és ciklus végi viszkozításokkal összevetve nem tűnik jelentősnek, nagymértékben befolyásolhatja a gyanta viselkedését a térhálósítás során, ami megnyilvánulhat az eltávozó gyanta mennyiségében, a szálak impregnáltságában, továbbá a kompozit porozitásában. Emellett megjegyezném, hogy a lokális minimum a hőmérséklet-szabályozás pontatlansága miatt kialakuló kismértékű túlfűtés következtében 90°C-nál magasabb, 90,8°C-os hőmérsékleten jelentkezett.

A plató megállítja a viszkozitás csökkenését, de kérdés, ezt milyen hőmérsékleten, és ennek függvényében milyen viszkozitásértéken teszi. Emellett fontos a plató időtartama is, hiszen ez határozza meg, hogy az adott hőmérsékletnek megfelelő reakciósebesség mellett milyen mértékben halad előre a térhálósodás. A harmadik és a negyedik kísérletben ezekre a kérdésekre kerestem a választ. Két lehetséges platóhőmérsékleten végeztem a felfűtést követően egyórás hőn tartást, 90°C-on, a gyártó által ajánlott hőmérsékleten, illetve a gyanta normál hőciklus során tapasztalt viszkozitásminimumának környezetében, 110°C-on. A harmadik és a negyedik mérés eredményeit a 13. és a 14. ábra szemlélteti.



13. ábra A harmadik, 90°C-on történő hőn tartással végzett mérés eredményei



14. ábra A negyedik, 110°C-os hőn tartással végzett mérés eredményei

A kísérletek eredményei azt mutatják, hogy míg az alacsonyabb hőmérsékletű plató az adatlapi ciklushoz képest magasabb értékeken állítja meg a viszkozitás esését, addig magasabb hőmérsékletű platóval adott esetben az adatlapi ciklusban tapasztaltaknál hosszabb ideig tartható alacsonyabb értékeken a gyanta viszkozitása. Ez arra enged következtetni, hogy míg előbbi esetben a gyanta rosszabb folyóképessége miatt kisebb mértékben távozik el a prepregből, így alacsonyabb száltartalmat eredményez, addig utóbbi esetben a hosszan fenntartott alacsony viszkozitás és ezáltal jobb folyóképesség több gyanta eltávozásához és magasabb száltartalomhoz vezethet. Természetesen ezen jelenségek mértékét a plató hőmérséklete és időtartama befolyásolja. Ennél pontosabb következtetések levonása további vizsgálatokat igényel, ez azonban nem képezte tárgyát kutatásomnak. A kísérletek eredményei és a belőlük levonható következtetések megfeleltek az elvárásaimnak és teljesítették a reológiai vizsgálatokra vonatkozó célkitűzéseimet.

4.3. Kompozit lemezek előállítás

Ezt követően a prepreggel foglalkoztam. Elsőként meghatároztam a rétegek számát és a gyártandó lemezek méretét. 20 réteg prepreg alkalmazása mellett döntöttem, UD elrendezésben. Ez a 20 réteg kb. 3 mm-es vastagságot eredményez, ami azért fontos, mert a gyártó 3 mm-es vastagságtól ajánlja plató alkalmazását, így ennél a méretnél már várhatóan jelentkeznek szerkezetbeli eltérések a platóval és plató nélkül gyártott lemezek között, amik a vizsgált tulajdonságok tekintetében is különbségekhez vezethetnek. 300x300 mm-es lemezeket gyártottam, amelyek 20-20 mm leszélelését követően lehetővé tették az összes vizsgálni kívánt próbatest kialakítását.

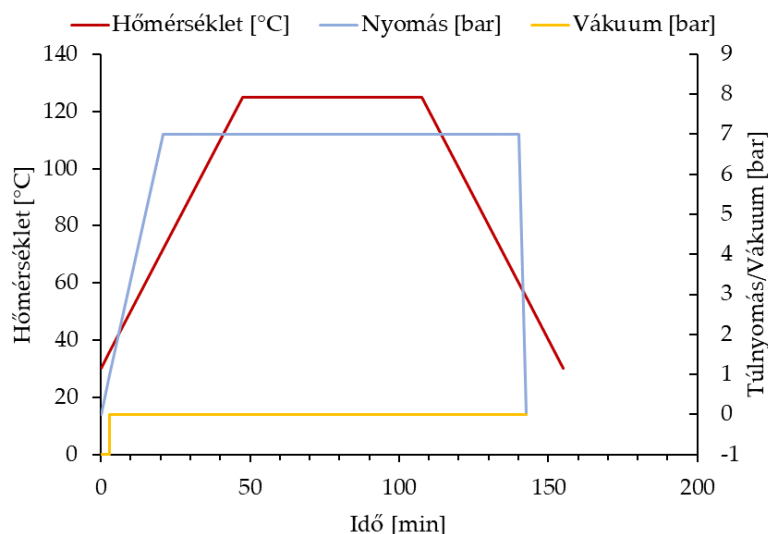
4.3.1. A gyártás előkészítése

Elsőként a tekercs formában rendelkezésre álló prepreget feldaraboltam. A gyártást bonyolította, hogy ezt követően az átvágott rétegeket tartalmazó, rétegek közötti tulajdonságok vizsgálatára használatos próbatestek miatt bizonyos rétegeket a megfelelő pozícióban el kellett vágnom, ehhez egy körkéses kézi vágóeszközt alkalmaztam. Ezen próbatestek pontos kialakítását és tervezésük folyamatát a 4.6 alfejezetben ismertetem. Ezután a rétegeket egymásra helyeztem, a laminálást néhány rétegenként megszakítottam, hogy a lemezt vákuum alá helyezve konszolidáljam, ennek célja a légüregek megszüntetése és a rétegek jobb tapadásának elősegítése volt. A lemezek gyártásához sík alumínium szerszámlapot használtam. A szerszámról formaleválasztó fóliát tettem, erre ráfektettem a prepregből összeállított kompozit lemezt, majd felépítettem a vákuumzsákot. Először felhelyeztem a szükséges technológiai rétegeket. A kompozit lemezre perforált fóliát (bleeder) tettem, amely lehetővé teszi a gyanta eltávozását térhálósítás közben. Erre került a vákuumterítő paplan (breather), amelynek feladata a vákuum eloszlása a zsákon belül. Ezután következett a vákuumfólia felhelyezése vákuumtömítő szalag segítségével. A szerszámról két vákuumcsatlakozót helyeztem, mivel autoklávus gyártás folyamán az egyik csatlakozó segítségével helyezük vákuum alá a terméket, míg a másikon keresztül ellenőrizzük, hogy a vákuum tényleg kialakult-e. Ezt az ún. vákuumtesztet az autokláv a ciklus kezdetét megelőzően automatikusan elvégzi, de közvetlenül a vákuumzsák felépítését követően én is ellenőriztem, hogy az megfelelően tartja-e a vákuumot.

4.3.2. Alkalmazott térhálósítási ciklusok

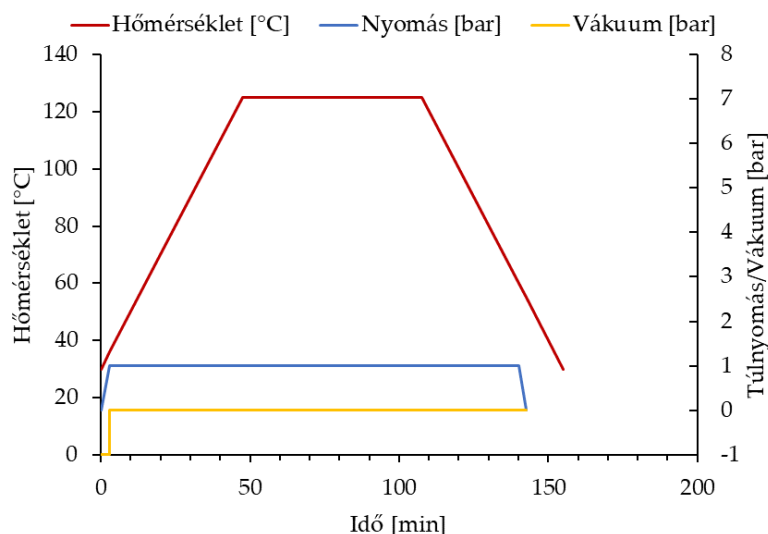
Négy különböző autokláv ciklust terveztem. Elsőként a gyártó adatlapon szereplő előírásaival megegyező ciklussal végeztem gyártást. Az ehhez tartozó ciklusdiagram a 15. ábrán látható. A hőmérséklet az adatlapon előírtaknak, és természetesen ezzel párhuzamosan az első reológiai vizsgálatnál beprogramozott hőciklusnak megfelelően alakult. A gyantát 2°C/min sebességgel melegítettem a 125°C-os

térhálósítási hőmérsékletre, ahol 1 óra hőn tartás következett. A ciklus során 7 bar túlnyomást állítottam be, míg a termék csak addig volt vákuum alatt, míg az autoklávban 1 bar túlnyomás fel nem épült.



15. ábra Az első, adatlapi paraméterekkel végzett gyártás ciklusdiagramja

A második ciklussal a nyomás hatását kívántam vizsgálni, az ehhez tartozó ciklusdiagramot szemlélteti a 16. ábra.

