



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM  
GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR  
POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

PhD értekezés

Bazaltszállal erősített fröccsöntött poliamid  
kompozitok fejlesztése

**Készítette:** Deák Tamás  
*okl. gépészmérnök*  
**Témavezető:** Prof. Dr. Czigány Tibor  
*egyetemi tanár*



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM  
GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

Szerző neve: *Deák Tamás*

Értekezés címe: *Bazaltszállal erősített fröccsöntött poliamid kompozitok fejlesztése*

Témavezető neve: *Prof. Dr. Czigány Tibor*

Értekezés benyújtásának helye: *Polimertechnika Tanszék*

Dátum: *2010. március 6.*

Bírálok:

Javaslat:

1. bíráló neve:

Nyilvános vitára igen/nem

2. bíráló neve:

Nyilvános vitára igen/nem

3. bíráló neve (ha van):

Nyilvános vitára igen/nem

A bíráló bizottság javaslata:

Dátum:

a bíráló bizottság elnöke  
(név, aláírás)

A doktori disszertáció bírálata és a védésről készült jegyzőkönyv a  
Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem  
Gépészmérnöki Karának Dékáni Hivatalában megtekinthetőek.

## NYILATKOZAT

Alulírott Deák Tamás kijelentem, hogy ezt a doktori értekezést magam készítettem, és abban csak a megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, amelyet szó szerint, vagy azonos tartalomban, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2010. március 6.

Deák Tamás

---

## KÖSZÖNETNYÍLVÁNÍTÁS

*Ezúton szeretnék köszönetet mondani mindazoknak, akik munkájukkal, tanácsaikkal és észrevételeikkel segítettek doktori értekezésem elkészülését.*

*Elsőként Dr. Czigány Tibornak tartozom köszönettel témám gondozásáért, szakmai koordinálásáért, és azért, hogy biztosította a munkámhoz szükséges kiváló környezetet.*

*Megköszönöm Dr. Czvikovszky Tibornak, aki nemcsak tanácsaival, észrevételeivel segített, hanem a tudományos kutatáshoz szükséges szemléletmódot is kialakította bennem.*

*Köszönöm Dr. Vas László Mihály, Dr. Nagy Péter, Dr. Németh Csaba és Dr. Bezúr László szakmai segítségét és jó tanácsait.*

*Köszönöm Dr. Macskási Leventének a dolgozatom alapos átnézését, építő jellegű kritikáit.*

*Köszönöm a Kamenny Vek-nek, a Wacker-nak, a Struktol-nak, a Norma GmbH-nak és a Technobasalt-nak, valamint a FACT Kunststoffe GmbH-nak, hogy rendelkezésemre bocsátották az alapanyagokat.*

*Köszönettel tartozom a diplomatervezőimnek és a TDK-zó hallgatóimnak, akik a munkájukkal hozzájárultak a disszertációmhoz, név szerint Tamás Péternek, Balogh Gábornak és Gali István Márknak.*

*A barátaimnak, akik sokszor nemcsak erkölcsi támogatást, hanem szakmai tanácsot is nyújtottak: Dr. Kovács József Gábornak, Mészáros Lászlónak, Kovács Norbert Krisztiánnak, Dr. Gröb Péternek, Gombos Zoltánnak, Solymossy Balázsnak, Tábi Tamásnak.*

*Köszönöm továbbá minden tanszéki kollégám és barátom szakmai és emberi segítségét.*

*Külön köszönet illeti Családomat, amiért szeretetükkel, türelmükkel és a nyugodt háttér megteremtésével támogatták doktori tanulmányaimat.*

---

---

# Tartalomjegyzék

|  |           |
|--|-----------|
| <b>RÖVIDÍTÉSEK ÉS JELÖLÉSEK JEGYZÉKE.....</b>  | <b>3</b>  |
| <b>1. BEVEZETÉS.....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>2. IRODALMI ÁTTEKINTÉS .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>2.1. ÜVEG- ÉS BAZALTSZÁLAK TULAJDONSÁGAI .....</b>  | <b>8</b>  |
| <b>2.2. SZÁLERŐSÍTÉSŰ KOMPOZITOK FRÖCCSÖNTÉSE .....</b>  | <b>15</b> |
| <b>2.3. A FELÜLETKEZELÉS HATÁSA A KOMPOZITOK MECHANIKAI TULAJDONSÁGAIRA .....</b>                                  | <b>21</b> |
| <b>2.4. AZ IRODALOMKUTATÁS ELEMZÉSE, AZ ÉRTEKEZÉS CÉLJA .....</b>  | <b>30</b> |
| <b>3. ALKALMAZOTT VIZSGÁLATI MÓDSZEREK ÉS ÖSSZEFÜGGÉSEK .....</b>  | <b>33</b> |
| <b>4. KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉSÜK.....</b>   | <b>43</b> |
| <b>4.1. SZÁLVIZSGÁLATOK .....</b>  | <b>43</b> |
| 4.1.1. <i>A szálak átmérőjének és szilárdságának meghatározása .....</i>   | <i>43</i> |
| 4.1.2. <i>A szálak kémiai elemzésének eredményei .....</i>   | <i>47</i> |
| 4.1.3. <i>Az eredmények értékelése.....</i>  | <i>51</i> |
| <b>4.2. KÜLÖNBÖZŐ MÁTRIX- ÉS ERŐSÍTŐANYAGOKKAL ELŐÁLLÍTOTT KOMPOZITOK<br/>TULAJDONSÁGAINAK MEGHATÁROZÁSA .....</b> | <b>52</b> |
| 4.2.1. <i>Kompozitok előállítása.....</i>  | <i>52</i> |
| 4.2.2. <i>A kompozitok mechanikai jellemzőinek meghatározása.....</i>  | <i>54</i> |
| 4.2.3. <i>Termomechanikai vizsgálatok értékelése .....</i>   | <i>57</i> |
| 4.2.4. <i>A zsugorodás vizsgálata .....</i>  | <i>61</i> |
| 4.2.5. <i>A maradó szálhossz vizsgálata .....</i>  | <i>63</i> |
| 4.2.6. <i>Az eredmények értékelése.....</i>  | <i>65</i> |
| <b>4.3. A FELÜLETKEZELÉS HATÁSA A KOMPOZITOK TULAJDONSÁGAIRA.....</b>  | <b>66</b> |
| 4.3.1. <i>Kompozitok és próbatestek előállítása .....</i>  | <i>68</i> |
| 4.3.2. <i>A felületkezelő szer kiválasztása.....</i>   | <i>69</i> |
| 4.3.3. <i>A felületkezelő szer koncentrációjának meghatározása .....</i>   | <i>71</i> |
| 4.3.4. <i>A száltartalom hatása a kompozitok tulajdonságaira .....</i>   | <i>76</i> |
| 4.3.5. <i>A felületkezelt szálakkal erősített kompozitok morfológiája.....</i>                                     | <i>81</i> |

---

|             |   |            |
|-------------|---|------------|
| 4.3.6.      | <i>Szálfelületek jellemzése</i> .....           | 83         |
| 4.3.7.      | <i>Az eredmények értékelése</i> .....           | 87         |
| <b>4.4.</b> | <b>HOSSZÚSZÁLAS KOMPOZITOK VIZSGÁLATA</b> ..... | <b>88</b>  |
| 4.4.1.      | <i>Kompozitok előállítása</i> .....             | 89         |
| 4.4.2.      | <i>Mechanikai vizsgálatok értékelése</i> .....  | 90         |
| 4.4.3.      | <i>A fizikai tulajdonságok vizsgálata</i> ..... | 93         |
| 4.4.4.      | <i>A szálorientáció vizsgálata</i> .....        | 96         |
| 4.4.5.      | <i>Az eredmények értékelése</i> .....           | 98         |
| <b>5.</b>   | <b>ÖSSZEFOGLALÁS</b> .....                      | <b>99</b>  |
| <b>5.1.</b> | <b>AZ EREDMÉNYEK HASZNOSULÁSA</b> .....         | <b>101</b> |
| <b>5.2.</b> | <b>TOVÁBBI MEGOLDÁSRA VÁRÓ FELADATOK</b> .....  | <b>103</b> |
| <b>6.</b>   | <b>TÉZISEK</b> .....                            | <b>104</b> |
| <b>7.</b>   | <b>IRODALOMJEGYZÉK</b> .....                    | <b>106</b> |

---

## Rövidítések és jelölések jegyzéke

### Rövidítések

|           |   |
|-----------|---|
| A         | Akulon S223-E típusú PA6.6 (DSM)                                      |
| ABS       | akrilnitril-butadién-sztirol kopolimer                                |
| AK        | PA6.6 mátrixú, felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített kompozitok   |
| AK10      | 10 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit        |
| AK20      | 20 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit        |
| AK30      | 30 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit        |
| AK40      | 40 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit        |
| AN        | PA6 mátrixú, felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített kompozitok |
| AN10      | 10 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit    |
| AN20      | 20 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit    |
| AN30      | 30 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit    |
| AN40      | 40 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6.6 kompozit    |
| CB1       | folytonos bazaltszál (gyártó: Kamenny Vek, Oroszország)               |
| CB2       | folytonos bazaltszál (gyártó: D.S.E. Group, Izrael)                   |
| CB3       | folytonos bazaltszál (gyártó: Technobasalt, Ukrajna)                  |
| DAP       | dialilftalát-gyanta   |
| D-LFT     | egy berendezésen gyártott hosszúszál erősítésű kompozit               |
| DMA       | dinamikus mechanikai analízis   |
| DSC       | differenciális pásztázó kalorimetria                                  |
| EP        | epoxigyanta   |
| EVA       | etilén-vinilacetát kopolimer  |
| FTIR      | Fourier transzformációs infravörös spektroszkópia                     |
| GF        | üvegszál/üvegszállal erősített kompozit                               |
| GF80      | 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán (Wacker)                          |
| GF80 0,5% | 0,5% GF80 szilánnal kezelt 30 m% CB1-PA6 kompozit                     |
| GF80 1%   | 1% GF80 szilánnal kezelt 30 m% CB1-PA6 kompozit                       |
| GF80 2%   | 2% GF80 szilánnal kezelt 30 m% CB1-PA6 kompozit                       |
| GF80 4%   | 4% GF80 szilánnal kezelt 30 m% CB1-PA6 kompozit                       |
| GF91      | N-(2-amino-etil)-3-amino-propil-trimetoxi-szilán (Wacker)             |
| GF93      | 3-amino-propil-trietoxi-szilán (Wacker)                               |
| HDT       | hőalaktartósság (Heat Deflection Temperature)                         |
| ICP-OES   | induktívan csatolt plazma optikai emissziós spektrometria             |
| LFT       | hosszú bazaltszállal erősített PA6 kompozit                           |
| MF        | melamin-formaldehid gyanta  |
| PA        | poliamid  |
| PBT       | poli(butilén-tereftalát)  |
| PC        | polikarbonát  |
| PE        | polietilén  |
| PF        | fenol-formaldehid gyanta  |
| P-LFT     | hosszúszálas hőre lágyuló polimer kompozit granulátum                 |
| POM       | poli(oxi-metilén)   |
| PP        | polipropilén  |
| PP-g-MAL  | maleinsav-anhidriddel ojtott polipropilén                             |
| PPO       | poli(fenilén-oxid)  |
| PPS       | poli(fenilén-szulfid)   |

---

|            |   |
|------------|---|
| PS         | polisztirol   |
| PSU        | poliszulfon   |
| PTFE       | poli(tetrafluor-etilén)   |
| PU         | poliuretán  |
| PVAC       | poli(vinil-acetát)  |
| PVC        | polivinilklorid   |
| S          | Schulamid 6MV13F típusú PA6 (A. Schulman GmbH)                        |
| SB         | rövid bazaltszál (gyártó: Toplan, Magyarország)                       |
| SBF        | rövid bazaltszállal erősített PA6 kompozit                            |
| SCA960     | 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán (Struktol)                        |
| SEBS       | sztírol/etilén-butilén/sztírol kopolimer                              |
| SEBS-g-MAL | maleinsav-anhidriddel ojtott SEBS kopolimer                           |
| SEM        | pásztázó elektronmikroszkóp   |
| SK         | PA6 mátrixú, felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített kompozitok     |
| SK10       | 10 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit          |
| SK20       | 20 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit          |
| SK30       | 30 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit          |
| SK40       | 40 m% felületkezelt CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit          |
| SN         | PA6 mátrixú, felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített kompozitok |
| SN10       | 10 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit      |
| SN20       | 20 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit      |
| SN30       | 30 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit      |
| SN40       | 40 m% felületkezeletlen CB1 bazaltszállal erősített PA6 kompozit      |
| UP         | telítetlen poliészter   |

### *Jelölések*

|            |                        |  |
|------------|------------------------|--|
| $A_f$      | $[\mu\text{m}^2]$      | szálkeresztmetszet   |
| $c$        | $[\text{m}\%]$         | kompozit száltartalma  |
| $C$        | $[\text{m}\%]$         | bazalt együttes $\text{SiO}_2$ és $\text{Al}_2\text{O}_3$ tartalma |
| $D$        | $[\mu\text{m}]$        | szálátmérő   |
| $d$        | $[\text{mm}]$          | lehajlás hajlítóvizsgálatnál                                       |
| $D_{av}$   | $[\mu\text{m}]$        | átlagos mért szálátmérő  |
| $d_f$      | $[\mu\text{m}]$        | szálátmérő   |
| $D_i$      | $[-]$                  | duktilitási index  |
| $E$        | $[\text{MPa}]$         | húzó rugalmassági modulus  |
| $E'$       | $[\text{MPa}]$         | tárolási modulus   |
| $E''$      | $[\text{MPa}]$         | veszteségi modulus   |
| $E_C$      | $[\text{J}]$           | ütvehajlító próbatest által elnyelt energia                        |
| $E_F$      | $[\text{GPa}]$         | szál rugalmassági modulusa   |
| $E_f$      | $[\text{MPa}]$         | hajlítómodulus   |
| $E_{Fmax}$ | $[\text{J}]$           | energia az erő maximumánál ejtődárdás mérésnél                     |
| $E_{max}$  | $[\text{J}]$           | az ejtődárdás próbatest által elnyelt maximális energia            |
| $E_p$      | $[\text{J}/\text{mm}]$ | perforációs energia  |
| $F_{fs}$   | $[\text{N}]$           | szakítóerő szálszakításnál   |
| $F_{max}$  | $[\text{N}]$           | határlehajlás eléréséig fellépő maximális erő hajlítóvizsgálatnál  |
| $F_0$      | $[\text{mN}]$          | erőamplitudó DMA mérésnél  |
| $h$        | $[\text{mm}]$          | hajlító- és ütvehajlító próbatest vastagsága                       |
| $H$        | $[\text{mm}]$          | ejtődárdás próbatest vastagsága                                    |

---

|                     |                        |  |
|---------------------|------------------------|--|
| $H_0$               | [mm]                   | lapkapróbatest keresztirányú mérete közepen                    |
| $H_1, H_2$          | [mm]                   | lapkapróbatest hosszirányú mérete a próbatest két szélén       |
| $k$                 | [ $\mu\text{m}$ ]      | ellipszis kistengelyének hossza                                |
| $K_E$               | [mm]                   | lapkapróbatest keresztirányú mérete elől                       |
| $K_H$               | [mm]                   | lapkapróbatest keresztirányú mérete hátul                      |
| $L$                 | [ $\mu\text{m}$ ]      | szálhosszúság  |
| $L_1$               | [mm]                   | lapkapróbatest mérete adott helyen                             |
| $l_c$               | [mm]                   | kritikus szálhossz   |
| $L_C$               | [mm]                   | szerszámüreg mérete adott helyen                               |
| $l_{cl}$            | [mm]                   | kritikus félszálhossz  |
| $l_f$               | [mm]                   | átlagos maradó szálhossz                                       |
| $n$                 | [ $\mu\text{m}$ ]      | ellipszis nagytengelyének hossza                               |
| $R$                 | [-]                    | vetemedési tényező   |
| $S$                 | [mm]                   | alátámasztási távolság hajlítóvizsgálatnál                     |
| $S_{H0}$            | [%]                    | hosszirányú zsugorodás közepen                                 |
| $S_{H1}, S_{H2}$    | [%]                    | hosszirányú zsugorodás a próbatest két szélén                  |
| $S_{H\text{átlag}}$ | [%]                    | átlagos hosszirányú zsugorodás                                 |
| $S_{K\text{átlag}}$ | [%]                    | átlagos keresztirányú zsugorodás                               |
| $S_{KE}$            | [%]                    | keresztirányú zsugorodás elől                                  |
| $S_{KH}$            | [%]                    | keresztirányú zsugorodás hátul                                 |
| $S_M$               | [%]                    | fröccsöntési zsugorodás  |
| $T$                 | [ $^{\circ}\text{C}$ ] | hőmérséklet  |
| $T_g$               | [ $^{\circ}\text{C}$ ] | üvegesedési hőmérséklet  |
| $v$                 | [mm/perc]              | vizsgálati sebesség szálszakításnál                            |
| $w$                 | [mm]                   | hajlítópróbatest szélessége                                    |
| $w_C$               | [mm]                   | ütvehajlító próbatest szélessége                               |
| $x$                 | [mm]                   | DMA próbatest alátámasztási illetve befogási távolsága         |
| $y$                 | [mm]                   | DMA próbatest vastagsága                                       |
| $z$                 | [mm]                   | DMA próbatest szélessége                                       |
| $\alpha$            | [ $^{\circ}$ ]         | száلتengely próbatest kereszt-tengelyével bezárt szöge         |
| $\alpha_{cN}$       | [kJ/m <sup>2</sup> ]   | Charpy ütvehajlító szilárdság hornyolt próbatestek esetén      |
| $\alpha_{cU}$       | [kJ/m <sup>2</sup> ]   | Charpy ütvehajlító szilárdság hornyolatlan próbatestekre       |
| $\beta$             | [ $^{\circ}$ ]         | ellipszis nagytengely próbatest hossz-tengelyével bezárt szöge |
| $tg\delta$          | [-]                    | veszteségi tényező   |
| $\Delta l_{fs}$     | [mm]                   | szakadási nyúlás szálszakításnál                               |
| $\varepsilon_{fs}$  | [%]                    | szálak relatív szakadási nyúlása                               |
| $\Theta$            | [ $^{\circ}$ ]         | szálorientáció   |
| $\rho$              | [g/cm <sup>3</sup> ]   | sűrűség  |
| $\sigma$            | [MPa]                  | a száلبan ébredő húzófeszültség                                |
| $\sigma_f$          | [MPa]                  | szál szakítószilárdsága  |
| $\sigma_{fs}$       | [MPa]                  | szálak mért szakítószilárdsága                                 |
| $\sigma_{fM}$       | [MPa]                  | határhajlító feszültség  |
| $\sigma_M$          | [MPa]                  | húzószilárdság   |
| $\tau$              | [MPa]                  | szál-mátrix határfelületi nyírófeszültség                      |
| $\tau_{max}$        | [MPa]                  | szál-mátrix határfelület nyírószilárdsága                      |

---

---

## 1. Bevezetés

A hőre lágyuló mátrixú kompozitok felhasználása napjainkra megközelíti a hőre keményedő mátrixú kompozitokét [1, 2]. A hőre lágyuló polimer mátrixú kompozit anyagok feldolgozási technológiái között előkelő helyet foglal el a fröccsöntés, amivel nagy termelékenységgel lehet méretpontos és bonyolult geometriájú alkatrészeket gyártani. A legelterjedtebb erősítőanyag az üvegszál, fröccsöntött gyártmányok előállítására szinte kizárólag ezt a száltípust alkalmazzák.

Mindössze az utóbbi két évtizedben került előtérbe a bazaltszál, mint a polimer kompozitok lehetséges erősítőanyaga. A bazalt egy, a természetben sok helyütt megtalálható kőzetfajta, amely közvetlenül alkalmas szálgyártásra. A bazalt vegyi összetétele a kitermelés helyétől függően változik, emellett a bazaltszál előállítására különböző technológiák állnak rendelkezésre, ezért a világ különböző pontjain előállított szálak megjelenési formája, tulajdonságai és ára széles határok között változnak.

A bazaltszálaknak számos előnyös tulajdonságuk van, amelyek révén alkalmassá válnak polimer kompozitok erősítőanyagaként való alkalmazásra: a többi elterjedt erősítőszálhoz képest viszonylag nagy a szilárdságuk, nem éghetők, vegyileg közömbösek, környezetkímélők. Ezidáig elsősorban a Junkers technológiával előállított rövid szálak ilyen irányú felhasználhatóságát vizsgálták Magyarországon [3-5], azonban ezeknek alacsony árak mellett néhány jelentős hátrányuk is van. A szálak átmérője és szilárdsága viszonylag tág határok között változik, a gyártás során a szálak végein keletkező szálfejek pedig rontják a mechanikai tulajdonságokat. Ezért joggal fordul a figyelem a folytonos bazaltszálak felé, amelyeket egyenletes minőségben és nagy mennyiségben gyártanak különböző országokban, így például Oroszországban, Ukrajnában és Izraelben [6-8].

A bazaltszálakat már sokrétű vizsgálatoknak vetették alá, mint fröccsöntött hőre lágyuló polimerek erősítőanyagát, de elsősorban polipropilén mátrixszal. A poliamidot eddig ritkán alkalmazták ebben a szerepkörben annak ellenére, hogy jobb eredmények várhatók tőle, ugyanis a poliamid és a bazalt egyaránt poláris anyagok, ezért a kompozitjaikban feltehetőleg könnyebb biztosítani a megfelelő határfelületi kapcsolódást. Ugyanilyen fontos szempont az is, hogy a poliamidnak jobb mechanikai és hőállósági tulajdonságai vannak, mint a polipropilénnek [9-12]. Az üvegszállal erősített fröccsöntött poliamidot már két évtizede alkalmazzák az autógyártásban. Ma már szinte minden személygépkocsi motorjának beszívócsőcsője – és egyre több esetben az olajteknő –

---

üvegszállal erősített poliamidból készül. Régebben ezeket a részegységeket öntött alumíniumötvözetből gyártották.

A rövid szálakkal erősített fröccsöntött kompozitok esetében az egyik legfontosabb feladatot a szálak és a mátrixanyag közötti megfelelő adhéziós kapcsolat megteremtése jelenti. A szálaknak a feldolgozás során végbemenő jelentős töredezése miatt a kritikus szálhossznak megfelelő hosszúságú szálak biztosítása különösen nehéz feladatot jelent, ezért a kritikus szálhossznak az adhézió javításával való csökkentése mindenképpen szükséges. A poliamid mátrixú bazaltszálak kompozitok esetében még nem dolgoztak ki olyan eljárásokat a határfelületi kapcsolódás javítására, amelyek az üvegszálak kompozitokhoz hasonlóan kedvező eredményeket biztosítanak, ezért ezen a területen jelentős előrelépés szükséges. Az irodalomkutatásban figyelmet kell szentelni az üvegszállal erősített kompozitokkal kapcsolatban elvégzett kutatásoknak, mivel az ezen a téren elért jelentős eredmények valószínűleg felhasználhatók a bazaltszálak anyagoknál is, a két száltípus nagyfokú hasonlósága és a felhasznált mátrixanyagok – többnyire polipropilén és poliamid – azonossága miatt.

Disszertációm célkitűzése, hogy a folytonos bazaltszálak fröccsöntött kompozitok erősítőanyagaként való alkalmazásának lehetőségeit és az ilyen kompozitok tulajdonságait megvizsgáljam, illetve az így kapott eredmények alapján felületkezelő anyagok alkalmazásával tovább javítsam azokat. Célul tűztem ki továbbá a folytonos bazaltszálak jellemzőinek vizsgálatát.

---

## 2. Irodalmi áttekintés

A polimer kompozitok erősítőanyagai közül ebben a fejezetben a bazalt- és üvegszálak, valamint kompozitjaik szakirodalmával foglalkozom. Röviden ismertetem az újszerű, ásványi alapú bazaltszálat, összevetve a gyakorlatban elterjedt üvegszálakkal. Ezután áttekintem a hőre lágyuló mátrixú kompozitok fröccsöntésének főbb problémáit és a fröccsöntött mintákon végzett anyagvizsgálatok eredményeit. Végül a szál és a mátrix közötti tapadást javító eljárásokat tekintem át.

### 2.1. Üveg- és bazaltszálak tulajdonságai

#### *Üvegszál*

Az üvegszálak gyártása már több mint 60 évvel ezelőtt elkezdődött, kedvező tulajdonságainak és a többi mesterséges erősítőszálhoz viszonyított kedvező árának köszönhetően ma is a legelterjedtebb erősítőanyag. Az üveg a szilikátok családjába tartozik, elsősorban szilíciumoxidból áll, de más fénoxidokat is tartalmazhat, amelyek módosítják tulajdonságait. Az üvegszálak háromdimenziós izotrop szerkezetűek és amorfak. A fénoxid-molekulák között ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ) primer (kovalens és ionos) kötések alakulnak ki. A  $\text{CaO}$  és  $\text{Na}_2\text{O}$  adalékolásának célja az ömledék folyási tulajdonságainak és olvadási hőmérsékletének befolyásolása. Az üvegszálat ömledékből gyártják. Az ömledékből megfelelő fonófejen át szálat húznak, rendszerint  $10^3$  nagyságrendű elemi szálból álló köteg (roving) formájában. Az elemi szálak jellemző átmérője  $10\ \mu\text{m}$  körüli, átlagos sűrűsége  $2,5\ \text{g/cm}^3$ . Kompozitokhoz elsősorban az E-üveget alkalmazzák, de kifejlesztettek számos más típust is, köztük a nagyszilárdságú S-üvegszálat. Az S üvegszál több szilícium-oxidot, alumínium-oxidot és magnézium-oxidot tartalmaz, mint az E-üveg, szakítószilárdsága pedig 40-100%-kal nagyobb. Az üvegszálaknak magas a hőállósága, általában  $650$  és  $850^\circ\text{C}$  között lágyulnak [13-17].

