

TDK dolgozat

Ihász Levente Gyula

Gépészmérnök mesterszak
Szerszám- És Célgép - Tervező, Gyártó specializáció
Levelező tagozat

Újrahasznosított CNT-vel erősített PP kompozitok mikroszerkezeti tulajdonságainak vizsgálata konfokális mikroszkóp segítségével

Neumann János Egyetem
GAMF Műszaki és Informatikai Kar
Kecskemét
2022

Jelölés- és rövidítésjegyzék

Alkalmazott jelölések:

- R_{zk} – A köszörült szerszámbetét felületi érdessége
- R_{z100} – A 100 μm mélységű szerszámbetét felületi érdessége

Alkalmazott rövidítések:

- CNT – Carbon Nano Tube – Szén Nano Cső
- SWCNT – Single Wall Carbon Nano Tube – Egyfalú Szén Nano Cső
- MWCNT – Multi Wall Carbon Nano Tube – Többfalú Szén Nano Cső
- DMA – Dynamic Mechanical Analysis – Dinamikus Mechanikai Vizsgálat
- MFI – Melt Flow Index – Olvadási Folyási Index

Tartalomjegyzék

BEVEZETÉS	5
1. SZAKIRODALOM KUTATÁS	6
1.1. A CNT BEMUTATÁSA	6
1.2. PP/CNT KOMPOZITOK	8
1.3. MIKROSTRUKTÚRÁK KITÖLTÉSI FÁZISAI	9
1.3.1. <i>Korábbi kutatások a Neumann János Egyetemen</i>	10
1.4. KONFOKÁLIS MIKROSZKÓP	17
2. PRÓBATESTEK GYÁRTÁSA	19
2.1. ALAPANYAG VÁLASZTÁS – MÁTRIX	19
2.2. ALAPANYAGVÁLASZTÁS – DISZPERZ FÁZIS	19
2.3. TECHNOLÓGIA	21
2.4. A FRÖCCSÖNTŐGÉP	22
2.5. A FRÖCCSÖNTŐSZERSZÁM	22
3. FELÜLETI VIZSGÁLATOK KONFOKÁLIS MIKROSZKÓP SEGÍTSÉGÉVEL	24
3.1. A KÖSZÖRÜLT SZERSZÁMBETÉT	25
3.2. 100 µM MÉLYEN STRUKTÚRÁLT SZERSZÁMBETÉT	27
3.3. A 3. SZÁMÚ PRÓBATEST	28
3.4. A 6. SZÁMÚ PRÓBATEST	31
3.5. A 9. SZÁMÚ PRÓBATEST	33
3.6. KONKLÚZIÓ	35
ÖSSZEFOGLALÁS	37
ÁBRAJEGYZÉK	38
IRODALOMJEGYZÉK	39

Bevezetés

Fröccsöntés során az ömledék sebességprofiljából és a súrlódásból adódóan a termék keresztmetszete tekintetében eltérő orientációt tapasztalhatunk. A gyártási folyamat során a szerszámmal közvetlenül érintkező forró ömledék külső rétege ráfejtődik a szerszám alacsonyabb hőmérsékletű falára, ahol tovább hűl. A szerszámfelület mikro- és makrogeometriája jelentős hatással van a kitöltésre és a hűtés hatékonyságára. Ebből következően az eltérő orientációval rendelkező rétegek aránya módosul. A fenntartható gazdaság alapköve az újrafeldolgozás. Nincs ez másképp a polimer termékek tömeggyártására alkalmazott egyik legelterjedtebb eljárásánál, a fröccsöntésnél sem. Az újrafeldolgozás során azonban az anyagok formaüreg-kitöltő képessége és mechanikai tulajdonságai is változnak. Ezeket az újrafeldolgozott polimereket az iparban szén nanocsövekkel erősítik és alkotnak kompozit anyagpárosítást az originál alapanyag tulajdonságának visszaállítása érdekében. Kutatásunk során az újrahasznosított CNT-vel erősített PP kompozitok mikroszerkezeti tulajdonságait vizsgáljuk. A dolgozatban egy lézerrel felületkezelt speciális fröccsöntő szerszámot alkalmazunk. Ez befolyásolja a kitöltés folyamatát is. A mikrofelületi vizsgálatokat és a formaüreg kitöltésének minőségét konfokális mikroszkópon végezzük.

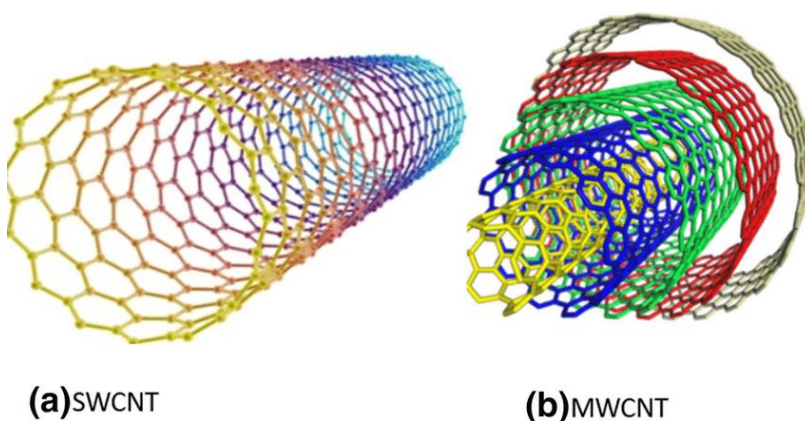
1. Szakirodalom kutatás

1.1. A CNT bemutatása

Az 1980-as évek végétől kezdve komolyabb figyelmet kapott a szén különböző alakulatainak a kutatása. A mesterségesen létrehozott elemi szén módosulatokat fulleréneknek nevezzük, így a CNT is egy fullerén molekulaszervezet, azonban fontos, hogy a fullerénekben csak párosszámban lehetnek jelen a szénatomok. A CNT-ket már korábban is megfigyelték, de a felfedezését 1991-hez és Iijima Sumio japán fizikus nevéhez kötik. Iijima Sumio grafitrudakat ívkisüléssel módszerrel porlasztott, majd ez ebből létrejött lecsapódott korom réteget kezdte el mikroszkóp alatt vizsgálni, amely során felfedezte és megfigyeléseit a Nature című tudományos folyóiratban publikálta. A szén nanocső ezt az elnevezést a felépítése miatt kapta, hiszen ez a különös anyag egy egyatomos grafén réteg, amely hengeres alakban kapcsolódik össze, így létrehozva egy csőalakzatot. Ez az anyag egy kvázi-egydimenziós anyag, hiszen a tér háromsíkjaához viszonyítva a cső tengelyirányában hosszú láncokat alkot, míg a másik két síkban a nanométeres tartományban mérhetők csupán. A hengerek fala jellemzően hatszögletű rendezett gyűrűkből állnak, illetve a hengerek végei általában zártak. A hosszúságuk 2 és 10 mikrométer közötti, míg átmérőjük 5 és 40 nanométer közötti. Kiváló elektromos vezető, illetve mechanikai tulajdonságokkal bír, ezért érdemes a kutatásukra nagy hangsúlyt fektetni. Egyes kutatások szerint a CNT-k elektromos vezető képessége akár négy nagyságrenddel is nagyobb lehet, mint a rézé [1, 2, 4].

A CNT két féle megjelenési formájáról érdemes említést tenni, melyet az 1. ábrán láthatunk:

- egyfalú (SWCNT – Single Wall Carbon Nano Tube)
- többfalú (MWCNT – Multi Wall Carbon Nano Tube)



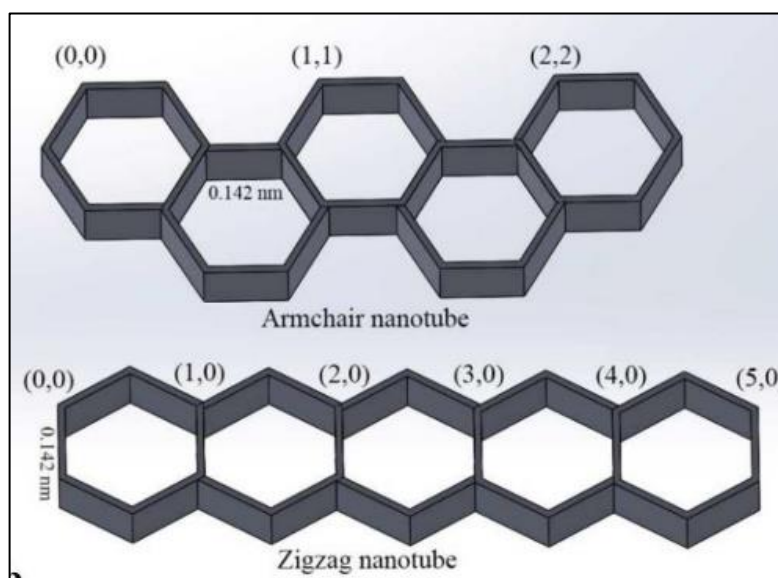
1. ábra. a) Egyfalú CNT, b) Többfalú CNT [3]

A kutatás azt is bizonyítja, hogy a szénatomok egyik legstabilabb formája, amely több tíztől akár több ezer atomot is tartalmazhat. A fullerének és a nanocsövek sok izgalmat keltettek a tudományos életben, különösen a lehetséges jövőbeni alkalmazások tekintetében, de ez idáig kevés ilyen alkalmazás van. A CNT-k új, forradalmi irányokat idézhetnek elő az anyagtudományban. A gyakorlatban egyetlen anyag sem közelíti meg elméleti szilárdságát a hagyományos anyagokban található különböző mikroszkopikus hibák miatt, mint például a diszlokációk vagy a rácshibák. A nanocsövek azonban megoldhatják ezt a problémát, mivel a mikroszkopikus hibák egy adott cső hosszában összeolvadhatnak, és nem terjedhetnek tovább az anyagban például repedés formájában, így elkerülhetők a hagyományos anyagoknál előforduló problémák. A CNT szakítószilárdságára vonatkozó becslések szerint egy 1 méteres rúd az acél szakítószilárdságának akár 50-100-szorosát is elérheti, mindezt az acél tömegének hatod része mellett. Egy ilyen anyag a későbbiekben igen széleskörben felhasználható, többek között az építőiparban, a villamosiparban, a járműiparban, valamint az orvostudományban egyaránt [2, 4].

A CNT-ben található szénatomok attól függően, hogy milyen módon kapcsolódnak egymáshoz különböző mechanikai és elektromos tulajdonságokkal bírhatnak. Jellemzően az egy vagy több falú elrendeződés mellett még az egyes héjakon található szénatomok egymáshoz való kapcsolódásának módjával szokták a CNT-ket jellemezni [4, 6].

A kutatások jelentős része ezzel a két elrendeződéssel foglalkozik, 2. ábra ezt a két elrendeződést mutatja be:

- Cikk-cakk (Zig-zag)
- Karosszék (Armchair)



2. ábra. Karosszék elrendeződés (felül) és Cikk-cakk elrendeződés (alul) [8]

A jelenleg korszerű szimulációs technikák közé tartozik a végelelemes analízis, amit ezeknek az elrendeződéseknek a vizsgálatára is lehet alkalmazni. Rahmani és Antonov tanulmánya ezen szénatom kapcsolatok szimulációjával foglalkozik, melyben megvizsgálják, hogy milyen mechanikai tulajdonságai vannak axiális és torziós kihajlás esetén. A tanulmány konklúziója, hogy például egy polimer kompozit alkatrész tervezésénél amennyiben SWCNT-t alkalmazunk érdemes figyelni az alkatrészeire ható igénybevételeket. Ugyanis a karosszék elrendezésű szénatom láncok ellenállóbbak axiális kihajlással szemben, mint a cikk-cakk elrendezésűek, ellenben torziós kihajlással szemben ez már fordítva igaz [8].

A CNT-k mechanikai tulajdonságai figyelemre méltók, elég csak összehasonlítani az acél mechanikai tulajdonságaival. Az összehasonlítás az 1. táblázatban található.

1. táblázat. CNT és Acél (S235) anyagok tulajdonságai [5]

Tulajdonság	CNT	Acél (S235)
Young modulus	0,42-4,15 TPa [6]	210 GPa
Szakítószilárdság	1 TPa [6]	340 - 510 MPa
Sűrűség	1,3 – 3 g/cm ³ [6]	7,85 g/cm ³

Ez teszi a CNT-t potenciális fém- és polimererősítővé a tulajdonságok javítása érdekében.

1.2. PP/CNT kompozitok

Tabuani, Granelli, Camino és Claes 2007-es tanulmánya a CNT diszperz fázis hatásait vizsgálja PP mátrix tulajdonságaira. A CNT-k képesek megváltoztatni a polimer termikus, fizikai, kémiai tulajdonságait. A tanulmányban olvasható, hogy a CNT-k 11-18 °C-kal képesek növelni a polipropilén mátrix kristályosodási hőmérsékletét [5].

A CNT-k ideális erősítőszálak polimerek esetében, mert nagy a mechanikai szilárdságuk, valamint az elektromos és hővezető képességük. A hagyományos szén- vagy üvegszálakhoz képest a CNT-vel töltött polimer kompozitok könnyebben formázhatók, és az ezekből készült termékek sokkal jobb felületi tulajdonságokkal bírnak még akkor is, ha viszonylag magas tömegszázalékban adagoljuk a polimerhez. A másik nagy előnye, hogy megtartják a polimer mátrix tulajdonságait, mint a rugalmasság vagy a szilárdság, azonban további tulajdonságokkal tudják felruházni, mint a kiemelkedően magas elektromos- és hővezetőképesség. A szén nanocső/polimer kompozitok lehetőségeket nyitnak az új, többfunkciós anyagok széleskörű felhasználására. Azonban az ilyen anyagok előkészítése koránt sem egyszerű. Különös figyelmet kell fordítani például a CNT-k egyenletes

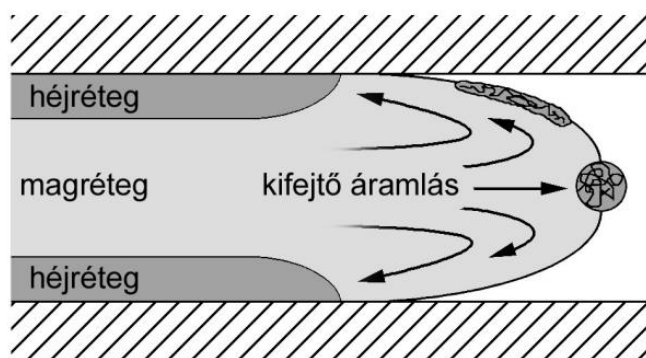
eloszlására, anélkül, hogy a polimer mátrixokban agglomerátumok, tehát anyag összesűrűsödések alakulnának ki. Egy másik kritikus paraméter a megfelelő határfelületi adhézió a CNT és a polimerek között. A PP/CNT kompozitok előállítását por formában kezdődik. Mind a mátrix, mind a diszperz anyagot össze őrlik, majd meghatározott tömegszázalékokban összekeverik őket, amit olvadékká melegítenek és így keverik össze. Jellemzően 3-4 tömegszázalékos CNT tartalommal ellátott kompozitokat vizsgáltak, ami jelentős mennyiségnek mondható, emiatt pedig igen drága kísérletek [5].