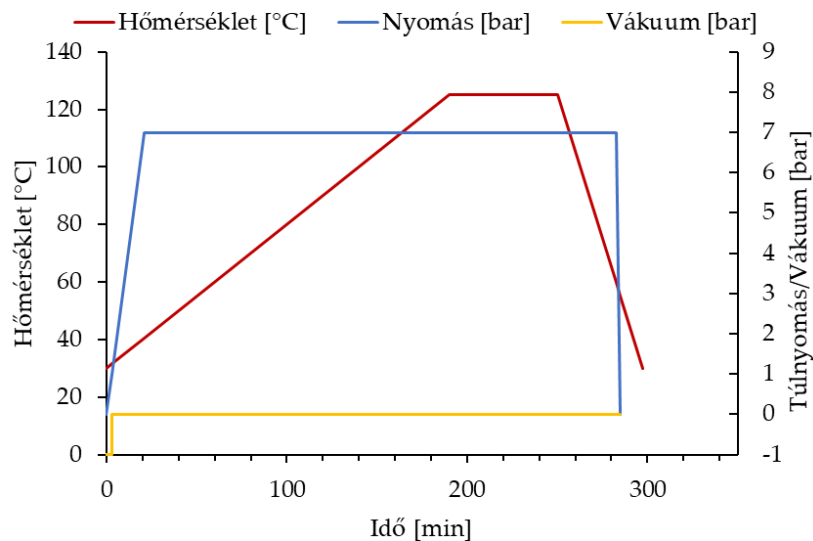


16. ábra A második, alacsony nyomású ciklus diagramja

A 16. ábrán látható, hogy a hőmérséklet és a vákuum a ciklus során az első gyártással megegyezően alakult. Az egyetlen különbséget a nyomás jelentette, ebben az esetben mindössze 2 bar abszolút nyomást, vagyis 1 bar túlnyomást állítottam be. Ez a termék szempontjából ugyanúgy 1 bar nyomáskülönbséget jelent, mint a VBO technológiánál, ahol végig vákuum alatt van a termék, túlnyomás pedig nem hat rá.

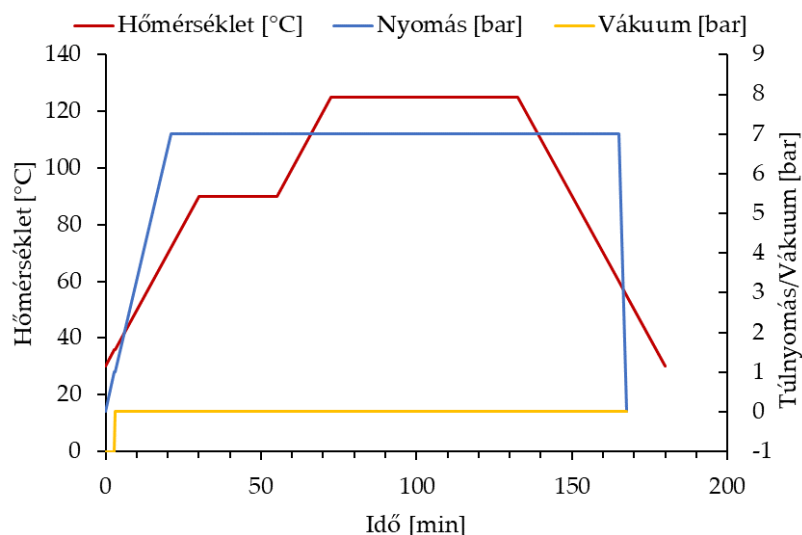
A harmadik ciklusnál a nyomást és a vákuumot is az első ciklussal megegyezően állítottam be, illetve a hőcikluson belül is kizárólag a felfűtési sebesség tekintetében

volt eltérés. Ebben az esetben a hőmérsékletet percenként mindössze $0,5^{\circ}\text{C}$ -kal növeltem. A ciklusdiagramot a 17. ábra szemlélteti.



17. ábra A harmadik, lassú felfűtéssel végzett ciklus diagramja

A negyedik ciklus esetében is csak a hőciklusban eszközöltem változtatást. A térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően egy platót alkalmaztam, amelynek hőmérséklete 90°C , időtartama pedig 25 perc volt. Ez megfelel a gyártói ajánlásnak 3 mm-nél vastagabb termékek esetére. A hőmérséklet tehát ebben az esetben a viszkozitásmérésnél másodikként vizsgált hőciklussal megegyezően alakult. A ciklust a 18. ábra mutatja be.



18. ábra A negyedik, platót tartalmazó ciklus diagramja

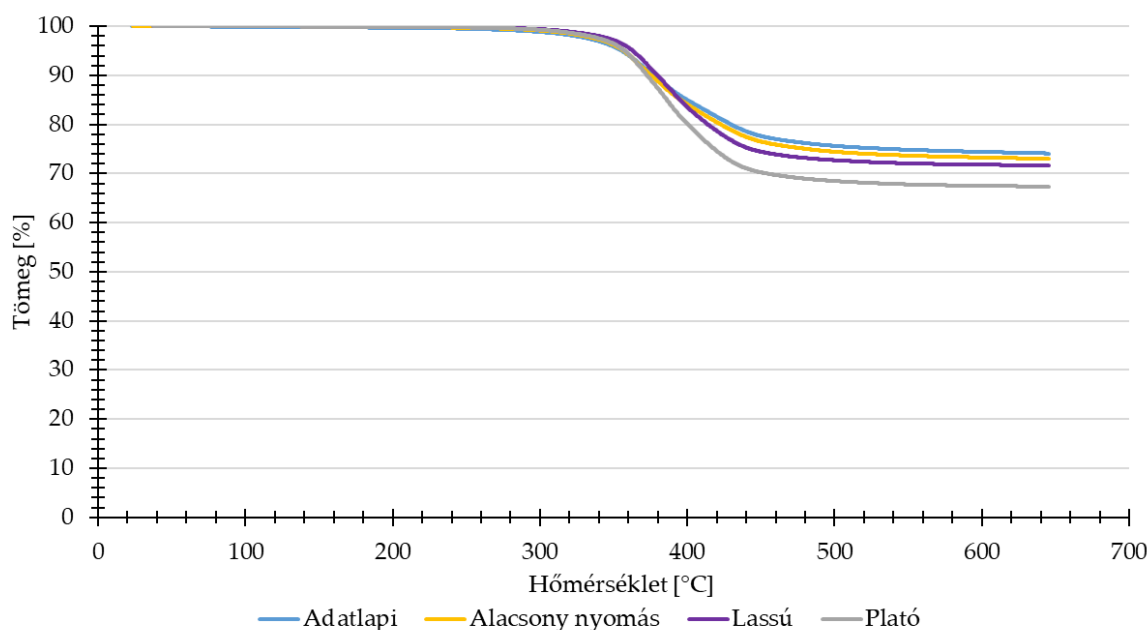
A különböző térhálósítási ciklusok legfontosabb jellemzőit az 5. táblázatban foglaltam össze.

#	Elnevezés	Felfűtési sebesség [°C/min]	Túl-nyomás [bar]	Plató	Plató jellemzői	Térhálósítási hőmérséklet [°C]	Hőntartás ideje [min]
1.	Adatlapi	2	7	nincs	-	125	60
2.	Alacsony nyomás	2	1	nincs	-	125	60
3.	Lassú felfűtés	0,5	7	nincs	-	125	60
4.	Plató	2	7	van	90°C 25 perc	125	60

5. táblázat A különböző térhálósítási ciklusok legfontosabb jellemzői

4.4. Sűrűség- és száltartalom meghatározása

A sűrűség és a száltartalom meghatározása a 3.3.2 alfejezetben bemutatott módszerekkel és összefüggésekkel történt. Különböző módszerekkel elsőként tömegszázalékban határoztam meg a száltartalmat. A 19. ábra egy-egy jellemző, TGA eljárással felvett görbét mutat be mind a négy lemezre vonatkozóan.



19. ábra A négy ciklusban gyártott lemez egy-egy jellemző TGA görbéje

Ezt követően a kiégetéssel, illetve TGA-val meghatározott tömegszázalékos száltartalomból elméleti szál térfogatarányt számoltam, továbbá a száltartalomból az erősítőanyag és a mátrix sűrűségének ismeretében, a keverékszabály alkalmazásával megbecsültem a tömör kompozit elméleti sűrűségét. Ezen jellemzőket tartalmazza a 6. táblázat.

Próbatest típusa	TGA			Kiegészítés		
	Szál tömegarány [m%]	Tömör kompozit becsült szál térfogataránya [V%]	Tömör kompozit becsült sűrűsége [g/cm ³]	Szál tömegarány [m%]	Tömör kompozit becsült szál térfogataránya [V%]	Tömör kompozit becsült sűrűsége [g/cm ³]
1. – Adatlapi	74,00 (0,19)	58,63 (0,58)	1,957	73,54 (2,73)	58,05 (1,74)	1,950
2. – Alacsony nyomás	72,27 (1,07)	56,48 (1,03)	1,930	72,10 (2,67)	56,27 (1,72)	1,928
3. – Lassú felfűtés	71,67 (0,52)	55,75 (0,50)	1,921	72,03 (1,61)	56,02 (1,41)	1,925
4. – Plató	67,65 (0,40)	51,01 (0,27)	1,863	67,71 (1,41)	51,08 (0,94)	1,861

6. táblázat A szál tömegarány különböző módszerekkel meghatározott átlagos értéke, illetve az ebből számított szál térfogatarány és a becsült sűrűség, zárójelben az értékek relatív szórása relatív százalékban

Fontos kiemelni, hogy a prepreg rétegek névlegesen minden esetben azonos mennyiségű erősítőanyagot tartalmaztak. A lemezek között száltartalom tekintetében kialakuló különbségekhez az egyes ciklusok során eltávozó gyanta mértékében tapasztalható eltérések vezettek.

A 6. táblázat adatai, illetve a 19. ábrán látható diagram alapján is megállapítható, hogy az első, adatlapi paraméterekkel gyártott lemez eredményezte a legmagasabb száltartalmat. Az alacsony nyomású ciklus ennél kisebb száltartalomhoz vezetett. Ez azzal magyarázható, hogy a megegyező hőciklus miatt azonosan alakuló gyantaviszkózítás mellett a kisebb nyomáskülönbség hatására kevesebb gyanta távozik el.