#### *Bazaltszál*

A bazalt gyakori, vulkanikus eredetű felszíni kőzet. Vegyi összetételét tekintve legfontosabb alkotóelemei a  $\text{SiO}_2$ , az  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , a  $\text{CaO}$ , az  $\text{MgO}$  és a  $\text{FeO}$ . Kémiai összetétel szempontjából közeli rokonságban áll az üveggel. Az erősítőszálak gyártására használt E és S típusú üveggel való összehasonlítása az 1. táblázatban, egy magyarországi lelőhelyről (Tapolca) származó bazalt kőzetben található kémiai elemek aránya pedig a 2. táblázatban

látható. A különböző oxidok lényegében egyetlen térhálós óriásmolekulává egyesülnek, elsődleges – kovalens és ionos – kötésekkel. Ezért a bazalt – az üveghez hasonlóan – egyfajta különleges polimernek tekinthető. A bazaltokat SiO<sub>2</sub> tartalmuk alapján három csoportra osztjuk: 42 tömeg% (m%) SiO<sub>2</sub> alatt alkáli, 43 és 46 m% között közepesen savas, 46 m% fölött savas bazaltról beszélünk. A bazalt jobban ellenáll az erős lúgoknak, mint az üveg, de az erős savakkal szemben kevésbé ellenálló [18-20].

| Vegyület                       | Összetétel [m%] |        |        |
|--------------------------------|-----------------|--------|--------|
|                                | E-üveg          | S-üveg | Bazalt |
| SiO <sub>2</sub>               | 52-56           | 62-65  | 40-60  |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 12-16           | 20-25  | 11-22  |
| CaO                            | 16-25           | –      | 5-15   |
| MgO                            | 0-5             | 10-15  | 1-11   |
| B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 5-12            | 0-1,2  | –      |
| Na <sub>2</sub> O              | 0,8             | 0-1,1  | 2-7    |
| K <sub>2</sub> O               | 0,2             | 0,3    | 0-5    |
| TiO <sub>2</sub>               | –               | –      | 1-6    |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | –               | –      | 3-10   |
| FeO                            | –               | –      | 2-15   |

1. táblázat Az E üveg, az S üveg és a bazalt jellemző vegyi összetétele [21-24]

| Elem | arány [m%] | Elem | arány [m%] | Elem  | arány [m%] |
|------|------------|------|------------|-------|------------|
| O    | 46,59      | K    | 2,60       | S     | 0,052      |
| Si   | 27,72      | Mg   | 2,09       | Be    | 0,050      |
| Al   | 8,72       | Ti   | 0,63       | Cl    | 0,048      |
| Fe   | 5,01       | P    | 0,13       | Cr    | 0,037      |
| Ca   | 3,63       | H    | 0,13       | C     | 0,032      |
| Na   | 2,85       | Mn   | 0,10       | Egyéb | 0,111      |

2. táblázat Egy magyarországi lelőhelyről (Tapolca) származó bazalt kőzet elemi összetétele [21]

A bazalt színe a barnától a feketésszürkén át a sötétzöldig változhat összetételétől függően. 1350 és 1700°C közötti hőmérsékleten olvad és hirtelen lehűtve csaknem teljesen amorf, üveges formában szilárdul meg. Lassú lehűtése többé-kevésbé kristályos, összetett szerkezetet eredményez. Átlagos sűrűsége 2,7 g/cm<sup>3</sup>. Széles hőmérséklet-tartományban, –200-tól +600°C-ig felhasználható a mechanikai tulajdonságok jelentős romlása nélkül [25]. Folytonos bazaltszál gyártására elsősorban a 46 m% feletti SiO<sub>2</sub> tartalmú (azaz savas), kis CaO- és MgO-tartalmú, nagy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-tartalmú, nagy ömledékvizkozítású bazalt alkalmas [23-28]. A bazaltszál legfontosabb előnyei közé tartozik, hogy kiváló villamos

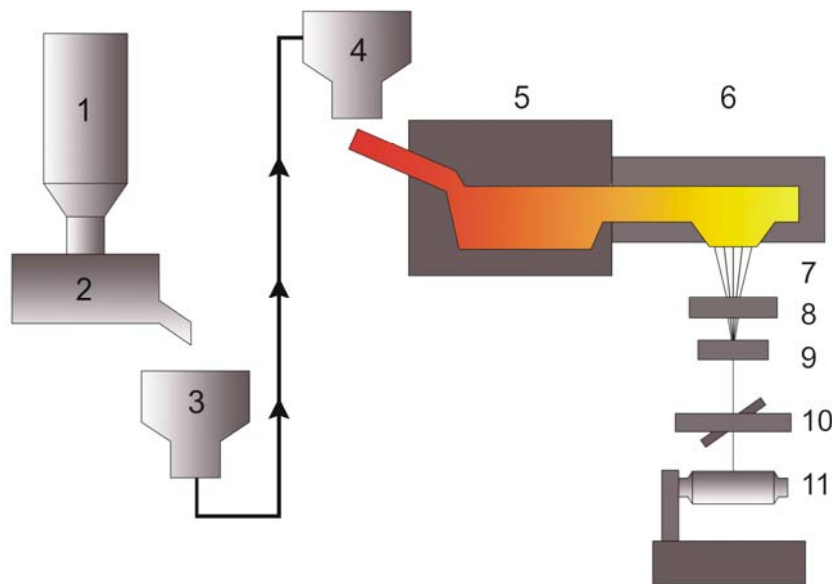
---

szigetelő, kicsi a nedvességfelvétele, természetes anyag, biológiailag semleges, nem irritatív és környezetkímélő. A bazaltot régóta dolgozzák fel bazaltgyapottá hő- és hangszigetelés céljából. Általánosan használják tetőszerkezetek, ajtók és csövek szigetelésére, de kipufogódob betéteket is készítenek belőle, valamint fékbetétekben is felhasználják. A bazaltszál kompozit-erősítőanyagként való alkalmazásának lehetősége először a volt Szovjetunióban merült fel egy űrhajózással kapcsolatos kutatási programban a nyolcvanas évek elején. Ma is Oroszországban és Ukrajnában állítják elő a legnagyobb mennyiségben a kimondottan erősítőanyagként szánt bazaltszálat. Napjainkra számos kísérleti és kereskedelmi forgalomban kapható kompozit terméket készítenek folytonos bazaltszál vagy az abból készült szövet felhasználásával, mint például lokátorernyők méhsejtszerű vázát, nyomástartó edényeket, vitorlás jachtokat, hódeszkákat, nyomtatott áramköri lapokat, szélturbina lapátokat, pultrudált lábakat fényképezőgép-állványokhoz és ugyancsak pultrudált betonerősítő rudakat [29-31].

A bazaltszál előállítása alapvetően egylépcsős technológiai folyamat, közvetlenül a zúzott bazaltkő felhasználásával történik. Vannak olyan eljárások, mint például a Junkers technológia, amelyekkel egyszerűen és olcsón lehet nem folytonos bazaltszálat előállítani, de ezeknek a szálaknak viszonylag gyengébbek a mechanikai tulajdonságaik. A Junkers technológia során a bazaltolvadékat egy forgó acélhengerekkel (ún. centrifugafejekkel) ellátott szárazó berendezésre vezetik. A fejekre tapadt lávafilmből a centrifugális erő hatására cseppek repülnek le, és a fűvókákból rábocsátott nagysebességű levegőáramban a viszkózus folyadékból szálat húznak. Ez a szál a hirtelen hőmérséklet-változás hatására üveges állapotú anyaggá szilárdul [32-36].

Szálhúzással drágább, de jobb mechanikai jellemzőkkel bíró, folytonos szálat lehet gyártani [37, 38] (1. ábra). Az üvegszálgyártásban általában az ömledékfűdő fölé helyezett gázégőket használnak az alapanyag megömlésztésére. A bazalt olvadék sötétebb színe miatt – az üveggel ellentétben – már a felszínhez közeli rétegben elnyeli a beérkező infravörös sugárzást, ezért jóval nagyobb nehézséget jelent az olvadék egyenletes átmelegítése. Erre a problémára az ömledékfűdőbe függesztett elektródák alkalmazása, vagy pedig az üvegszálgyártásban megszokotthoz képest hosszabb hőntartás jelent megoldást. A bazaltkő megolvasztása két lépésben történik: az első kemencében olvadékállapotba kerül a kőzet, innen egy gáton átfolyva kerül a kisebb méretű és pontosabb hőmérséklet-szabályozással ellátott másodlagos kemencébe, majd onnan közvetlenül a szálhúzó fejhez. A szálhúzó fejek anyaga platina-ródium ötvözet. Számos apró furattal vannak ellátva, az ezeken átfolyó ömledék fokozatos hűtés és nyújtás során

nyeri el végleges átmérőjét. Még a feltekerceselés előtt felviszik a felületkezelő szert a szálak felületére. A szálhúzó fejek furatai erős koptató hatásnak vannak kitéve, ennek következtében átmérőjük fokozatosan megnő. Ezért 3-5 hónap folyamatos működés után a szálhúzó fejeket beolvasztják és anyagukból új szálhúzó fejet készítenek [37]. A bazaltszál alapanyagának ára az üvegszálénak mindössze 1%-a, a gyártási folyamat jelentős energiaigénye miatt azonban a bazaltszál ára mégsem marad el az üvegszálhoz képest [38]. Ehhez hozzájárul, hogy míg jelenleg a világon évente körülbelül 3,5 millió tonna üvegszálát állítanak elő, addig a bazaltszálgyártás mértéke nem haladja meg az évi 5000 tonnát [39, 40].



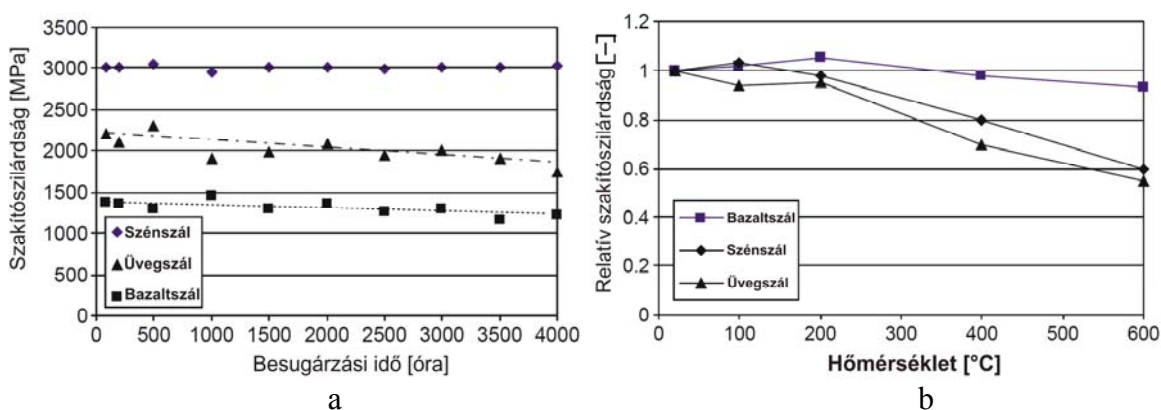
1. ábra Folytonos bazaltszál előállításának vázlata

1. zúzottkő-tároló, 2. adagoló, 3. továbbító, 4. szakaszos adagoló, 5. elsődleges olvasztókemence, 6. másodlagos olvasztókemence pontos hőmérséklet-szabályozással, 7. szálképző fejek, 8. szálak nyújtása, 9. szálköteg képző, 10. felületkezelő felhordás, 11. automatikus csévéelő

A bazaltszálak szakítószilárdságát számos tényező befolyásolja, mint például a vegyi összetétel, a szálátmérő, a szálszerkezeti inhomogenitások stb. A bazaltszálak szakítószilárdságának csökkenő szálátmérővel való növekedése különösen a 10  $\mu\text{m}$  alatti átmérőjű szálak esetében érvényesül. A szálátmérő csökkenésével növekvő szakítószilárdság azzal magyarázható, hogy az átmérő csökkenésével csökken a hibák várható száma a szál adott hosszúságú szakaszán, ami abból a feltevésből adódik, hogy a hibahelyek eloszlása viszonylag homogén az anyagban. Így a nagyobb keresztmetszetű, vagy hosszabb szálakban több hibahely található, amik összességében nagyobb

valószínűséggel okozhatják a szálak tönkremenetelét [41, 42]. Bazalt- és üvegszálaknál emellett a kisebb átmérőjű szálak előállítása során az olvadék gyorsabb lehülésének következtében repedéskeletkezésre kevésbé hajlamos szerkezet jön létre. A bazaltszálak szakítószilárdsága és rugalmassági modulusa közvetlenül az előállítás után a legnagyobb, majd idővel fokozatosan csökken. Ez annak tulajdonítható, hogy az előállítás során a gyors lehüléskor a szálban nem egyensúlyi üvegszerű amorf szövetszerkezet alakul ki. Később ez egyensúlyi állapot közelítésére irányuló lágyulási folyamaton megy át, amit a kompozit gyártása és feldolgozása során fellépő magas hőmérséklet jelentős mértékben meggyorsít. Ezt a folyamatot szálöregedésnek nevezik [43].

Sim és munkatársai [44] a magas hőmérsékletnek és az UV sugárzásnak a bazalt-, S-üveg- és szénszálak mechanikai jellemzőire gyakorolt hatását vizsgálták. Az UV sugárzás intenzitását úgy állították be, hogy a szálminták 200 óra alatt kapjanak egy évi, természetes napsütésnek megfelelő dózist. Azt tapasztalták, hogy szénszállal szemben a bazalt- és üvegszálak viszonylag jelentős mértékben veszítettek szilárdságukból az idő előrehaladtával (2/a. ábra). A hőmérsékletnek körülbelül 200°C-ig egyik száltípusra sem volt jelentős hatása. A hőntartás időtartama minden esetben 2 óra volt. A szakítóvizsgálatokat szobahőmérsékleten végezték. Magasabb hőmérsékleten a bazaltszál őrizte meg legnagyobb mértékben tulajdonságait, 600°C-on is csak 10%-ot veszítve kezdeti szakítószilárdságából (2/b. ábra). A szilárdság romlását az üveg- és a bazaltszálak esetében egyaránt a szálakban végbemenő kristályosodási folyamatnak tulajdonítják, amely csökkenti a szakítószilárdságot. Megállapításuk szerint a bazaltszál azért őrzi meg nagyobb mértékben a kezdeti mechanikai jellemzőit, mert a benne lévő vasoxidok göcképzőként viselkedve finom és viszonylag homogén kristályos szerkezet kialakulását segítik elő.



2. ábra Bazalt-, S-üveg- és szénszálak szakítószilárdságának változása UV sugárzás (a) és magas hőmérséklet (b) hatására Sim és munkatársai vizsgálatai alapján [44]

Černý és munkatársai [45] kimutatták, hogy a bazaltszálak mechanikai tulajdonságai már jóval olvadási hőmérsékletük alatt romlanak, mivel 600 és 700°C között az amorf szerkezetű bazaltszálakon belül kristályos fázis jön létre, ami törékennyé teszi a szálakat.

Jung és Subramanian [46] egy kísérleti szálhúzó berendezésen előállított 15 µm névleges átmérőjű bazaltszál mechanikai jellemzőit igyekeztek javítani azzal, hogy az alapanyagot képező bazaltkőzethez tiszta Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-at adalékoltak. 1, 2 és 3 m% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-at adtak az alapanyaghoz, majd a legyártott szálakon 6,5 és 22 mm befogási hosszal végeztek szakítóvizsgálatot. A felhasznált bazalt vegyi összetétele a 3., a mérési eredmények a 4. táblázatban láthatók.

| Vegyület                       | Bazalt közet |
|--------------------------------|--------------|
| m%                             |              |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 13,80        |
| SiO <sub>2</sub>               | 49,10        |
| CaO                            | 9,43         |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 13,98        |
| K <sub>2</sub> O               | 1,26         |
| MgO                            | 5,25         |
| Na <sub>2</sub> O              | 3,09         |
| TiO <sub>2</sub>               | 3,16         |

3. táblázat Jung és Subramanian vizsgálataihoz felhasznált bazalt vegyi összetétele [46]

| Befogási hossz [mm] | Hozzáadott Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [m%] | Szakítószilárdság [MPa] |
|---------------------|--|-------------------------|
| 6,5                 | 0  | 3670±380                |
|                     | 1  | 3730±320                |
|                     | 2  | 3810±370                |
|                     | 3  | 3760±370                |
| 22                  | 0  | 2750±980                |
|                     | 1  | 3100±1040               |
|                     | 2  | 3470±800                |
|                     | 3  | 3340±860                |

4. táblázat Jung és Subramanian által vizsgált bazaltszál szakítószilárdsága a befogási hossz és a hozzáadott Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mennyiségének függvényében [46]

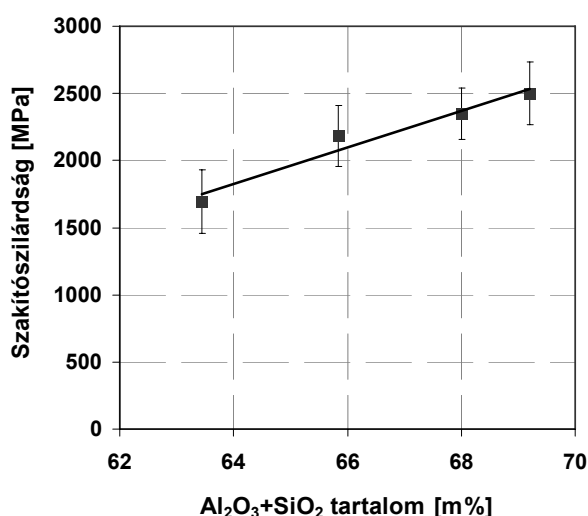
A 4. táblázatban látható, hogy az Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tartalom növelése megközelítőleg lineárisan növelte a szálak szakítószilárdságát. A 3 m% hozzáadott Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-at tartalmazó szál szakítószilárdsága azonban kisebb a 2 m%-kal adagoltnál, ezt a szerzők azzal magyarázták, hogy a bazalt elérte az Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tartalom optimumát. Ezt vitatom, mert az

általam végzett mérések valamint Gutnikov és társai [47] vizsgálatai szerint ennél nagyobb  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalmú bazaltszálaknál is szakítószilárdság-növekedést okoz az alumíniumoxid hozzáadása. Emellett célszerűbb lett volna 3% helyett nagyobb mennyiségben adalékolni az  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -at, hogy az összetétel hatásáról szélesebb tartományban kapjunk információt.

Gutnikov és társai [47] különböző vegyi összetételű bazaltszálak szakítószilárdságát vizsgálták. Ehhez egy ukrainai bányából származó bazaltot vettek alapul. Emellett – az üvegszálgyártáshoz hasonló módon – különböző összetételű mesterséges bazaltokat állítottak elő tiszta  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  stb. elegyítésével. Az így nyert anyagokból 9-13  $\mu\text{m}$  átlagos átmérőjű szálakat készítettek egy laboratóriumi szálhúzó berendezésen. A szálakon szakítóvizsgálatot végeztek 10 mm befogási hosszal, 5 mm/perc szakítási sebességgel. Az alkalmazott anyagok összetétele az 5. táblázatban látható. A szálak szakítószilárdságát az összesített  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartalom függvényében ábrázoltam (3. ábra).

| Vegyület<br>m%          | 1. minta<br>keverék | 2. minta<br>keverék | 3. minta<br>bazalt kőzet | 4. minta<br>keverék |
|-------------------------|---------------------|---------------------|--------------------------|---------------------|
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 10,00               | 16,00               | 21,40                    | 24,40               |
| $\text{SiO}_2$          | 53,44               | 49,84               | 46,60                    | 44,80               |
| $\text{CaO}$            | 12,50               | 11,66               | 10,90                    | 10,48               |
| $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | 12,27               | 11,44               | 10,70                    | 10,29               |
| $\text{K}_2\text{O}$    | 2,75                | 2,57                | 2,40                     | 2,31                |
| $\text{MgO}$            | 2,74                | 2,56                | 2,39                     | 2,30                |
| $\text{Na}_2\text{O}$   | 3,81                | 3,55                | 3,32                     | 3,19                |
| $\text{TiO}_2$          | 1,56                | 1,45                | 1,36                     | 1,31                |

5. táblázat A Gutnikov és társai vizsgálataihoz felhasznált bazaltok vegyi összetétele [47]



3. ábra Bazaltszálak szakítószilárdsága az összesített  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartalom függvényében Gutnikov [47] alapján

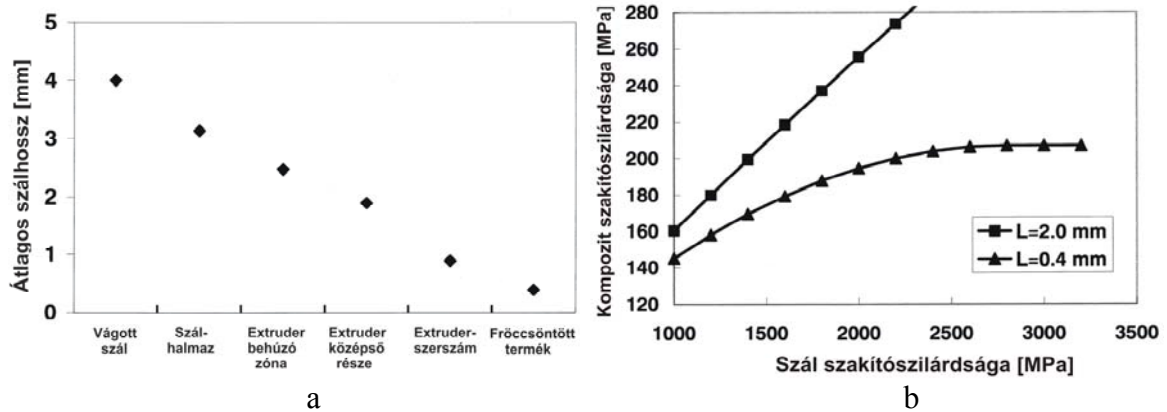
---

## 2.2. Szálerősítésű kompozitok fröccsöntése

Ebben a fejezetben a szálerősítésű kompozitok fröccsöntésének főbb problémáit és technológiai vonatkozásait tekintem át, kitérve az ezen a területen az utóbbi években elért kutatási eredményekre, különös tekintettel az üvegszállal erősített kompozitokra.

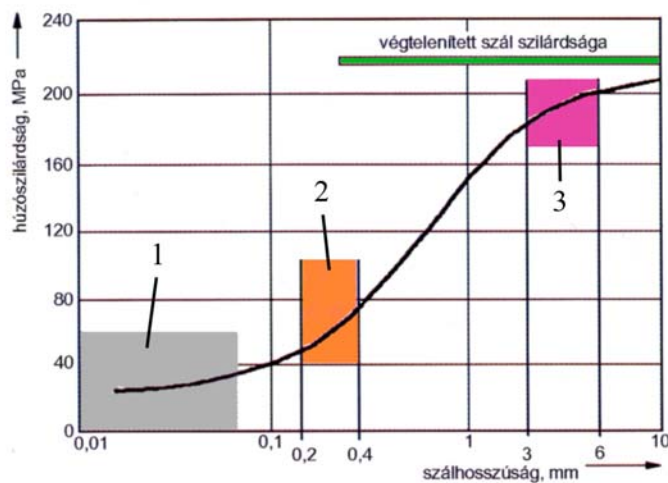
A hőre lágyuló polimerek szálakkal való erősítésének fő célja a szilárdság növelése mellett általában a hőalaktartás, a merevség, a kúszási ellenállás, a kopásállóság vagy az ütésállóság javítása, az elektromos tulajdonságok megváltoztatása, illetve a hőtágulási együttható csökkentése. A hőre lágyuló polimereket többnyire üveg, szén, kerámia, aramid, acél és természetes szálakkal erősítik. A legelterjedtebb szálfajta az üvegszál, ezen belül a legnagyobb mennyiségben, mintegy 90%-ban az E típusú üvegszálat használják fel [48]. A szálerősített hőre lágyuló polimerek mechanikai tulajdonságait legnagyobb mértékben az erősítőanyag alaki tényezője (szálhossz/átmérő arány) befolyásolja. A hagyományos kompaundálással és fröccsöntéssel előállított rövidszálas kompozitokban a szálak hossza 0,2-0,4 mm. Ez gyakran a kritikus szálhossz alatt van, ezért a rövid szálas fröccsöntött termékekben nem mindig lehet kihasználni az anyagban rejlő lehetőségeket. A kompaundálás és a plasztikálás során erőteljesen töredeznek a szálak. Az ömledék befröccsöntése során a beömlő rendszerben és a szerszámban további jelentős szálrövidülés következik be, az átlagos szálhossz ekkor csökken 0,2-0,4 mm-re [49-51].