Gandhi és társai tanulmányában olvasható a CNT aránya milyen hatással van a PP/CNT kompozitok keménységére. A keménység fontos mechanikai tulajdonság, amely meghatározza a polimer kompozitok alkalmazhatóságát. A PP/CNT kompozit keménysége jelentősen növekszik a CNT arányának növekedésével a PP mátrixban. A CNT-vel töltött PP mátrix kiemelkedő terhelés felvételre képes, amely összességében növeli a keménységet és a kopásállóságot egyaránt [7].

Choi tanulmányából az is kiderül, hogy a PP mátrixban található repedéseket a CNT képes áthidalni, ezzel pedig lassítani a repedés terjedését, tehát adott alkatrésznek képes az éltartamát növelni, a tönkremenetel idejét kitolni [9].

1.3. Mikrostruktúrák kitöltési fázisai

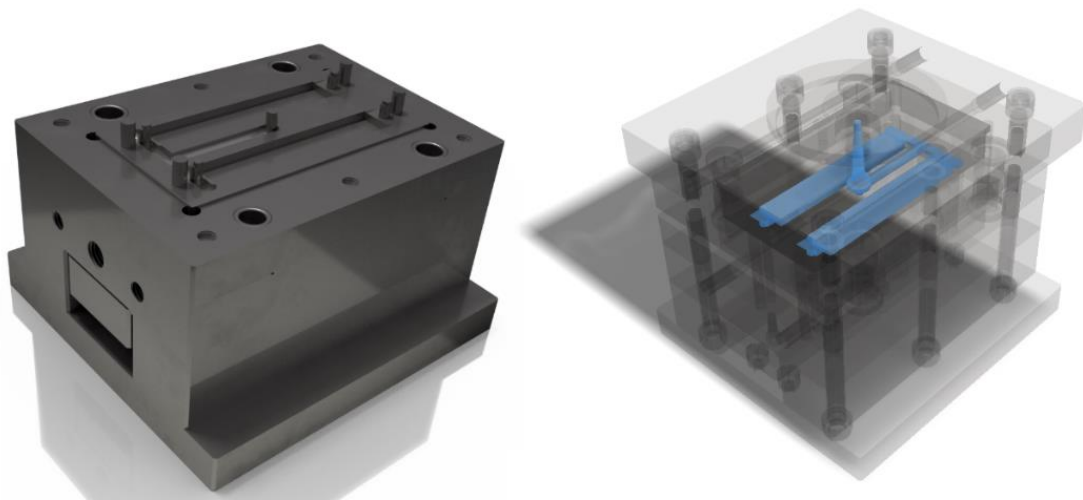
A fröccsöntési technológiának egyfajta sajátossága, hogy a szerszám és az ömledék között fellépő súrlódás következtében az olvadt polimer dugószerű áramlással halad. Ez az áramlási kép a hosszú molekulaláncú polimerek esetében egy fal melletti orientációt okoz, amely az olvadékáram közepe felé csökkenő trendet mutat [11, 12].



3. ábra. Fröccsöntéskor a polimer áramlási képe [10]

1.3.1. Korábbi kutatások a Neumann János Egyetemen

A korábbi kutatások során bebizonyosodott már, hogy a formaadó felület mikrostruktúrája hatással van az ömledék orientációjára, legfőképpen a fal mentén. A kutatás során használt fröccsöntő szerszám két szabványos hajlító próbatest gyártására alkalmas, így azokat később mechanikai vizsgálatoknak lehet alávetni. Ebben a szerszámban egy cserélhető betét fészke van kimunkálva, így különböző felületi mikrostruktúrával ellátott betéteket lehet cserélni a szerszámtestben. A kísérleti szerszám mozgóoldalában vannak a betétek rögzítve, úgy, hogy azokat méretre köszörült rögzítőbetétek, illetve rögzítőcsavarok segítségével a szerszámtesthez fogatják. A szerszámot a 4. ábra szemlélteti. [13]



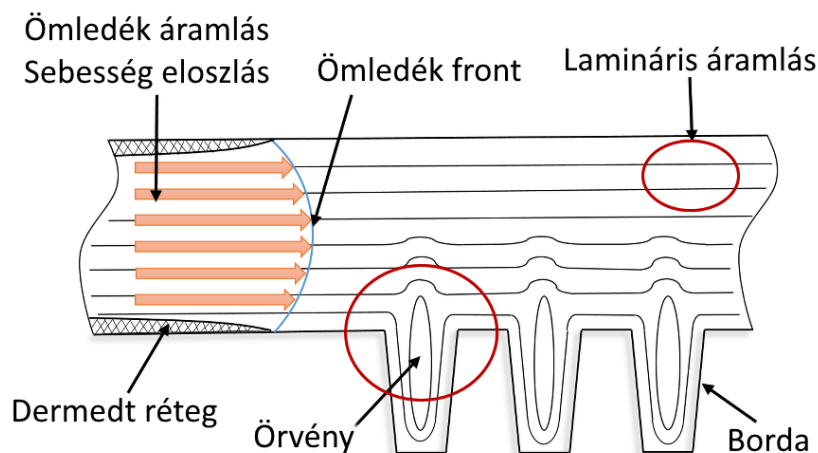
4.ábra. A kísérlet során alkalmazott szerszám 3D modellje [13]

A termékben mindig van bizonyos mértékű molekuláris orientáció, amely a keresztmetszetekben különbözik. Zuev és társai a kutatásukban a többrétegű struktúrák morfológiáját vizsgálta [14].

A pszeudoplasztikus viselkedés miatt az üregfal mellett erősen orientált rétegek alakultak ki, ahol a dugószerű áramlásának köszönhetően nagyobb a nyírási sebesség, míg az olvadékfronton belül kevésbé orientáltak a rétegek. A makromolekulák az áramlási iránnyal párhuzamosan helyezkednek el, mert ha nem így lenne, akkor az olvadékáramnak az eleje és a vége eltérő sebességgel haladna [15, 16, 17].

Porfyrakis K. azonban azt javasolta, hogy a felületi mikrostruktúrák (bordák) miatt nő az anyagáramlás nyomása és a nyírófeszültség. Az fröccsöntött anyag a felületi struktúrák (bordák) területén orientálódik. A formaadó felület megváltoztatása befolyásolja az ömledék áramlási képét, illetve a nagyobb felület miatt a fűtött szerszámon keresztül nagyobb hőmennyiséget tudunk bevinni a rendszerbe, aminek következtében a fal menti dermedés kisebb mértékű. A nyomásnövekedés az áramlási sebesség csökkenését is meghatározza, és

ez idő előtti megszilárdulást okozhat. A bordákról készült sematikus ábra az 5. ábrán látható [18].



5. ábra. A bordák hatása az ömledékre [11]

Moritomi és társai szerint az áramlási sebesség és az üregnyomás változása befolyásolja az áramlás instabilitását. A sebesség gradiens mellett van egy hőmérsékleti gradiens is, amely az áramlási front vastagsága mentén meglehetősen egyenletes. Ez azonban igen gyorsan megváltozik a polimernek a szerszám felületével való első érintkezésekor a hőátadás hatására [19].

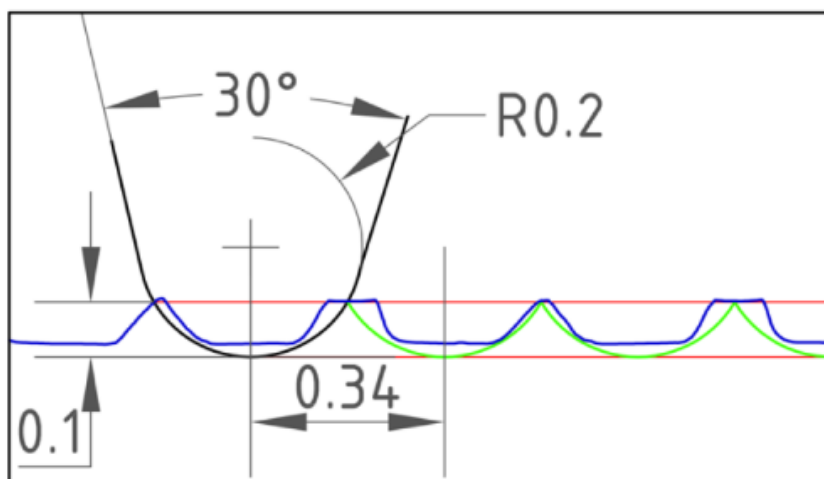
Solomon N. javasolta, hogy ha a gyártástechnológiához nem megfelelő ciklusidőt határoznak meg (különös tekintettel a fröccsöntési sebességre és a hűtési időre), akkor az olvadék rövidebb ideig találkozik a formaadó szerszám falának ugyanazzal a szakaszával, megváltoztatva a hőátadási feltételeket. A termék hűtési ideje befolyásolja a különböző orientációjú rétegek összetételét. A hőmérséklet és a nyírófeszültség szabályozása javíthatja a műanyag termékek minőségét [15].

B. Sha és társai megfigyelték, hogy a szerszám felületi szerkezete megváltoztatja a formaadás folyamatát és a hűtési hatékonyságát. Emiatt megfigyelhető, hogy a különböző molekuláris orientációjú rétegek aránya megváltozik [20].

Belina K. rámutatott a polimerek azon jelenségére, hogy a mechanikai tulajdonságok is változhatnak a molekuláris változtatások hatására. Azonban ahhoz, hogy megértsük a felületi struktúrák hatását az orientációra, először meg kell értenünk a kitöltés folyamatát. Ezek alapján a műanyag termékek mechanikai tulajdonságai nemcsak maguknak az anyagoknak a tulajdonságaitól, hanem a mikroszerkezetétől is függenek. A fröccsöntött alkatrészek replikációs minősége vagy akár mechanikai tulajdonságai javíthatók a folyamatparaméterek optimalizálásával és az anyagáramlás szabályozásával. Ezért egy

optimalizálási megközelítést alkalmaztak a polipropilénből készült fröccsöntött alkatrészek mechanikai tulajdonságainak javítására [16].

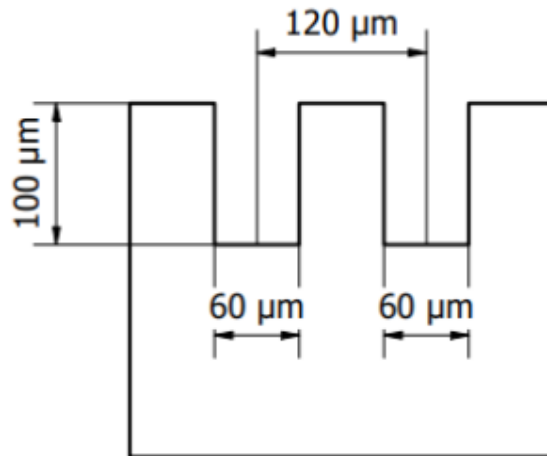
A mikrostruktúrált betéteket első alkalommal forgácsolással készítették el egy vékony gravírozó tű segítségével. A gravírozás azonban nem bizonyult megfelelő technológiának, mivel a gépi idő közel 20 perces volt, továbbá a szerszám megmunkálás közben jelentős kopást szenvedett, ami miatt a pályák egyenletes mérete sem tartható. [18]



6. ábra. A bordák méreteinek változása: zöld a tervezett kontúr, kék a valós kontúr [18]

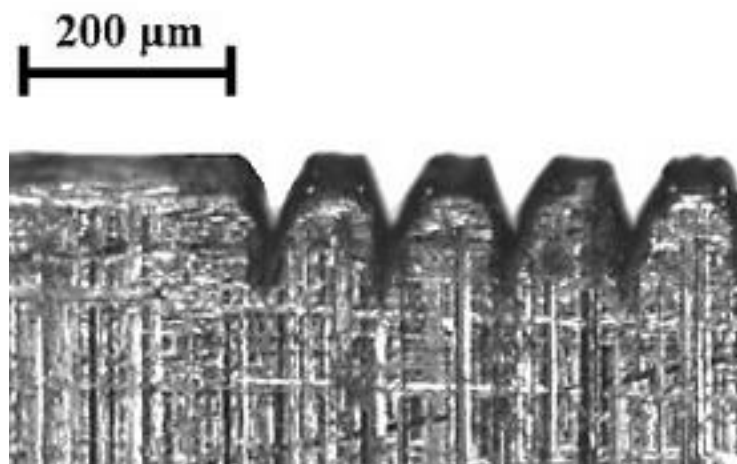
Éppen emiatt a betétek felületi mikrostruktúráját femtoszekundumos lézeres eljárással gyártották, mégpedig az áramlással merőleges, illetve párhuzamos irányban. A lézeres eljárás nagy előnye, hogy az eltávolított anyag mindig azonos mennyiségű, amennyiben a lézer technológiája változatlan. A lézer kis sugármérete miatt mikro tartományú részletek kimunkálására is alkalmas technológia. Továbbá nagy előnye, hogy a technológiának, hogy a kis impulzusok miatt a nagyobb mértékű termikus behatás is elkerülhető, így a gyártott munkadarabok módosított felületei közelében nem változik számottevően az anyagösszetétel. Az alkalmazott lézer berendezés egy Monaco 1035-80-40 típusú ipari femtoszekundumos lézer volt, melynek beállításai nem relevánsak ebben a dolgozatban [11].