Lassú felfűtés esetén az első ciklushoz viszonyítva szintén alacsonyabb száltartalom alakult ki. Ennek oka a felfűtési sebességnek a gyanta viszkózítására gyakorolt hatásában keresendő. A lassabb felfűtés a ciklus során magasabb viszkózításértékekhez, ezáltal rosszabb folyóképességhez vezet [4]. Ennek eredményeként azonos nyomás mellett alacsonyabb felfűtési sebességet alkalmazva kevesebb gyanta távozik el a kompozitból a térhálósítás során, így alacsonyabb száltartalom alakul ki.

A negyedik, plató alkalmazásával gyártott lemez rendelkezett a legalacsonyabb száltartalommal. Ez az eredmény alátámasztja a viszkózitásmérés eredményeiből levont következtetéseimet. Ahogy a 12. ábra is bemutatja, a 90°C-on beiktatott plató megállítja a viszkózítás esését az adatlapi ciklus esetén tapasztalható alacsony viszkózításértékek elérését megelőzően, miközben a térhálósodás kis mértékben előrehalad, így a viszkózítás a ciklus egésze alatt 14 Pa·s fölött marad. Ennek köszönhetően a gyanta folyóképessége nem nő meg olyan mértékben, mint az

adatlap, platót nem tartalmazó ciklusnál, és lényegesen kevesebb gyanta távozik el a kompozitból, ami alacsonyabb száltartalmat eredményez. Kiemelném továbbá, hogy a platóval gyártott lemez becsült száltartalma közel megegyezik a prepreggyártó által megadott adatok alapján becsült értékkel (51%), amelyet a 3. táblázatban feltüntettem.

A tömeg változásán alapuló mérési módszerek korlátja, hogy nem veszik figyelembe a kompozit esetleges porozitását. Az alkalmazásukkal becsült sűrűség és szál térfogatarány elméleti értékek, amelyek a tömör kompozit anyagra vonatkoznak. A kompozitok azonban kisebb-nagyobb mértékben tartalmaznak légüregeket. Alacsony porozitás esetén ezek sűrűségre gyakorolt hatása elhanyagolható, így elfogadható pontossággal átszámítható a tömegszázalékban meghatározott száltartalom szál térfogataránnyá, illetve ebből becsülhető a sűrűség értéke. Amennyiben viszont a pórusok térfogataránya nem elhanyagolható, az általam is alkalmazott hagyományos átszámítási összefüggés (2. egyenlet) érvényét veszti.

Ilyenkor mindenképpen szükséges a sűrűség pontosabb meghatározása. A sűrűségmérést a 3.3.2 alfejezetben leírt módon, arkhimédészi elven végeztem. Az egyes lemezek esetében mért értékeket a 7. táblázatban foglaltam össze.

Próbatest típusa	Sűrűség [g/cm ³]
1. – Adatlapi	1,950 (2,58)
2. – Alacsony nyomás	1,813 (2,67)
3. – Lassú felfűtés	1,916 (1,76)
4. – Plató	1,859 (1,99)

7. táblázat A sűrűség arkhimédészi elven mért átlagos értéke, zárójelben az eredmények relatív szórása

Az ASTM D2374 szabvány ajánlásait követve a térfogatszázalékban értelmezett porozitást a sűrűség elméleti (tömör anyagra vonatkozó) és arkhimédészi elven meghatározott értékeinek felhasználásával becsültem meg. Az elméleti sűrűség esetében a porozitás meghatározásakor a pontosabbnak számító TGA módszerrel becsült sűrűséget alkalmaztam. A porozitás értékét az egyes lemezek esetére a 8. táblázat tartalmazza.

Próbatest típusa	p [V%]
1. – Adatlapi	0,375
2. – Alacsony nyomás	6,08
3. – Lassú felfűtés	0,259
4. – Plató	0,189

8. táblázat A porozitás becsült értéke az egyes lemezek esetében

A 8. táblázat adatai arra utalnak, hogy a második, 1 bar túlnyomással előállított lemez esetében jóval magasabb porozitás alakult ki, mint a 7 bar túlnyomás mellett gyártott többi lemeznél.

A valós sűrűség ismerete már lehetővé teszi a tömegszázalékban vett száltartalom pontosabb átszámítását szál térfogataránnyá. Az így meghatározott szál térfogatarány

értékeit a két különböző módszer esetében a 9. táblázat tartalmazza. Az átszámítást az (5) összefüggés segítségével a szálak átlagos tömegarányának és a mért sűrűség átlagértékének felhasználásával végeztem el, így a táblázatban szereplő értékek is átlagos értékeknek tekinthetők. A táblázatban a jobb összehasonlíthatóság és a légüreges hatásának érzékeltetése végett feltüntettem még a pontosabbnak tekinthető TGA módszerrel becsült, a tömör kompozitra jellemző szál térfogatarány átlagos értékét és a porozitást is.

Próbatest típusa	TGA			Kiégetés
	Tömör kompozit becsült szál térfogataránya [V%]	Porozitás [V%]	Szál térfogat-arány [V%]	Szál térfogat-arány [V%]
1. – Adatlapi	58,63	0,375	58,42	58,06
2. – Alacsony nyomás	56,48	6,08	53,05	52,92
3. – Lassú felfűtés	55,75	0,259	55,59	55,88
4. – Plató	51,01	0,189	50,91	50,96

9. táblázat A szál térfogatarány mért sűrűségből meghatározott átlagos értéke

A 9. táblázat adatai alapján kijelenthető, hogy az alacsony nyomással gyártott lemez kivételével a többi esetben nem eredményezett jelentős változást a szál térfogatarány értékében a kompozit valós sűrűségéből történő átszámítás. Ez az egyes lemezek porozitásával magyarázható.

Későbbi vizsgálataim értékelésekor a TGA módszerből a valós sűrűség felhasználásával meghatározott szál térfogatarányt tekintettem mérvadónak. Ez a jellemző magában foglalja a térhálósítás során eltávozó gyanta mértékének és a kompozit porozitásának hatását is.

4.5. Rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálat

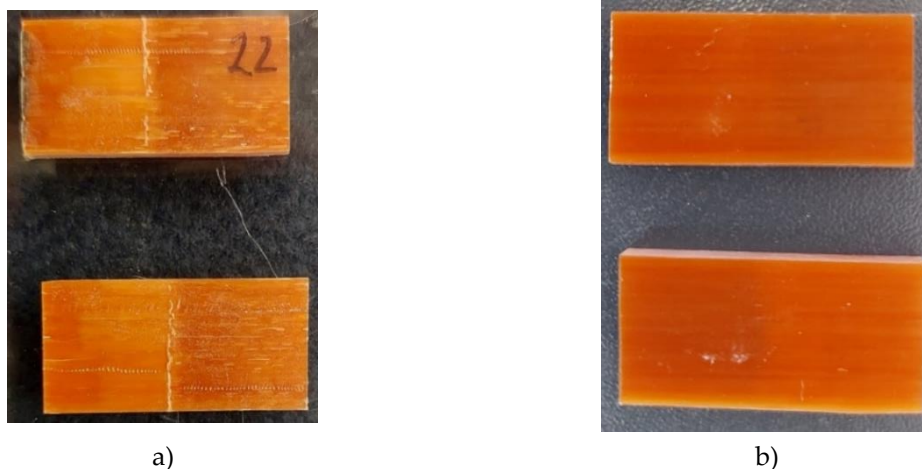
Következő lépésként rövid támaszközü hárompontos hajlítóvizsgálatokat végeztem a rétegek közötti nyírószilárdság meghatározására. A vizsgálati módszert és az elvégzett kísérletek paramétereit a 3.3.3 alfejezetben mutattam be részletesen.

A vizsgálatot elsőként a szabványban előírt geometriájú hajlítófeltétellel végeztem el, ez 5 mm sugarú terhelő henger, illetve 2 mm sugarú alátámasztó hengereket jelentett. Ekkor azonban azt tapasztaltam, hogy a nyírás hatására jelentkező rétegelválás mellett a nyomó henger alatt is kialakult egy lokális repedés, tehát vegyes tönkremenetel lépett fel. A jelenségre a szakirodalomban kerestem magyarázatot, amelyet részletesen bemutattam a 2.3.1 alfejezetben. A vizsgálati módszer érzékeny a hengerátmérőre, kis átmérőjű terhelő henger alkalmazása esetén a terhelés túlzottan koncentrált, a nyomó igénybevétel hatására pedig lokális tönkremenetel jelentkezhet a próbatest felületén, ami torzíthatja a mért nyírószilárdság értékét is. A problémára megoldást jelenthet a

hajlító feltét hengerátmérőinek növelése, ezáltal a koncentrált terhelés eloszlítása a felületen.

Kutatásom során így én is nagyobb átmérőjű hengerek alkalmazása mellett döntöttem. A vizsgált próbatestek vastagságát figyelembe véve a vonatkozó szakirodalom [31] ajánlásainak megfelelő geometriájú hajlító feltétet választottam: 10 mm sugarú terhelő henger, 5 mm sugarú alátámasztás.

A vizsgálatot így megismételve már nem jelentkezett repedés a terhelő henger alatt, a próbatestek a vizsgálat szempontjából kívánatos, egy vagy több határfelületen jelentkező rétegelválással mentek tönkre. A hengerátmérő hatását a felületi tönkremenetelre a 20. ábra szemlélteti, ahol két-két különböző átmérőjű hengerekkel vizsgált próbatest felülete látható.