Thomason és munkatársai [52] vágott üvegszálak átlagos hosszát mérték az előállítás és feldolgozás különböző fázisai során (4/a. ábra). A szálak hosszúsága már a vágott szál csomagolása és szállítása során is hozzávetőlegesen 1 mm-rel csökkent, ezt követte az extruderben történő kompaundálás, ahol a legnagyobb mértékű száltöredezés következett be, végül a poliamid (PA) 6.6 mátrix felhasználásával végzett fröccsöntés során a szálhossz elérte végleges értékét. Mind a szálhossz, mind pedig az erősítőszál szakítószilárdságának a kompozit szilárdságára gyakorolt hatását jól szemlélteti a 4/b. ábra, amely Thomason és munkatársai Kelly-Tyson modellen alapuló elméleti számításainak eredményét ábrázolja, 33 m% üvegszállal erősített PA6.6 példáján.



4. ábra A szálhossz változása a feldolgozás során (a) és a kompozit számított szakítószilárdsága a szál szakítószilárdsága és a szálhossz függvényében (b) 33 m% üvegszállal erősített fröccsöntött PA6.6 esetén Thomason alapján [52]

A legmegfelelőbb szálhosszúság mintegy 3-6 mm. A 3 mm-nél hosszabb szálakkal erősített anyagokat hosszúszálasnak, míg az ennél rövidebb szállal erősítetteket rövidszálasnak nevezik. A hosszúszál erősítésű polimerek szilárdsága 120%-kal is meghaladhatja a rövidszál erősítésű polimerekét, de az ennél hosszabb szálak gyakorlatilag már nem növelik tovább az anyag szilárdságát (5. ábra) [49-54].

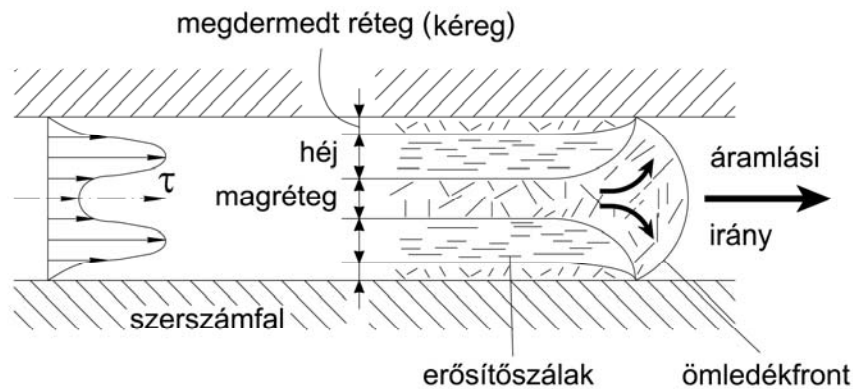


5. ábra Összefüggés a szálhosszúság és a húzószilárdság között üvegszállal erősített PP példáján, 1: nem erősített műanyag tartomány, 2: rövid szállal erősített műanyagok tartománya, 3: hosszú szállal erősített műanyagok tartománya [49]

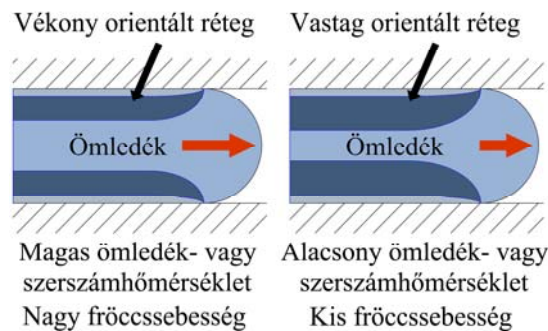
A fröccsöntött végtermékben elérhető szálhosszúság és ezen keresztül az alakí tényező jelentősen függ a termék kialakításától és a fröccsöntési paraméterektől, így például egy 1,5 mm falvastagságú terméknél (ahol nagyobb fröccsöntési sebesség

szükséges) az elérhető szálhosszúság körülbelül 30%-kal kisebb, mint egy 4 mm falvastagságú termékénél [49, 50, 55].

Technológiai szempontból meghatározó jelentőségű az orientáció és a mag-héj szerkezet kialakulása: az ömledékfront előrehaladása során a polimerömledék szerszámfallal érintkező része rövid idő alatt megdermed, vékony külső réteget (kéreg) hozva létre, amelynek vastagsága szálerősített anyagok esetén a termék teljes falvastagságának mintegy 5-7%-át teszi ki. Az erősítőszálak orientációja ebben a rétegben véletlenszerű. A szerszámfaltól befelé haladva egyre nő az áramló polimerömledékben fellépő nyírósebesség, ezért itt egy erősen orientált réteg (az úgynevezett héj) jön létre, ahol az erősítőszálak nagymértékben a folyás irányába orientálódnak. A magnak nevezett középső rétegben a kéreghez hasonló véletlenszerű szálorientáció alakul ki (6. ábra). Az átlagos szálorientációt alapvetően a mag és a héj vastagságának aránya határozza meg. Minél nagyobb a befroccsöntési sebesség, illetve minél nagyobb az ömledék és a szerszám hőmérséklete, annál kisebb lesz a héj vastagsága, ennél fogva kisebb lesz az orientáció (7. ábra) [56-61].



6. ábra A nyírófeszültség eloszlása a keresztmetszet mentén és a mag-héj szerkezet kialakulása vékonyfalú termék fröccsöntésénél [56]

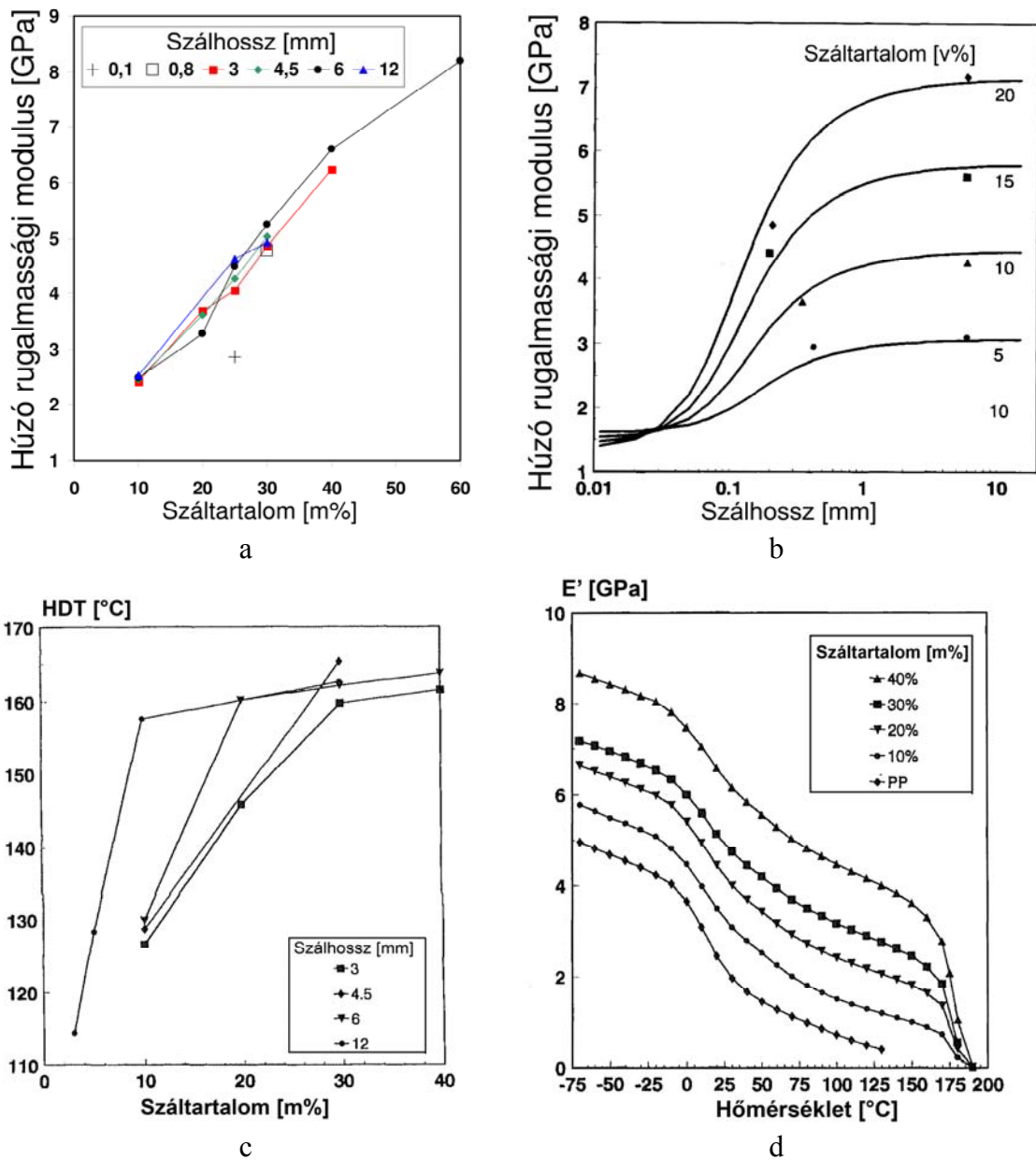


7. ábra A kéreg vastagságának változása a fröccssebesség és a hőmérséklet függvényében [56]

---

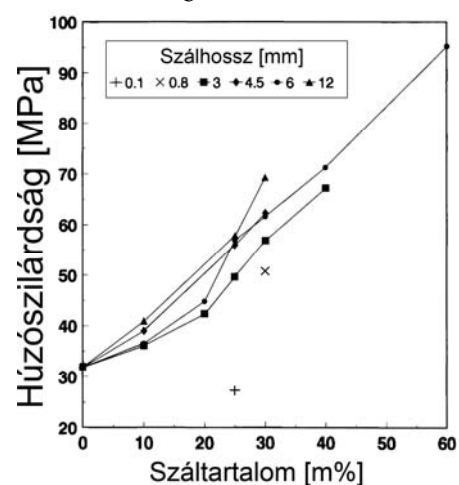
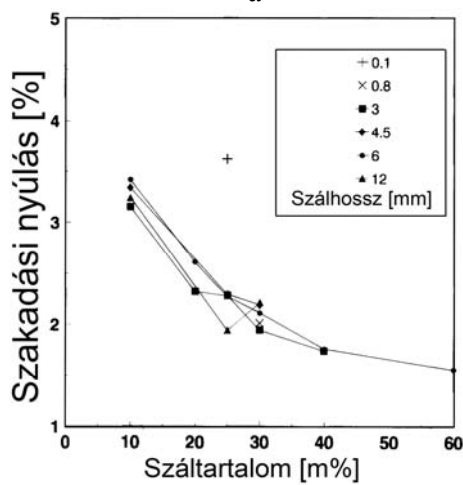
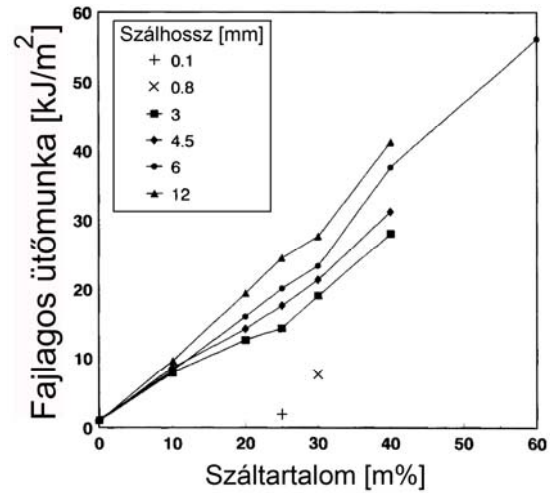
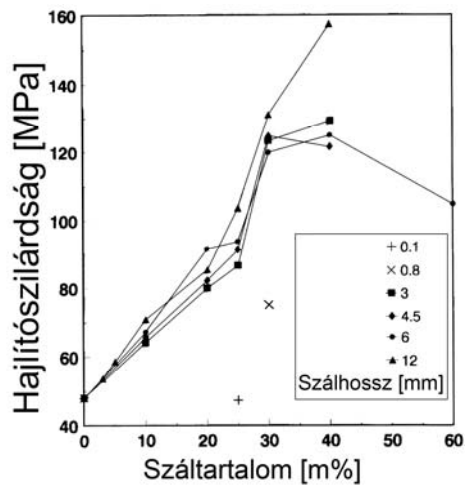
Thomason és munkatársai [62-66] a szálerősített hőre lágyuló mátrixú kompozitok előállításának számos vonatkozását tanulmányozták. A vizsgálataikhoz préselt polipropilén (PP) mátrixú kompozit lapokból készítettek próbatesteket, aminek az az előnye, hogy a szálak hosszúsága könnyen és széles határok között beállítható, lehetővé téve a szálhossz hatásának vizsgálatát. Megállapították, hogy a húzó- és hajlító rugalmassági modulus a száltartalom függvényében lineárisan növekszik (8/a. ábra). Ugyanakkor a szálhossz függvényében a húzó rugalmassági modulus a szakítószilárdsághoz hasonló módon változik, azaz határértékhez tart: a 8/b. ábra egy elméleti modell alapján számított görbét ábrázol, mérési eredményekkel összevetve [62]. Poliamid 6 mátrixú üvegszálak kompozitok vizsgálata során a száltartalom és a húzó rugalmassági modulus összefüggésére a fentiekhez hasonló eredményeket mutatott ki Fornes [67] és Sui [68]. A hőre lágyuló polimerek hőalaktartásának és hőmérsékletfüggő viselkedésének meghatározására szolgáló módszerek közül a HDT (Heat Deflection Temperature, hőalaktartósság) és a DMA (Dinamikus Mechanikai Analízis) a legelterjedtebb. A HDT az a hőmérséklet, ahol a szabályozott hőmérsékletű folyadékfürdőbe helyezett, állandó terhelésű szabványos próbatest a hárompontos hajlítás során eléri a 0,25 mm-es lehajlást [69-71]. A 8/c. ábrán megfigyelhető, hogy szálerősítéssel a kompozit HDT értékét jelentős mértékben meg lehet növelni. A 8/d. ábra a DMA vizsgálattal meghatározott tárolási modulus változását mutatja a száltartalom függvényében [63].

Thomason és Botev vizsgálatai [64, 72] szerint PP mátrixú kompozitokban a szakadási nyúlás nagymértékű csökkenést mutat a száltartalom függvényében (9/a. ábra), ugyanakkor a szálhossz és a szakadási nyúlás között nem mutatható ki egyértelmű összefüggés. A húzó- és hajlítószilárdság megközelítőleg lineárisan növekszik a száltartalom függvényében (9/b. és c. ábra).

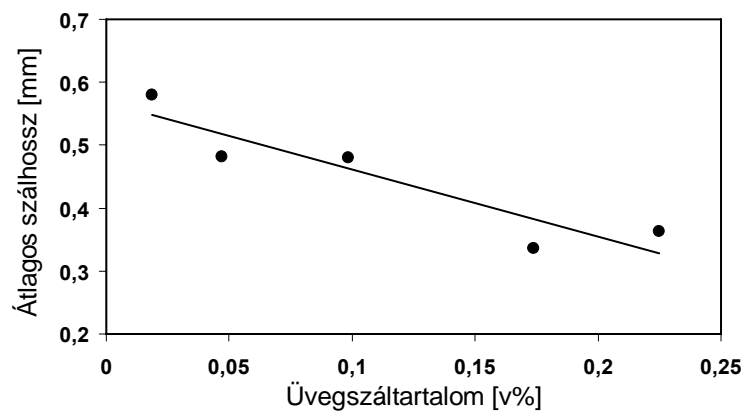


8. ábra A húzó rugalmassági modulus a száltartalom (a) és az átlagos szálhossz függvényében (b), illetve a szálerősítés hatása a hőalaktartóságra (c) és a tárolási modulusra (szálhossz: 6 mm) (d) üvegszállal erősített PP mátrixú kompozit esetében [62, 63]

Vlug és munkatársai megfigyelései [65] szerint a hornyolt próbatesteken végzett Charpy ütvehajlító vizsgálatokkal meghatározott fajlagos ütőmunka a húzószilárdsághoz hasonlóan megközelítőleg lineárisan növekszik a száltartalom függvényében. A szálhosszúság növekedése szintén kedvező hatást gyakorol az ütészállóságra (9/d. ábra). Thomason [66] fröccsöntött és fröccsajtolt üvegszál PP próbatesteken végzett mérésekkel a fentiekhez hasonló eredményeket kapott. A száltartalom növelése az átlagos szálhossz csökkenésével jár (10. ábra) [73-75].

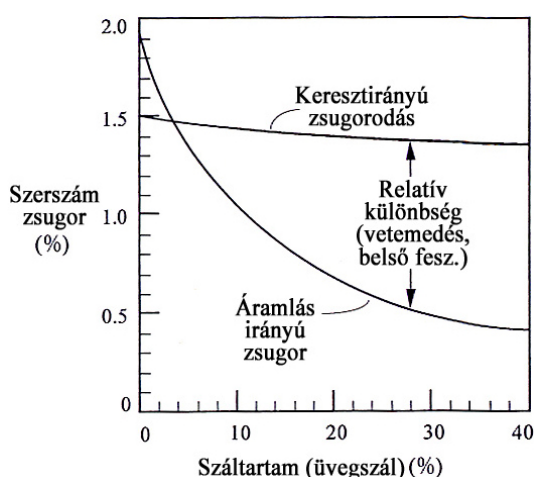


9. ábra A száltartalom hatása a hajlítószilárdságra (a), a fajlagos ütőmunkára (b), a szakadási nyúlásra (c) és a húzószilárdságra (d) üvegszállal erősített PP mátrixú kompozit esetében [64, 65]



10. ábra A száltartalom és a szálhosszúság összefüggése üvegszállal erősített fröcsöntött PA6.6 kompozit esetében [73]

Különböző töltő- és erősítőanyagoknak a polimerbe keverése jelentősen csökkenti a fröccsöntött darabok zsugorodását, mivel ezeknek az – általában szerves – anyagoknak a hőtágulási együtthatója töredéke a polimerekének, illetve kevésbé összenyomhatók. A részecskék vagy lemezkék formájában felhasznált töltőanyagok megközelítőleg mennyiségükkel egyenes arányban csökkentik a zsugorodást és annak izotrop jellegét nem befolyásolják. Ezzel szemben erősítőszálak alkalmazásakor a hosszirányú (áramlás irányába eső) és keresztirányú (áramlás irányára merőleges) zsugorodás között jelentős különbség mutatkozik. Ez annak tulajdonítható, hogy az erősítőszálak saját orientációjuk irányában sokkal nagyobb mértékben csökkentik a zsugorodást, mint arra merőlegesen, a szálak jelentős része pedig az ömledékáramlás irányába orientálódik. A száltartalom növekedésével a hossz- és a keresztirányú zsugorodás eltérő módon változik, emiatt különbségük és hányadosuk is fokozatosan növekszik (11. ábra) [76, 77].



11. ábra A szálerősítés hatása a zsugorodásra az üvegszállal erősített POM példáján [76]

### 2.3. A felületkezelés hatása a kompozitok mechanikai tulajdonságaira

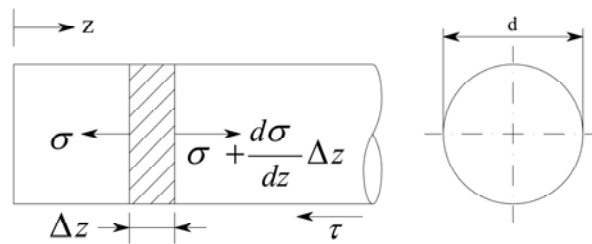
A szálerősítésű kompozitokban alapvető szerepet játszik az erősítőszál és a mátrixanyag közötti kapcsolat kellően nagy és tartós szilárdságának biztosítása, mivel mind a mechanikai, mind pedig a termikus hatások következtében fellépő feszültségeket a szál és a mátrix között a határfelületi réteg közvetíti. Ez különösen nagy jelentőségű a nem folytonos szákkal erősített rendszerekben. Részben kristályos polimerekben a határréteg szerkezetét az erősítőanyag göcképző vagy kristályosodást gátló hatása is befolyásolhatja [78].

## A felületkezelés alapjai

Az egységnyi határfelületre vonatkoztatott állandó értékű tapadást feltételezve létezik egy olyan kritikus szálhossz, amelynél rövidebb szálat a húzóigénybevétel során tönkrement minta felületéből kihúzhatunk, s amelynél hosszabb szál a jó tapadás következtében elszakad a tönkremenetel pillanatában. Ahhoz, hogy a nem folytonos szálakkal erősített kompozitokban kiaknázhassuk a szálak szilárdságát, szükséges, hogy a jellemző tönkremeneteli forma a szálszakadás legyen. Azon  $l_{cl}$  kritikus félszálhossz, amely ahhoz szükséges, hogy a környezeti csúsztató feszültségek révén a szálban fellépő húzófeszültségek a szál szakítószilárdságát elérhessék, az (1) egyensúlyi egyenletből számítható [61, 79, 80] (12. és 13. ábra):

$$\sigma \frac{d_f^2 \pi}{4} + \tau d_f \pi dz = \left( \sigma + \frac{d\sigma}{dz} \Delta z \right) \frac{d_f^2 \pi}{4}, \quad (1)$$

ahol  $d_f$  a szálátmérő,  $\sigma$  a szálban ébredő húzófeszültség és  $\tau$  a határfelületi nyírófeszültség. Ezt egyszerűsítve és integrálva a (2) egyenletet kapjuk.



12. ábra Rövid erősítőszál  $\Delta z$  hosszúságú szakaszának erőegyensúlya [15]

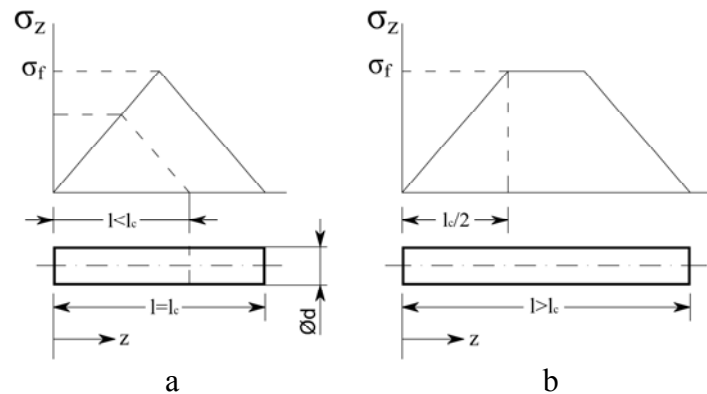
$$d_f \pi d_{cl} \tau_{\max} = \frac{d_f^2 \pi}{4} \sigma_f, \quad (2)$$

ahol  $\tau_{\max}$  a határfelület nyírószilárdsága és  $\sigma_f$  a szál szakítószilárdsága. Ebből az  $l_{cl}$  értékét kifejezve a (3) összefüggéshez jutunk.

$$l_{cl} = \frac{d_f \sigma_f}{4 \tau_{\max}} \quad (3)$$

A minimális, vagy kritikus szálhossz az  $l_{cl}$  kétszerese (4). Ez az úgynevezett Kelly-Tyson összefüggés [15].

$$l_c = 2l_{cl} = \frac{d_f \sigma_f}{2\tau_{\max}} \quad (4)$$



13. ábra Rövid szálak hossza mentén ébredő húzófeszültség eloszlás a kritikus hosszánál nem nagyobb (a) és nagyobb (b) esetben [79]

Két felület – így a polimer mátrix és az erősítőszál – közötti kölcsönhatás néhány alapvető mechanizmus révén alakulhat ki. Ezek különböző mértékben játszanak szerepet a határfelületi kölcsönhatás kialakításában és a határfelület nyírószilárdságának meghatározásában. A következőkben ezek tömör összefoglalása látható.

#### Adszorpció

Az adszorpció az anyagoknak, leggyakrabban van der Waals-kötéssel, ritkábban kemoszorpcióval történő megkötődése egy másik anyagnak (adszorbensnek) a felületén [81-84].

#### Interdiffúzió

Két polimer felület között létrejöhet olyan kölcsönhatás, melynek során az egyik polimer láncmolekulái a vele érintkező másik polimer láncmolekulái közé behatolnak (14/a. ábra). Szilárdsága elsősorban a láncmolekulák konformációjától és mozgékonyaságától függ. Ilyen kötés polimer mátrixú kompozitokban csak polimerszálak vagy polimerréteggel bevont más típusú szálak esetében jöhet létre [81].

#### Elektrosztatikus vonzás

Egy pozitív és egy negatív villamos töltésű felület között elektrosztatikus vonzó erő ébred, mint például sav-bázis kölcsönhatásokban és ionos kötésekben (14/b. ábra). Ilyen

---

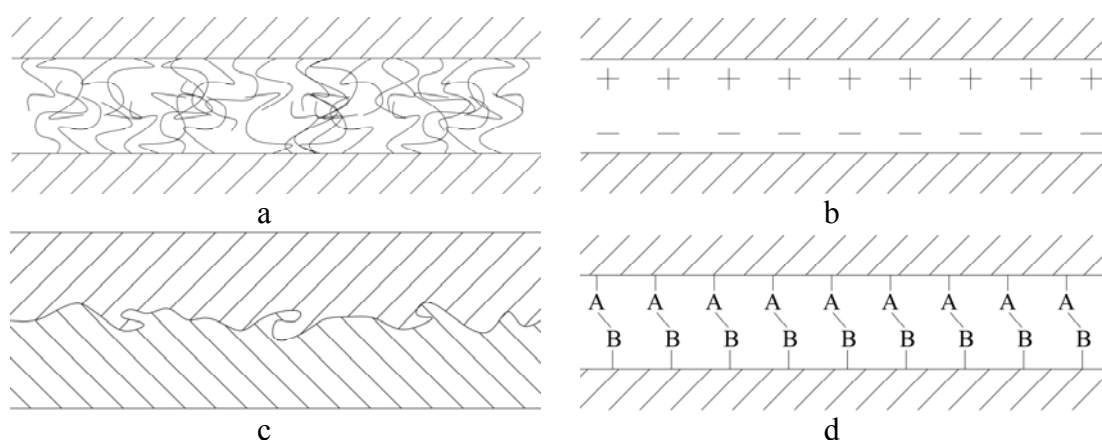
esetekben a kötés erőssége elsősorban a töltéssűrűség függvénye. A kompozitokban az ilyen kölcsönhatások alig játszanak szerepet [81].