A tervezett bordák szélessége 60 μm , egymástól való távolságuk 120 μm , mélységük 100 μm . Fontos megjegyezni, hogy mikrostruktúrának a 200 μm -nél kisebb felületeket értjük. A tervezett bordák méreteit a 7. ábráról olvashatjuk le [21].



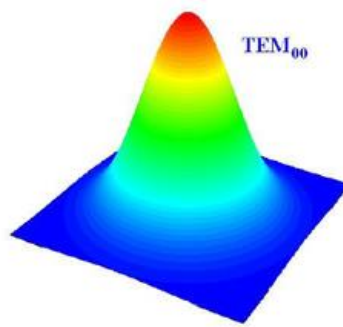
7. ábra. A tervezett betét profil [21]

A femtoszekundomos lézeres eljárásnál fellép egy jelenség, amely a lézer optikai jellemzőiből fakad. A felületi mintázat „V” alakú hornyokkal ellátott lett (8. ábra). Ennek az oka a lézernyaláb intenzitáseloszlása [21].



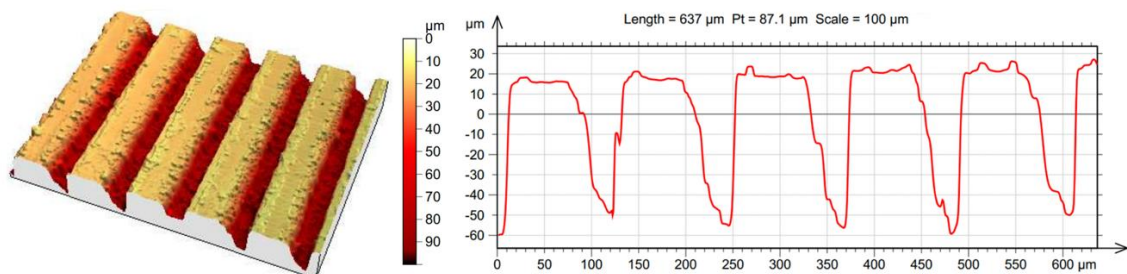
8. ábra. A létrehozott felület mintázata [21]

A legnagyobb intenzitás a nyaláb középső részén van, majd a görbe mentén attól kifelé haladva az folyamatosan csökken, ellenben anyagleválasztást az is végez. Ez egy Gauss eloszlású függvény, a szakirodalom TEM_{00} módusú nyalábként hivatkozik rá (9. ábra). A tervezett mélység kialakításának módja a struktúrák többszöri pásztázása. A fókusz állítás során először a felszínre történt fókuszálás, ami egy 60 μm széles csatornákat alakított ki. A fókuszeltolást követően a csatorna továbbra is állandó 60 μm szélességben készült volna, de a lézernyaláb divergenciája a fókuszhelyzettől pozitív irányban is végzett anyagleválasztást, ami tovább szélesítette a csatornát. A csatornán belüli szóródott sugárzás további anyagot távolíthat el a felülethez közelebbi rétegekből a többszöri pásztázás miatt. [21].



9. ábra. TEM_{00} módusú Gauss eloszlású lézernyaláb [21]

Következő lépésként azt vizsgálták meg, hogy a lézerrel kialakított bordák profilja mennyire alakult a terv szerint. A felületet egy Leica DCM8 3D optikai felületmérő rendszerrel vizsgálták, amely a 10. ábrán látható [11].



10. ábra. Mikroszkópi kép a formaadó felületről [11]

A mikroszkópi eredményekből látszik, hogy a tervezett 100 μm mély bordák helyett átlagosan 87,1 μm mély bordák jöttek létre, illetve a korábban említett Gauss eloszlású nyaláb miatt „V” alakú bemetszések láthatók a felületen [11].

Ezután a fröccsöntött próbatestek kitöltési vizsgálata következett. Arra voltak kíváncsiak a kutatás során, hogy a formaadó felület, illetve a technológia milyen hatással van a kitöltésre, illetve a mechanikai tulajdonságokra [11].

A fröccsöntéshez választott anyag TATREN RM 85 82 CLEAR márka nevű polipropilén volt. Ez az anyag jó folyóképességgel és jó feldolgozási stabilitással rendelkezik, ezért esett erre a választás. Jellemző tulajdonságai a következő oldalon az 2. táblázatban olvashatók [22].

2. táblázat. TATREN RM 85 82 Clear technikai adatlapja szerinti tulajdonság [22]

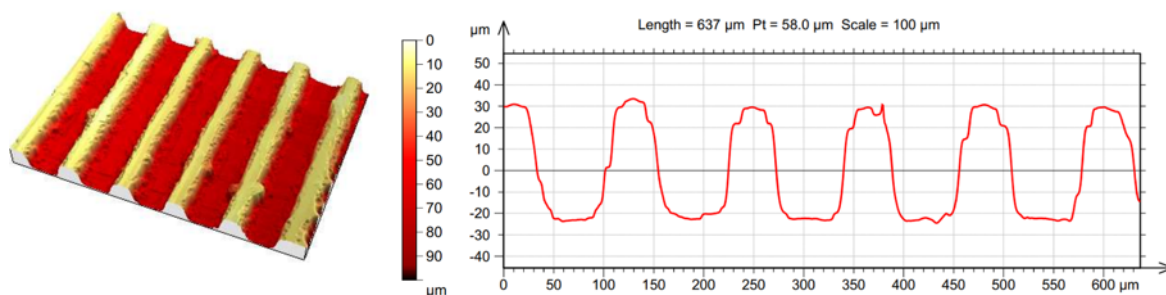
Tulajdonságok		mértékegység
Ajánlott feldolgozási hőmérséklet:		
Olvasási hőmérséklet	190-230	°C
pvT tulajdonságok:		
MFI (folyásindex)	85	g/10 min
Mechanikai tulajdonságok:		
Húzószilárdság	30	MPa
Nyúlás folyáshatárnál	12	%
Rugalmissági modulus	1250	MPa

A kutatás ezután a kísérletterv részleteit taglalja. Mivel optimális paraméterek meghatározása volt a cél, ezért Taguchi kísérlettervet hoztak létre. A cél, hogy a fröccsöntés során a lehető legjobban kitöltse a forma adó üreget. A Taguchi kísérletterv során a folyamatparaméterek, azaz faktorok különböző kombinációinak hatását lehet meghatározni és rangsorolni lehet azokat hatáselemzés segítségével. Ahogy a kutatásban is olvashatjuk, sok esetben a fröccsöntött munkadarabok felülete a esztétikai megjelenésen túl valamilyen funkcióval is bírhat, ha azt a későbbiekben például ragasztani szeretnénk, hiszen a barázdált felület adott síkon nagyobb tapadó felületet eredményez, amely növeli a ragasztott termékek között az adhéziós erőt. A Taguchi kísérletterv során három faktor került meghatározásra, melyek nincsenek egymással kölcsönhatásban [11]:

- A faktor: Fröccssebesség
- B faktor: Utónyomás
- C faktor: Hűtési idő

A kísérletterv során a faktorokat úgynevezett jel-zaj viszonyszámítások segítségével lehet rangsorolni, hogy azok közül melyik van a legnagyobb hatással a formaüreg kitöltésére. A kapott eredmények alapján elmondható, hogy a legnagyobb hatással a fröccssebesség volt, mivel azt a középértékhez viszonyítva 30%-kal csökkentve jelentősen rontotta, míg 30%-kal növelve a legjobb kitöltést adta. A második legnagyobb hatással az utónyomás bírt. 30%-kal csökkentve a középértékhez képest nem okozott számottevő

változást, ellenben 30%-kal növelve szintén jelentős javulást okozott a kitöltést illetően. A hűtési idő nem okozott jelentősebb befolyást a formaüreg kitöltésénél [11].



11. ábra. Fröccsöntött próbatest profilja [11]

Az 3. számú táblázatban látható, hogy a különböző fröccssebességekhez milyen mértékű kitöltést tudtak elérni a kutatás során.

3. táblázat. A mikrostruktúra átlagos magassága a polimer próbatesteken [11]

Fröccssebesség [cm^3/s]	Mikrostruktúra átlagos magassága [μm]
56	37.8
80	45.7
104	54.9

A kísérletterv során gyártott fröccsöntött termékeket ezután mechanikai vizsgálatoknak vetették alá. Készült egy hárompontos hajlítási teszt, valamint egy ütve hajlító teszt [11].

A hárompontos hajlítási teszt konklúziói a következők [11]:

- a kitöltésre a fröccssebesség van a legnagyobb hatással
- az utónyomás, illetve a hűtési idő kevésbé befolyásolja a hajlítószilárdságot
- a fröccssebesség növelése csökkentette a hajlítószilárdságot, ami a terméken belüli magasabb molekula orinetáció miatt van
- a hűtési idő növelési kisebb hatással, de hasonló hatással van a hajlítófeszültség értékeire
- az utónyomás 350 MPa-ról 450 MPa-ra való növelése növeli a hajlítószilárdságot, ami a jobb kitöltés miatt van, ezt egyébként a korábbi replikációs kísérletek során végzett terméktömeg növekedés is megerősíti
- a köszörült, valamint a struktúrált felületű szerszámbetétekkel gyártott termékeket összehasonlítva az utóbbinál mutathatók nagyobb hajlítószilárdsági értékek

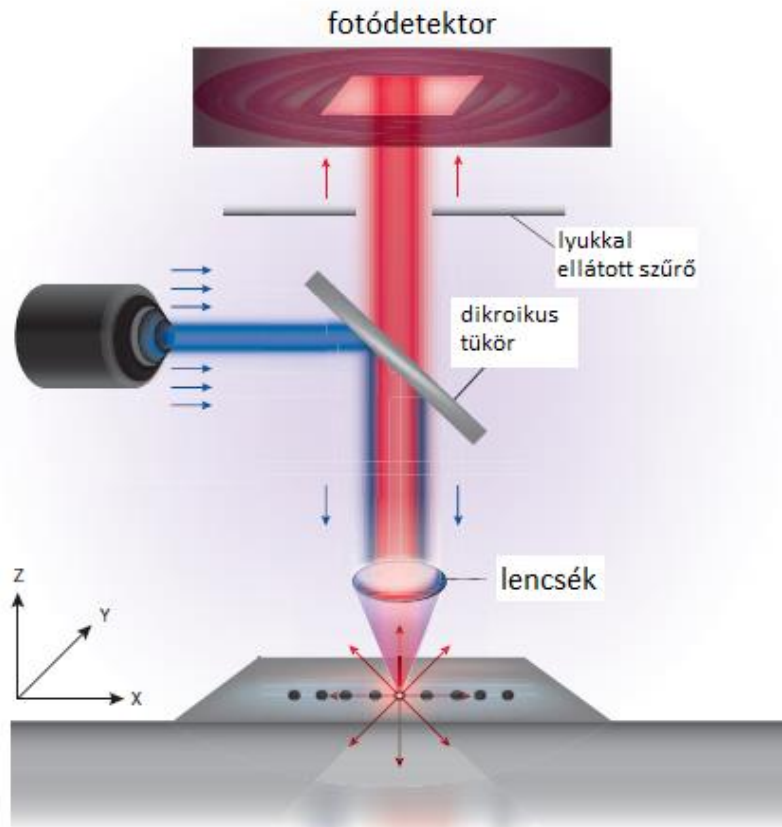
Az üteve hajlítási tesztből levonható következtetések a következők [11]:

- az utónyomás van a legnagyobb hatással az ütőszilárdságra
- a fröccssebesség valamivel kisebb hatással van
- a hűtési idő nem mutat szignifikáns változást

1.4. Konfokális mikroszkóp

A dolgozatban végzett vizsgálatok során a szerszámbetét, valamint a fröccsöntött próbatestek vizsgálata konfokális mikroszkóppal történt.

A konfokális mikroszkópót, Marvin Minsky 1955-ben szabadalmaztatta. Ez a fajta mikroszkóp optikai képalkotással virtuális szeletet vagy síkot készít. Nagyon jó minőségű képek alkotására képes, finom részletekkel és nagyobb kontraszttal, mint a hagyományos mikroszkópok. Ezenkívül a képalkotó technika lehetővé teszi a vizsgált objektum virtuális 3-dimenziós képeinek rekonstrukcióját. A konvencionális mikroszkópos vizsgálatok során az objektum teljes felülete meg van világítva. A legfényesebb rész a fókuszpontban van, de az objektív lencséje, illetve a megvilágítása miatt a minták más részei, háttérbe kerülnek, ahol a képen zaj látható, ezzel rontva a kép minőségét. A hagyományos és konfokális mikroszkópia egyaránt visszavert fényt használ a felület leképezéséhez, azonban a konfokális mikroszkópiában a fénysugarat fókuszálva a mikroszkóp objektíven keresztül egy sokkal kisebb részletét vizsgálja a mintának, akár olyan kicsi részletet, amelynek mérete közelít a fény hullámhosszához – körülbelül 0,5 μm -hez. A hagyományos fény mikroszkópoknál a visszavert fényt direkt módon láthatjuk, míg a konfokális mikroszkópok esetében egy indirekt/vetített fényvisszaverődést láthatunk. Emiatt a jelenség miatt a képek a látómező szélén nem mosódnak el, mivel csak azt az adott felületről visszaverődött fényt engedi át a mikroszkóp objektívje, amelyre szükség van a képfeldolgozásához, tehát bármilyen fény, ami a fókuszszíkon kívüli, azaz szórt fény, azt blokkolja. Optikai értelemben a túlyuk és a fókuszszík egybe esik, így a fókuszpont közös, innen ered a konfokális elnevezés. A túlyuk másik oldalán egy extra érzékeny fénydetektor található. A mintáról készített kép létrehozásához a fókuszponttal gyorsan és folyamatosan pásztázzák X–Y síkban. A pásztázás során keletkezett jeleket egy számítógép összegyűjti és az összes „pontképet” a mintáról egymás mellé csatolja. A fényforrás fénye egy úgynevezett dikroikus tükör segítségével jut el a mintához, mely a hullámhossza miatt teljes egészében a mintára tükröződik. A mintáról visszaverődött fény azonban már más hullámhosszú, amit a tükör nem visszaver, hanem átenged magán. Az átengedett fényt a fotódetektor érzékeli. [23, 24]



12. ábra. A konfokális mikroszkóp elvi felépítése [23]

A konfokális mikroszkóp előnyei a konvencionális mikroszkópokhoz képest [23, 24]:

- Élesebb képminőség
- Részletesebb kép
- Képes dinamikus események lekövetésére (pl. véráramlás vizsgálata)
- 3D képek létrehozására alkalmas

A konfokális mikroszkóp hátrányai a konvencionális mikroszkópokhoz képest [23, 24]:

- Jelentősen drágább
- 200 μm -nél mélyebb mérésre nem alkalmas

Összeségében elmondható, hogy a konfokális mikroszkóp alkalmazása pontosabb és részletesebb képet tud adni, ami a diplomamunkámban folytatott kutatáshoz elengedhetetlen, hiszen a mikrostruktúrák várhatóan 100 μm alattiak lesznek.