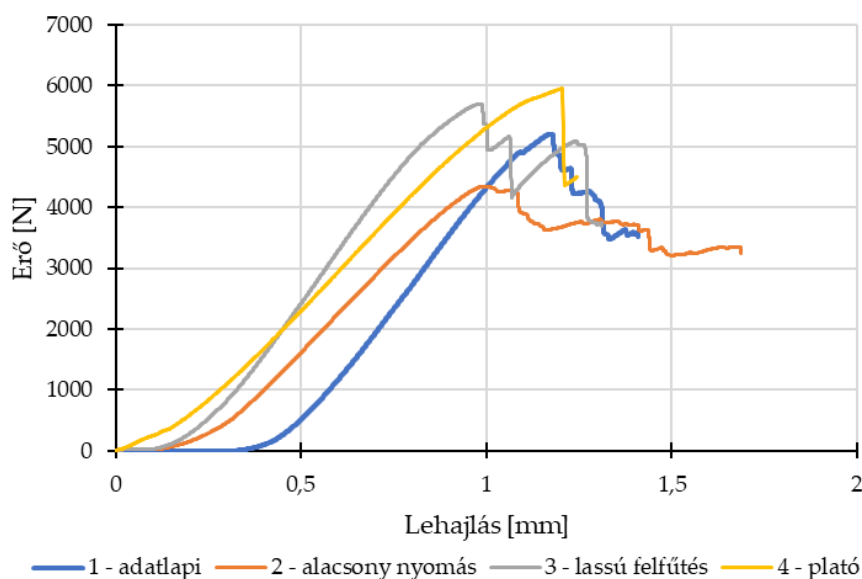
20. ábra a) A szabványos és b) a nagyobb hengerátmérőjű feltéttel vizsgált próbatestek felülete

A próbatestek tönkremenetelét DIC berendezés segítségével is figyelemmel kísértem. Egy jellegzetes, a nagyobb átmérőjű hengerekkel végzett vizsgálat során tapasztalt, több határfelületen fellépő rétegelválásról készült felvételt mutat be a 21. ábra.



21. ábra Egy jellegzetes, több felületen jelentkező rétegelválásról DIC berendezéssel készített felvétel

A 22. ábra egy-egy jellemző, a nagyobb átmérőjű hengerekkel végzett vizsgálatok során felvett mérési görbét szemléltet az egyes lemezek esetében.



22. ábra A rövid támaszközű hajlítóvizsgálat során felvett jellegzetes erő-lehajlás görbék

A mért adatokból ezután meghatároztam a próbatestek rétegeközi nyírószilárdságát. Az egyes lemezek átlagos vastagságát, illetve rétegeközi nyírószilárdságát és az értékek relatív szórását a 10. táblázat tartalmazza.

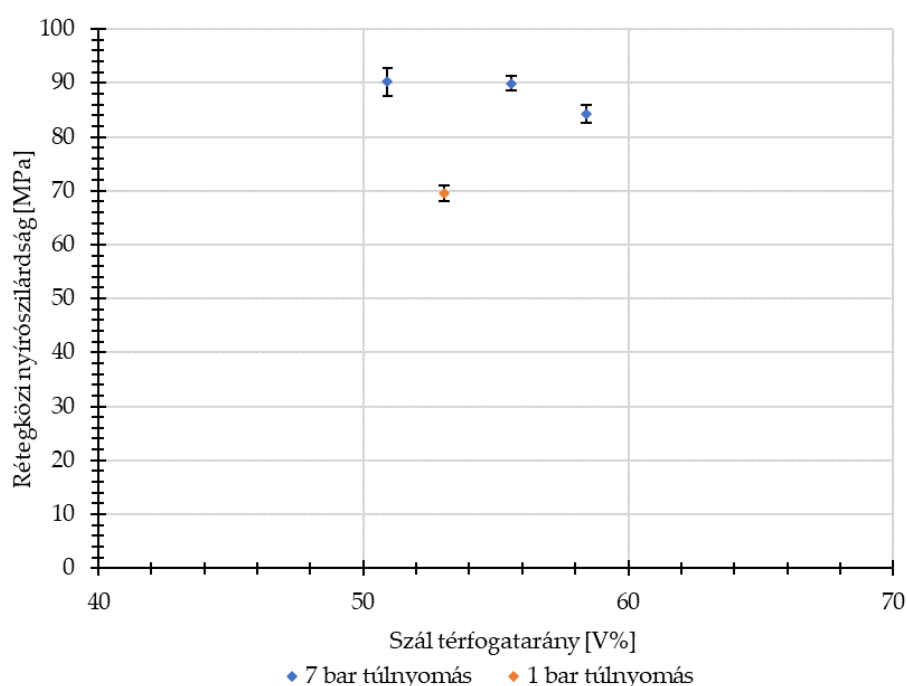
Próbatest típusa	Próbatest vastagsága [mm]		τ - Rétegeközi nyírószilárdság [MPa]	
	Szabványos feltét (ISO14130)	Nagyobb átmérőjű hengerek	Szabványos feltét (ISO14130)	Nagyobb átmérőjű hengerek
1. – Adatlapi	3,08 (1,22)	3,06 (2,46)	82,81 (5,41)	84,23 (2,05)
2. – Alacsony nyomás	3,27 (3,22)	3,24 (4,56)	66,80 (6,19)	69,50 (2,19)
3. – Lassú felfűtés	3,12 (1,35)	3,11 (3,49)	85,68 (4,91)	89,94 (1,51)
4. – Plató	3,22 (0,88)	3,24 (1,13)	80,60 (5,44)	90,17 (2,95)

10. táblázat A lemezek átlagos vastagsága és a rétegeközi nyírószilárdság különböző hengerátmérőjű hajlítófeltétekkel, rövid támaszközű hárompontos hajlítással meghatározott átlagos értéke az egyes lemezek esetén, zárójelben a mért értékek relatív szórása százalékban (alátámasztási távolság: 15 mm, névleges szélesség: 15 mm)

A 10. táblázatban szereplő adatok igazolják a próbatestek tönkremenetelének szemrevételezéses vizsgálata alapján levont következtetéseket. A hengerátmérő valóban jelentős hatást gyakorol a rövid támaszközű hajlítóvizsgálat végkimenetelére, ami nemcsak a tönkremenetel módjában – vegyes tönkremenetel vagy tisztán rétegelválás –, hanem a nyírószilárdság átlagos értékében és az eredmények szórásában is megnyilvánul. Kijelenthető tehát, hogy a szabványosnál nagyobb hengerátmérővel rendelkező hajlítófeltét alkalmazásával kiküszöbölhető a terhelő henger alatti lokális tönkremenetel, ami a vizsgálatok során magasabb rétegeközi

nyírószilárdság értékeit és kisebb szórást eredményez. Mivel ezzel a megoldással elhárítható a rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat egyik legjelentősebb hibája, a nagyobb hengerátmérővel mért értékek feltehetően közelebb vannak a kompozit valós rétegeközi nyírószilárdságához. A 10. táblázat eredményeit a száltartalomra vonatkozó adatokkal (6. táblázat) összevetve az látható, hogy a hengerátmérő hatása alacsonyabb száltartalom esetén jelentősebb. Ezen jelenség magyarázata további vizsgálatokat igényel.

Mivel a kísérlet értékelése szempontjából kizárólag a nyíró igénybevétel hatására fellépő rétegelválás az elfogadható tönkremeneteli mód, amely feltételnek csak a nagyobb átmérőjű hengerekkel elvégzett vizsgálatok feleltek meg, így a technológiai paraméterek hatásaira vonatkozóan ezen mérések eredményeiből vontam le következtetéseket. Az első és a második lemezre vonatkozó adatokat összevetve kijelenthető, hogy a térhálósítási ciklus során alkalmazott nyomás fokozásával jelentős mértékben nő a rétegeközi nyírószilárdság értéke. Az azonos nyomáson gyártott lemezek esetében a nagyobb gyantatartalom magasabb rétegeközi nyírószilárdságot eredményez, úgy tűnik azonban, hogy a gyantatartalom növekedése egy bizonyos szint fölött már kisebb hatást gyakorol erre a jellemzőre. Az egyes lemezek rétegeközi nyírószilárdságát a szálak térfogatarányának függvényében a 23. ábra szemlélteti. A diagramon a vízszintes tengely 40-től 70 V%-ig tart, mivel a kompozitok szál térfogatarányát tekintve gyakorlati szempontból ez a releváns tartomány.



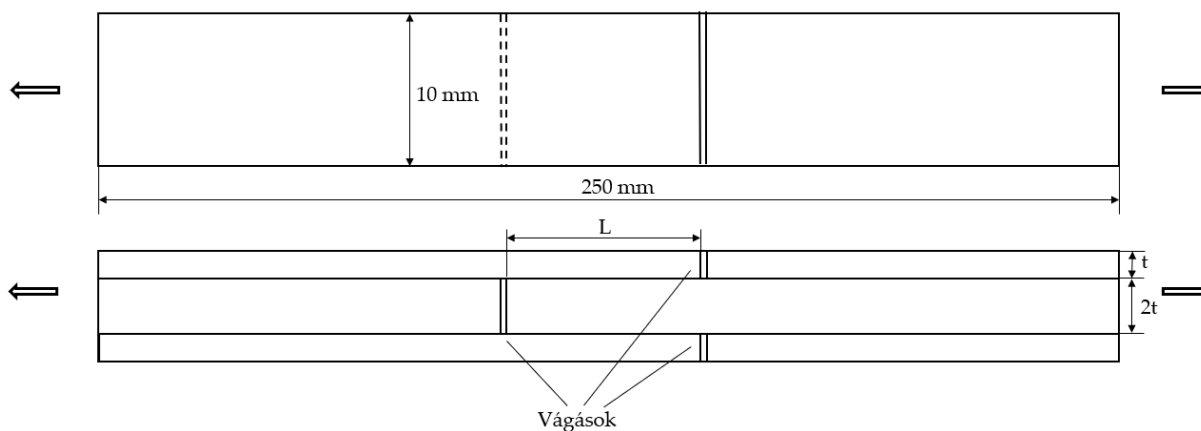
23. ábra A rétegeközi nyírószilárdság a szál térfogatarány függvényében

4.6. Rétegek közötti tulajdonságok szakításra visszavezetett vizsgálatai

A következőkben két szakításra visszavezetett vizsgálatot végeztem, az egyikkel a rétegek közötti nyírószilárdságot, a másikkal pedig a tisztán nyíró igénybevétel esetén tapasztalható kritikus repedésterjesztő erőt kívántam meghatározni.