#### *Mechanikai összehurkolódás*

Az érintkező felületek mechanikai, geometriai egymásba hurkolódása vagy felületi egyenetlenségei is elősegíthetik a kötés kialakulását (14/c. ábra). Bár az ilyen kötések húzószilárdsága alig haladja meg a sima határfelület esetén mérhető értéket, nyírással szemben igen ellenálló lehet, ezen túlmenően pedig a fajlagos felület növelésével a többi kötéstípus szilárdságát is megnöveli [81]. A bórszálak érdes felülete ilyen szempontból rendkívül előnyös.

#### *Kémiai kötések*

A kompozitokban a legnagyobb határfelületi szilárdságot kémiai kötések létrehozásával lehet elérni. A kémiai kapcsolószerek alkalmazása ezt a célt szolgálja. A kötés erőssége a kémiai kötések típusának és számának a függvénye (14/d. ábra) [81, 82, 85].



14. ábra Két felület közötti tapadás kialakulásának alapvető mechanizmusai [81]  
interdiffúzió (a), elektrosztatikus vonzás (b),  
mechanikai összehurkolódás (c), kémiai kötés (d)

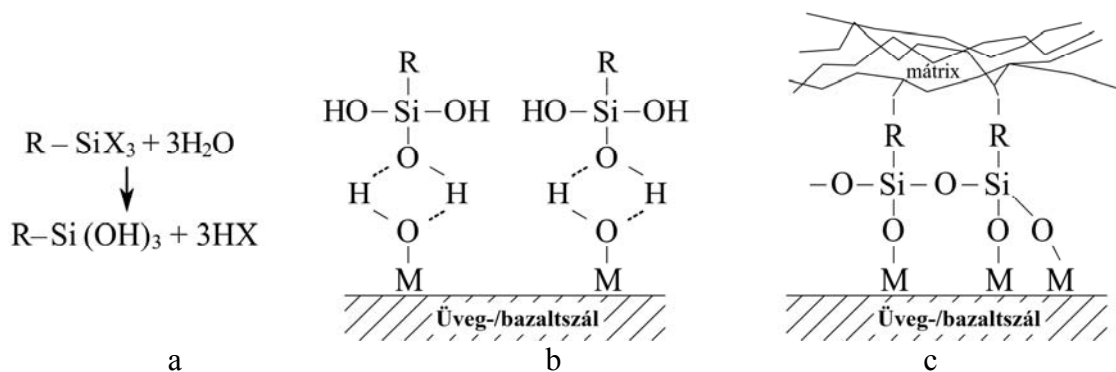
Mivel a bazaltszálak vegyi összetétele számos rokonságot mutat az üvegszálakkal, szerkezetük pedig azonos módon épül fel, a következőkben az üvegszálakon alkalmazott tapadásjavítók fajtáit ismertetem.

---

## Üveg- és bazaltszálak felületkezelése

Az üvegszálak felülete alapvetően különböző fénoxidokból áll. Egyes oxidok, mint például a  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  és az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nem higroszkóposak, de hidrofilek, ezért a vizet hidroxil-csoportok formájában ( $-\text{M}-\text{OH}$ , ahol az M lehet Si, Fe vagy Al) valamint az ezekhez hidrogénkötésekkel kapcsolódó vízmolekulák formájában kötik meg. Más oxidok higroszkóposak, ezért képesek vizet abszorbeálni. Ennek következtében az üvegszál felületén több molekula vastagságú, erősen tapadó vízréteg jöhet létre. Ha hosszan érintkezik vízzel, egyes oxidok kioldódnak, a vízben nem oldhatóak megmaradnak, ezáltal a felület porózussá válik. Noha a határfelületi kapcsolódásra ez a jelenség káros hatást gyakorol, az üveg ezen tulajdonságait kihasználva a legtöbb kapcsolószert vizes oldat formájában juttatják a szálak felületére. Az oldat koncentrációja többnyire 0,01-2%, amely megközelítően monomolekuláris réteget alakít ki a felületen. A kapcsolószerek feladata, hogy szilárd kémiai kapcsolatot hozzanak létre a szál és a mátrix láncmolekulái között. Napjainkban a következő kapcsolószerek állnak rendelkezésre: szilánok, zsírsavak, titanátok, cirkonátok és anhidridek [81, 86, 87].

A szilán kapcsolószerek általában többfunkciós molekulák, molekuláris felépítésük  $\text{R}-\text{Si}-\text{X}_3$  vagy  $\text{R}-(\text{CH}_2)_n-\text{SiX}_3$ . A molekula egyik oldalán a szál felületével, míg a másik oldalán levő funkciós csoport segítségével a mátrixszál hoz létre kötést. Az  $X$  a szilíciumhoz kapcsolódó, hidrolizálható etoxi ( $-\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ ) vagy metoxi ( $-\text{CH}_3\text{O}$ ) csoport, amely a vizes oldatba kerülve hidrolízis során átalakul (15/a. ábra). A létrejövő trihidroxiszilán kovalens kötésekkel vagy hidrogénhíddal kapcsolódik az üvegszál felületén lévő hidroxil csoportokhoz (15/b. ábra). Mikor az üvegszálat megszáritják, reverzibilis kondenzáció zajlik le a szál és a szilánmolekulák, valamint a szomszédos szilánmolekulák között, miközben polisziloxán réteg jön létre (15/c. ábra). Az  $R$  csoportok feladata, hogy a polimer mátrix reaktív oldalcsoportjaihoz kapcsolódjanak [88-91].



15. ábra Szilán kapcsolószer alkalmazásának lépései, a szilán hidrolízise (a), az üvegszál felszíne és a szilán közötti kötések kialakulása (b), polisziloxán (c)

Tekintettel a mátrixanyagok sokféleségére, számos szilán kapcsolószer van kereskedelmi forgalomban [92-95]. A szilánok leggyakoribb alkalmazási területei a 6. táblázatban láthatók. A titanátok négyfunkciós felületaktív anyagok. Molekuláris felépítésük  $X-Ti-(O-R)_3$ . Az  $R$  a polimer mátrixhoz kötődő reaktív csoport, míg az  $X$  a szál felületéhez való kapcsolódást biztosító hidrolizálható csoport [88, 89].

| Funkciós csoport (R) | Hőre keményedők | Hőre lágyulók                               |
|----------------------|-----------------|---|
| Amino                | MF, PF, PU, EP  | PVC, PE, PP, PS, PA, PC, PBT, PPO, PPS, PSU |
| Epoxi                | EP, PU, MF, PF  | ABS, PBT, PS, PVAC                          |
| Vinil                | UP              | PS, EVA, PE, PP                             |
| Metakrilát           | UP, DAP         | PS, ABS, PE, PP                             |

6. táblázat Szilán kapcsolószerek funkciós csoportjának típusai és az alkalmazott polimer mátrixanyagok [88]

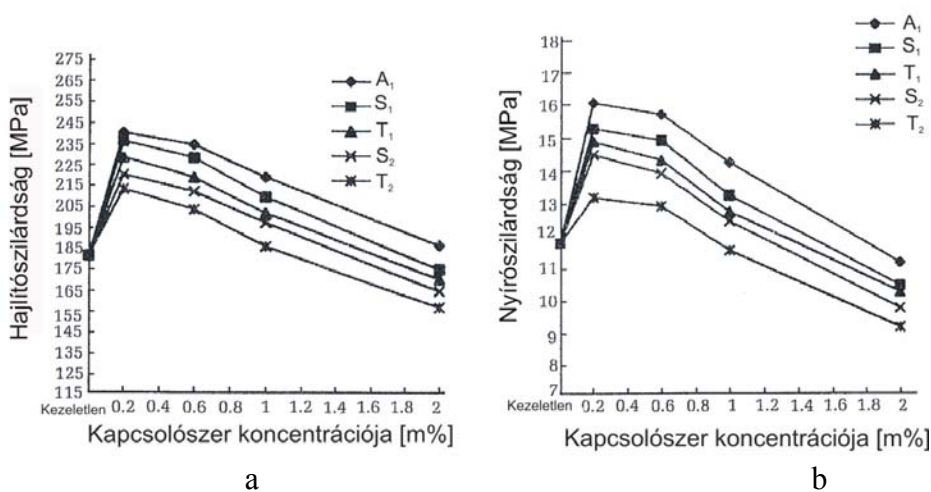
Az üveg- és bazaltszálak gyártása során az írézzel együtt viszik fel a kapcsolószert. Az írés a kapcsolószerek mellett a következő komponenseket tartalmazza: a filmképző anyagok bevonatot hoznak létre a szál felületén, amely segít egyben tartani a roving szálait, emellett megvédi a szálakat a feldolgozás során fellépő súrlódástól és az ebből fakadó kopástól. A kapcsolószer mellett a filmképző anyag vegyi összetételét is igyekeznek a mátrixanyaghoz igazítani, ezért számos anyagot alkalmaznak erre a célra, például poli(vinil-acetát)-okat, poliuretánokat, poliolefineket, poliésztereket és epoxigyantákat. A kenőanyagok a szál-szál kölcsönhatásból eredő kopást csökkentik. Ezen kívül az írés antisztatizáló, emulgeáló adalékokat és antioxidánsokat is tartalmazhat. Az írezőanyagokat 0,05-10 m%-os arányban vízzel elegyítve viszik fel a szálak felületére. A különböző komponensek oldat, emulzió vagy szuszpenzió formájában vannak jelen a

vízben. Az üvegszálgyártás során egy hengerrel viszik fel a szálak felületére ezt az oldatot, amelyből a szárítás során létrejön a megfelelő bevonat. A szálak jelentős haladási sebessége miatt (körülbelül 60 m/s) a bevonásra mindössze hozzávetőlegesen 0,5 ms idő áll rendelkezésre. A szárítás időtartama az alkalmazott anyagok függvényében két perctől egy napig terjedhet [96-98].

Chou és munkatársai [99] kezeletlen és különböző kapcsolószerekkel kezelt üvegszál, fenolgyanta mátrixú kompozitok mechanikai jellemzőinek alakulását vizsgálták a kapcsolószer mennyiségének függvényében. A 7. táblázatban látható kapcsolószerek alkalmazásával unidirekcionális kompozit lemezeket állítottak elő, a következő módon: az üvegszálakat a kapcsolószer vizes oldatába (koncentráció: 0,2; 0,6; 1 és 2 m%) helyezték, majd onnan kivéve 2 órán keresztül 105°C-on szárították. A cirkoaluminát típusát és funkciós csoportját nem írták le részletesen. A préselt próbatesteket hárompontos hajlító- és nyíróvizsgálatnak vetették alá (16. ábra). A szálak felületi kezelésével 17 és 33% közötti mértékben sikerült megnövelni a hajlítószilárdságot a kezeletlen szálakat tartalmazó kompozitokhoz képest.

| Ssz. | Kapcsolószer típusa                                      | Jelölés        |
|------|--|----------------|
| 1    | nincs (kezeletlen üvegszál)                              | U              |
| 2    | gamma-amino propiltriethoxi szilán                       | S <sub>1</sub> |
| 3    | gamma-glicidoxi propiltrimetoxi szilán                   | S <sub>2</sub> |
| 4    | di (dioktil) pirofoszfát oxietilén titanát               | T <sub>1</sub> |
| 5    | neopentil (diallil) oxitri (n-etiléndiamino) etiltitanát | T <sub>2</sub> |
| 6    | cirkoaluminát  | A <sub>1</sub> |

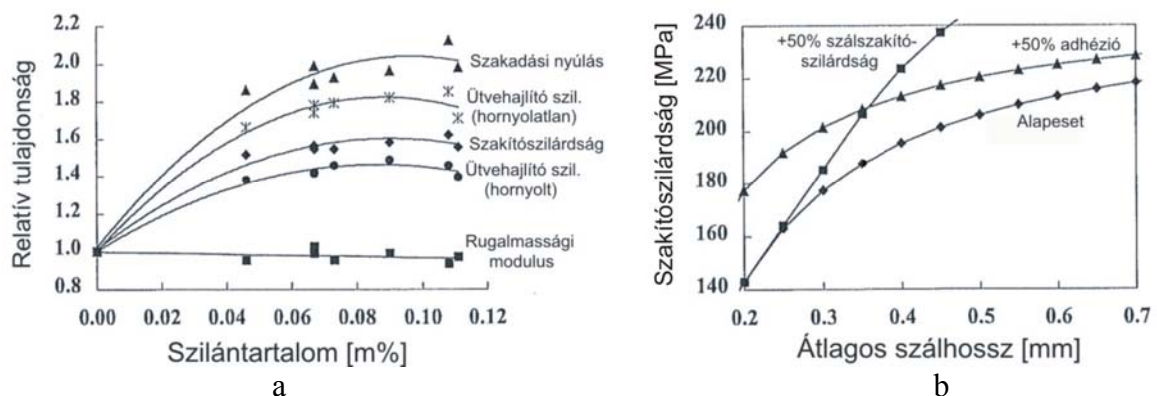
7. táblázat A Chou és munkatársai által felhasznált kapcsolószerek típusa és jelölése [99]



16. ábra Különböző kapcsolószerekkel készült fenolgyanta mátrixú kompozitok hajlító- (a) és nyíróvizsgálatának (b) eredménye [99]

Park és munkatársai [100] a határfelületi szilárdságot vizsgálták szilános felületkezelés után bazaltszállal erősített fenolgyanta és poliizocianát rendszerekben. Azt tapasztalták, hogy a kémiai kötések erőssége játsza a legfőbb szerepet a határfelületi nyírószilárdság alakulásában, és azt Fourier transzformációs infravörös spektroszkópiai (FTIR) vizsgálattal is alátámasztották. A legjobb szilárdsági értékeket aminoszilán és metoxi-fenilszilán alkalmazásával érték el.

Thomason és Adzima [96] 33 m% üvegszállal erősített fröccsöntött PA6.6 mechanikai jellemzőit vizsgálták. Az üvegszállra felvitt írezőanyag – melyet az üvegszálgyártásban alkalmazott ipari eljárással vittek fel a szálak felületére – 3-amino-propil-trietoxi-szilánból és poliuretán diszperzióból állt. Az üvegszál felületén jelenlévő szilán az üvegszál tömegéhez viszonyított mennyiségének függvényében ábrázolták a mechanikai tulajdonságok relatív változását a kezeletlen szállal erősített kompozitokhoz képest (17/a. ábra). Megállapították, hogy a szilán kapcsolószer mennyisége minden fontos mechanikai jellemzőre jelentős hatást gyakorol, továbbá egy adott optimális értéken feje ki a legnagyobb erősítő hatást. Ugyanakkor a rugalmassági modulus nem függ a szilántartalomtól, ebből arra következtettek, hogy ez az érték kizárólag a szál és a mátrix rugalmassági modulusától függ. Üvegszállal erősített fröccsöntött PA6.6-ot alapul véve, a Kelly-Tyson modellen alapuló elméleti modell segítségével határozták meg a 17/b. ábrán látható diagramot, amelyen megfigyelhető, hogy a szálhosszúság, a szál szakítószilárdsága és a határfelületi nyírószilárdság milyen komplex módon befolyásolja a kompozit szakítószilárdságát.



17. ábra Fröccsöntött PA6.6 mátrixú kompozit mechanikai tulajdonságainak relatív változása az üvegszál szilántartalmának függvényében (a) és a kompozit szakítószilárdsága a szálhosszúság és a szál szakítószilárdsága függvényében (b) [96]

---

Pegoretti és munkatársai [101] PA6 mátrixú, egyetlen üvegszálat tartalmazó mikrokompozit próbatesteken végeztek fragmentációs vizsgálatokat. A kezeletlen mellett poliamid mátrixhoz, illetve epoxigyanta mátrixhoz javasolt kapcsolószerekkel bevont üvegszálakat használtak fel a mérésekhez. Azt tapasztalták, hogy a határfelületi nyírószilárdságot a poliamidhoz javasolt kapcsolószerek kismértékben növelte, az epoxihoz javasolt kapcsolószerek pedig kismértékben csökkentette. Ezzel szemben a szál-mátrix határfelület szívósságát mindkét kapcsolószerek kétszeresére növelte a kezeletlen üvegszállal megállapított értékhez képest.

Yue és munkatársai [102] PA6.6 mátrixú mikrokompozitok vizsgálata során megállapították, hogy noha a legtöbb kompozit rendszer szilárdsága növekszik a határfelületi nyírószilárdság növekedésével, a kompozit szívóssága csökken, mivel a nagyobb nyírószilárdságú – ezáltal ridegebb – határfelület kevésbé képes megállítani a repedésterjedést.

Pölöskei és munkatársai [103, 104] kezeletlen és különböző kapcsolószerekkel (maleinsav-anhidrid, szterogénol, glicerin-monooleát, 9,11-linolsav, napraforgóolaj, tetraetoxi-szilán) kezelt, Junkers technológiával előállított bazaltszállal erősített, PP mátrixú kompozitok mechanikai tulajdonságait vizsgálták. Azt tapasztalták, hogy a bazaltszálerősítés a szilárdságot alig befolyásolta, ugyanakkor a Charpy vizsgálattal mért törési munka már a kezeletlen bazaltszálnál is kétszeresére növekedett a mátrixhoz képest, a kapcsolószerek alkalmazása pedig további javulást eredményezett.

Tjong és munkatársai [105] üvegszállal erősített, polipropilén mátrixú, fröccsöntött kompozitok kvázisztatikus és dinamikus mechanikai tulajdonságait vizsgálták. A mátrix ütésállóságát úgy igyekeztek növelni, hogy sztiroil/etilén-butilén/sztiroil (SEBS) kopolimert keverték a polipropilénhez. A szálak és a mátrix felületi tapadását maleinsavval ojtott PP (PP-g-MAL), illetve SEBS (SEBS-g-MAL) adalékkal javították. A fröccsöntött próbatesteken szakító- és Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatokat végeztek. Az eredmények a 8. táblázatban láthatók. A szakítószilárdság a SEBS hatására leromlott, de az üvegszálerősítés hatására jelentősen megnövekedett. A SEBS elasztomer hozzáadása jelentősen megnövelte az ütésállóságot, amit az üvegszál lerontott, de még így is meghaladja a mátrixon mért értéket.

| Keverék jele | PP<br>m% | PP-g-<br>MAL<br>m% | SEBS<br>m% | SEBS-g-<br>MAL<br>m% | üvegszál<br>tartalom<br>m% | $\sigma$<br>[MPa] | E<br>[GPa] | $a_{cN}$<br>[kJ/m <sup>2</sup> ] |
|--------------|----------|--------------------|------------|----------------------|----------------------------|-------------------|------------|----------------------------------|
| PP           | 100      | -                  | -          | -                    | -                          | 32,6              | 1,89       | 1,95                             |
| mPP          | 95       | 5                  | -          | -                    | -                          | 31,9              | 1,76       | 1,53                             |
| SEBS/mPP     | 76       | 4                  | 20         | -                    | -                          | 23,9              | 1,43       | 23,16                            |
| mSEBS/mPP    | 76       | 4                  | -          | 20                   | -                          | 24,2              | 1,33       | 12,28                            |
| GF/SEBS/mPP  | 58,4     | 3,1                | 15,4       | -                    | 23,1                       | 51,5              | 4,22       | 12,19                            |
| GF/mSEBS/mPP | 58,4     | 3,1                | -          | 15,4                 | 23,1                       | 49,7              | 4,15       | 11,69                            |

8. táblázat Tjong és munkatársai vizsgálati eredményei ( $\sigma$ : szakítószilárdság,  $E$ : rugalmassági modulus,  $a_{cN}$ : fajlagos ütőmunka) [105]

## 2.4. Az irodalomkutatás elemzése, az értekezés célja

A szakirodalmi adatok alapján megállapítható, hogy az elmúlt másfél évtizedben világszerte megnőtt a folytonos bazaltszálak és az abból készült termékek iránti kereslet és érdeklődés. Több országban (elsősorban a volt Szovjetunió területén) egyre nagyobb szálgyártó kapacitások jönnek létre [8, 106, 107], Európában és Észak-Amerikában pedig a bazaltszál felhasználásával készült félkésztermékeket, egyebek között szöveteket előállító feldolgozó üzemek létesülnek [37]. A folytonos bazaltszálak kompozit erősítőanyagként való felhasználása sok esetben kísérleti fázisban tart, ugyanakkor néhány ilyen termék már jelen van a piacon. Ezen alkalmazások azonban többnyire hőre keményedő mátrixú kompozitokat foglalnak magukba, a hőre lágyuló mátrixú kompozitok közül napjainkig csak a hőformázással feldolgozott lemezek jelentek meg az iparban, míg a folytonos bazaltszálak fröccsöntött termékekben való felhasználására csak kevés utalást lehet találni a szakirodalomban. Előállítási technológiájukat, szerkezetüket és vegyi összetételüket tekintve a bazaltszálak nagymértékben hasonlítanak az üvegszálakra, a legnagyobb különbséget az jelenti, hogy a bazaltszálakat közvetlenül a természetben megtalálható kőzetből állítják elő [18, 40].

A szálerősítésű kompozitok fröccsöntése jól ismert témakör. A körülményekből fakadóan a szakirodalom szinte kizárólag az üvegszállal erősített fröccsöntött kompozitokra korlátozódik. Várhatóan az ezen a téren szerzett, a technológiára vonatkozó tapasztalatok (száltöredezés, szálorientáció, zsugorodás stb.) a bazalt- és üvegszálak geometriájának és tulajdonságainak hasonlósága következtében a bazaltszálak kompozitokra is alkalmazhatók.

---

A fröccsöntött kompozitok esetében a kis szálhosszúság miatt különösen nagy jelentőségű a szálak és a mátrix közötti megfelelő határfelületi tapadás biztosítása. Ez alapvetően kémiai kötések létrehozásával, azaz kapcsolószerek alkalmazásával érhető el. A bazaltszálak hőre lágyuló mátrixú kompozitokhoz való tapadásának javításával nagyon kevés munka foglalkozik [3, 4, 108], és azok elsősorban PP, nem pedig az általam választott PA mátrixhoz kapcsolódnak. Ugyanakkor az üvegszállal erősített, hőre lágyuló mátrixú kompozitok határfelületi tapadásának javításával foglalkozó szakirodalom igen gazdag, ezért munkámban a bazaltszálak kompozitokhoz is az üvegszálakhoz kidolgozott tapadásjavító adalékokat és eljárásokat veszem alapul. Jelenleg a legkorszerűbb és legelterjedtebb kapcsolószerek a szilánok. Ezek között találhatunk olyan típusokat, amelyeket kifejezetten PA mátrixú kompozitokhoz fejlesztettek ki [88]. A kapcsolószerek alkalmazása többnyire a kompozitok valamennyi jelentős tulajdonságát javítja. A szakirodalomban fellelhető kísérleti eredményekből világosan látszik, hogy a megfelelő kapcsolószert kiválasztása mellett az annak felvitelére alkalmazott technológia és a kapcsolószert mennyiségének megválasztása is fontos szerepet játszik a tulajdonságok kialakulásában [96, 99]. Meg kell jegyezni, hogy egyes kutatók hőre keményedő mátrixú kompozitokban jelentős eredményeket értek el bazaltszálak felületkezelésével, illetve alkalmazásával [26, 100].

Az irodalomkutatásban ismertetett eredmények alapján disszertációm célkitűzései:

1. A polimer kompozitokban alkalmazható folytonos bazaltszálak tulajdonságainak elemzése. A szálak geometriai jellemzőinek, vegyi összetételének és mechanikai tulajdonságainak meghatározása, illetve az ezek között fennálló összefüggések feltárása.
2. A feldolgozás hatásának vizsgálata a kompozit mechanikai tulajdonságaira, a szálhosszra és a termék zsugorodására. Annak kiderítése, hogy a bazaltszál alkalmas-e a már sikeres üvegszállal erősített poliamidhoz hasonló polimer kompozit létrehozására. Különböző forrásból származó bazaltszálak és mátrixanyagok összehasonlítása, különös tekintettel a bazaltszál gyártók által használt felületkezelési eljárások alkalmazhatóságára PA6 és PA6.6 mátrixú kompozitoknál. Céлом továbbá a kompozitok termomechanikai tulajdonságainak meghatározása, illetve ezek és a felületkezelés minősége közötti összefüggések feltárása.

- 
3. Az erősítőszálak hatékony felületkezelési módjának kidolgozása megfelelő határfelület-módosító adalékokkal, a felületkezelő szer típusának és mennyiségének figyelembe vételével.
  4. A bazaltszállal erősített kompozitok mechanikai jellemzői egyéb javítási lehetőségeinek feltárása, elsősorban a maradó szálhossz növelésével, a szálhossz növeléséhez szükséges új ömledékkeverési technológia alkalmazhatóságának vizsgálata.