2. Próbatetek gyártása

Az alábbi fejezet a fröccsöntött próbatetek gyártási körülményeit részletezi. Bemutatásra kerül az alkalmazott alapanyag kompozit összetevői, azok fizikai- és mechanikai tulajdonságai. Az alkalmazott technológia a feldolgozott szakirodalom analógiájára épít.

2.1. Alapanyag választás – Mátrix

Az alapanyag választás során fontos szempont volt, hogy az iparban is alkalmazott, jó MFI-vel rendelkező anyagot válasszunk, amely a kísérlethez használt formaadó üreget megfelelő módon képes kitölteni. A kiválasztott anyag egy polipropilén, melynek a megnevezése: PP K499. Az alapanyagot a Neumann János Egyetem GAMF Kar, Innovatív Járművek és Anyagok Tanszéke biztosította számomra.

Az alapanyag fizikai tulajdonságai az 5. táblázatban találhatók [25]

5. táblázat. PP K499 fizikai tulajdonságai [25]

	Mérési szabvány	Mértékegység	Érték
Folyásindex (MFR) (230 °C/2,16 kg)	ISO 1133-1	g/10 perc	6,5
Rugalmassági modulus (hajlításból)	ISO 178	MPa	1300
Rugalmassági modulus (húzásból)	ISO 527-1,2	MPa	1200
Húzószilárdság	ISO 527-1,2	MPa	28
Nyúlás folyáshatárnál	ISO 527-1,2	%	6
Izod ütőszilárdság (bemetszett, 23 °C)	ISO 180/A	kJ/m ²	14
Izod ütőszilárdság (bemetszett, -20 °C)	ISO 180/A	kJ/m ²	6
Lehajlási hőmérséklet (HDT) (0,45 MPa)	ISO 75-1,2	°C	107
Rockwell keménység	ISO 2039/2	R skála	83
Ajánlott feldolgozási hőmérséklet	-	°C	190-240

2.2. Alapanyagválasztás – Diszperz fázis

Mivel a vizsgált próbatetek egy másik kutatáshoz is felhasználásra kerültek, így nem csupán sima PP polimert vizsgáltam, hanem úgynevezett CNT-vel erősített polipropilént vizsgáltam. Ennek a diszperz fázisnak a mátrixba való eldolgozása a módja, hogy granulátum formából a két anyag együtt kerül extrudálásra, majd ledarálásra. Ezt összesen öt alkalommal ismételtük meg, így elmondható, hogy egy ötször újra feldolgozott anyaggal folytattuk a vizsgálatokat. A cél az volt, hogy a CNT a mátrixban 0,5% tömegszázalékban

jelenjen meg. Ez nem mondható magas értéknek. Egyes alkalmazások során akár 20% tömegszázalékos „ötvözt” is alkalmaznak, azonban a CNT kereskedelmi ára miatt ez nem mondható gazdaságosnak. A CNT 0,5%-os, azonban ötször újra feldolgozott polimerben a CNT homogénebb eloszlást eredményez, mint egyszeri ötvöztés esetén. Az alkalmazott anyag kereskedelmi megnevezése: *PLASTICYL PP2001 mesterkeverék*.

Az alkalmazott tiszta PP/CNT mesterkeverék tulajdonságai az 6. táblázatban találhatók [26].

6. táblázat. Tiszta PLASTICYL PP2001 mesterkeverék tulajdonságai [26]

Tulajdonság	Mérési szabvány	Mértékegység	Érték
CNT tartalom	-	Tömeg%	20,0 ± 1,0
Valós sűrűség	ISO 1183	g/l	872
MFI	ISO 1133-1	g/10 perc	Nem mérhető
Olvadáspont	ISO 11357-1,-3	°C	165
CNT típusa	-	-	MWCNT (NC7000)
CNT elrendeződés	-	-	Cikk-cakk

A gyakorlatban ezt az anyagot tisztán nem érdemes alkalmazni, mivel az ára igencsak magas, emiatt érdemes belekeverni más PP mátrixba. Hígítás esetén a tulajdonságai az 7. táblázat szerint módosul [26].

7. táblázat. A PLASTICYL PP2001 tulajdonságváltozása hígítást követően [26]

Tulajdonság	Mérési szabvány	Mértékegység	Tiszta PP	1 tömeg% CNT	2 tömeg% CNT	3,2 tömeg% CNT	5 tömeg% CNT
Térfogati ellenállás	ASMT D4496	Ohm/cm ³	1,10 ¹³	3,10 ⁹	4,10 ⁶	2,10 ²	1,10 ¹
Felületi ellenállás	IEC 167	Ohm/cm ²	1,10 ¹⁵	1,10 ¹¹	6,10 ¹⁰	1,10 ⁸	4,10 ⁴
Young modulus	ISO 527- 1,2	MPa	1280	1625	1728	1795	1954
Szakító-szilárdság	ISO 527-1,2	MPa	28,2	33,2	35,5	36,8	38,2
Szakadási nyúlás	ISO 527-1,2	%	520	436	154	64	16
Ütve hajlító szilárdság	ISO 180	kJ/m ²	2,4	3,0	3,2	3,0	2,4
MFI	ISO 1133:1997	g/10 perc	12,0	9,8	5,6	3,2	1,1

A táblázat alapján látható, hogy a CNT tömegszázalék növekedésével csökken az anyag elektromos ellenállása, nő a Young modulus, valamint a szilárdság, csökken a nyúlás és az MFI érték.

2.3. Technológia

A próbatestek gyártása során a korábbi kutatások folyamán optimalizált paraméterek alapján határoztuk meg a fröccsöntési technológiát. Egyetlen változót választottunk ki, ami az egész vizsgálat célja is egyben. Ez a változó az ömledék-hőmérséklet. A vizsgálat célja pedig, hogy a szerszámvetét kitöltését milyen mértékben befolyásolja ez a paraméter.

A fenntartható műanyagipar az újrafeldolgozás technológiáját szükségszerűen kell, hogy alkalmazza. Az újrafeldolgozás során azonban az anyagok formaüreg-kitöltő képessége és mechanikai tulajdonságai is változnak. Ezeket az újrafeldolgozott polimereket az iparban szén nanocsövekkel erősítik és alkotnak kompozit anyagpárosítást az originál alapanyag tulajdonságának visszaállítása érdekében. Kutatásunk során az újrahasznosított CNT-vel erősített PP kompozitok mikroszerkezeti tulajdonságait vizsgáljuk. A CNT tömegszázalék növekedésével csökken az MFI érték. Ebből az következhet, hogy az originál alapanyaggal azonos technológia mellett a kitöltés minősége romlik CNT alkalmazása esetén. A kitöltés növelése a szakirodalmak alapján az utónyomás növelésével, a fröccssebesség növelésével és az ömledék-hőmérséklet növelésével fokozható. Míg az első kettő az ajánlott technológia maximuma mellett kerül alkalmazásra, az ömledék-hőmérsékletnél rögzített hőtartomány (az anyag adatlapja hőmérséklet-tartományt ad meg nem egzakt hőmérséklet értéket) vizsgálata a kitöltést növelheti.

Ez alapján a technológiát a 8. táblázat szerint határoztuk meg.

8. táblázat. A kísérlettervhez alkalmazott technológia, a változó paraméter dőlt betűkkel szedve

Fröccssebesség	Szerszám hőmérséklet	Szerszámzárási erő	Utónyomáson tartás ideje	Hűtési idő	Utónyomás	Ömledék-hőmérséklet
90 cm ³ /s	40 °C	500 kN	30 s	40 s	80 MPa	190-210-230 °C

A próbatestek számozása azért nem egymást követő számokból állnak, mivel ezek a próbatestek egy másik kutatáshoz is fel lettek használva. A próbatestek számozása az 9. táblázatban található.

9. táblázat. A próbatestek számozása

Sorszám	Ömledék hőmérséklete [°C]
3.	190
6.	210
9.	230

2.4. A fröccsöntőgép

A kísérlettervhez gyártott alkatrészek a Neumann János Egyetem Innovatív Anyagok és Járművek Tanszékén található *Wittmann Battenfeld EcoPower 55* típusú géppel készültek.

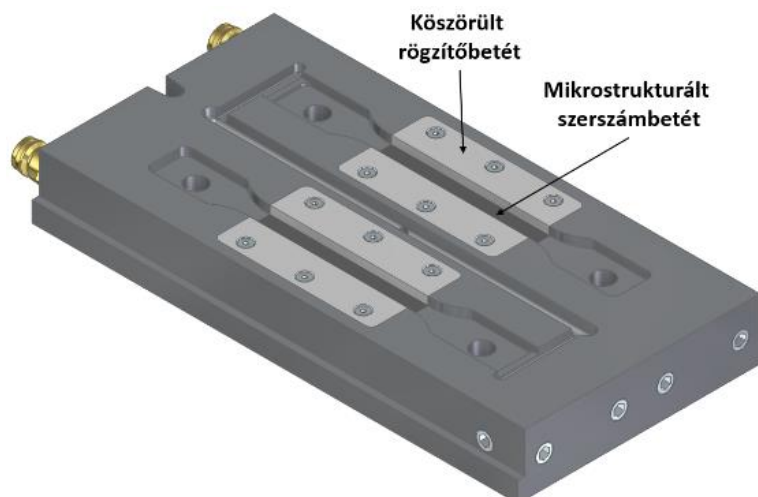


13. ábra. Wittmann Battenfeld EcoPower 55 fröccsöntőgép [27]

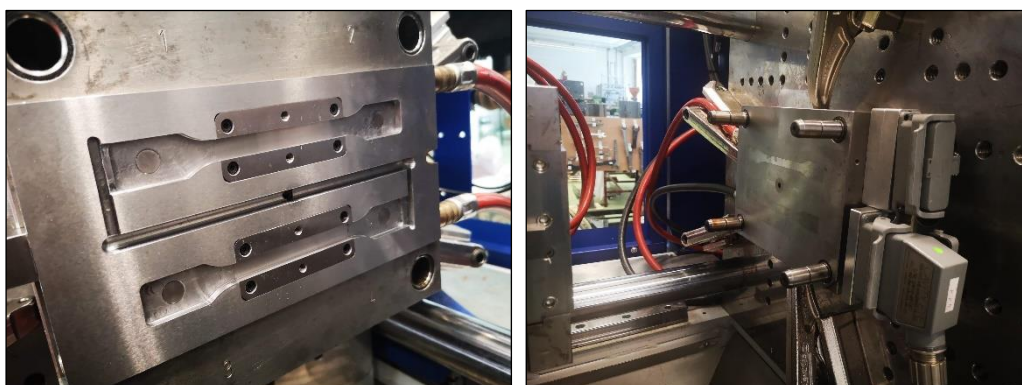
A gép felépítését tekintve két nagyobb egységre bontható: a fröccsegységre és a szerszámozó egységre. A gyártó vezetőoszlopok segítségével biztosítja a gép stabilitását. A záróegység egy álló és egy mozgó lappal van ellátva, melyekre a fröccsöntő szerszámot lehet csatlakoztatni. A másik fő része a gépnek a fröccsegység, amely az alapanyagot hozza fröccsönthető állapotban granulátumból, lényegében egy extruderről van szó. Amikor a szerszám összezár, a fröccsegység is mozdul rá a szerszámra. Itt erős jól tömített csatlakozásra van szükség, hogy az ömledék nyomás kitudjon alakulni.

2.5. A fröccsöntőszerszám

Az alkalmazott fröccsöntő szerszám a korábbi 1.3.1 fejezetben található irodalmi forrásokban említett kutatások során alkalmazott szerszám tovább fejlesztett verziója. A fröccsöntő szerszám terméke 2 db szabványos szakító próbatest. A szerszámban található két hőmérséklet szenzor, amely közvetlenül képes mérni az olvadék állapotú polimer hőmérsékletét az elosztó csatorna és a formaüreg határán, így nagyon pontosan, jól szabályozható az ömledék hőmérséklete a formaüreg kitöltésének pillanatában. Ezt a szerszámot az 14. ábra és az 15., míg a gyártott próbatesteket a 16. ábra szemlélteti.



14. ábra. A fröccsöntő szerszám CAD modellje [21]



15. ábra. A gépre szerelt szerszám



16. ábra. A gyártott próbatetek közül néhány

3. Felületi vizsgálatok konfokális mikroszkóp segítségével

A mikroszkópi képek egy Olympus OLS5000-SMF konfokális mikroszkóppal készültek. Az mikroszkópi képek feldolgozása a Gwyddion nevű ingyenes szoftverrel történt. Ennek a fejezetnek a célja megvizsgálni azt, hogy a kísérletterv során különböző paraméterekkel gyártott próbatestek milyen mértékben tudták kitölteni a formaüreget. A kitöltést minden esetben a szerszámbetét ötödik mélyedésén és a próbatestek ötödik bordáján vizsgáltuk, mivel így sokkal mérvadóbb az egymáshoz képesti összehasonlítás, illetve az ötödik borda a kitöltés befejezési időpontjában még nagyobb hőmérsékletű, mint a szerszámbetét másik végén, a betöltéstől messzebb lévő polimer. A konfokális mikroszkóp paraméterei az 10. táblázatban láthatók.