4.6.1. A rétegek közötti nyírószilárdság meghatározása kétszeresen átlapolt próbatestekkel

A rétegek közötti nyírószilárdságvizsgálatát szakító elrendezésben is el szerettem volna végezni, így ehhez egy kétszeresen átlapolt szakítópróbatestet terveztem, amelynek vázlatát mutatja be a 24. ábra.



24. ábra A kétszeresen átlapolt próbatest geometriája

A geometria megtervezésekor két fő szempontot vettem figyelembe. Az egyik, hogy a külső rétegek fele olyan vastagok legyenek, mint a középső, így elkerülhető a külső rétegek nagyobb alakváltozása, és biztosítható a közel egyenletes nyúlás a rétegekben található vágások környezetében. A másik szempont az volt, hogy a próbatest nyírás hatására menjen tönkre. A bevezetett terhelés hatására a folytonos keresztmetszetekben húzó-, míg az átlapolt zónában a két határfelületen nyírófeszültség ébred. Akkor következik be rétegelválás, ha a határfelületeken ébredő nyírófeszültség eléri a rétegek közötti nyírószilárdság értékét úgy, hogy eközben a normálfeszültség értéke egyik keresztmetszetben sem haladja meg a kompozit húzószilárdságát. Ehhez felírható a húzó- és a nyíróerő egyensúlya a középső keresztmetszet és a határfelület között.

Az erők kifejezhetők a feszültség és a geometriai jellemzők segítségével, továbbá értelmezhető az a határhelyzet, amikor a húzófeszültség megegyezik a húzószilárdsággal, a nyírófeszültség pedig a rétegek közötti nyírószilárdsággal, ez szerepel a (7) egyenletben. Itt a szakirodalomban fellelhető, illetve általam is kimért rétegek közötti nyírószilárdság helyett a gyanta nyírószilárdságát alkalmaztam, amelynek értéke 100 MPa körüli [38]. Mivel ez meghaladja a rétegek közötti nyírószilárdság értékét, így a tervezéskor ennek használatával biztosítható, hogy a vizsgálat folyamán valóban rétegelválás következzen be.

$$\sigma_h 2tb = 2\tau bL \quad (7)$$

Az átlapolási hosszt (L) 10 mm-nek választottam, ami a gyártás során még éppen jól kezelhető méret. A szélességgel (b) történő egyszerűsítést követően az anyagparamétereket behelyettesítve 2t értéke megkapható a (8) egyenletben látható módon:

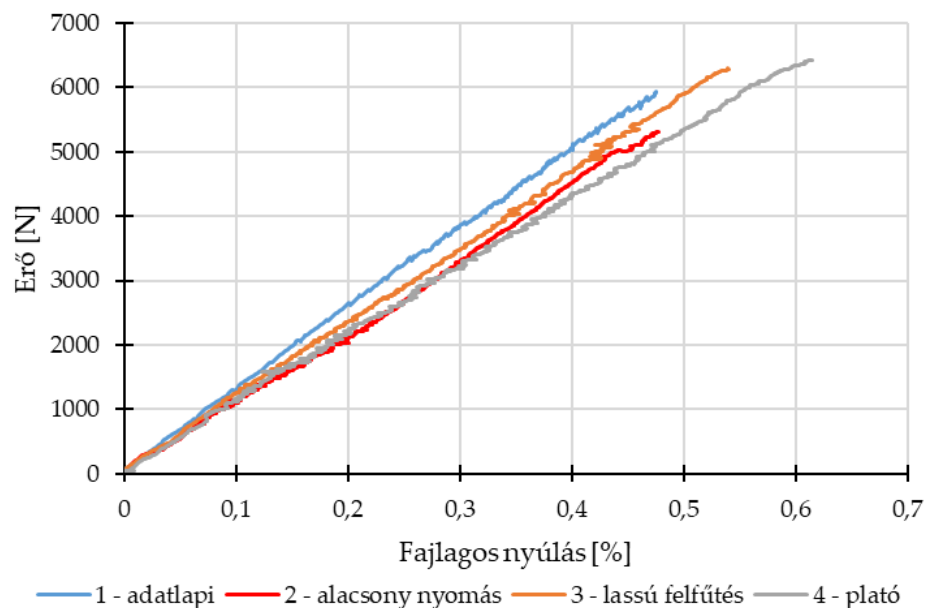
$$2t = \frac{2\tau L}{\sigma_h} \approx 1,41 \text{ [mm]} \quad (8)$$

Ez az említett határhelyzetre vonatkozik, amennyiben 2t értéke ezt meghaladja, rétegelválás következik be. A lemez vastagsága kb. 3 mm, a másik irányelvet követve a külső rétegeket a középső réteg felének terveztem, így $2t \approx 1,5$ mm, tehát a tervezett próbatest megfelel a feltételeknek.

A rétegek közötti nyírószilárdság értékét a (9) egyenletben szereplő összefüggéssel számoltam:

$$\tau = \frac{F}{2bL} \quad (9)$$

A tönkremenetelkor mért erő és a kétszeresen átlapolt próbatestekkel meghatározott rétegek közötti nyírószilárdság átlagos értékeit és szórásukat a 11. táblázat tartalmazza, míg a 25. ábra minden lemez esetében egy-egy jellemző mérési görbét mutat be.



25. ábra A kétszeresen átlapolt próbatestek mérése során felvett jellegzetes erő-fajlagos nyúlás görbék

Próbatest típusa	F [N]	τ [MPa]
1. – Adatlapi	5895,7 (7,03)	29,36 (7,27)
2. – Alacsony nyomás	5265,3 (4,46)	26,38 (4,61)
3. – Lassú felfűtés	6253,1 (2,44)	31,30 (2,65)
4. – Plató	6345,1 (5,36)	31,72 (5,52)

11. táblázat A tönkremenetelkor mért erő és a kétszeresen átlapolt próbatesttípussal meghatározott rétegek közötti nyírószilárdság átlagos értéke az egyes lemezek esetében, zárójelben a relatív szórás százalékban (próbatestek névleges szélessége: 10 mm, átlapolás névleges hossza: 10 mm)

A 11. táblázat adatai alapján látható, hogy a vizsgálat lényegesen kisebb értékekhez vezetett, mint amire a rövid támaszközű hárompontos hajlítás, illetve a szakirodalomban fellelt kutatások alapján számítottam. Ez arra enged következtetni, hogy a próbatestek nem tisztán nyíró igénybevétel hatására mentek tönkre, hanem megjelent az I-es nyitó mód is. Ezen feltevésem igazolásához azonban további vizsgálatok szükségesek.

Ennek ellenére az eredményekben hasonló trend látszik, mint a rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat esetében. A térhálósítási ciklus során alkalmazott nagyobb nyomás magasabb szilárdság értékeket eredményezett. Emellett azonos nyomás esetén a gyantatartalom növekedésével nő a nyírószilárdság értéke is, egy bizonyos szint fölött azonban csökken ez a hatás.

4.6.2. A kritikus repedésterjesztő erő meghatározása

Ezután a nyírás hatására jelentkező kritikus repedésterjesztő erő meghatározásával foglalkoztam. Ehhez a 2.3.2 alfejezetben ismertetett elven működő, vágott középső rétegekkel rendelkező próbatesteket alkalmaztam. Elsőként megterveztem a próbatest pontos geometriáját, ehhez több szempontot is figyelembe kellett vennem, a 20 rétegből felépülő lemez kb. 3 mm-es teljes vastagsága adott volt.

A tervezés és a mérés kiértékelése során a kritikus repedésterjesztő erő meghatározásának nyúlás alapú összefüggését alkalmaztam, ennek oka, hogy a vizsgálatok során a fajlagos nyúlás a feszültséggel ellentétben közvetlenül mérhető mennyiség. Az összefüggés a (10) egyenletben szerepel: [35]

$$G_{II,c} = \frac{\varepsilon^2 E h t}{4(h - t)} \quad (10)$$

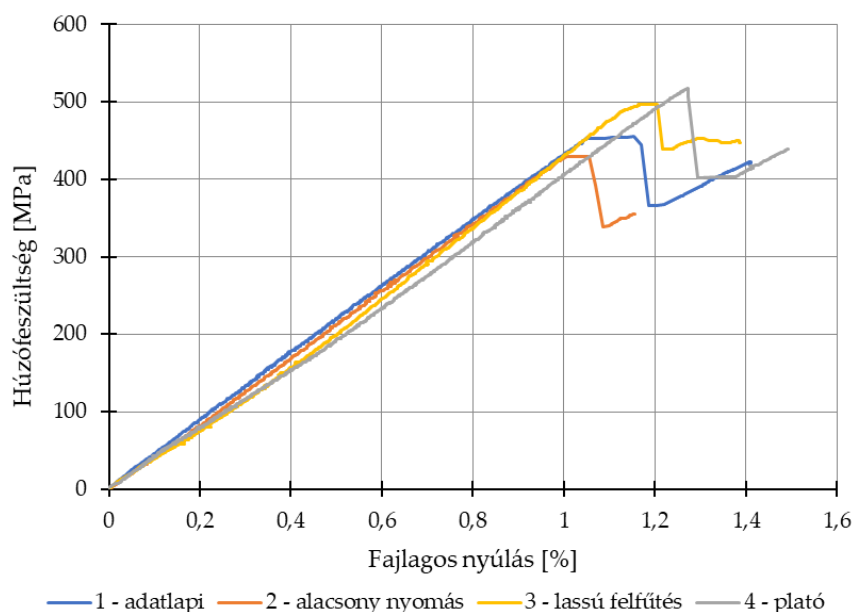
A tervezés kulcsa a rétegek arányának meghatározása, mivel ez szabályozza, hogy mikor kezdődik meg a tönkremenetel. Emellett fontos az is, hogy ne legyenek túl vékonyak a szélső rétegek, így biztosítható, hogy ne szakadjanak el, mielőtt bekövetkezik a rétegelválás. Továbbá figyelembe kell venni a tervezéskor, hogy a túl sok vágott réteg sem előnyös, mivel ekkor egyrészt túl hamar bekövetkezik a rétegelválás, amit nehezebb detektálni, másrészt a kezdeti tranziens jelenségek, többek

között a vágásnál jelen lévő gyantadús régió tönkremenetele jobban befolyásolja a mérést.