---

### 3. Alkalmazott vizsgálati módszerek és összefüggések

Ebben a fejezetben a kísérletek során alkalmazott anyagokat, vizsgálati módszereket, körülményeket, eszközöket, és a hozzájuk kapcsolódó összefüggéseket ismertetem. A mechanikai vizsgálatokat megelőzően a próbatesteket 50% relatív páratartalom és 20°C hőmérséklet mellett kondicionáltam legalább 24 óráig. A kompozitok gyártástechnológiáját, valamint az alkalmazott felületkezelő anyagokat abban a fejezetben ismertetem, ahol felhasználtam őket.

#### A felhasznált erősítőanyagok

A felhasznált erősítőanyagok típusa és jelölései a 9. táblázatban láthatók. A rövid bazaltszál Junkers technológiával készült, míg a folytonos bazaltszálak és az üvegszál szálhúzással.

| Jelölés | Szál típusa          | Gyártó, származási hely    |
|---------|----------------------|----------------------------|
| SB      | Rövid bazaltszál     | Toplan (Magyarország)      |
| CB1     | Folytonos bazaltszál | Kamenny Vek (Oroszország)  |
| CB2     | Folytonos bazaltszál | D.S.E. Group (Izrael)      |
| CB3     | Folytonos bazaltszál | Technobasalt (Ukrajna)     |
| GF      | E-üvegszál           | Johns Manville (Szlovákia) |

9. táblázat A vizsgálatok során felhasznált erősítőanyagok

#### A felhasznált mátrixanyagok

A felhasznált mátrixanyagok típusa és jelölései a 10. táblázatban láthatók.

| Típus | Márkanév         | Gyártó, származási hely        |
|-------|------------------|--------------------------------|
| PA6   | Schulamid 6MV13F | A. Schulman GmbH (Németország) |
| PA6.6 | Akulon S223-E    | DSM N.V. (Hollandia)           |
| PA6   | Factor PA6       | FACT GmbH (Németország)        |

10. táblázat A vizsgálatok során felhasznált mátrixanyagok

#### A szálak átmérőjének és szilárdságának meghatározása

Az elemi bazalt- és üvegszálak átmérőjét Projectina 4014/BK-2 típusú vetítőkroszkóphoz illesztett videokamerás képfeldolgozó rendszerrel, 400-szoros nagyítással, áteső megvilágítással határoztam meg. A felvételen kontúrszélességet mértem, melyet a szűrkeségi fok-eloszlás inflexiós pontjai között mért távolságként értelmeztem. A

---

leolvasás pontossága 0,1  $\mu\text{m}$  volt. A mérések megkezdése előtt a rendszert optikai ráccsal hitelesítettem. Hosszuk mentén egyenletesen elosztva minden szálon három helyen mértem az átmérőt. A szálak szakítóvizsgálatát az MSZ EN ISO 5079:1999 szabvány [109] alapján, fajtánként 100 darab elemi szálon végeztem, 25 mm befogási hosszal. A papírablakra ragasztott, már ismert átmérőjű szálakat Zwick Z005 típusú szakítógéppel,  $v=2$  mm/perc sebességgel szakítottam. A keresztmetszet területének számításához feltételeztem, hogy a szálak keresztmetszete kör alakú. A kiértékelés során a leolvasott adatokból (szakítóerő ( $F_{fs}$ ) és szakadási nyúlás ( $\Delta l_{fs}$ )) számítottam a megfelelő húzószilárdsági értékeket ( $\sigma_{fs}$ ) és relatív szakadási nyúlásokat ( $\varepsilon_{fs}$ ), valamint a rugalmassági modulust ( $E_F$ ). A rugalmassági modulus a szakítógörbe 0,05 és 0,25% fajlagos nyúlás közötti szakaszának meredeksége.

### **A szálak kémiai elemzése**

A bazalt- és üvegszálak elemi összetételét ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry – induktívan csatolt plazma optikai emissziós spektrometria) módszerrel határoztam meg. Az eljárás működési elve a következő: a vizsgálni kívánt anyagmintából oldatot kell készíteni (a bazalt és üveg esetében az oldószer bórsav), ezt az oldatot egy porlasztó aeroszollá alakítja majd egy plazma sugárforrás szabad atomos, illetve ionos állapotba viszi és gerjeszti a mintát alkotó elemeket. A plazma által kibocsátott fénysugárzást egy fényfelbontó egység spektrálisan felbontja és elkülöníti az egyes elemek spektrumvonalait. Mivel a spektrumvonalak helyzete a mintát alkotó elemekre jellemző, a spektrum alapján meghatározható a minta elemi összetétele. A szálminták 0,1-0,2 g-os részleteit PTFE bombába mértem be, majd sósav, salétromsav és hidrogén-fluorid elegyével 100°C-on elroncsoltam. A roncsolás után 4%-os bórsavval 25 ml törzsoldatot készítettem. A törzsoldatok elemkoncentrációit Labtest Plasmalab típusú ICP spektrométerrel határoztam meg. Az elemkoncentrációból számítással határoztam meg az oxidok koncentrációit.

### **Húzóvizsgálatok**

A húzóvizsgálatokat az MSZ EN ISO 527 szabvány alapján hajtottam végre [110]. A befogási hossz 100 mm, a vizsgálati sebesség 2 mm/perc volt. A próbatestek nyúlását video-extenzométerrel regisztráltam. A kapott erő-elmozdulás görbéből kompozit próbatestek esetén a húzószilárdságot (a legnagyobb húzófeszültség, amelyet a próbatest elvisel a húzóvizsgálat során), erősítetlen polimer próbatesteknél pedig a folyáshatárt (az

az első feszültség, amelynél a nyúlás a feszültség növekedése nélkül növekszik) határoztam meg. Ezeket a dolgozatban egységesen  $\sigma_M$ -mel jelöltem. A rugalmassági modulus ( $E$ ) a szakítógörbe 0,05 és 0,25% fajlagos nyúlás közötti szakaszának meredeksége. Öt párhuzamos mérésből határoztam meg a mechanikai jellemzőket, a legjobbat, illetve a legrosszabbat elhagyva átlagértéket és szórást számoltam.

### Hajlítóvizsgálatok

A hárompontos hajlító vizsgálatot az MSZ EN ISO 178 szabvány alapján hajtottam végre [111]. Az alátámasztási távolság 64 mm, a vizsgálati sebesség 2 mm/perc volt. A határhajlító feszültséget ( $\sigma_{fM}$ ) és a hajlítómodulust ( $E_f$ ) a (5) és (6) egyenlet alapján számítottam ki, ahol  $h$  és  $w$  a próbatest vastagsága, illetve szélessége,  $S$  az alátámasztási távolság és  $d$  a lehajlás.

$$\sigma_{fM} = \frac{3 \cdot F_{\max} \cdot S}{2 \cdot w \cdot h^2} \quad (5)$$

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}} = \frac{\frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{S}}{\frac{d_1}{6 \cdot d_1 \cdot h} - \frac{d_2}{6 \cdot d_2 \cdot h}} \quad (6)$$

ahol  $\varepsilon_{f2}$  a 0,25%,  $\varepsilon_{f1}$  pedig a 0,05% értékű fajlagos nyúlás,  $F_{\max}$  a 6,4 mm határlehajlás eléréséig fellépő maximális erő,  $\sigma_{f2}$ ,  $\sigma_{f1}$ ,  $d_1$  és  $d_2$  pedig az ezen fajlagos nyúlásokhoz tartozó feszültség- és lehajlás értékek. Öt párhuzamos mérésből határoztam meg a mechanikai jellemzőket, a legjobbat, illetve a legrosszabbat elhagyva átlagértéket és szórást számoltam.

### Ütvehajlító vizsgálatok

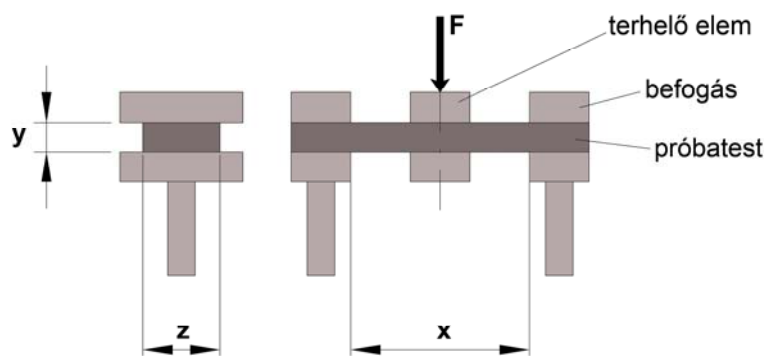
A Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatot az MSZ EN ISO 179 szabvány [112] alapján végeztem el CEAST Resil Impactor típusú berendezésen, hornyolt és hornyolatlan próbatesteken. A bemetszés „A” típusú (0,25 mm lekerekítési sugarú, 45°-os), 2 mm mélységű, az alkalmazott ütőenergia 15 J, a becsapódás sebessége 3,3 m/s, a próbatestek hossza 80 mm, keresztmetszetük 4×10 mm, az alátámasztási távolság pedig 62 mm volt. A mérés során a próbatest által elnyelt energiát regisztráltam, és ebből határoztam meg a Charpy-féle ütvehajlító szilárdságot ( $\alpha_{cU}$  hornyolatlan és  $\alpha_{cN}$  hornyolt próbatestek esetén) a (7) egyenlet alapján.

$$\alpha_c = \frac{E_C}{h \cdot w_C} \cdot 10^3 \quad (7)$$

ahol  $E_C$  a próbatest által elnyelt energia,  $h$  a próbatest vastagsága,  $w_C$  a próbatest szélessége (hornyolt próbatestek esetén a visszamaradó szélesség). Öt párhuzamos mérésből határoztam meg a mechanikai jellemzőket, a legjobbat, illetve a legrosszabbat elhagyva átlagértéket és szórást számoltam.

### DMA mérések

A DMA vizsgálatokat a fröccsöntött próbatestekből kimunkált darabokon hajtottam végre. Minden anyagból három próbatestet vizsgáltam, az ezekkel mért értékek átlagát számítottam ki. A próbatesteket a fröccsöntött szakító próbatestek középső részéből vágtam ki. A méréseket Perkin-Elmer Diamond DMA berendezésen hajtottam végre. A méréseket befogott hajlító (dual cantilever) konfigurációban (18. ábra), lengő erőgerjesztéssel végeztem. A próbatestek keresztmetszete 2×4 mm, a vizsgálati frekvencia 1 Hz volt. A DMA mérések során alkalmazott paraméterek a 11. táblázatban láthatók. A  $T$ - $E'$  és  $T$ - $tg\delta$  görbéket diagramban ábrázoltam.



18. ábra A DMA vizsgálatok során alkalmazott „dual cantilever” próbatest befogás

| Paraméter                        | Érték       |
|----------------------------------|-------------|
| Próbatest szélessége, $z$ [mm]   | 4           |
| Próbatest vastagsága, $y$ [mm]   | 2           |
| Alátámasztási távolság, $x$ [mm] | 30          |
| Erőamplitúdó, $F_0$ [mN]         | 400         |
| Fűtési sebesség [°C/perc]        | 2           |
| Hőmérséklet-tartomány [°C]       | -40 ... 180 |

11. táblázat A DMA mérések során alkalmazott paraméterek

---

A DMA vizsgálatoknak két alapvető célja volt: egyrészt képet akartam kapni a kompozitok merevségének és csillapítóképességének változásáról a teljes felhasználási hőmérséklet-tartományban, illetve fel akartam mérni, hogy a bazaltszál erősítés milyen mértékben képes megnövelni az anyag merevségét magas hőmérsékleten. Másrészt meg akartam határozni, hogy az adott száltípussal és mátrixanyaggal, de különböző felületkezeléssel előállított kompozitok DMA görbéinek összevetésével milyen mértékben lehetséges a határfelületi adhézió minőségére következtetni. Mivel poliamidokat és kompozitjaikat jóval 0°C alatti hőmérsékleten is használják, a felhasználás felső hőmérsékleti határa pedig a PA6 esetében körülbelül 180°C, a DMA méréseket -40 és 180°C között végeztem. Hogy szemléletesebbé tegyem az eredményeket, mind a tárolási modulust, mind a veszteségi tényezőt a száltartalom függvényében ábrázoltam. Mivel ezt az ábrázolásmódot nem lehetséges a teljes folytonos hőmérsékleti tartományban alkalmazni, három hőmérsékletet választottam ki az egyes görbékhez: -20, 25 és 170°C-ot. A veszteségi tényező esetében 25°C helyett a  $tg\delta$  görbe maximumát adtam meg, mivel a csúcs magassága kiemelt jelentőséggel bír, tekintettel arra, hogy a  $tg\delta$  csúcsok magassága a láncszegmensek és oldalcsoportok mozgékonyásával szoros összefüggésben van [113-116].

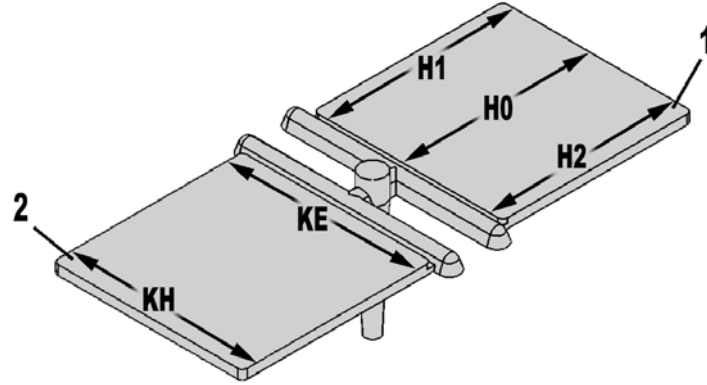
### A fröccsöntési zsugorodás mérése

A zsugorodás mérésénél és meghatározásánál az EN ISO 294 szabvány [117] előírásait vettem alapul. Eszerint a fröccsöntési zsugorodás ( $S_M$ ) a próbatest és az azt létrehozó szerszámüreg méretkülönbsége, amelyet a szerszámüreg méretének százalékában kell megadni, a (8) összefüggéssel.

$$S_M = \frac{L_C - L_1}{L_C} \cdot 100\% \quad (8)$$

ahol  $L_C$  a szerszámüreg,  $L_1$  pedig a próbatest mérete, ugyanazon a helyen mérve. A szabvány előírásaitól bizonyos tekintetben eltértem (a szabványban előírt 60×60 mm-nél nagyobb méretű négyzetes lapkapróbatesteket használtam). Az elkészített granulátumból, kétfélszkes szerszámiban a 19. ábrán látható négyzet alakú lapka próbatesteket fröccsöntöttem. A szerszámüreg mérete 80,96×80,96×2,02 mm. A próbatestek méretét a fröccsöntés után egy óra elteltével mértem, öt helyen: a keresztirányú (az ömledék áramlására merőleges) méretet elöl (a gát közelében,  $K_E$ ) és hátul (a gáttól távolabb,  $K_H$ ), valamint a hosszirányú (az ömledék áramlásának irányába eső) méretet középen ( $H_0$ ) és a

próbatest két szélén ( $H_1$  és  $H_2$ ). Ezen értékek alapján, tíz mérésből határoztam meg az átlagos hossz- és keresztirányú zsugorodást ( $S_{H\text{átlag}}$  és  $S_{K\text{átlag}}$ ). A mérésekhez Mitutoyo ABS típusú digitális tolómérőt használtam.



19. ábra A zsugorodásméréshez használt próbatest és a mérési pontok

A zsugorodást a szerszámüreg és a próbatest méretéből a szabvány által előírt (8) egyenlettel határoztam meg, és az alábbi értékeket, illetve azok átlagát és szórását számítottam ki: keresztirányú zsugorodás elől ( $S_{KE}$ ), keresztirányú zsugorodás hátul ( $S_{KH}$ ), hosszirányú zsugorodás középen ( $S_{H0}$ ), hosszirányú zsugorodás a próbatest két szélén ( $S_{H1}$  és  $S_{H2}$ ), átlagos hosszirányú zsugorodás ( $S_{H\text{átlag}}$ ), átlagos keresztirányú zsugorodás ( $S_{K\text{átlag}}$ )

ahol 
$$S_{H\text{átlag}} = \frac{S_{H0} + S_{H1} + S_{H2}}{3} \quad (9)$$

illetve 
$$S_{K\text{átlag}} = \frac{S_{KE} + S_{KH}}{2} \quad (10)$$

A szálerősített fröccsöntött termékeknel a szálak orientációja miatt a keresztirányú zsugorodás többnyire nagyobb, mint a hosszirányú. Minél nagyobb a kettő különbsége, annál nagyobb a valószínűsége annak, hogy a fröccsöntött termék egyenetlenül fog zsugorodni, vagy belső feszültségek jönnek létre benne [118-121]. Kiszámítottam az  $R$  vetemedési tényezőt, ami az átlagos hosszirányú és keresztirányú zsugorodás hányadosa (11).

$$R = \frac{S_{K\text{átlag}}}{S_{H\text{átlag}}} \quad (11)$$

Az  $R$  optimális értéke 1, ekkor a termék teljesen izotrop módon zsugorodik.

---

## **A maradó szálhossz mérése**

A fröccsöntött próbatestekből kiégetéssel eltávolítottam a mátrixanyagot és optikai mikroszkóppal lemértem a visszamaradó szálak hosszát. A kiégetést a szabványos szakító próbatestek közepéből kivágott 20 mm hosszú darabok felhasználásával végeztem. Először kerámia tégelyben gázláng fölött kiégettem a mátrixanyag nagy részét, majd izzító kemencében 500°C-on teljesen eltávolítottam a polimer maradványokat. A visszamaradt bazaltszálakat hangyasav segítségével szétterítettem egy tárgylemezen, majd Olympus BX51 optikai mikroszkóp és AnalySIS Steel Factory képelemző szoftver alkalmazásával, áteső megvilágítással, tízszeres nagyítással, képfeldolgozó program segítségével minden anyagból 500 szál hosszát mértem meg, 0,1  $\mu\text{m}$  pontossággal.

## **Visszaverődéses infravörös spektroszkópia**

A bazaltszálakon végzett felületkezelés közvetlen ellenőrzése céljából a különböző kezelésű szálakon FTIR méréseket végeztem. A minta infravörös spektruma a mintán áthatoló vagy a minta felületéről visszaverődő infravörös sugárzás segítségével mérhető. A sugárzás elemzéséből megállapítható, hogy az egyes hullámhosszokon mennyi energia nyelődött el. Ebből egy elnyelődési spektrumot lehet előállítani, amely a hullámhossz – vagy reciproka, a hullámszám – függvényében ábrázolja az elnyelődés mértékét. Az FTIR a vizsgált anyagban jelenlévő atomcsoportokat és molekulákat képes kimutatni. Elnyelődés ott lép fel, ahol az infravörös sugárzás frekvenciája megegyezik valamely atomcsoport rezgésének frekvenciájával. A méréseket egy Varian Scimitar 2000 típusú visszaverődéses FTIR berendezésen végeztem. Ennek működési elve a következő: a mintát (esetemben a 6 mm hosszúságú vágott szálakból álló kötegeket) egy gyémánt egykristály és egy zafír közé szorítják. A mintát a gyémánton keresztül a 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám-tartományban infravörös fénnel világítják meg, a visszaverődő sugárzás pedig ugyanezen a gyémánton keresztül jut a spektrométerbe.

## **Ejtődárdás vizsgálatok**

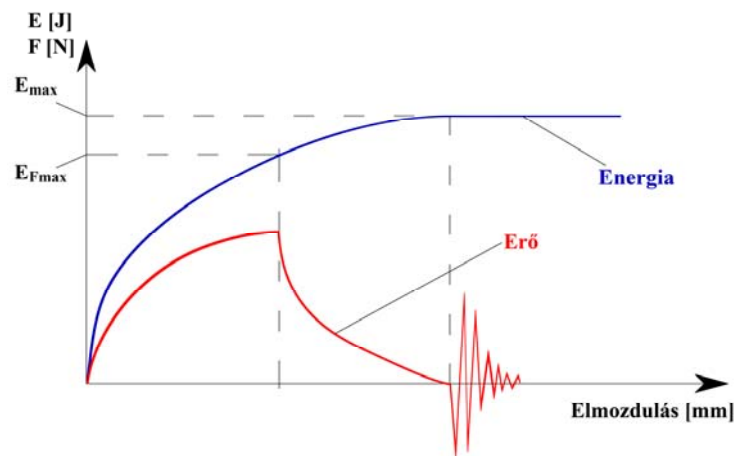
Az ejtődárdás vizsgálatokat egy Ceast Fractovis 6785 berendezésen hajtottam végre, 80×80×2 mm-es lapka próbatestek felhasználásával. Az alkalmazott ejtő súly tömege 23,62 kg volt. Az ejtődárda egy 20 mm átmérőjű félgömbfejben végződik, amely erőmérő cellával van felszerelve és a becsapódás során regisztrálja a fellépő erőt és ennek út szerinti integrálját, az elnyelt energiát. A becsapódás energiája 150 J, sebessége pedig 3,56 m/s volt. A perforációs energiát ( $E_p$ ) a (12) egyenlettel számítottam ki:

$$E_p = \frac{E_{\max}}{h} \quad (12)$$

ahol  $E_{\max}$  a próbatest által elnyelt energia,  $h$  pedig a próbatest vastagsága. A duktilitási indexet ( $D_i$ , energiaelnyelő képesség) a (13) összefüggéssel határoztam meg.

$$D_i = \frac{E_{\max} - E_{F_{\max}}}{E_{\max}} \cdot 100[\%] \quad (13)$$

ahol  $E_{F_{\max}}$  az energia az erő maximumánál (20. ábra). Öt párhuzamos mérésből határoztam meg a mechanikai jellemzőket, a legjobbat, illetve a legrosszabbat elhagyva átlagértéket és szórást számoltam.



20. ábra Az ejtődárdás vizsgálat során regisztrált erő-elmozdulás görbe, az integrálásával kapott energiagörbe és a számításokhoz felhasznált energiaértékek

### A szálszög meghatározása

A következő eljárással végeztem méréseket a szálorientáció megállapítására rövid és hosszú bazaltszálakkal erősített fröccsöntött próbatestekben: a szabványos szakítópróbatestek középső részéből kivágtam egy darabot, ebből – a próbatest középvonalában – hosszmetzeti csiszolatot készítettem, majd Olympus BX51 optikai mikroszkóp és AnalySIS Steel Factory képelemző szoftver alkalmazásával felvételeket készítettem a próbatest teljes keresztmetszete mentén a csiszolat felületéről. A mintát tíz 0,4 mm széles zónára osztottam és mindegyik zónában egyenként megállapítottam az egyes szálaknak a próbatest keresztmetszeti síkjával bezárt szögét. A szálszög mérésének elvi vázlatát a 21. ábrán látható. Itt a próbatest hossz tengelyét (azaz az ömledékáramlás irányát) a  $z$  tengely jelképezi, az  $x$ - $y$  pedig a próbatest keresztmetszetének síkja. A

próbatestek hosszmeteszeteről készült csiszolatok felülete a  $z$ - $y$  síkban helyezkedik el. Ezen a felületen a szálak keresztmetszete ellipszis vagy kör alakban jelenik meg a mikroszkópi felvételen. Ezen ellipszis nagytengelyének ( $n$ ) és kistengelyének ( $k$ ) hosszából meg lehet határozni a száltengely (a 21. ábrán vastag szürke vonal) és az  $x$  tengely által bezárt szöget ( $\alpha$ ) a (14) egyenlettel.

$$\alpha = \arccos \frac{k}{n} \quad (14)$$

A száltengelynek a 21. ábrán vázolt téglatest alakú elemen belül lévő szakaszának hossza ( $l$ ) a (15) egyenlettel számítható.

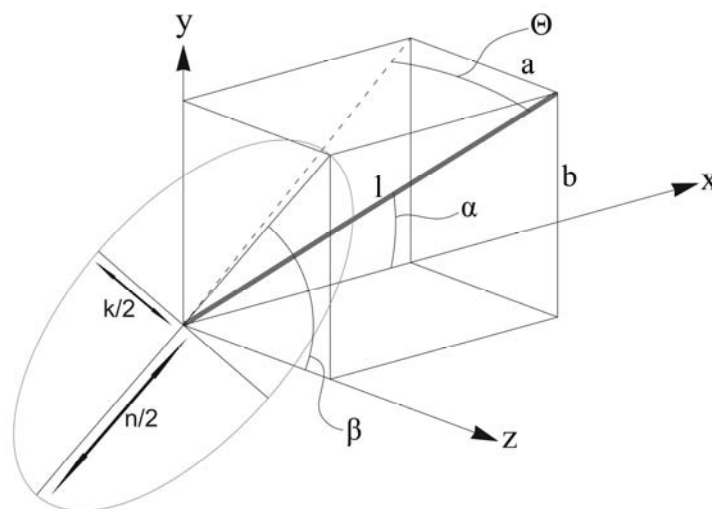
$$l = \frac{n}{2 \cdot \sin \alpha} \quad (15)$$

A téglatest  $a$  oldalának hossza a (16) egyenlettel határozható meg az ellipszis nagytengelyének a próbatest hossz tengelyével ( $z$ ) bezárt szögéből ( $\beta$ ).

$$a = \frac{n \cdot \cos \beta}{2} \quad (16)$$

Ez alapján a (17) egyenlettel kiszámítható a szál tengelye és az  $x$ - $y$  sík által bezárt szög, azaz az adott szál szöge ( $\Theta$ ).

$$\Theta = \arcsin \frac{a}{l} = \arcsin(\cos \beta \cdot \sin \alpha) \quad (17)$$



21. ábra A szálszög mérésének elvi vázlata

---

## **Fraktográfia**

A kvázistatikus igénybevétel utáni töretfelületek pásztázó elektron mikroszkópos (SEM) vizsgálatával elemeztem a mikroszkópikus tönkremeneteli folyamatokat. A SEM vizsgálatokat Jeol JSM-6380-LA típusjelű műszerrel végeztem. A töretfelületeket a vizsgálat előtt Au bevonattal láttam el.