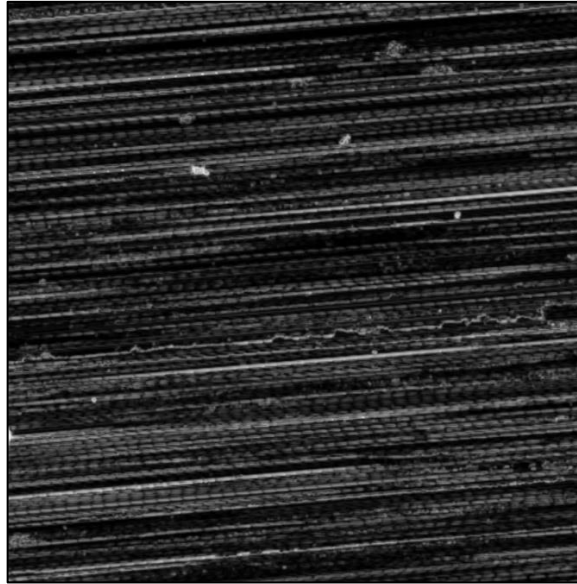
10. táblázat. Az Olympus OLS5000-SMF típusú mikroszkóp paraméterei [28]

Paraméter		Érték	Mértékegység
Teljes nagyítás		54X-17.280X	-
Látómező		16 μm – 5.120 μm	μm
Fényfogadó elem		CMOS színes kamera	-
Magasság mérés (Z)	Felbontás	0,5	nm
	Ismételhetőségi képesség	0,012 – 0,45	μm (nagyítástól függően)
	Pontosság	0,15+L/100	μm (L: Mérési hossz [μm])
	Mérési zaj	1	nm
Munkaterület mérés (XY)	Felbontás	1	nm
	Ismételhetőségi képesség	1	nm
	Pontosság	0,02 – 0,4	μm (nagyítástól függően)
Mérési pontok maximális száma egyetlen mérésben		4096x4096	pixel
Mérési pontok maximális száma		36	Megapixel
XY munkaterület		100 x 100	mm
Maximális minta magasság		40	mm
Lézer fényforrás adatai	Hullámhossz	405	nm
	Maximális teljesítmény	0,95	mW
	Osztály	Class 2	-
Tömeg		32	kg

3.1. A köszörült szerszámbetét

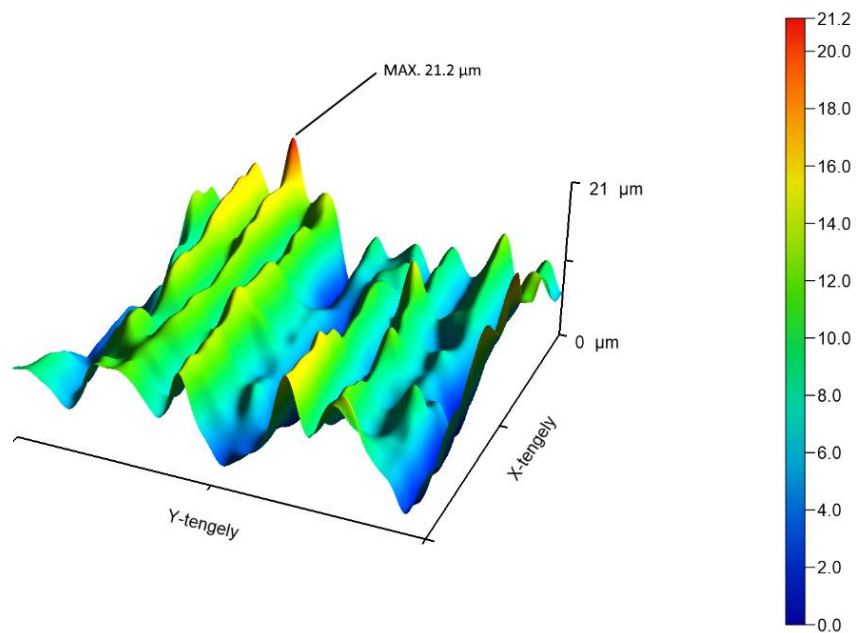
A köszörült felületű szerszámbetétet síkköszörű segítségével készítették el. Általánosságban elmondható, hogy köszörüléssel IT5-IT8 méretpontosság között lehet gyártani, az elérhető érdesség Ra 0,16-1,25 között alakul [29].

Az 17. ábrán a köszörült szerszámbetét 2D mikroszkópi képe látható.



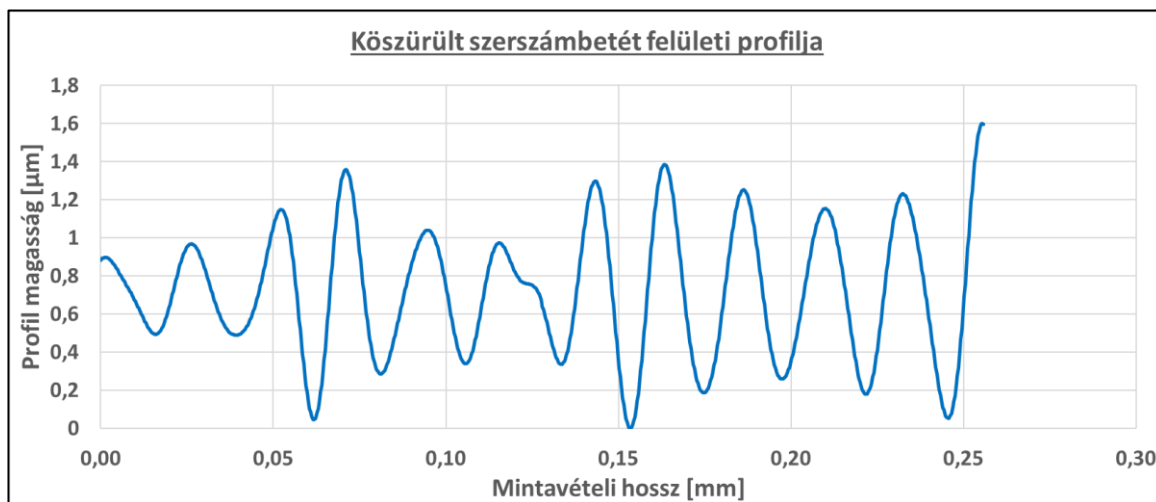
17. ábra. A köszörült szerszámbetét 2D mikroszkópi képe

A 2D képen látható, hogy a felületre került némi szennyeződés, illetve becsillanás a felvétel pillanatában ezért a szükséges szűréseket, maszkolásokat érdemes elvégezni, mielőtt vizsgálnánk a felületet. A felületen Gauss szűrést alkalmaztam, illetve kimaszkoltam a szennyeződéseket. A 18. ábrán látható a köszörült szerszámbetét 3D mikroszkópi képe, amin látható egy magas csúcs. Ez a magas csúcs a 2D mikroszkópi kép bal alsó sarkában láthatjuk. Ezt a csúcsot sajnos a maszkolás során nem vette figyelembe a szoftver, így a $21,2\text{ }\mu\text{m}$ magas csúcs csak a 3D mikroszkópi képen látható. A szoftveres érdesség mérés során a 2D mikroszkópi kép középső szegmenségben mértem.



18. ábra. A köszörült szerszámbetét felületének 3D mikroszkópi képe

A köszörült szerszámbetét felületi profilja az 19. ábrán látható. A függőleges tengelyen a profil magasság, a vízszintes tengelyen a mintavételi hossz található.



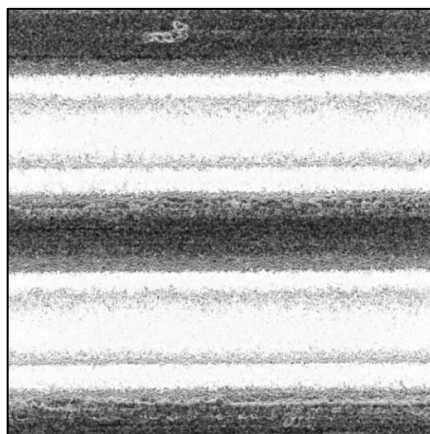
19. ábra. A köszörült szerszámbetét érdességi görbéje

A felületén szoftveresen mért Rz érdességi érték:

$$R_{zk} = 1,867 \mu m$$

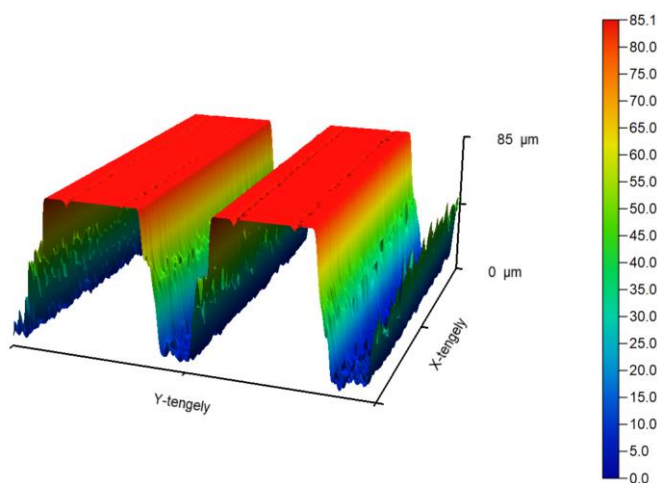
3.2. 100 μm mélyen struktúrált szerszámbetét

A 100 μm mélyen struktúrált szerszámbetét felületén elméletben 100 μm mélységű bordák találhatók, azonban az 1.3.1-es pontban bemutatott tanulmány során csupán 87,1 μm mélynek mérték. Erről jelen esetben egy másfajta mérési módszerről is meggyőződhetünk. Ezekről a felületi struktúrákról készült 2D kép a 20. ábrán látható



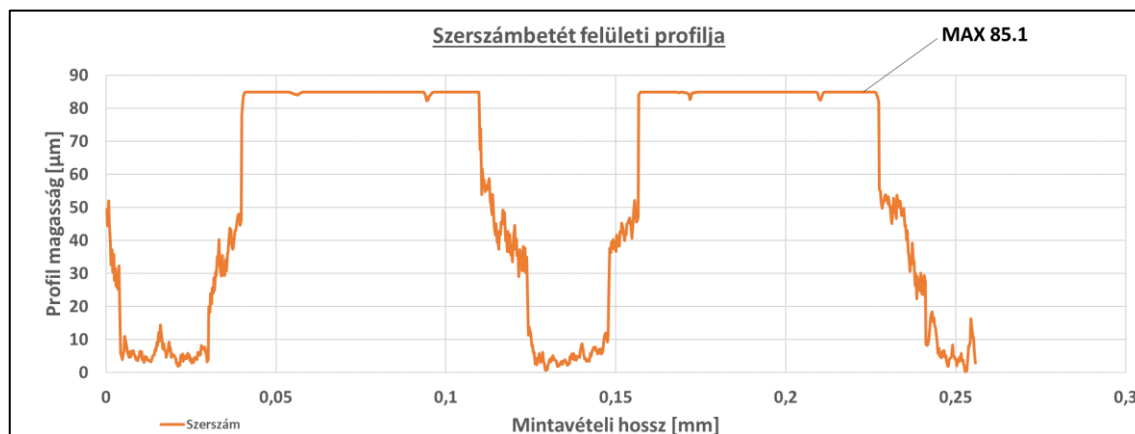
20. ábra. A 100 μm -es szerszámbetét 2D mikroszkópi képe

A 2D képen látható, hogy igencsak zajos, valamint a felső részén a képnek egy szennyeződés látható, amit maszkolni kell, hiszen az módosít a mérésen. A maszkolás után egy Gauss szűrés elegendő volt, mivel a nyers képen kiválóan láthatók a határvonalak, valamint a szűrő a zajokat is elfogadható mértékűre csökkentette. Az így generált 3D mikroszkópi kép a 21. ábrán látható. A 3D ábrán látható skála alapján a szerszámbetét az elméleti 100 μm mélységű bordáival szemben a valóságban csupán 85.1 μm mélységű bordákat sikerült készíteni a femtoszekundumos lézer segítségével. Ez a korábbi kutatásokhoz mérten egy jó vissza csatolás, mivel körülbelül 2 μm különbséget mutat a két mérési módszer, ami a mérési módszerek különbözőségéből és pontosságából is fakadhat.



21. ábra. A 100 μm -es szerszámbetét 3D mikroszkópi képe félig szűrt kép alapján.

A felület érdessége szempontjából jelen esetben az egyenetlenség magasság (R_z) meghatározása a mérvadó, tehát a mért hosszon belül az öt legmagasabb, illetve öt legalacsonyabb pont távolságának összegét osztjuk öttel. A mért felületi profil az 22. ábrán látható. A felület szoftveres letapogatásához a lehető legfinomabb beállításokat választottam. A függőleges tengelyen a profil magasság, a vízszintes tengelyen a mintavételi hossz található.



22. ábra. A 100 µm-es szerszámbetét felületi profilja

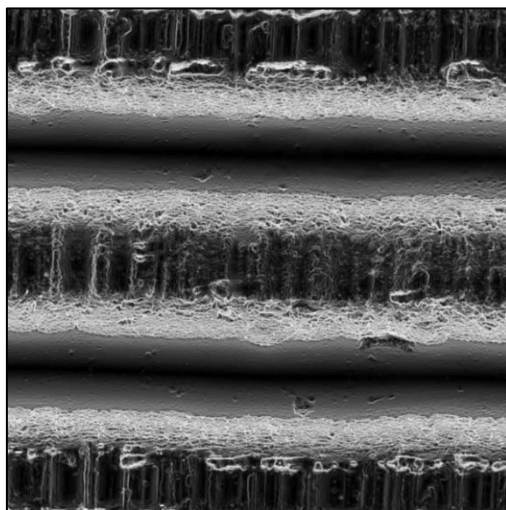
A struktúrált szerszámbetét felületén szoftveresen mért R_z érdességi érték:

$$R_{z100} = 82,38 \mu\text{m}$$

A kapott profil magasság, illetve érdességi érték alapján megállapítható, hogy közel azonos a korábbi kutatások során mért értékekkel. Ez alapján kijelenthető, hogy a konfokális mikroszkóppal pontosan lehet mérni, valamint a szerszámbetét nem kopott jelentős mértékben a korábbi kutatások óta.