Ezen szempontokat figyelembe véve úgy terveztem meg a próbatestet, hogy a tönkremenetel 1 %-os fajlagos nyúlás környékén kezdődjön. A vonatkozó szakirodalom szerint az általam használt anyag esetében a $G_{II,c}$ értéke 1,5-2 N/mm között van [35].

A (10) egyenlet átrendezését követően a megfelelő rétegvastagságokat iterációval határoztam meg. Ez alapján 7-7 külső, folytonos, illetve 6 középső, vágott réteg prepregből álló próbatestet terveztem. Ez kb. 1,05 mm-es vastagságot eredményezett a folytonos, illetve 0,9 mm-t a vágott rétegek esetében. Ezen paraméterek mellett 1 %-os fajlagos nyúlásnál a G_{II} értéke 1,52 N/mm, ami a kritikus érték – $G_{II,c}$ – várható tartományába esik, így előreláthatólag ekkor indul el a rétegelválás.

A tervezést követően a próbatesteken a 3.3.3 alfejezetben bemutatott módon végeztem el a vizsgálatot. Minden lemezre vonatkozóan egy-egy jellemző húzófeszültség-fajlagos nyúlás görbét szemléltet a 26. ábra. A próbatest vastagság, a tönkremenetelkor mért fajlagos nyúlás és a tisztán II-es igénybevételi módhoz tartozó kritikus repedésterjesztő erő átlagértékét és szórását az egyes lemezek esetében a 12. táblázatban foglaltam össze.

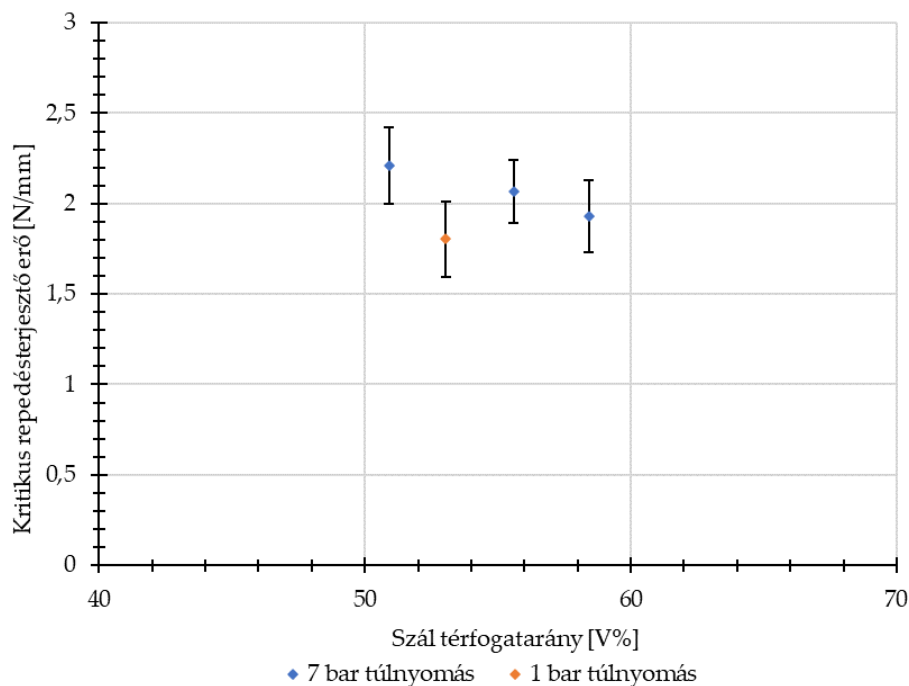


26. ábra A $G_{II,c}$ vizsgálata során felvett jellegzetes görbék

Próbatest típusa	h [mm]	ϵ_b [%]	$G_{II,c}$ [N/mm]
1. – Adatlapi	3,05 (3,45)	1,13 (5,27)	1,93 (10,51)
2. – Alacsony nyomás	3,30 (5,01)	1,02 (5,13)	1,80 (11,60)
3. – Lassú felfűtés	3,13 (2,50)	1,15 (4,30)	2,07 (8,37)
4. – Plató	3,27 (0,89)	1,20 (4,98)	2,21 (9,66)

12. táblázat A próbatest vastagság, a tönkremenetelkor mért fajlagos nyúlás és a kritikus repedésterjesztő erő átlagos értéke és zárójelben relatív szórása százalékban (próbatestek névleges szélessége: 10 mm)

Kijelenthető a 12. táblázat adatai alapján, hogy a rétegeközi nyírószilárdságnál megállapított trendhez hasonlólt tapasztaltam. A térhálósítási ciklus során alkalmazott nyomás hatással van a kritikus repedésterjesztő erőre is, amely a nyomás fokozásával nő. Emellett azonos nyomás esetén az látható, hogy a nagyobb gyantatartalom magasabb $G_{II,c}$ értékekkel jár együtt. Az eredmények értékelésének szempontjából azonban fontos megjegyezni, hogy a méréseket viszonylag nagy, 10% körüli szórás terheli. A szálak térfogataránya és a kritikus repedésterjesztő erő között tapasztalt trendet a 27. ábra szemlélteti.



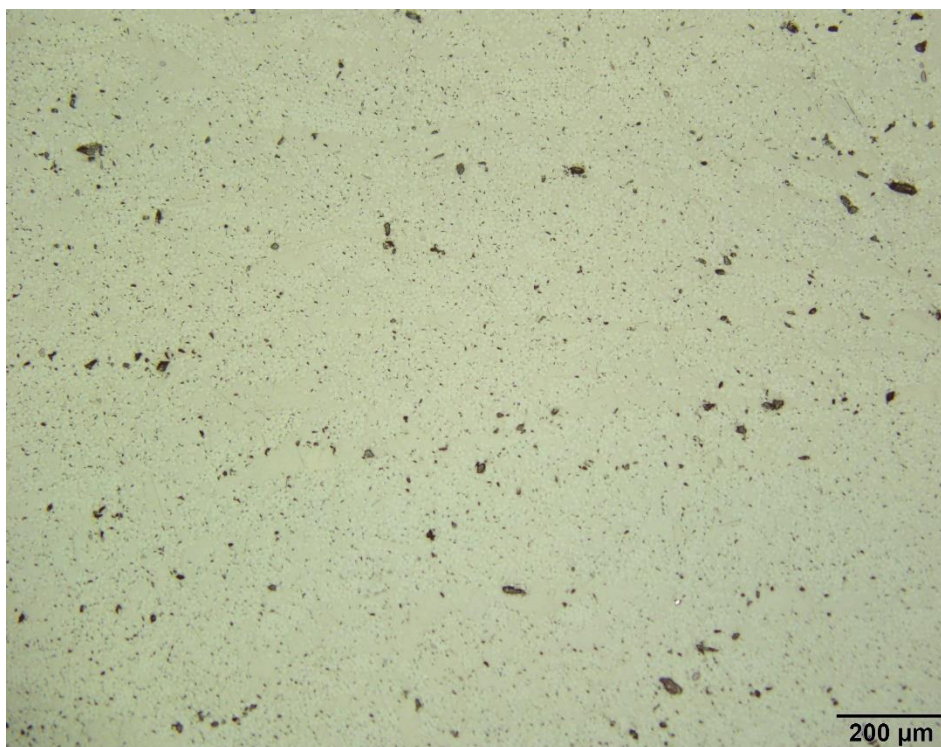
27. ábra A kritikus repedésterjesztő erő a szál térfogatarány függvényében

4.7. Optikai mikroszkópos vizsgálat

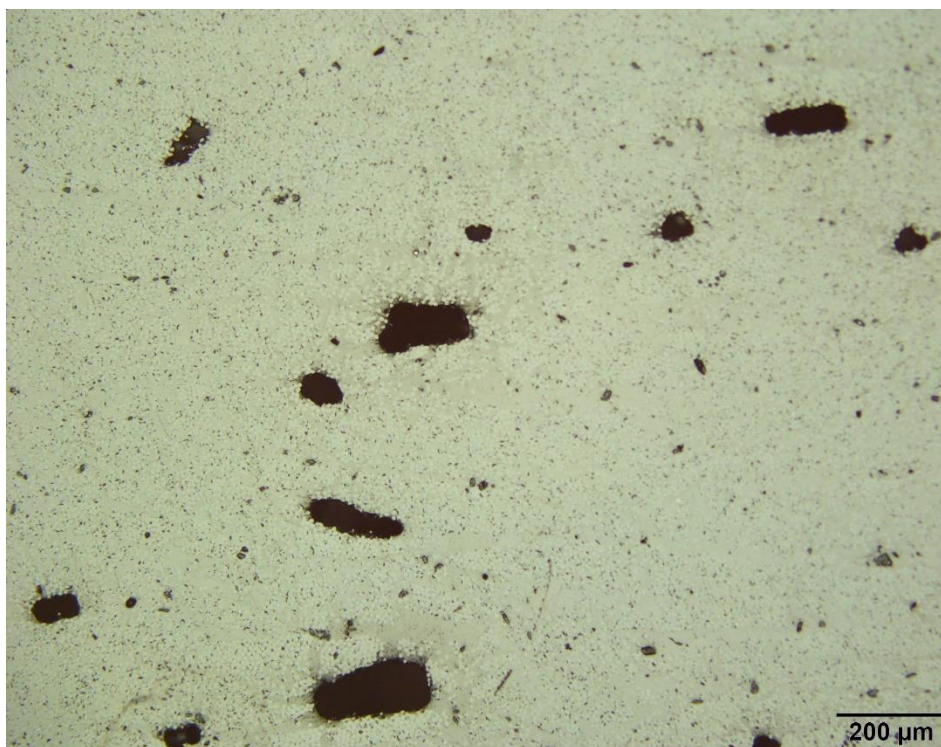
A száltartalom meghatározásakor és a különböző mechanikai vizsgálatok folyamán arra a következtetésre jutottam, hogy a második, alacsony nyomással gyártott lemez magas porozitással rendelkezik. Ennek igazolására optikai mikroszkópos vizsgálatot is végeztem, amelynek során az azonos hőciklussal, de eltérő nyomással gyártott első és második ciklusban előállított lemezekből vett keresztmetszeti mintákat hasonlítottam össze.