---

## 4. Kísérleti eredmények és értékelésük

Ebben a fejezetben összehasonlítom és megvizsgálom a bazalt- és üvegszálak tulajdonságait, majd bemutatom a különböző erősítő- és mátrixanyagokkal előállított kompozitok mechanikai, termomechanikai és morfológiai jellemzőit.

### 4.1. Szálvizsgálatok

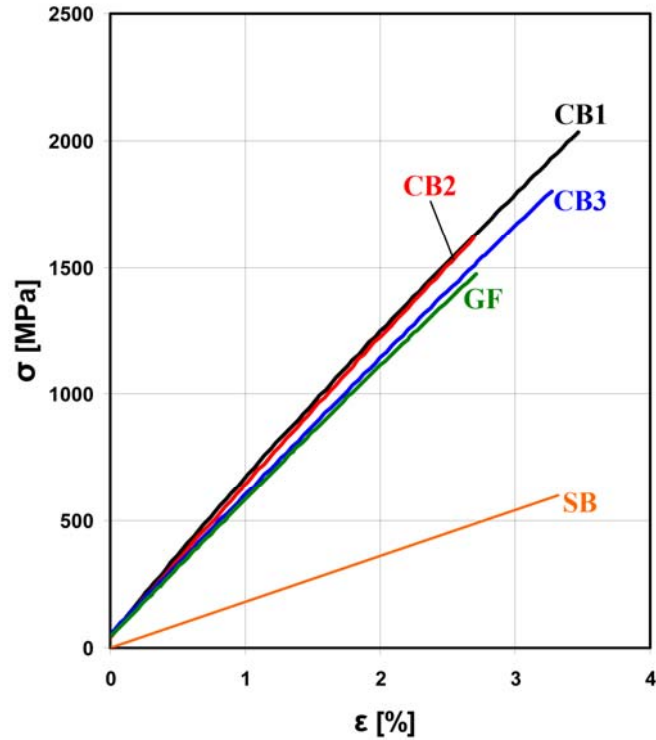
A felhasznált erősítőanyagok tulajdonságainak megismerése és összehasonlítása érdekében az elemi bazaltszálakon szakító- és kémiai analitikai vizsgálatokat végeztem. A vizsgált erősítőanyagok típusa és jelölései a 9. táblázatban láthatók.

#### 4.1.1. A szálak átmérőjének és szilárdságának meghatározása

Az elemi bazalt- és üvegszálakon a 3. fejezetben leírt módszerrel szakítóvizsgálatot végeztem. A szálak sűrűségét tömegmérési módszerrel, a minták levegőn és etilalkoholba merítve mért tömegének összevetésével határoztam meg (12. táblázat). A 22. ábrán láthatók a vizsgált szálak tipikus szakítógörbéi.

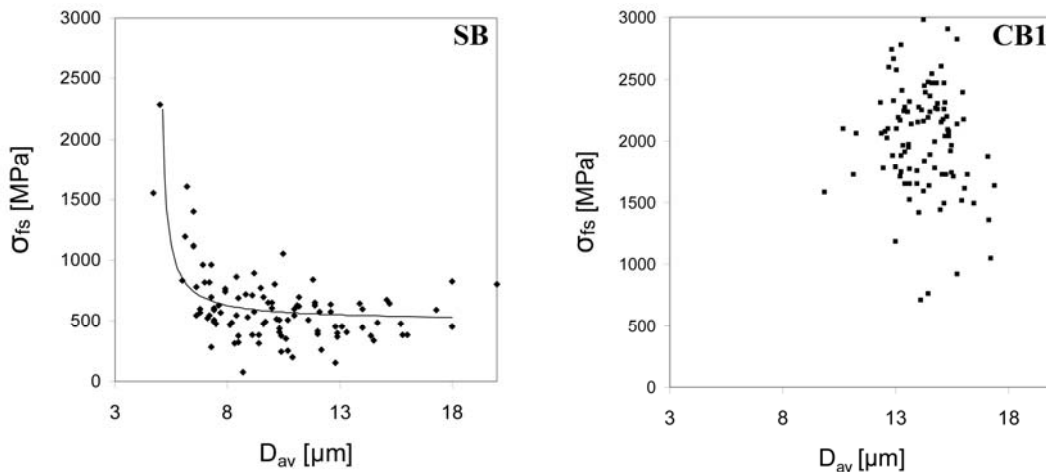
| Jelölés | $D_{av}$<br>[ $\mu\text{m}$ ] | $A_f$<br>[ $\mu\text{m}^2$ ] | $F_{fs}$<br>[N] | $\Delta l_{fs}$<br>[mm] | $\sigma_{fs}$<br>[MPa] | $\varepsilon_{fs}$<br>[%] | $E_F$<br>[GPa] | $\rho$<br>[g/cm <sup>3</sup> ] |
|---------|-------------------------------|------------------------------|-----------------|-------------------------|------------------------|---------------------------|----------------|--------------------------------|
| SB      | 10,3±3,1                      | 90,2±56,7                    | 0,05±0,04       | 0,32±0,12               | 602±295                | 1,29±0,48                 | 48,2±20,6      | 2,66                           |
| CB1     | 14,2±1,4                      | 160,2±30,3                   | 0,32±0,09       | 0,89±0,22               | 2016±434               | 3,56±0,89                 | 61,9±3,5       | 2,56                           |
| CB2     | 12,7±1,5                      | 128,1±31,5                   | 0,21±0,07       | 0,68±0,17               | 1608±350               | 2,72±0,67                 | 62,0±3,6       | 2,64                           |
| CB3     | 14,1±2,9                      | 163,5±63,3                   | 0,30±0,13       | 0,87±0,18               | 1811±331               | 3,47±0,70                 | 53,2±7,4       | 2,63                           |
| GF      | 16,8±1,6                      | 223,4±42,0                   | 0,32±0,08       | 0,68±0,22               | 1472±395               | 2,71±0,86                 | 57,0±3,0       | 2,61                           |

12. táblázat A vizsgált szálak mechanikai és geometriai tulajdonságai (25 mm-es szálakon mérve) ( $D_{av}$ : átlagos szálátmérő;  $A_f$ : szál keresztmetszet;  $F_{fs}$ : szakítóerő;  $\Delta l_{fs}$ : szakadási nyúlás;  $\sigma_{fs}$ : szakítószilárdság;  $\varepsilon_{fs}$ : relatív szakadási nyúlás;  $E_F$ : rugalmassági modulus,  $\rho$ : sűrűség)

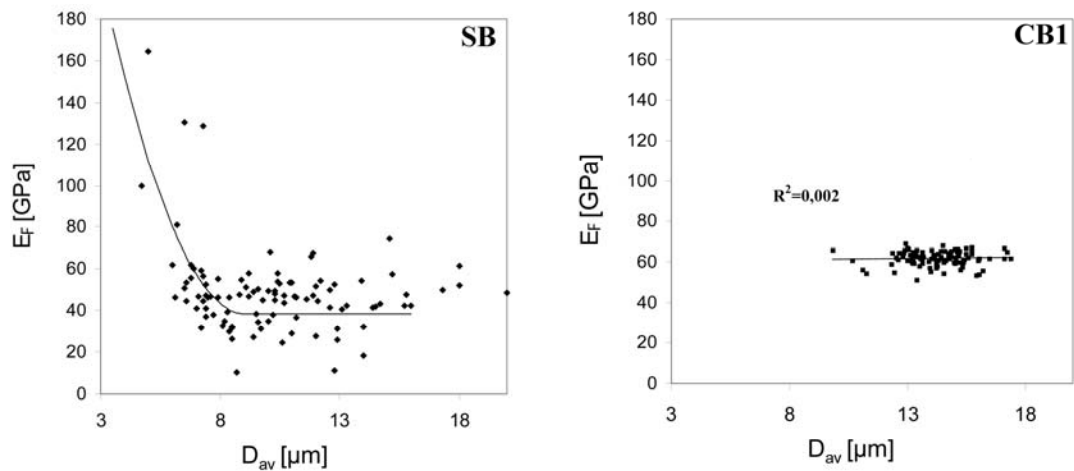


22. ábra Bazalt- és üvegszálak tipikus szakítógörbéi ( $\sigma$ : húzófeszültség;  $\varepsilon$ : relatív nyúlás)

A geometriai és mechanikai jellemzők közötti összefüggéseket mutatja a 23-26. ábra. Mivel a folytonos bazalt- és üvegszálak ilyen szempontból nagyon hasonlóan viselkedtek, ezek közül a CB1 jelű folytonos bazaltszálát választottam ki példának. Az ábrák jobb oldalán a CB1, míg a bal oldalon a rövid bazaltszál (SB) tulajdonságai láthatók.

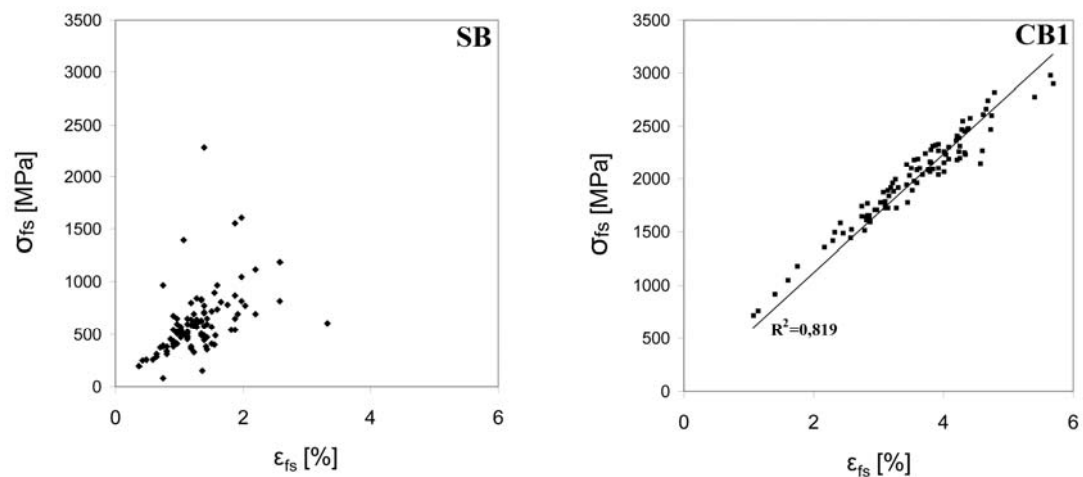


23. ábra Az átmérő és a szakítószilárdság összefüggése

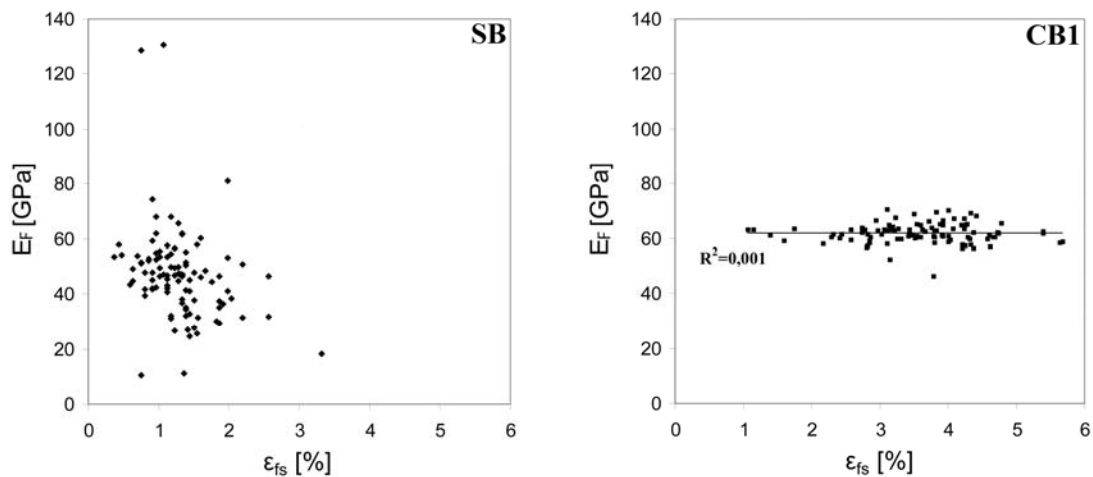


24. ábra Az átmérő és a rugalmassági modulus összefüggése

A rövid bazaltszálak szakítószilárdsága – az üvegszál szakirodalmából ismert módon – várhatóan hiperbola szerint változik az átmérő függvényében, ezt a 23/a. ábrán egy berajzolt görbével érzékeltettem. A folytonos bazaltszálak esetében az elrendeződés véletlenszerű (23/b. ábra). A rövid bazaltszálak rugalmassági modulusa az átmérő csökkenésével a szakítószilárdsághoz hasonlóan növekszik (24/a. ábra). A folytonos bazaltszálak rugalmassági modulusa a vizsgált tartományon belül független az átmérőtől (24/b. ábra) és értéke szűk határok között változik.



25. ábra A szakadási nyúlás és a szakítószilárdság összefüggése



26. ábra A szakadási nyúlás és a rugalmassági modulus összefüggése

A 25. ábra a vizsgált szálak szakítógörbéinek végpontjait jeleníti meg. A szakítószilárdság a rövid bazaltszálak esetében növekszik a szakadási nyúlás függvényében, de nem állapítható meg függvénykapcsolat (25/a. ábra). A folytonos bazaltszálaknál ugyanakkor a szakadási nyúlás és a szakítószilárdság között szoros kapcsolat van (25/b. ábra). A szálak merevségének egységességét leginkább rugalmassági modulus és a szakadási nyúlás kapcsolatával lehet jellemezni. A rövid bazaltszálaknál a rugalmassági modulus csökkenni látszik a szakadási nyúlás növekedésével (26/a. ábra). Ezzel ellentétben a folytonos bazaltszálak rugalmassági modulusa a vizsgált tartományon belül független a szakadási nyúlástól (26/b. ábra). Összefoglalva kijelenthető, hogy a folytonos bazaltszálak és az üvegszál mechanikai tulajdonságai az általam vizsgált átmérő-tartományon belül függetlenek az átmérőtől, ugyanakkor a rövid bazaltszálaknál összefüggés mutatható ki a mechanikai tulajdonságok és az átmérő között, különösen 9  $\mu\text{m}$  alatti átmérőnél. A folytonos bazaltszálak és az üvegszál tulajdonságainak átmérőfüggéséről ezek a vizsgálatok nem adnak teljes képet, mert a folytonos technológiával gyártott szálak átmérője a 8-20  $\mu\text{m}$  közötti tartományban van, ez a tartomány pedig túl szűk az átmérőfüggés kimutatásához. A Junkers technológiával előállított rövid bazaltszálak (SB) átmérője sokkal szélesebb határok között változik, mint a folytonos technológiával (szálhúzás) gyártott üveg- és bazaltszálaké (CB1, CB2, CB3, GF). Ez a különbség a gyártástechnológiából fakad: a szálhúzás során képződő szálak átmérőjét főként a fonófej furatainak átmérője és az ömledék lehülése során végbemenő nyújtás mértéke határozza meg, ezeket a paramétereket pedig a gyártás során állandó értéken tartják, így a képződő szálak átmérője jó közelítéssel állandó lesz. Ezzel szemben a Junkers technológiánál a centrifugafejekről lerepülő ömledékcseppek méretét és ezáltal a

szálak átmérőjét számos térben és időben változó tényező (például a hűtőlevegő áramlási viszonyai) befolyásolja.

#### 4.1.2. A szálak kémiai elemzésének eredményei

Az elemi összetételt ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry – induktívan csatolt plazma optikai emissziós spektrometria) módszerrel határoztam meg a 3. fejezetben leírt módszerrel (13. táblázat). A teljes vastartalmat  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -ként vettem számításba, mivel a vizsgálati módszer alapján az FeO és az  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nem különböztethető meg [122].

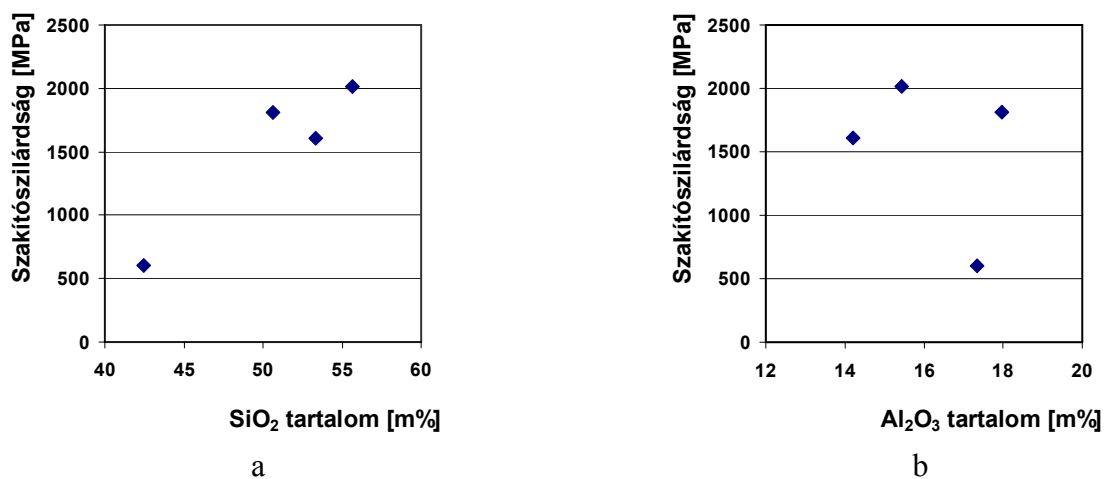
| Vegyület                | SB    | CB1   | CB2   | CB3   | GF    |
|-------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| m%                      |       |       |       |       |       |
| $\text{Al}_2\text{O}_3$ | 17,35 | 15,44 | 14,21 | 17,97 | 11,86 |
| $\text{SiO}_2$          | 42,43 | 55,69 | 53,36 | 50,62 | 58,25 |
| CaO                     | 8,88  | 7,43  | 7,74  | 8,85  | 21,09 |
| $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | 11,68 | 10,80 | 10,98 | 11,11 | 0,30  |
| $\text{K}_2\text{O}$    | 2,33  | 1,51  | 1,06  | 1,73  | 0,43  |
| MgO                     | 9,45  | 4,06  | 5,35  | 5,19  | 0,54  |
| $\text{Na}_2\text{O}$   | 3,67  | 2,40  | 3,79  | 2,38  | 0,30  |
| $\text{TiO}_2$          | 2,55  | 1,23  | 1,73  | 1,10  | 0,41  |

13. táblázat A vizsgált erősítőszálak vegyi összetétele, tömegszázalékban

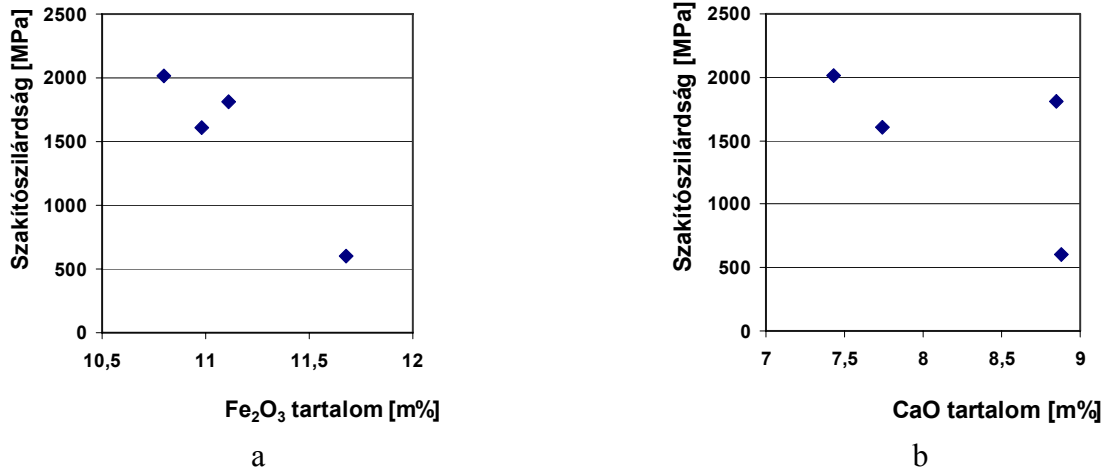
A 13. táblázat alapján megállapítható, hogy a  $\text{SiO}_2$  és az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mindegyik száltípusnak alapvető összetevője. E két vegyületet mind tisztán, mind pedig egymással elegyítve szerkezeti kerámiaként is használják. A  $\text{SiO}_2$ -ből szálhúzással előállított szilíciumdioxid-, valamint a  $\text{SiO}_2$  és  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keverékéből készült alumínium-szilikát (kaolin) szálak kiváló mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek, azonban rendkívül nagy olvadási hőmérsékletük ( $2300^\circ\text{C}$  fölött) megnehezíti feldolgozásukat, ezért elsősorban olyan területeken alkalmazzák őket – például magas hőmérsékleten üzemelő berendezések hőszigetelésénél – ahol hőállóságuk kihasználható.

Az E-üvegszál négy fő vegyületből épül fel, ezek a  $\text{SiO}_2$ , az  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , a CaO és a  $\text{B}_2\text{O}_3$ . Noha a bór kimutatására az alkalmazott analitikai eljárás nem alkalmas, az irodalomból ismeretes, hogy a  $\text{B}_2\text{O}_3$  az üvegszálban megtalálható, míg a bazaltban nem [22, 23, 123]. Üvegszálaknál az alkáli földfém oxidok (az általam vizsgált üvegszálnál a CaO) adalékolásának célja az üveg olvadási hőmérsékletének csökkentése a feldolgozás során. Néhány vegyület, amelyek a bazaltszálakban jelentős mennyiségben előfordulnak,

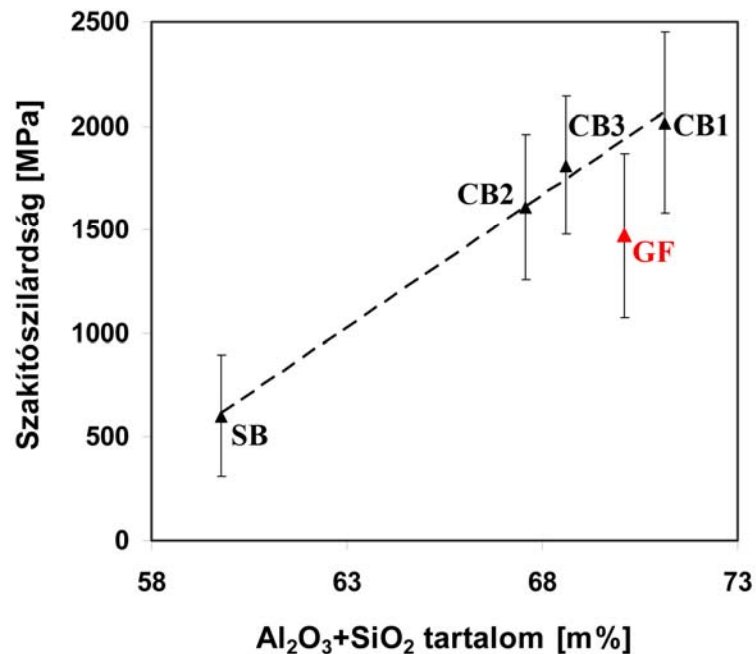
az üvegszálban csak kis mennyiségben vagy egyáltalán nem található meg. Ilyen az  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , a  $\text{K}_2\text{O}$ , a  $\text{MgO}$ , a  $\text{Na}_2\text{O}$  és a  $\text{TiO}_2$ . Irodalmi adatok szerint a bazaltszál nagyobb sűrűsége, hőállósága és sötét színe elsősorban a Fe jelenlétének tulajdonítható [28]. Jung és Gutnikov vizsgálatai szerint az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalom meghatározó a bazalt- és üvegszálak szakítószilárdsága szempontjából [46, 47]. A  $\text{SiO}_2$  és az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mind a bazalt-, mind pedig az üvegszálak szerkezeti és szilárdsági szempontból meghatározó vázanyaga. Ezen vegyületek alkotják az üveg- és bazaltszálak térhálós szerkezetének teherviselő „vázát”, a többi vegyület az üvegszálak esetében tulajdonság-módosítóként (elsősorban az olvadási hőmérséklet és az ömledékviszkózitás befolyásolására) a bazaltszálakban pedig természetes szennyezőként van jelen [91, 124]. Tekintettel arra, hogy a folytonos technológiával gyártott bazaltszálak az előállításból fakadóan alapvetően azonos szerkezettel rendelkeznek és átmérőjük is ugyanabba a tartományba esik, mechanikai tulajdonságaikat elsősorban az anyaguk összetétele határozza meg. Ezért a bazaltszálakban legnagyobb mennyiségben előforduló négy legfontosabb vegyület ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ) mennyisége és a szálak szakítószilárdsága közötti összefüggést ábrázoltam (27. és 28. ábra). Az összehasonlításba bevettem a Junkers technológiával előállított bazaltszálakat is. Sem a vázanyagok ( $\text{SiO}_2$  és  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), sem pedig a tulajdonságmódosítók ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  és  $\text{CaO}$ ) függvényében nem mutatható ki tendencia a szakítószilárdság változásában, akkor sem, ha a vizsgálatot a folytonos technológiával előállított bazaltszálakra redukáljuk. Meg kell jegyezni azonban, hogy a bazaltszálak mechanikai teherviselés szempontjából legfontosabb alkotói ( $\text{SiO}_2$  és  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) lehetséges együtt vizsgálni, hiszen ez a két vegyület alkotja a bazalt vázanyagát. Ezért összevettem a vizsgált szálak összesített  $\text{Al}_2\text{O}_3$  és  $\text{SiO}_2$  tartalmát a szakítószilárdságukkal (29. ábra).