3.3. A 3. számú próbatest

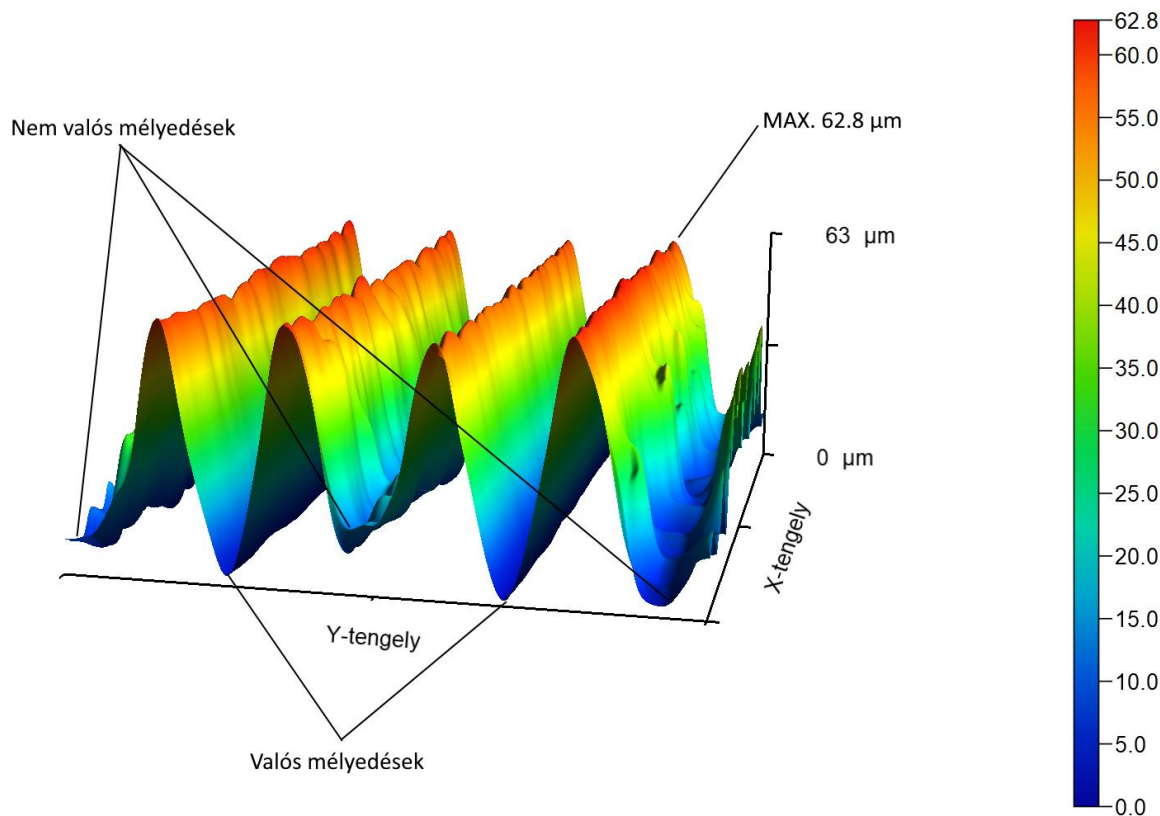
A 3. számú próbatest 2D mikroszkópi képe az 23. ábrán látható.



23. ábra. A 3. számú próbatest 2D mikroszkópi képe

A 3. számú próbatest 190 °C-os ömledék hőmérséklettel és 80 MPa-os utónyomással lett legyártva. A mikroszkópi felvételén látható a polimer külső rétegén a struktúrált formaadó felület leképeződése. A mélyebb, egyenesebbnek látszó részekben való leképeződés a szerszámbetét alsóbb, mélyebb részei. Ezen a mélységi felületelemen nem képződött le az ömledék, a kitöltés magas utónyomás mellett sem tudja elérni a struktúrált szerszámbetét legmélyebb pontjait. A kevésbé egyenes, zavarosabb felület a szerszámbetét magasabb, felső rétegeinek a leképeződése. Ezeken a felületeken egyértelműen látható az 3.1-es pontban az 17. ábrán látható köszörült felület visszatükröződése, mivel a 100 μm szerszámbetét felülete is köszörült. A szoftver a mikroszkópi képen látható fekete és fehér színekből, tónusokból állítja elő a 3D képeket. Emiatt a magasabb, fehérebb rétegek között található „zavaros” sötétebb felület, ami valójában a szerszámbetét köszörült, magasabb felületének a leképeződése mélységként jelenik meg. Ez számunkra nem releváns, mivel mi a kitöltési mélységekre vagyunk kíváncsiak.

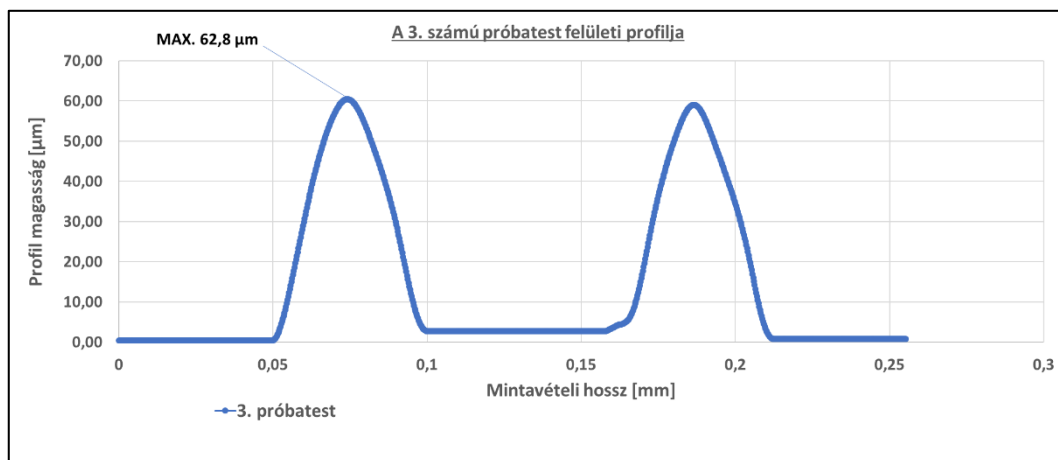
Az alábbi 24. ábrán a 3. számú próbatest 3D mikroszkópi képe látható.



24. ábra. A 3. számú próbatest 3D mikroszkópi képe

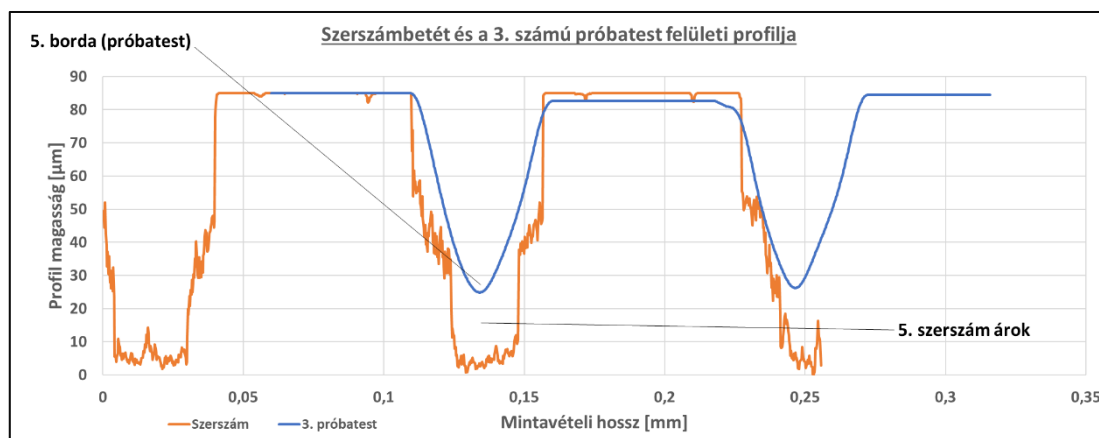
A 3. számú próbatest felületi profilja az 25. ábrán látható. Az ábráról leolvasható, hogy a próbatest 62,8 μm mélységű struktúrát vett fel a fröccsöntés folyamán, ami azt jelenti, hogy a formaadó felülethez képest 73,8%-os kitöltést sikerült elérni ezekkel a paraméterekkel.

A 24. ábrán a 3D a profilnak vannak nem valós részei is, ezen felületek által létrehozott görbéken a lokális maximum pontokat egy egyenes vonallal közelítettem, mivel számunka a profil magassága a mérvadó.



25. ábra. A 3. számú próbatest felületi profilja

Az 26. ábrán látható a szerszámbetét és a 3. számú próbatest profiljának összehasonlítása.

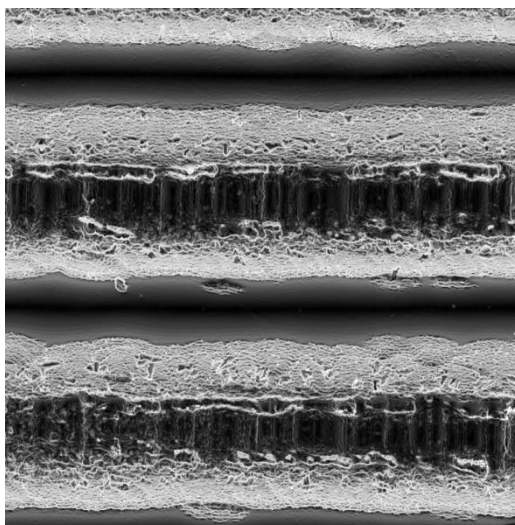


26. ábra. A szerszámbetét és a 3. számú próbatest profilja

A 3. próbatest profiljának az 26. ábra felső részén található vonalai belelőgnak a szerszámbetét profilvonalába. Ennek az oka az, hogy a fröccsöntés során ahogy a szerszámban kihül az anyag, az képes zsugordoni. A létrehozott egyenes vonalak a lokális maximumokon fekszenek. A balszélső egyenes vonalat illesztettem

3.4. A 6. számú próbatest

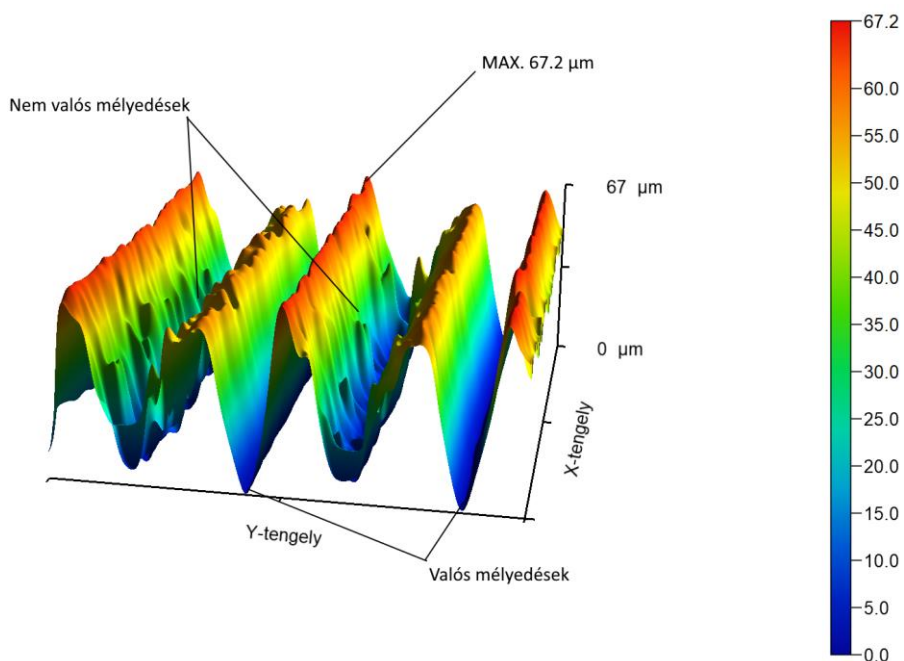
A 6. számú próbatest 2D mikroszkópi képe az 27. ábrán látható.



27. ábra. A 6. számú próbatest 2D mikroszkópi képe

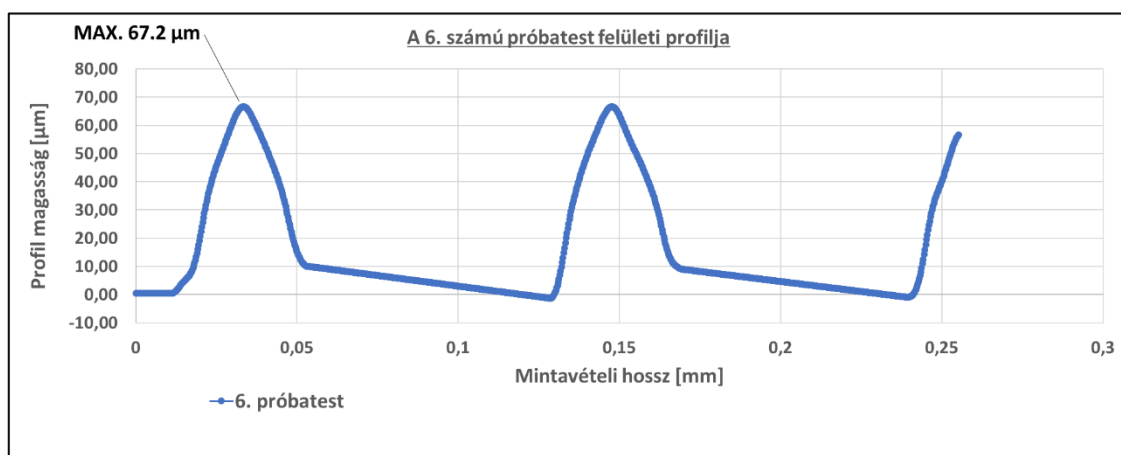
A 6. számú próbatest 210 °C-os ömledék hőmérséklettel és 80 MPa-os utónyomással készült. Ezen a mikroszkópi képen is látható a polimer külső rétegén a struktúrált formaadó felület leképeződése. A mélyebb egyenesebb felületen nem képződött le semmilyen felület, mivel a kitöltés ebben az esetben sem tudja elérni a struktúrált szerszámbetét legmélyebb pontjait. A kevésbé egyenes, zavarosabb felület a szerszámbetét magasabb, felső rétegeinek a leképeződése látszódik ezen a próbatesten is, egyértelműen látható az 3.1-es pontban 17. ábrán látható felület visszatükröződése.