Az 7 bar túlnyomáson előállított lemezből vett keresztmetszeti minta egy jellemző felületét mutatja be a 28. ábra, míg a 29. ábrán az 1 bar túlnyomással gyártott lemez keresztmetszete látható. Míg előbbi felvételen csak apróbb pórusok láthatók, addig az utóbbi felvétel bizonyítja a második lemez magas porozitását. Ezen számos kimondottan nagy méretű pórus is látható.

A keresztmetszeti minták optikai mikroszkópos vizsgálata tehát igazolta a korábbi kísérletek alapján a térhálósítási ciklus során alkalmazott nyomás porozításra gyakorolt hatását illetően levont következtéseimet.



28. ábra Adatlapi paraméterekkel gyártott (1.) lemez keresztmetszetéről készült jellegzetes optikai mikroszkópos felvétel



29. ábra Optikai mikroszkópos felvétel az alacsony nyomással előállított (2.) lemez keresztmetszetéről

4.8. Az eredmények értékelése, következtetések

A viszkozitásmérés során a hőciklusba a végső térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően beiktatott hőtartási szakasz, más néven plató alkalmazásának, illetve

hőmérsékletének hatásait vizsgáltam. A hőmérséklet növekedésével párhuzamosan a ciklus során a gyanta viszkozitása csökken. Míg a köztes hőntartási szakaszt nem tartalmazó ciklusban a viszkozitás elér egy minimumértéket, majd gyors növekedésnek indul a térhálósodás beindulásával, addig a plató alkalmazása megállítja a viszkozitás esését, egy ideig közel konstans értéken tartja azt, miközben a térhálósodási reakció valamilyen mértékben előrehalad. A mérések során azt tapasztaltam, hogy a plató hőmérsékletének megválasztása nagymértékben befolyásolja mind a viszkozitáscsökkenés mértékét, mind a térhálósodási reakció sebességét. Alacsonyabb hőmérsékletű plató alkalmazása magasabb értékeknél fékezi meg a gyanta viszkozitásának csökkenését, ami azt eredményezheti, hogy a ciklus során kevesebb gyanta távozik el a kompozitból. Ezzel szemben magasabb hőmérsékleten történő hőn tartás esetén a viszkozitás csökkenése kisebb értékeknél áll meg, így egy ilyen platóval viszonylag hosszú ideig tartható alacsonyan a mátrix viszkozitása, ami többek között nagyobb mennyiségű gyanta eltávozását eredményezheti a ciklus során. Emellett a VBO technológiánál, ahol nincs túlnyomás, a termékre kizárólag a vákuum hat, kimondottan fontos az alacsony viszkozitás elérése, hiszen ezáltal biztosítható a szálak megfelelő átitatottsága, illetve a légüregek megszüntetése.

Alacsony platóhőmérséklet választása esetén a térhálósodás lassabban megy végbe, ezáltal hosszabb idejű hőn tartás valósítható meg, ami kedvező vastag kompozit alkatrészek esetében a plató egyik célját jelentő hőmérséklet-kiegyenlítés szempontjából. Ezzel szemben magas hőmérsékletű plató esetén viszonylag gyorsan beindul a térhálósodási reakció, ami a viszkozitás jelentős növekedésével jár együtt. A viszkozitásmérés folyamán szerzett tapasztalataim nagyfokú hasonlóságot mutatnak Park és társainak [5] egy eltérő epoxi gyantarendszerhez kapcsolódó eredményeivel, ők azonban kizárólag a plató hőmérsékletét vették figyelembe, elhagyásának, illetve alkalmazásának hatásaival nem foglalkoztak.

Az ezt követően előállított kompozit lemezeken végzett vizsgálatok eredményei azt mutatták, hogy a térhálósítási ciklus során alkalmazott technológiai paraméterek nagymértékben befolyásolják a kompozit szerkezetét és tulajdonságait.

Kimondottan jelentős volt a termékre kifejtett nyomás hatása. Ennek vizsgálatakor azonos hőciklus mellett az egyik termék gyártásakor 1 bar, míg a másik esetén 7 bar túlnyomást alkalmaztam. Előbbi eset azért is különösen fontos, mert a termékre nézve a VBO technológiánál alkalmazott vákuummal megegyező nyomáskülönbséget jelent, így egyben lehetőséget ad ezen eljárás autoklávus technológiával való összehasonlítására is. A kísérletek folyamán azt tapasztaltam, hogy a térhálósításkor alkalmazott nyomás fokozásával jelentős mértékben csökken a termék porozitása, amit a sűrűségmérés mellett optikai mikroszkópos vizsgálattal is igazoltam. Ezen tapasztalataimat szakirodalmi adatokkal összevetve szintén találtam egyezést, Olivier és társai [3] jutottak hasonló következtetésekre a nyomás hatását illetően.

Az eredmények alapján arra is következtettem, hogy nagyobb nyomás a ciklus során több gyanta eltávozásához vezet, ezáltal nagyobb száltartalmat eredményez. Azonos nyomás mellett mind a lassabb felfűtési sebesség, mind a gyártó által ajánlott,

a 125°C-os térhálósítási hőmérséklet elérését megelőzően, 90°C-on beiktatott plató alacsonyabb száltartalmat eredményez. A jelenség azzal magyarázható, hogy mindkét esetben magasabb értékeket vesz fel a ciklus során a mátrix viszkozitása, ezáltal kevesebb gyanta lép ki a kompozitból a térhálósítás közben.

A további kísérletek azt mutatták, hogy a nyomás, illetve a felfűtési sebesség változtatása, továbbá az említett plató beiktatása az általam vizsgált rétegek közti tulajdonságokat – rétegek közti nyírószilárdság és kritikus repedésterjesztő erő – jelentős mértékben befolyásolja. Ez a nyomás esetében főként a porozitásra vezethető vissza, így természetesen a nagyobb nyomás jobb rétegek közti tulajdonságokat eredményez. A hőciklus változtatása esetén leginkább a gyantatartalommal hozhatók összefüggésbe a rétegek közti tulajdonságok tekintetében tapasztalt eltérések. Magasabb gyantatartalom esetén nagyobb a rétegek közti nyírószilárdság, illetve a kritikus repedésterjesztő erő értéke. Ezen jellemzőkre hatással lehet az erősítőanyag átítatottsága is, ennek kapcsolata az alkalmazott technológiai paraméterekkel azonban további vizsgálatokat igényel.

Az elvégzett vizsgálatok módszertanát illetően is vonhatók le következtetések. A rövid támaszközű hárompontos hajlítóvizsgálat esetében a hajlító feltét hengereinek átmérője nagymértékben befolyásolja a tönkremenetel módját, a rétegek közti nyírószilárdság értékét, illetve a mért adatok szórását is. A kétszeresen átlapolat próbatestekkel végzett vizsgálatok a vártnál lényegesen alacsonyabb értékeket eredményeztek, aminek oka vélhetően az I-es, nyitó módú igénybevétel jelentkezése, ennek igazolása azonban szintén további vizsgálatokat igényel.

5. ÖSSZEFOGLALÁS

A TDK dolgozatomban keretei között folytatott kutatásom során UD üvegszál/epoxi prepregből készült kompozit alkatrészek térhálósításával foglalkoztam. Céltom az volt, hogy megállapítsam, a térhálósítási ciklus során alkalmazott technológiai paraméterek milyen hatással vannak a kompozit szerkezetére és tulajdonságaira, illetve meghatározzam a gyártó által a technikai adatlapon előírt paraméterektől való – gyakran kényszerű – eltérések következményeit.

Ennek érdekében elsőként reológiai méréseket végeztem, ahol a hőciklusban eszközölt változtatások hatásait vizsgáltam a mátrixanyag viszkozitásának alakulására és a térhálósodási reakcióra. Ezután különböző paraméterekkel – nyomás, felfűtési sebesség, hőmérsékleti plató – gyártottam kompozit lemezeket, majd meghatároztam ezek száltartalmát és egyes mechanikai tulajdonságait. Utóbbiak esetében a szerkezeti változásokra legérzékenyebb jellemzőknek számító rétegek közti tulajdonságokat vizsgáltam.

A reológiai vizsgálatok során azt tapasztaltam, hogy a plató alkalmazása, illetve hőmérsékletének megválasztása hatással van a mátrix viszkozitásának alakulására és

a térhálósodási reakció lejátszódására. Ezen tényezők jelentős mértékben befolyásolják a térhálósítás során eltávozó gyanta mennyiségét, ezáltal a kompozit száltartalmát.