27. ábra Bazaltszálak  $\text{SiO}_2$  (a) és  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (b) tartalmának összefüggése a szakítószilárdsággal



28. ábra Bazaltszálak  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (a) és CaO (b) tartalmának összefüggése a szakítószilárdsággal



29. ábra A vizsgált szálak  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  tartalmának összefüggése a szakítószilárdsággal

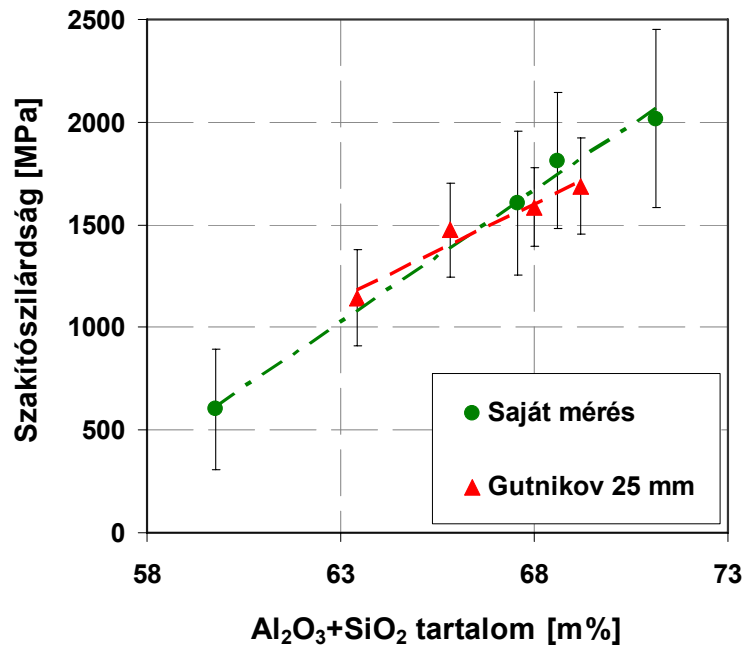
A bazaltszálak szakítószilárdsága megközelítőleg lineárisan növekszik az  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  tartalommal, míg az üvegszál szakítószilárdsága a nagy  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$  tartalom ellenére kisebb a folytonos bazaltszálakénál. Ez a különbség alapvetően az üvegszálak eltérő összetételéből, főképpen magasabb CaO tartalmából ered.

A kapott eredmények összhangban vannak Gutnikov [47] eredményeivel, melyeket részletesebben a 2.1. fejezetben ismertettem. Tekintettel arra, hogy Gutnikov 10 mm befogási hosszal végezte a szálszakításokat, az összehasonlíthatóság érdekében a Szabó [3]

által kidolgozott (18) összefüggéssel megbecsültem a bazaltszálak szakítószilárdságát 25 mm befogási hosszra.

$$\sigma_{f,i} = \sigma_{f,c} \cdot \left( \frac{l_f}{l_{f,i}} \right)^{\frac{1}{q}} \quad (18)$$

A (18) egyenletben  $l_{f,i}$  a vizsgálandó szálhossz,  $\sigma_{f,i}$  a hozzá tartozó kalkulált szilárdság,  $\sigma_{f,c}$  a méréssel meghatározott szilárdság és  $l_f$  a mérés során alkalmazott befogási hossz. A  $q$  paraméter értéke esetünkben 2,3301 [3]. A szálak szakítószilárdsága az összesített  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartalom függvényében a 30. ábrán látható, Gutnikov mérési eredményeinek 25 mm-es szakítási hosszra vonatkozó becslésével kiegészítve.



30. ábra Bazaltszálak  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartalmának összefüggése a szakítószilárdsággal saját méréseim és Gutnikov [47] alapján

A 30. ábrán látható, hogy 60-70 m%  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartományban valamennyi vizsgált bazaltszál szakítószilárdsága megközelítőleg lineárisan növekszik az  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$  tartalom függvényében. Gutnikov becsléssel módosított szakítószilárdsági értékei az általam mért szakítószilárdsági értékekkel jól egyeznek.

---

A szakítószilárdság és a  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalom között a (19) összefüggés állítható fel a 60 és 70 m% közötti tartományban.

$$\sigma=128 \text{ MPa/m\%}\cdot C - 7000 \text{ MPa} \quad (19)$$

ahol  $\sigma$  [MPa] a szálak átlagos szakítószilárdsága,  $C$  [m%] a bazalt együttes  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalma. A korrelációs együttható  $R^2=0,994$ .

#### 4.1.3. Az eredmények értékelése

Három különböző gyártótól származó, de azonos gyártástechnológiával készült folytonos bazaltszálát vizsgáltam, melyek átmérője a következő tartományban mozog: CB1: 9,8-17,4  $\mu\text{m}$ , CB2: 9,2-17,9  $\mu\text{m}$ , CB3: 7,7-20,2  $\mu\text{m}$ . Az üvegszál átmérője 13,7-20,5  $\mu\text{m}$  között változott. Ezzel ellentétben a rövid bazaltszálak átmérője 4,7 és 20  $\mu\text{m}$  között ingadozott. A rövid bazaltszálak mechanikai jellemzői tág határok között változtak, és mivel a szálátmérő itt széles tartományt fed le, a mechanikai tulajdonságok átmérőfüggése kimutatható (23-24. ábra). A szilikátszálakra általánosan jellemző tapasztalatok szerint [34, 38, 43] feltehetőleg a folytonos technológiával gyártott bazalt- és üvegszálak mechanikai tulajdonságai is hasonlóan függenek az átmérőtől, azonban ezt az általam vizsgált tartományban nem tudtam kimutatni.

A bazaltszálak összetételét meghatározza a nyersanyagként felhasznált kőzet és tipikusan nyolc különböző fénoxidból épülnek fel. Ugyanakkor az E üvegszálban mindössze négy fénoxid található meg nagyobb mennyiségben. Ezen szál-alapanyagok közös jellemzője, hogy a mechanikai tulajdonságokat meghatározó vázanyaguk az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  és a  $\text{SiO}_2$ , míg a többi vegyület (az üvegszálak esetében szándékosan bevitt) tulajdonságmódosítóként van jelen. Jung [46] és Gutnikov [47] rámutattak az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  és a  $\text{SiO}_2$  jelentőségére a szilikátszálak mechanikai tulajdonságait illetően, azonban ők azonos technológiával és azonos forrásból származó alapanyagból gyártott szálakat használták fel. Az általam végzett mérésekkel kimutattam a vázanyagok ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  és a  $\text{SiO}_2$ ) mennyisége és a szakítószilárdság összefüggését különböző gyártóktól származó bazaltszálak esetében. Az általam feltárt összefüggés lineáris jellege hasonló a Gutnikov [47] mérési eredményei alapján meghatározott összefüggéshez, de négy különböző forrásból származó bazaltszál esetén. Az eredmények lehetővé teszik a bazaltszálak mechanikai tulajdonságainak javítását  $\text{SiO}_2$  és/vagy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hozzáadásával, illetve segíthetnek a szálgyártáshoz felhasznált bazalt alapanyag kiválasztásánál. A tiszta  $\text{SiO}_2$  és/vagy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  adagolása

---

megdrágítaná a szálgyártást, de a jobb mechanikai tulajdonságok elérésével ez megtérülhet.

## **4.2. Különböző mátrix- és erősítőanyagokkal előállított kompozitok tulajdonságainak meghatározása**

Ebben a fejezetben a bazaltszállal erősített kompozitok tulajdonságainak változását mutatom be különböző mátrixanyagok alkalmazásával. Mátrixanyagként a PA6-ot és a PA6.6-ot választottam, mivel ezek a műszaki műanyagok már kitűnően beváltak, mint üvegszállal erősített kompozitok mátrixanyagai olyan jelentős mechanikai és termikus igénybevételnek kitett szerkezeti elemek gyártásánál, mint például belsőégésű motorok olajteknője, beszívócsonkja és más alkatrészei. Erősítőanyagként a Kamenny Vek cég folytonos technológiával gyártott bazaltszálát (CB1) választottam, mivel a 4.1. fejezetben vizsgált bazaltszálak közül ez rendelkezik a legnagyobb szakítószilárdsággal.

### **4.2.1. Kompozitok előállítása**

Mátrixanyagként az A. Schulman GmbH Schulamid 6MV13F jelű PA6 és a DSM Akulon S223-E jelű PA6.6 alapanyagát választottam, tekintettel arra, hogy a poliamidok közül ez a két típus az üvegszál-erősítésű hőre lágyuló mátrixú kompozitok iparban leggyakrabban használt mátrixanyaga [15, 49]. A folytonos technológiával gyártott, BCS 13.6 jelű vágott bazaltszál a Kamenny Vek gyártmánya. A vágott szálak átlagos hosszúsága 6 mm. Ezt a száltípust a gyártás során epoxigyantához optimalizált szilán kapcsolószert tartalmazó felületi bevonattal látták el. Mivel irodalmi adatok szerint [81, 88, 92] az ilyen kapcsolószerek a poliamidokkal is jó adhéziós kapcsolatot hoznak létre, az eredeti felületkezeléssel ellátott szálakkal is kompozitokat állítottam elő. Azokról a szálakról, amelyeket felületkezelés nélkül kívántam alkalmazni, három órás 400°C-os hőkezeléssel távolítottam el a bevonatot. A hagyományos üvegszálak kompozitokkal való összehasonlítás érdekében az A. Schulman GmbH által gyártott üvegszálak granulátumból is próbatesteket készítettem. Ennek mátrixanyaga azonos a 6MV13F jelű poliamiddal.

A próbatestek fröccsöntése során, első lépésben PA-granulátum/erősítőszál keveréket készítettem a megfelelő arányban, majd Brabender Plasti-Corder PL 2100 típusú kétcsigás keverőextruderrel kompaundáltam, ezután granuláltam az előgyártmányt. A fröccsöntést Arburg 270 C 500-250 típusú fröccsöntő gépen végeztem el. A fröccsöntési

paraméterek a 14. táblázatban láthatók. A csiga kerületi sebessége 15 m/perc, míg a szerszámhőmérséklet 80°C volt. 4×10 mm keresztmetszetű szabványos piskóta alakú, valamint a zsugorodási vizsgálatok céljára 80×80×2 mm nagyságú lapkapróbatesteket fröccsöntöttem. Az alapanyagokat feldolgozás előtt minden esetben 80°C-on, 5 órát szárítottam. A kompozitok száltartalma 10, 20, 30 és 40 m% volt. A 10 és 20 m% erősítésű kompozitokat oly módon állítottam elő, hogy kétcsigás keverőextruderrel 30 m% száltartalmú kompozitot készítettem, majd ezt a fröccsöntést megelőzően a mátrixanyag granulátumával a szükséges mértékben hígítottam. Az előállított kompozitok jelölése a 15. táblázatban látható.

| Mátrixanyag            | Extrudálási hőmérséklet [°C] | Zónahőmérsékletek fröccsöntésnél [°C] |     |     |     |     |
|------------------------|------------------------------|---------------------------------------|-----|-----|-----|-----|
|                        |                              | 250                                   | 255 | 260 | 265 | 270 |
| PA6 (Schulamid 6MV13F) | 255                          | 250                                   | 255 | 260 | 265 | 270 |
| PA6.6 (Akulon S223-E)  | 270                          | 270                                   | 275 | 280 | 285 | 290 |

14. táblázat Az alkalmazott extrudálási és fröccsöntési hőmérsékletek

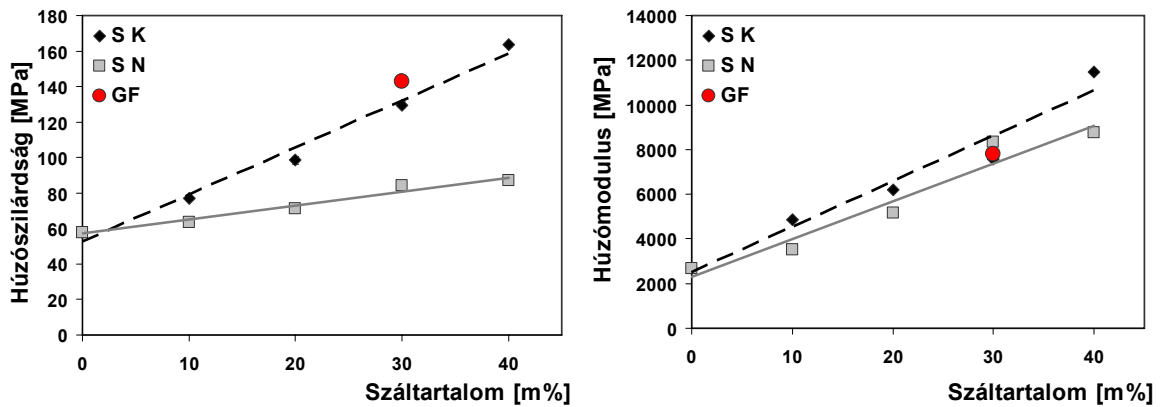
| Mátrix          | Felületkezelés | Erősítőszál       | Száltartalom [m%] | Jelölés |
|-----------------|----------------|-------------------|-------------------|---------|
| Schulamid (PA6) | -              | -                 | -                 | S       |
| Akulon (PA6.6)  | -              | -                 | -                 | A       |
| Schulamid (PA6) | Szilán         | Üvegszál          | 30                | GF      |
| Schulamid (PA6) | Szilán         | Kamenny Vek (CB1) | 10                | SK10    |
|                 |                |                   | 20                | SK20    |
|                 |                |                   | 30                | SK30    |
|                 |                |                   | 40                | SK40    |
|                 | Nincs          | Kamenny Vek (CB1) | 10                | SN10    |
|                 |                |                   | 20                | SN20    |
|                 |                |                   | 30                | SN30    |
|                 |                |                   | 40                | SN40    |
| Akulon (PA6.6)  | Szilán         | Kamenny Vek (CB1) | 10                | AK10    |
|                 |                |                   | 20                | AK20    |
|                 |                |                   | 30                | AK30    |
|                 |                |                   | 40                | AK40    |
|                 | Nincs          | Kamenny Vek (CB1) | 10                | AN10    |
|                 |                |                   | 20                | AN20    |
|                 |                |                   | 30                | AN30    |
|                 |                |                   | 40                | AN40    |

15. táblázat Az előállított kompozitok jelölései

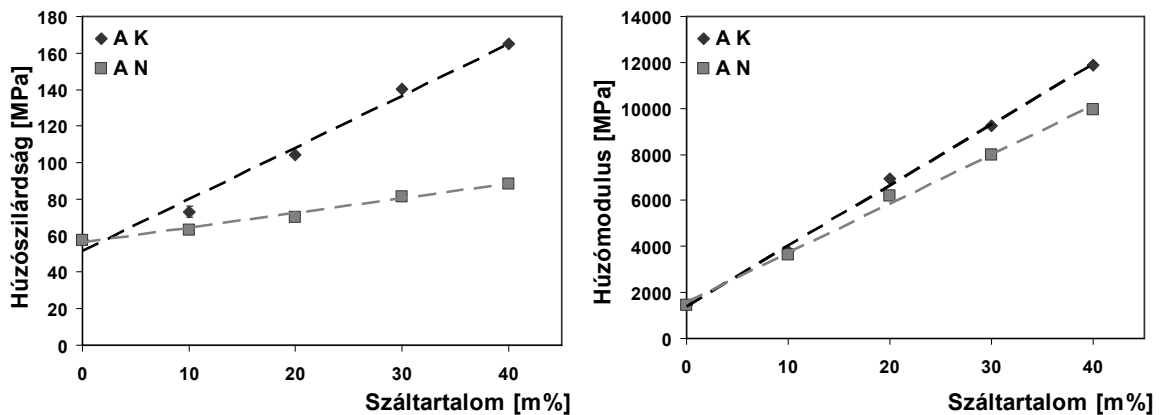
## 4.2.2. A kompozitok mechanikai jellemzőinek meghatározása

### Húzóvizsgálatok értékelése

A kompozitok húzási tulajdonságai a 31. és 32. ábrán láthatók.



31. ábra A száltartalom hatása az üveg- és bazaltszállal erősített PA6 kompozitok húzási tulajdonságaira

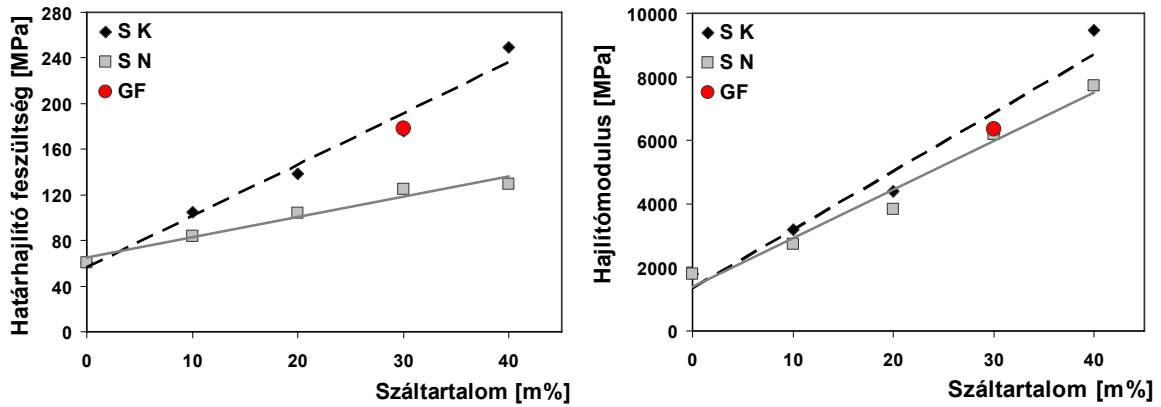


32. ábra A száltartalom hatása a bazaltszállal erősített PA6.6 kompozitok húzási tulajdonságaira

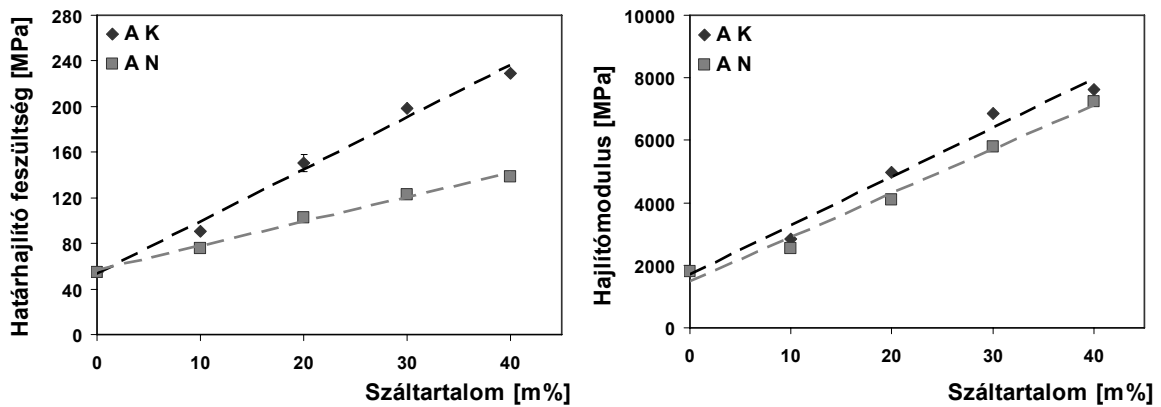
A 31. és 32. ábra alapján megállapítható, hogy a felületkezelés a húzószilárdságot 20-40%-kal növelte meg a felületkezelés nélküli száakkal erősített kompozitokhoz képest. A 30 m% üvegszállal erősített minta húzási tulajdonságai megközelítőleg azonosak az ennek megfelelő mennyiségű bazaltszállal erősített SK 30 kompozitával. A PA6 és PA6.6 mátrixú kompozitok húzószilárdsága megközelítőleg azonos a felületkezelt és felületkezelés nélküli száak esetén is. Az Akulon (PA6.6) mátrix rugalmassági modulusa kisebb a Schulamidhoz (PA6) képest, de kompozitjaik modulusa között már kisebb a különbség.

## Hajlítóvizsgálatok értékelése

A hajlítóvizsgálatok eredménye a 33. és 34. ábrán látható.



33. ábra A száltartalom hatása az üveg- és bazaltszállal erősített PA6 kompozitok hajlítási tulajdonságaira

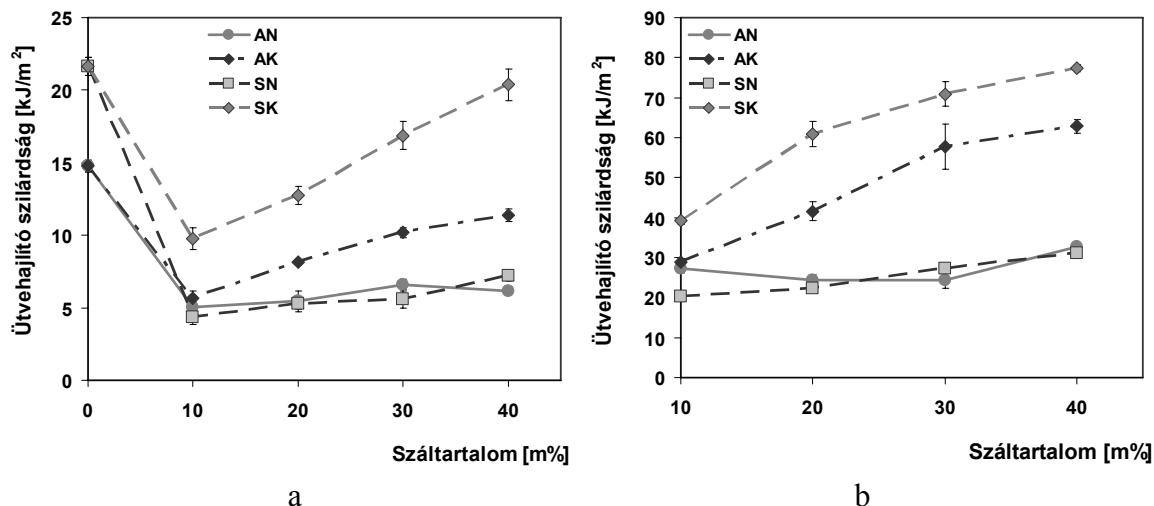


34. ábra A száltartalom hatása a bazaltszállal erősített PA6.6 kompozitok hajlítási tulajdonságaira

A 33. és 34. ábra alapján megállapítható, hogy a határhajlító feszültség és a hajlító rugalmassági modulus megközelítőleg lineárisan növekszik a száltartalom függvényében. A határhajlító feszültség a felületkezelés nélküli szálakat tartalmazó kompozitok esetében 20-30%-kal kisebb a felületkezelt kompozitokénál. Az üvegszálalás kompozit hajlítási jellemzői – a húzási tulajdonságokhoz hasonlóan – az *SK 30* jelű anyaghoz állnak közel.

### A dinamikus mechanikai tulajdonságok vizsgálata

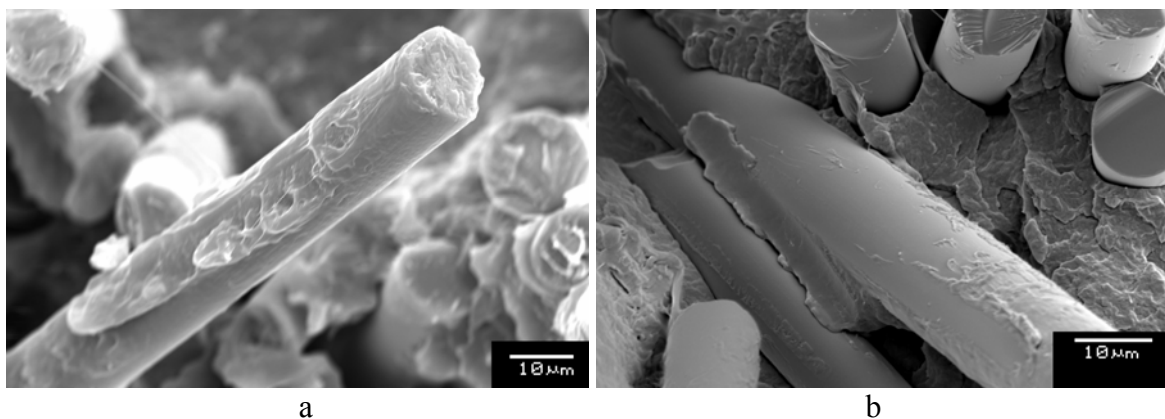
A Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatok eredményeit a 35. ábrán mutatom be. A hornyolatlan erősítetlen PA6 és PA6.6 próbatetek nem törtek el a vizsgálat során, ezért a 35/b. ábrán csak a szálerősített kompozitok mérési eredményei szerepelnek.