Az alábbi 28. ábrán a 6. számú próbatest 3D mikroszkópi képe látható.



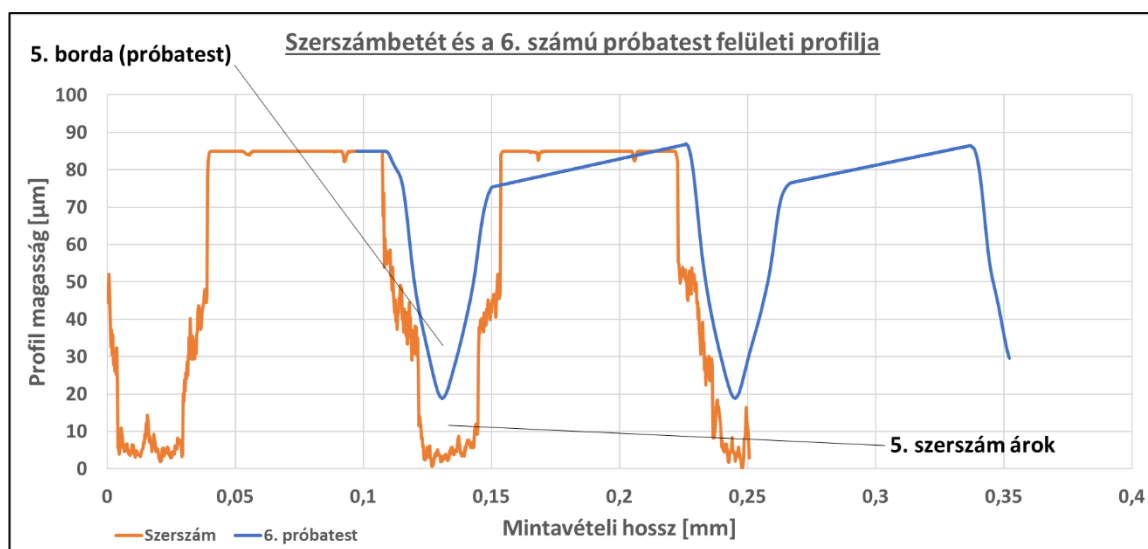
28. ábra. A 6. számú próbatest 3D mikroszkópi képe

A 6. számú próbatest felületi profilja az 29. ábrán látható. Az ábráról leolvasható, hogy a próbatest 67,2 μm mélységű struktúrát vett fel a fröccsöntés folyamán, ami azt jelenti, hogy a formaadó felülethez képest 78,97%-os kitöltést sikerült elérni ezekkel a paraméterekkel. Ennél a felületi profilnál is egyenes vonalakkal kötöttem össze a lokális maximumokat, azonban itt ferde vonalat eredményezett a maximum pontok összekötése. Ennek oka, hogy a felületre enyhén ferdén látott rá a konfokális mikroszkóp. Ez egyébként látszik az 27. ábrán is, hogy a bordák oldal felületei a kép alsó szélé felől világosabbak, míg a felső része felőliek sötétebbek.



29. ábra. A 6. számú próbatest felületi profilja

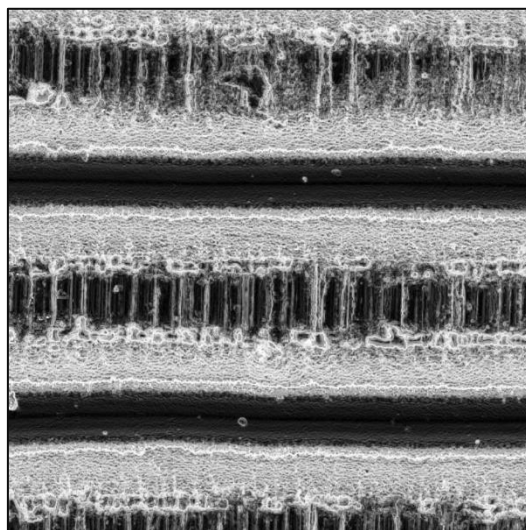
Az 30. ábrán látható a szerszámbetét és a 6. számú próbatest profiljának összehasonlítása.



30. ábra. A szerszámbetét és a 6. számú próbatest profilja

3.5. A 9. számú próbatest

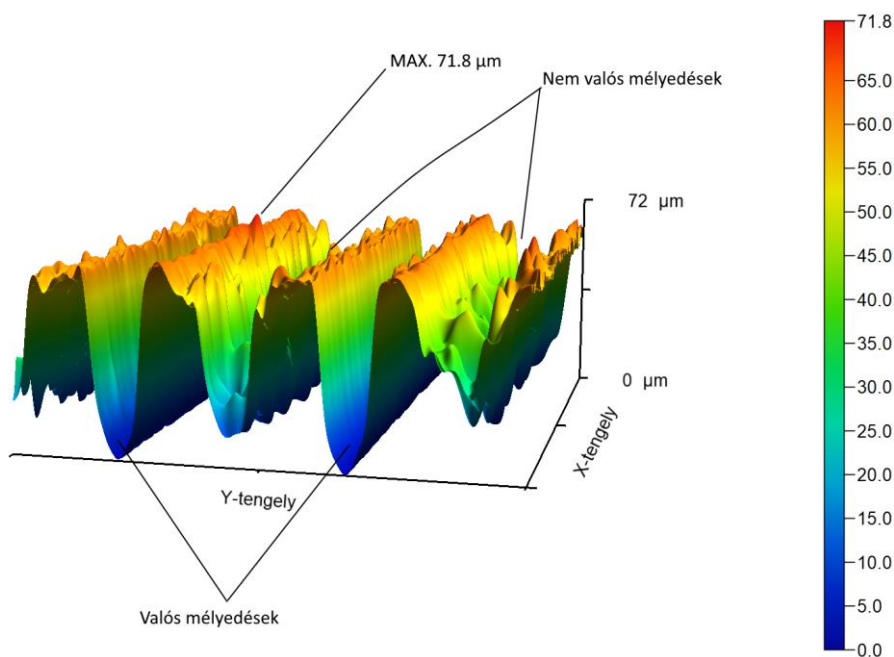
A 9. számú próbatest 2D mikroszkópi képe az 31. ábrán látható.



31. ábra. A 9. számú próbatest 2D mikroszkópi képe

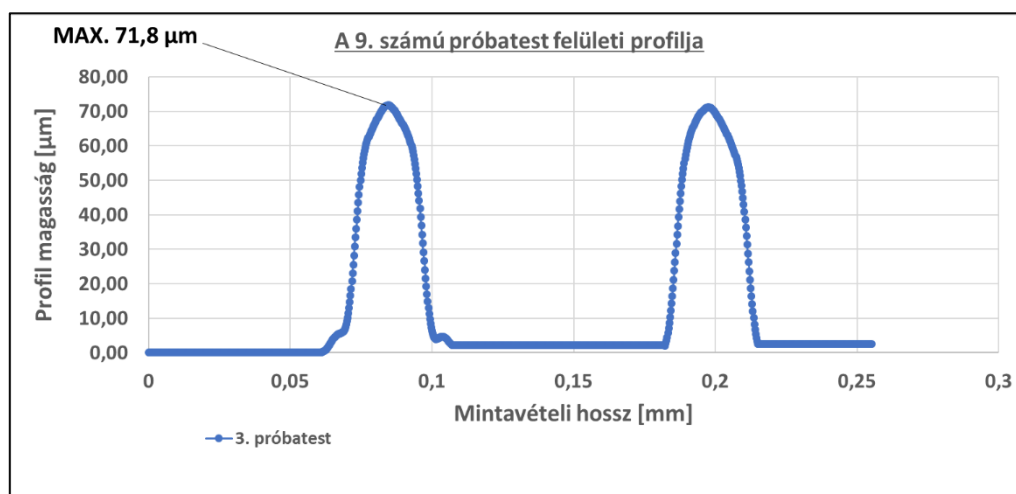
A 9. számú próbatest 230 °C-os ömledék hőmérséklettel és 80 MPa-os utónyomással készült. Ezekkel a paraméterekkel gyártott próbatestnél volt a legnagyobb elvárás a kitöltést illetően, hiszen a polimerek esetében, ha nő a hőmérséklet akkor viszkozitásuk csökken, így logikus, hogy a melegebb ömledék könnyebben tudja kitölteni a rendelkezésre álló teret. Továbbá az 31. ábrán látható, ahogy a szerszámbetét ferde felülete sokkal nagyobb mértékben jelenik meg, mint 3. és a 6. próbatest esetében, ami mélyebb kitöltést enged feltételezni.

Az alábbi 32. ábrán a 9. számú próbatest 3D mikroszkópi képe látható.



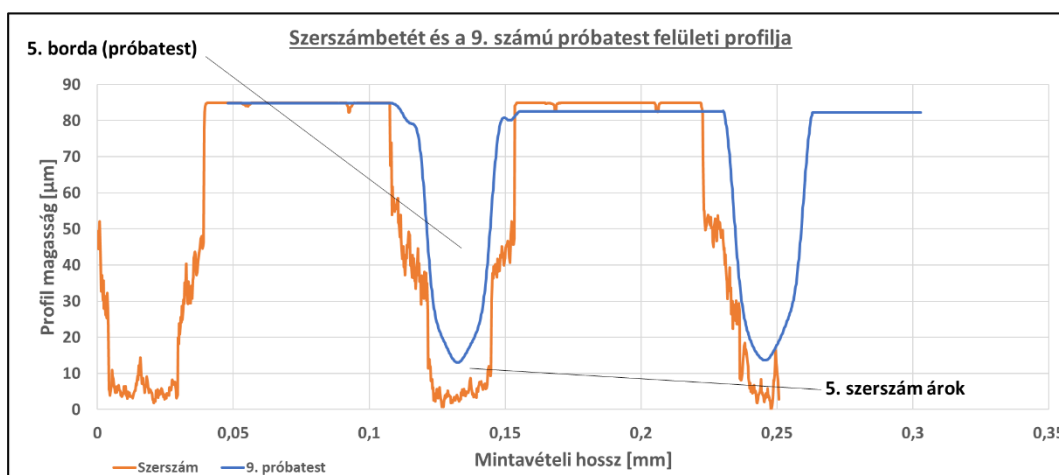
32. ábra. A 9. számú próbatest 3D mikroszkópi képe

A 9. számú próbatest felületi profilja az 33. ábrán látható. Az ábráról leolvasható, hogy a próbatest 71,8 μm mélységű struktúrát vett fel a fröccsöntés folyamán, ami azt jelenti, hogy a formaadó felülethez képest 84,37%-os kitöltést sikerült elérni ezekkel a paraméterekkel.



33. ábra. A 9. számú próbatest felületi profilja

Az 34. ábrán látható a szerszámbetét és a 9. számú próbatest profiljának összehasonlítása.



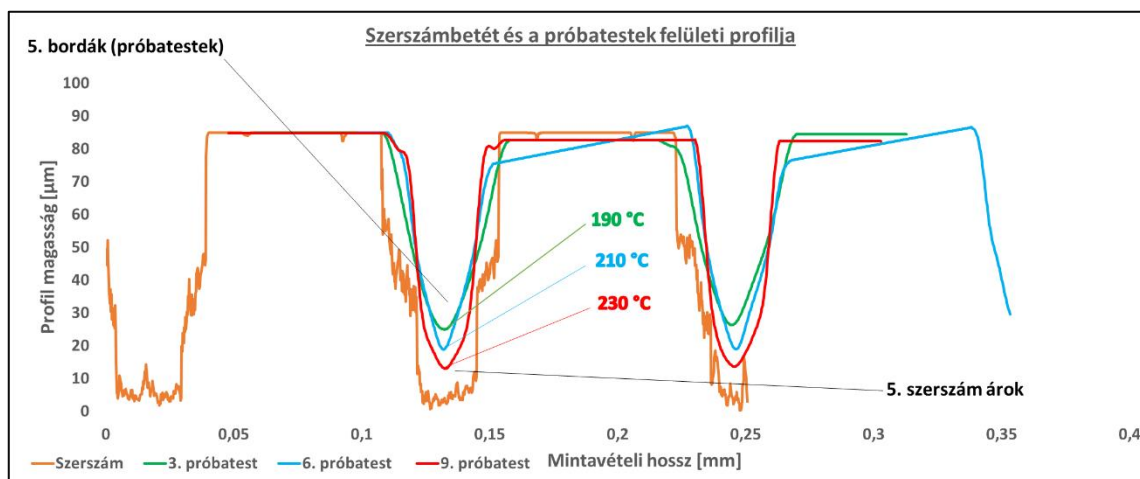
34. ábra. A szerszámbetét és a 9. számú próbatest profilja

A 9. próbatest profilja belelóg a szerszámbetét profiljába. Ennek az oka, hogy a fröccsöntést követően, a szerszámban tovább hűlő anyag zsugorodik, majd a részben-kristályos polimerekre jellemző módon gyártást követően is megfigyelhető méretváltozás. A mérések során ezért fontos megjegyezni, hogy minden esetben a fröccsöntést követő héten történtek a geometriai vizsgálatok

3.6. Konklúzió

Az előző pontokban látható görbék és 3D ábrák alapján megállapítható, hogy a hőmérséklet növelése hatással van a felületi mikrostruktúra kitöltésére. Minél pontosabban szeretnénk a formaadó felületen megalkotott struktúrát lemásolni, annál magasabb hőmérsékleten érdemes a fröccsöntési hőmérsékletet beállítani.

Az 35. ábra a próbatestek és a szerszám profilját ábrázolja. Ez alapján látható, hogy egymáshoz képest milyen módon alakultak a kitöltési viszonyok.