A feldolgozáskor alkalmazott túlnyomás függvényében változik a kompozit porozitása. A túlnyomás növelésével csökkenthető a porozitás, ami javulást eredményez a rétegek közötti nyírószilárdság és a nyíró igénybevételi módot jellemző kritikus repedésterjesztő erő tekintetében.

Mind a túlnyomás értéke, mind a hőciklus változtatása – felfűtési sebesség, plató – befolyásolják a kompozit száltartalmát, ami hatással van a kompozit tulajdonságaira. A vizsgált rétegek közötti tulajdonságok tekintetében a nagyobb gyantatartalom bizonyul kedvezőbbnek.

Az eredményeket összefoglalva tehát kijelenthető, hogy a térhálósítási ciklus során alkalmazott technológiai paraméterek jelentős mértékben befolyásolják a kompozit szerkezetét és tulajdonságait. Tapasztalataim alapján az adatlapi paraméterektől való eltérések és a technikai adatlapon szereplő alternatív ciklusok egyaránt jelentős szerkezet- és tulajdonságbeli eltérésekhez vezethetnek a gyártó által ajánlott paraméterekkel történő térhálósításhoz képest. Továbbá elmondható, hogy a prepregok autokláv és autoklávon kívüli, VBO eljárással történő feldolgozása azonos hőciklus esetén is számos különbséget eredményez, főként a porozitás, illetve a rétegek közötti tulajdonságok tekintetében.

5.1. További megoldásra váró feladatok

A TDK munkám keretei között elvégzett kutatást eredményesnek tartom, de természetesen számos további megoldásra váró feladat és a kísérletek folytatásával kapcsolatos ötlet fogalmazódott meg bennem.

Elsősorban a plató hőmérsékletének és időtartamának hatásaihoz kapcsolódóan szeretnék további vizsgálatokat végezni.

Továbbá a kétszeresen átlapolt próbatestek esetében a várakozásokhoz képest alacsonyabb szilárdság értékekre kívánok magyarázatot adni. Végeelem-módszerrel, illetve további vizsgálatok elvégzésével szeretném igazolni vagy cáfolni az eddig levont következtetéseimet, illetve megtalálni a tapasztalt jelenségek okait.

6. FELHASZNÁLT FORRÁSOK

1. AVK – Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e. V: Handbuch Faserverbundkunststoffe/Composites. Springer Vieweg, Wiesbaden (2013).
2. Dong A., Zhao Y., Zhao X., Yu Q.: Cure Cycle Optimization of Rapidly Cured Out-Of-Autoclave Composites. *Materials*. vol. 11, no. 3, 421 (2018).
3. Olivier P., Cottu J.P., Ferret B.: Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates. *Composites*, **26** (7), 509-515 (1995).
4. Marton G.Zs., Mezey Z.T.: A technológiai paraméterek hatása a prepreg szerkezetek tulajdonságaira. in 'XXX. Nemzetközi Gépészeti Konferencia (OGÉT 2022) Székelyudvarhely, Románia. 2022.04.21-2022.04.24., 182-186 (2022).
5. Park S.Y., Choi C.H., Choi W.J., Hwang S.S.: A Comparison of the Properties of Carbon Fiber Epoxy Composites Produced by Non-autoclave with Vacuum Bag Only Prepreg and Autoclave Process. *Applied Composite Materials*, **26**, 187–204 (2019).
6. Schürmann H.: Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden. Springer Verlag, Berlin (2005).
7. <https://www.chemie.de/lexikon/Prepreg.html> (2022.10.20.).
8. Bonnet M.: Kunststofftechnik. Springer Fachmedien, Wiesbaden (2016).
9. Yang N.: Composite Materials Engineering. Springer, Szingapúr (2017).
10. Flemming M., Ziegmann G., Roth S.: Faserverbundbauweisen. Springer Verlag, Berlin (1999).
11. Peters S.T.: Handbook of Composites. Springer Science+Business Media, Dordrecht (1998).
12. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai. Műegyetemi Kiadó, Budapest (2000).
13. Cherif C.: Textile Materials for Lightweight Constructions. Springer Verlag, Berlin (2016).
14. Dimeski D., Srebrenkoska V.: Advanced prepreg ballistic composites for military helmets. in '6th International Scientific Conference on Defensive Technologies. Belgrád, Szerbia' 717-721 (2014).
15. Jacob A.: Technology update: prepregs. *Reinforced Plastics*, **47**(6), 20-21 (2003).
16. <https://www.chemie.de/lexikon/Autoklav.html> (2022.10.20.).
17. https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/Prepreg_Technology.pdf (2022.10.20.).
18. Vermes B., Czigány T.: Alakváltó kompozitok tervezése és gyártása autoklávval. *Polimerek Műanyagipari Szaklap*, **6**, 895-898 (2020).

19. Centea T., Grunenfelder L.K., Nutt S.R.: A review of out-of-autoclave prepregs – Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **70**, 132-154 (2015).
20. Brymerski W., Wurl T., Schieler O.: CFK-Prepreg-Prestechnologie für Class-A-Sichtbauteile. *Lightweight Design*, **9**, 44-49 (2016).
21. Hubert P., Centea T., Grunefelder L., Nutt S., Kratz J.: Out-of-Autoclave Prepreg Processing. *Comprehensive Composite Materials II*, **2**, 63-94, (2018).
22. Dang C., Bernetich K., Carter E., Butler G.: Mechanical Comparison of Out-of-Autoclave Prepreg Part to Conventional Autoclave Prepreg Part. In 'American Helicopter Society 67th Annual Forum, Virginia Beach, Amerikai Egyesült Államok. 3-5 (2011).
23. Costa M.L., Botelho E.C., Rezende M.C.: Monitoring of cure kinetic prepreg and cure cycle modeling. *J. Mater. Sci.*, **41**, 4349-4356 (2006).
24. Agius S.L., Magniez K.J.C., Fox B.L.: Cure behaviour and void development within rapidly cured out-of-autoclave composites. *Composites Part B: Engineering*, **47**, 230-237 (2013).
25. Liu L., Zhang B., Wang D., Wu Z.: Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates. *Composite Structures*, **73** (3), 303-309 (2006).
26. ISO 14130: Fibre-reinforced plastic composites - Determination of apparent interlaminar shear strength by short-beam method (1997).
27. ASTM Standard D 2344/D 2344M-00: Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates (2000).
28. <https://www.compositesworld.com/articles/the-short-beam-shear-test-method-for-composite-materials> (2022.10.21.).
29. Krishnan P.: Evaluation and methods of interfacial properties in fiber-reinforced composites. in 'Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites' (szerk.: Jawaid M., Thariq M., Saba N.), Woodhead Publishing, Oxford, Egyesült Királyság, 343-385 (2019).
30. Greene J.P.: Physical and Mechanical Properties. in 'Automotive Plastics and Composites' (szerk.: Greene J.P.), William Andrew Publishing, Oxford, Egyesült Királyság, 39-55 (2021).
31. Adams D.F., Busse J.M.: Suggested Modifications of the Short Beam Shear Test Method. in 'Proceedings of the 49th International SAMPE Symposium. Long Beach, Amerikai Egyesült Államok' (2009).
32. Fernando G.F., Al-Khodairi F.A.A.: The fatigue of hybrid composites. in 'Fatigue in Composites' (szerk.: Harris B.), Woodhead Publishing Limited, Sawston, Egyesült Királyság (2003).

33. Wisnom M.R., Jones M.I.: Size Effects in Interlaminar Tensile and Shear Strength of Unidirectional Glass Fibre/Epoxy. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **15**(1), 2-15 (1996).
34. Stojcevski F., Hilditch T., Henderson L.C.: A modern account of Iosipescu testing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **107**, 545-554 (2018).
35. Wisnom M.R.: On the Increase in Fracture Energy with Thickness in Delamination of Unidirectional Glass Fibre-Epoxy with Cut Central Plies. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **11**(8), 897-909 (1992).
36. Cui W., Wisnom M.R., Jones M.I.: An Experimental and Analytical Study of Delamination of Unidirectional Specimens with Cut Central Plies. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **13**(8), 722-739 (1998).
37. Marat-Mendes R., Freitas M.J.: DCB, ENF AND ECT Tests For Interlaminar Fracture Of Glass/Epoxy Unidirectional Laminates. in '10th Portuguese Conference on Fracture, Braga, Portugália' 1-11 (2006).
38. Hexcel, Technikai adatlap: 913 epoxy, <https://www.hexcel.com/> (2022.10.23.).
39. AGY, Technikai adatlap: Y110-S-2, <https://www.agy.com/> (2022.10.23.).
40. https://shop.novia.hu/wp-content/uploads/2018/07/ipox-MR-3012_MH-3122_AH12-1.pdf (2022.10.23.).
41. <https://oct.bme.hu/oct/hu/muszerpark> (2021.10.15.).
42. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=151&l=m> (2022.10.23.).
43. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=176&l=m> (2022.10.23.).
44. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=79&l=m> (2022.10.23.).
45. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=162&l=m> (2022.10.23.).
46. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=94&l=m> (2022.10.23.).
47. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=129&l=m> (2022.10.23.).
48. <http://www.pt.bme.hu/gepadat.php?sorszam=31&l=m> (2022.10.23.).
49. Marin G.: Oscillatory Rheometry. in 'Rheological Measurement' (szerk.: Collyer A.A., Clegg D.W.) Springer, Dordrecht (1998).
50. Picout D.R., Ross-Murphy S.B.: Rheology of Biopolymer Solutions and Gels. *The Scientific World Journal*, **3**, 17 (2003).
51. Szakács H., Varga Cs., Nagy R.: Polimerek Méréstechnikája. Pannon Egyetem, Veszprém (2002).
52. ASTM Standard D2734-94: Standard Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics (1994).