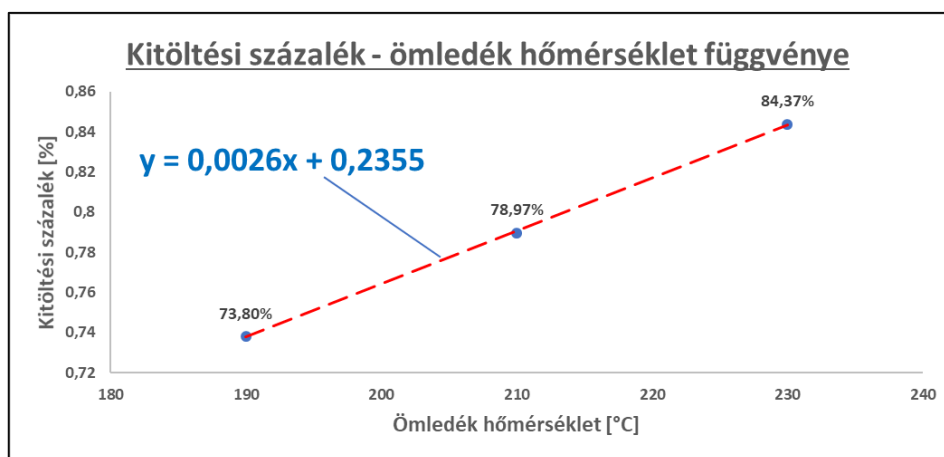
35. ábra. A szerszámbetét és a próbatestek felületi profilja

A 11. táblázat egy összefoglalást tartalmaz arról, hogy adott hőmérséklet esetében milyen kitöltést tudtunk elérni.

11. táblázat. Ömledék hőmérsékletekhez tartozó kitöltési értékek

Ömledék hőmérséklet [°C]	Kitöltés [%]
190	73,80
210	78,97
230	84,37

Az 36. ábrán a kitöltési százalék és az ömledék hőmérséklet függvénye látható.



36. ábra. A kitöltési százalék és az ömledék hőmérséklet függvénye

A fenti ábráról leolvasható egyenlet alapján elmondható, hogy a kitöltés százalékos értéke ennél az anyagnál, illetve ennél a szerszámnál az alábbi egyenlet szerint alakul:

$$y = 0,0026x + 0,2355$$

Összefoglalás

A fenntartható műanyagipar eszköze a polimer-újrafeldolgozás, amely során azonban az anyagok formaüreg-kitöltő képessége és mechanikai tulajdonságai is változnak. Ezeket az újrafeldolgozott polimereket az iparban szén nanocsövekkel erősítik és alkotnak kompozit anyagpárosítást az originál alapanyag tulajdonságának visszaállítása érdekében.

Kutatásunk során újrafeldolgozott K499 polipropilént 0.5 m/m% CNT-vel erősítünk. A szakirodalmak alapján elmondható, hogy a CNT tömegszázalék növekedésével csökken az MFI érték, ami az originál alapanyaggal azonos technológia mellett a kitöltés minőségének romlásához vezet. A szakirodalmi feldolgozás alapján a kitöltés minősége javul az utónyomás növelésével, a fröccssebesség növelésével és az ömledék-hőmérséklet növelésével. A kutatómunka során az alapanyag adatlapja szerinti technológiát alkalmaztuk, míg az ömledék-hőmérsékletnél rögzített hőmérséklet tartományon belüli ömledékhő fokozással vizsgáltuk a formaüreg kitöltésének változását.

Formaüregként egy szabványos szakító próbatestet gyártó szerszámot alkalmaztam. Ennek felületét femtoszekundumos lézerrel felületkezelték, amely során a felületen mikrobarázdák jöttek létre. Ezek kitöltésének vizsgálatát tűztem ki célul. A kitöltés vizsgálatát konfokális mikroszkópi mérésekkel végeztem. Előbb az aktív elem felületét, majd a vele fröccsöntött termékek felületi struktúráját vizsgáltam meg. A mérések során 3D topográfiai képeket hoztam létre a Gwyddion képfeldolgozó szoftverrel. A képfeldolgozás segítségével a keresztmetszeti lenyomatokat pontfelhőként kezeltem és Excel-ben ábrázoltam. Ezzel a technikával lehetőség nyílt arra, hogy a formaüreg struktúráját leképző, különböző technológiával gyártott polimer termékek kitöltésének minőségét százalékosan értékeljem. A TDK dolgozatomban rávilágítottam arra, hogy a szerszám felületén lévő mikrostruktúrák kitöltésére hatást gyakorol a fröccsöntés folyamán az ömledék hőmérséklete, mégpedig közelítőleg lineáris összefüggés figyelhető meg. Minél magasabb az ömledék hőmérséklete annál mélyebben képes a formaüreg kitöltésére.

A későbbiekben érdemes megvizsgálni, hogy az originál alapanyag esetén az összefüggés hasonlóképp fenn áll-e, alap esetben jobban kitöltött termékeket mutat-e, a CNT negatívan valóban negatívan befolyásolja-e a kitöltést és lehet-e ezen kellő mértékben javítani a ömledék-hőmérséklet növelésével.

Fontosnak tartom megemlíteni, hogy a dolgozat elkészítéséhez jelentősen hozzá járult ez a számomra eddig ismeretlen mérési módszer. A konfokális mikroszkópi képek hihetetlen részletességgel és pontossággal képesek mérni, ami ennél a vizsgálatnál elengedhetetlen volt.

Ábrajegyzék

1. ábra. a) Egyfalú CNT, b) Többfalú CNT [3]	6
2. ábra. Karosszék elrendeződés (felül) és Cikk-cakk elrendeződés (alul) [8].....	7
3. ábra. Fröccsöntéskor a polimer áramlási képe [10]	9
4. ábra. A kísérlet során alkalmazott szerszám 3D modellje [13]	10
5. ábra. A bordák hatása az ömledékre [11]	11
6. ábra. A bordák méreteinek változása: zöld a tervezett kontúr, kék a valós kontúr [18] ..	12
7. ábra. A tervezett betét profil [21]	13
8. ábra. A létrehozott felület mintázata [21]	13
9. ábra. TEM ₀₀ módusú Gauss eloszlású lézernyaláb [21]	14
10. ábra. Mikroszkópi kép a formaadó felületről [11]	14
11. ábra. Fröccsöntött próbatest profilja [11]	16
12. ábra. A konfokális mikroszkóp elvi felépítése [23]	18
13. ábra. Wittmann Battenfeld EcoPower 55 fröccsöntőgép [27]	22
14. ábra. A fröccsöntő szerszám CAD modellje [21]	23
15. ábra. A gépre szerelt szerszám [21]	23
16. ábra. A gyártott próbatestek közül néhány	23
17. ábra. A köszörült szerszámbetét 2D mikroszkópi képe	25
18. ábra. A köszörült szerszámbetét felületének 3D mikroszkópi képe	26
19. ábra. A köszörült szerszámbetét érdességi görbéje	26
20. ábra. A 100 µm-es szerszámbetét 2D mikroszkópi képe	27
21. ábra. A 100 µm-es szerszámbetét 3D mikroszkópi képe félig szűrt kép alapján.	27
22. ábra. A 100 µm-es szerszámbetét felületi profilja	28
23. ábra. A 3. számú próbatest 2D mikroszkópi képe	28
24. ábra. A 3. számú próbatest 3D mikroszkópi képe	29
25. ábra. A 3. számú próbatest felületi profilja	30
26. ábra. A szerszámbetét és a 3. számú próbatest profilja	30
27. ábra. A 6. számú próbatest 2D mikroszkópi képe	31
28. ábra. A 6. számú próbatest 3D mikroszkópi képe	31
29. ábra. A 6. számú próbatest felületi profilja	32
30. ábra. A szerszámbetét és a 6. számú próbatest profilja	32
31. ábra. A 9. számú próbatest 2D mikroszkópi képe	33
32. ábra. A 9. számú próbatest 3D mikroszkópi képe	33
33. ábra. A 9. számú próbatest felületi profilja	34
34. ábra. A szerszámbetét és a 9. számú próbatest profilja	34
35. ábra. A szerszámbetét és a próbatestek felületi profilja	35
36. ábra. A kitöltési százalék és az ömledék hőmérséklet függvénye	35

Irodalomjegyzék

- [1] Hongjie Dai: Carbon nanotubes: opportunities and challenges, Surface Science 500, 218-241, 2002
- [2] David R.M. Walton: Fullerenes, Enciclopedia Britannica, 1998
Elektronikus forrás: <https://www.britannica.com/science/fullerene/Carbon-nanotubes>
Megtekintve: 2022.10.20.
- [3] Rekha Devi, Sandeep Singh Gill: A squared bossed diaphragm piezoresistive pressure sensor based on CNTs for low pressure range with enhanced sensitivity, Microsystem Technologies, 2020
- [4] S. Iijima, T. Ichihashi: Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter, Nature 363, 1993
- [5] D. Tabuani, W. Granelli, G. Camino, M. Claes: Polypropylene based carbon nanotubes composites: structure and properties, e-Polymers no. 103, 2008
- [6] H. Xia, Q. Wang, K. Li, G. Hu: Preparation of Polypropylene/Carbon Nanotube Composite Powder with a Solid-State Mechanochemical Pulverization Process, Wiley InterScience, 2003
- [7] R. A. Gandhi, V. Jayaseelan, K. P. Kuma, B. K. Raghunath, S. Krinshnaraj: Effect of Carbon Nano Tubes (CNT) on Hardness of Polypropylene Matrix, Springer Nature Singapore Pte Ltd., 2019
- [8] R. Rahmani, M. Antonov: Axial and torsional buckling analysis of single- and multi-walled carbon nanotubes: finite element comparison between armchair and zigzag types, Springer Nature Switzerland AG, 2019
- [9] E. S. Choi, J. S. Brooks, D. L. Eaton, M. S. Al-Haik, M. Y. Hussaini: Enhancement of thermal and electrical properties of carbon nanotube polymer composites by magnetic field processing, Journal of Applied Physics, 2003
- [10] Kovács József Gábor: Fröccsöntött termékek tervezése és szimulációja – PhD értekezés, 2007
- [11] K. Kun, Z. Weltsch: Effect of Femtosecond Laser Structured Injection Molding Tool on Mechanical Properties of the Manufactured Product, Polymers, 2021
- [12] Kun Krisztián, Weltsch Zoltán, Liska János: Femtoszekundumos lézerrel felületkezelt fröccsöntő szerszámbetét termékének vizsgálata
- [13] Kun Krisztián, Boza Pál: Polimer ömledék leképeződésének vizsgálata formaüreg felületi struktúráin, Gradus, 2018
- [14] Zuev, V.V., Steinhoff, B., S., Kothe, H., Alig, I.: Flow-induced size distribution and anisotropy of the minor phase droplets in a polypropylene/poly (ethylene-octene) copolymer blend: Interplay between break-up and coalescence. Polymer, 53, 2012
- [15] Solomon, N., Solomon, I., & Sanduleac, E.: Material flow influence on the quality of molded parts. Polymer Bulletin, 76, 2019
- [16] Belina, K., Boza, P., & Posa, M.: Investigation of the effect of surface finishing on injection moulding parts. In 11 th International conference on tools. Miskolc-Hungary (pp. 311-316), 2004

- [17] Temmler, A.; Qi, S. Surface Structuring by Laser Remelting (WaveShape): Microstructuring of Ti6Al4V for a Small Laser Beam Diameter and High Scan Speeds. Micromachines, 2021
- [18] Porfyrakis K, Assender HE and Robinson IM. The interrelationship between processing conditions, microstructure and mechanical properties for injection moulded rubber-toughened poly(methyl methacrylate) (RTPMMA) samples. Polymer 2002
- [19] Moritomi, S., Watanabe, T., & Kanzaki, S.: Polypropylene compounds for automotive applications, Sumitomo Kagaku, 2010
- [20] Sha, B., Dimov, S., Griffiths, C., & Packianather, M. S.: Investigation of micro-injection moulding: Factors affecting the replication quality. Journal of Materials Processing Technology, 2007
- [21] Kun Krisztián: Kísérleti fröccsöntő szerszám tervezés mikrostruktúrált formaadó felületek vizsgálatához, Műszaki tudományos közlemények, 2021
- [22] MOLGroup Chemicals, Polypropylene TATREN RM 85 82 CLEAR Technical Data Sheet
Elektronikus forrás: https://www.molgroupchemicals.com/userfiles/products/80/80_tds_en.pdf
Megtekintve: 2022.10.28.
- [23] A. Nwaneshiudu, C. Kuschal, F. H. Sakamoto, R. R. Anderson. K Schwarzenberger, R. C. Young: Introduction to Confocal Microscopy, Journal of Investigative Dermatology 132, 1-5, 2012
- [24] C. Yuan, Z. Peng, X. Yan, Surface Characterization Using Wavelet Theory and Confocal Laser Scanning Microscopy, Journal of Tribology Vol.127, 2005
- [25] Mol.hu – Polipropilén K499 technikai adatlap
Elektronikus forrás: https://mol.hu/images/mol_hu/pdf/vallalati_ugyfelek/polimer-termekek/termekek/pp-polipropilenek/tipplen/tipplen_k_499_hu_2018.pdf
Megtekintve: 2022.11.05.
- [26] Nanocyl.com – Plasticyl PP2001 Technical Data Sheet
Elektronikus forrás: <http://www.nanocyl.com/wp-content/uploads/2016/11/TDS-PLASTICYL-PP2001-V10.pdf>
Megtekintve: 2022.11.05.
- [27] Wittmann EcoPower 55 fröccsöntő gép ábrája
Elektronikus forrás: <https://www.wittmann-group.com/en/ecopower-55-550-t>
Megtekintve: 2022.10.30.
- [28] Olympus Lext OLS5100-SFM confocal microscopy data sheet
Elektronikus forrás: <https://www.olympus-ims.com/en/microscopes/laser-confocal/ols5100/>
Megtekintve: 2022.11.08.
- [29] Kodácsy János: Gépgyártás, Kecskemét, 2010