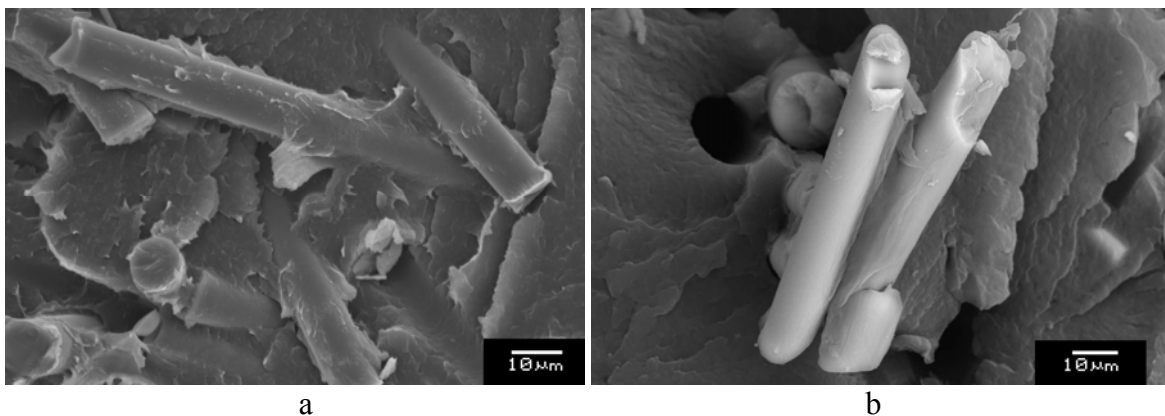
35. ábra A száltartalom hatása a bazaltszállal erősített PA kompozitok ütvehajlító szilárdságára hornyolt (a;  $\alpha_{cN}$ ) és hornyolatlan (b;  $\alpha_{cU}$ ) próbatestek esetén, jelölések: A: Akulon (PA6.6), S: Schulamid (PA6), K: felületkezelt szál, N: felületkezeletlen szál

A vizsgálati eredményeket elemezve megállapítható, hogy hornyolt próbatestek esetén a szálerősítés hatására lecsökkent az ütvehajlító szilárdság a mátrixanyagéhoz képest. A száltartalom növekedésével az  $\alpha_{cN}$  azonban nő, egyes kompozitok esetében megközelítve a mátrixanyagra jellemző értéket. A Schulamid (PA6) mátrix ütvehajlító szilárdsága meghaladja az Akulonét (PA6.6), ez érvényes a belőlük előállított kompozitokra is. A szálak felületkezelésének hiánya 50-80%-kal csökkentette az ütvehajlító szilárdságot, ez különösen szembetűnő a PA6 mátrixú kompozitoknál. A száltartalom növekedésével növekvő  $\alpha_{cU}$  a hornyolatlan próbatesteből kapott értékeknél is megfigyelhető, ugyanúgy, mint a felületkezelés hatása.

A szakítóvizsgálatnak alávetett kompozit próbatestek töretfelületéről készült pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételek a 36-37. ábrán láthatók.



36. ábra Schulamid (PA6) mátrixú szakítópróbatetek töretfelületéről készült SEM felvételek, a: SK30, b: SN30



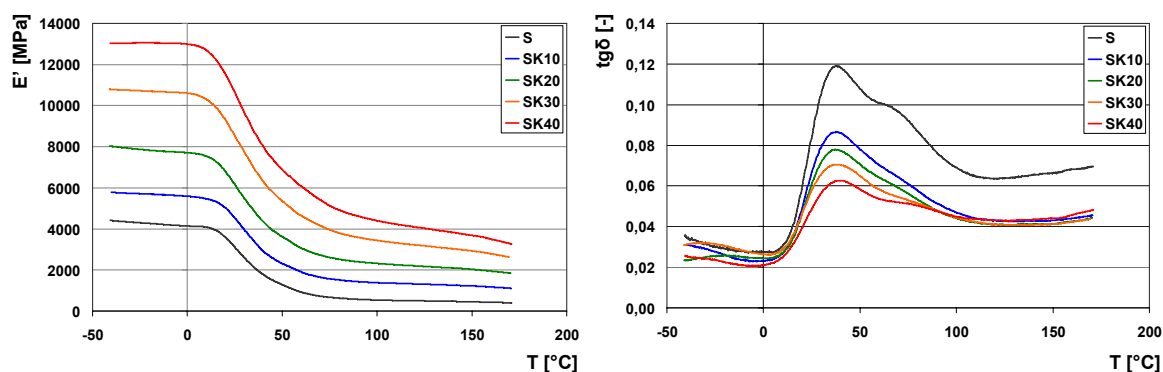
37. ábra Akulon (PA6.6) mátrixú szaktítópróbatetek töretfelületéről készült SEM felvételek, a: AK30, b: AN30

A felvételek alapján megállapítható, hogy a felületkezelt szálak alkalmazása során a mátrixanyag megtapadt a szálak felületén. Ez a szálak és a mátrix közötti erős adhéziós kapcsolatnak köszönhető. Ha ez a kapcsolat kellően nagy nyírószilárdságot biztosít, a tönkremenetel során a töretfelületből kihúzódó szálak körül nagyrészt a mátrixon belül tapasztalható elnyíródás.

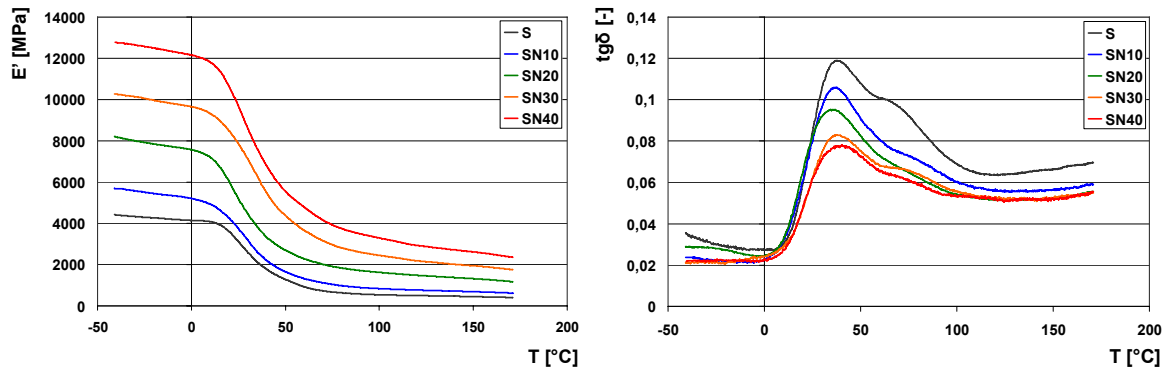
Ezzel szemben azoknál a kompozitoknál, ahol eltávolítottam a felületkezelő szert, a szálak szinte teljes felületükön elváltak a mátrixtól és csak néhány helyen tapad kis mennyiségű mátrixanyag a bazaltszálak felületére. Itt egyértelműen látszik, hogy a bazalt és a poliamid között megfelelő kapcsolószer hiányában gyenge adhézió jön létre.

#### 4.2.3. Termomechanikai vizsgálatok értékelése

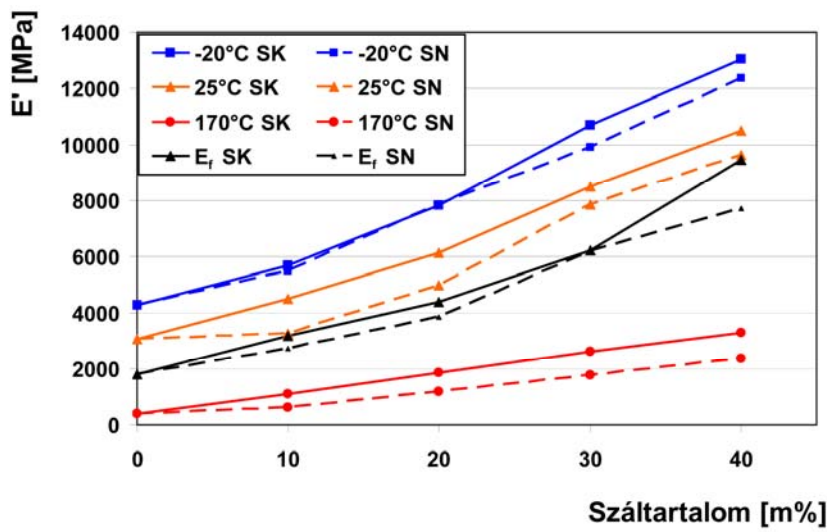
A DMA vizsgálatok eredményei a 38-45. ábrákon láthatók. Az 40. és 44. ábrán a kompozitok hajlítómodulusát is feltüntettem (lásd a 33. és 34. ábrát).



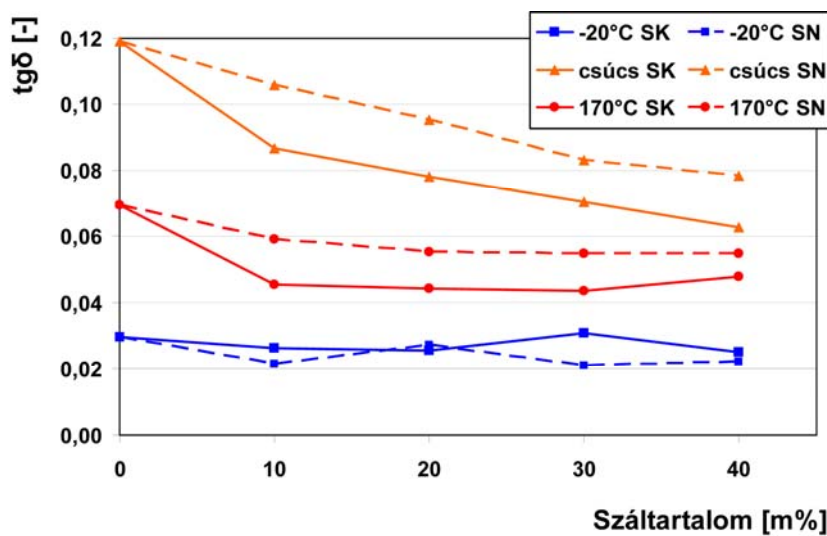
38. ábra Schulamid (PA6) mátrixú kompozitok DMA görbéi, felületkezelt szálak esetén (SK), ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



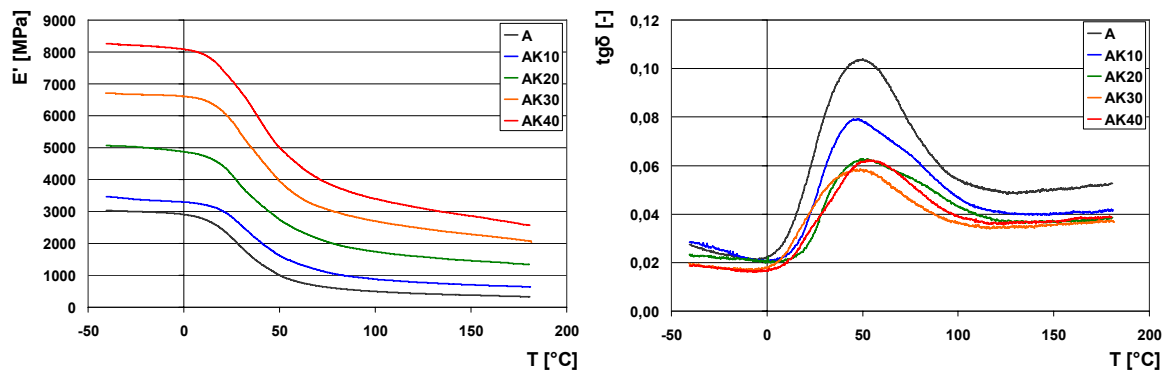
39. ábra Schulamid (PA6) mátrixú kompozitok DMA görbéi, felületkezelés nélküli szálak esetén (SN), ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



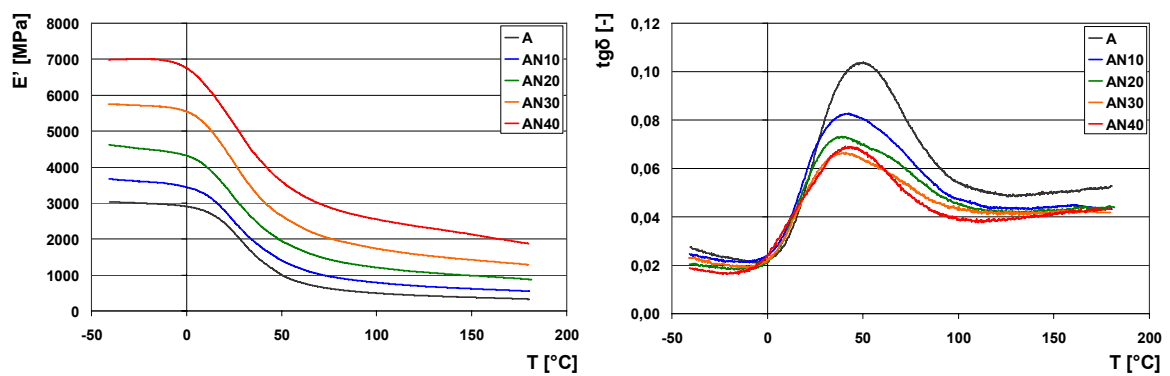
40. ábra Schulamid (PA6) mátrixú kompozitok tárolási modulusa ( $E'$ ) és hajlító rugalmassági modulusa ( $E_f$ ) a száltartalom függvényében, -20, 25 és 170°C hőmérsékleten



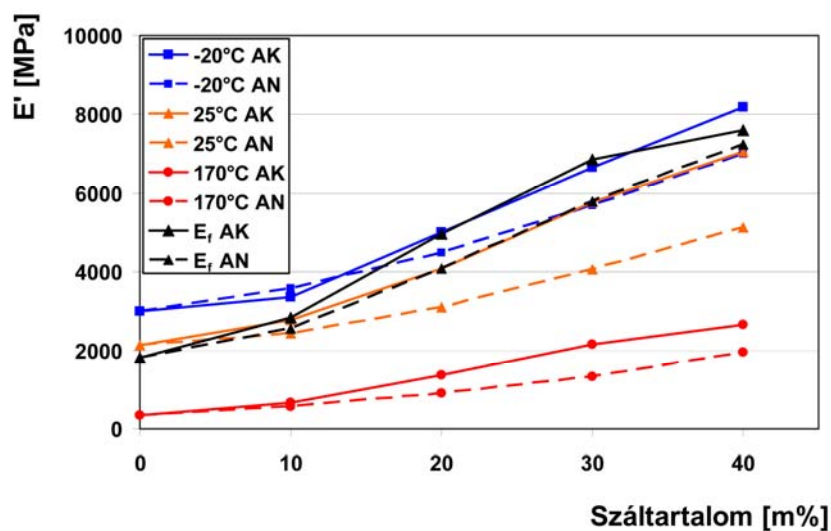
41. ábra Schulamid (PA6) mátrixú kompozitok veszteségi tényezője a száltartalom függvényében, -20 és 170°C hőmérsékleten, illetve a  $tg\delta$  maximumánál



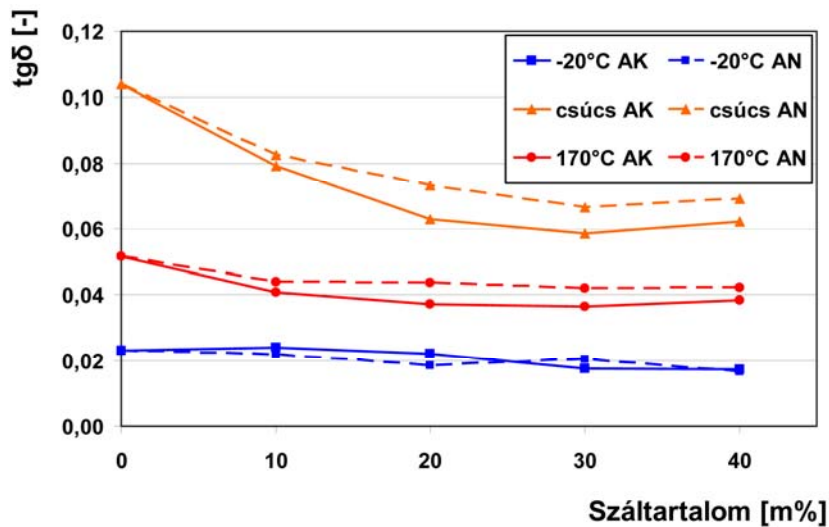
42. ábra Akulon (PA6.6) mátrixú kompozitok DMA görbéi, felületkezelt szálak esetén (AK), ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



43. ábra Akulon (PA6.6) mátrixú kompozitok DMA görbéi, felületkezelés nélküli szálak esetén (AN), ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



44. ábra Akulon (PA6.6) mátrixú kompozitok tárolási modulusa ( $E'$ ) és hajlító rugalmassági modulusa ( $E_f$ ) a száltartalom függvényében, -20, 25 és 170°C hőmérsékleten



45. ábra Akulon (PA6.6) mátrixú kompozitok veszteségi tényezője a száltartalom függvényében, -20 és 170°C hőmérsékleten, illetve a  $tg\delta$  maximumánál

A 40. és 44. ábrán látható, hogy az  $E'$  hasonlóan függ a száltartalomtól, mint a hajlító rugalmassági modulus (32. és 34. ábra). A  $tg\delta$  (41. és 45. ábra) nem változik a száltartalom függvényében -20°C-on, mivel az üvegesedési átmenet alatt a polimer mátrix amorf fázisának láncmolekulái befagyott állapotban vannak, mikro-Brown mozgást sem végeznek, ezért a veszteségi tényezőt, illetve a kompozit csillapítóképességét sem a rideg erősítőszálak jelenléte, sem pedig a határfelületi kapcsolódás minősége nem befolyásolja számottevően. A  $tg\delta$  görbék csúcsainál, az üvegesedési átmenetben azonban a száltartalom növekedésével csökken a veszteségi tényező, ez a függés pedig a felületkezelt és kezeletlen szálakkal erősített kompozitoknál másként alakul. A  $tg\delta$  csúcsok magassága a láncszegmensek és oldalsorozatok mozgékonyaságával szoros összefüggésben van [79, 125, 126]. Ha az erősítőszálak felületéhez kapcsolódó kapcsolószer elsődleges vagy erős másodlagos kötések alakít ki a polimer mátrixszal, jelentős mértékben gátolja a szegmensmozgást. Ezzel szemben ha a határfelületi adhézió nagyon gyenge, a mátrix polimerláncok nagyobb mértékű szegmensmozgásra képesek, ezért a  $tg\delta$  csúcs magasabb lesz. Az üvegesedési átmenet fölött, ahol a mátrix amorf fázisa már nagy rugalmas fizikai állapotban van, a  $tg\delta$  nem függ a száltartalomtól, azonban a mátrixanyag és a kompozitok között különbség tapasztalható (mint az a 38-39. és 42-43. ábrák összevetéséből is kitűnik), ez a különbség pedig összefüggésbe hozható a határfelületi adhézió minőségével. A tárolási modulus nagysága is függ a határfelület minőségétől, a kváztisztatikus mechanikai mérésekhez hasonlóan (31-34. ábra).

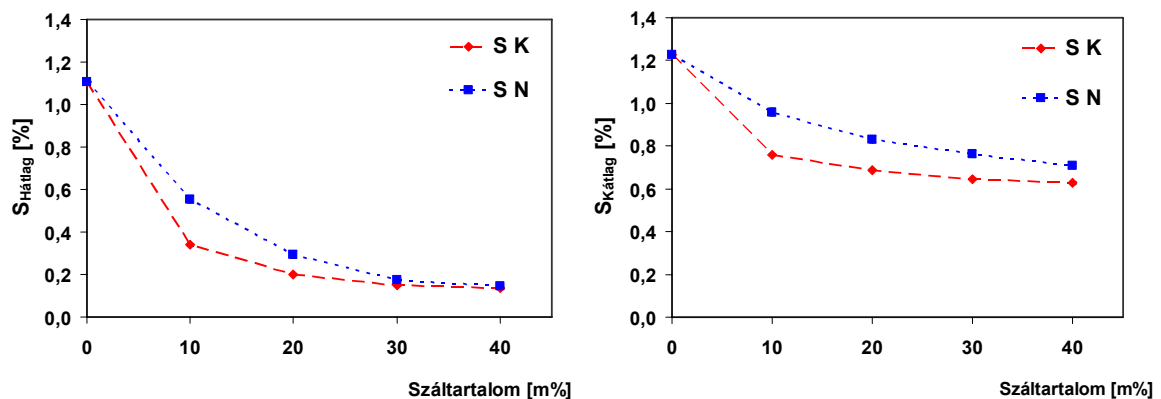
A fenti eredmények arra engednek következtetni, hogy a DMA mérések önmagukban alkalmasak a hőre lágyuló mátrixú kompozitokban a szál-mátrix határfelületek minősítésére. Azonos mátrixanyag és száltípus mellett minél kisebb a  $tg\delta$ , annál nagyobb mértékben gátolt a láncok és oldalcsoportok szegmensmozgása, azaz annál erősebb kémiai kötések alakulnak ki a szál-mátrix határfelületen.

#### 4.2.4. A zsugorodás vizsgálata

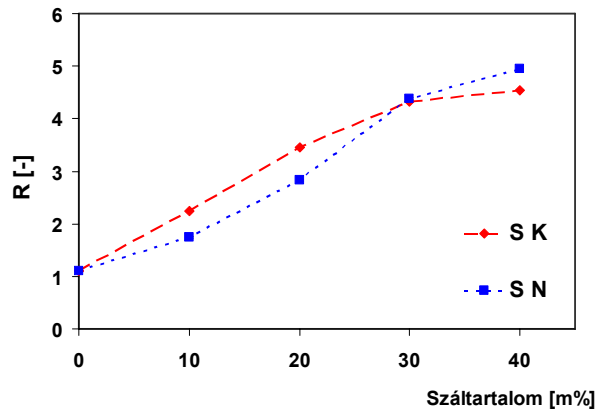
A fröccsöntési zsugorodást szálerősítésű anyagok esetében jelentősen befolyásolja a szálorientáció, ezért megmértem az előállított kompozitok zsugorodását. A különböző száltartalmú bazaltszálalás kompozitok fröccsöntése során alkalmazott utónyomásokat a 16. táblázat mutatja. A Schulamid (PA6) és Akulon (PA6.6) kompozitok zsugorodási és vetemedési értékei a 46-49. ábrán láthatók.

| Mátrixanyag      | Száltartalom [m%] | Utónyomás [bar] |
|------------------|-------------------|-----------------|
| Schulamid<br>PA6 | 0                 | 400             |
|                  | 10                | 470             |
|                  | 20                | 500             |
|                  | 30                | 600             |
|                  | 40                | 650             |
| Akulon<br>PA6.6  | 0                 | 250             |
|                  | 10                | 350             |
|                  | 20                | 400             |
|                  | 30                | 500             |
|                  | 40                | 600             |

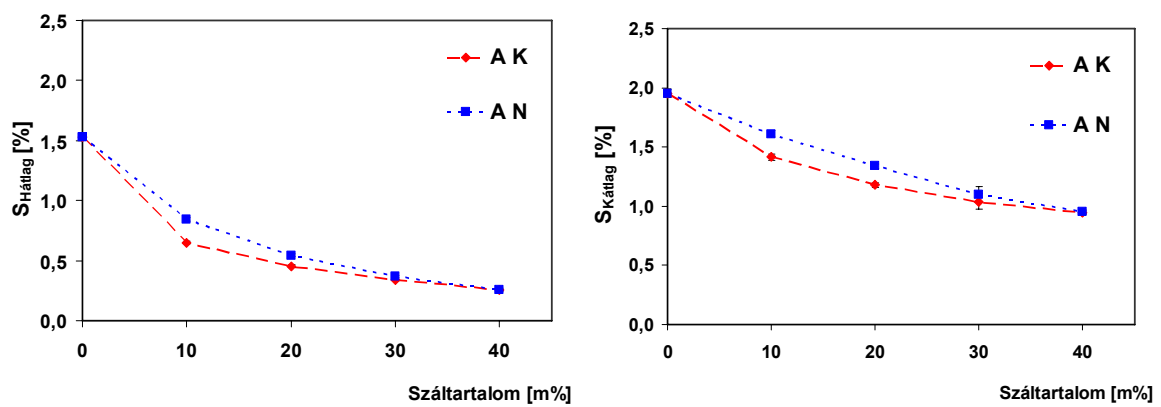
16. táblázat A lapkapróbatestek fröccsöntése során alkalmazott utónyomások



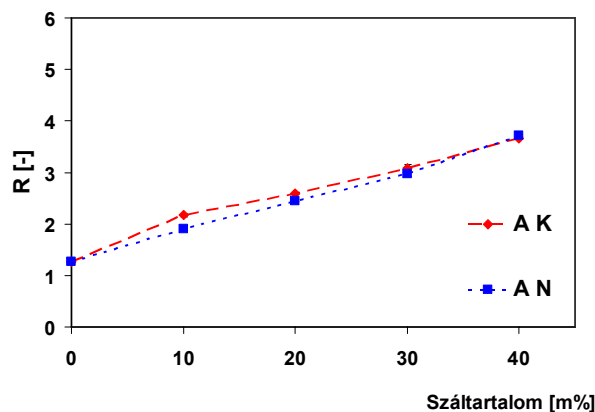
46. ábra Schulamid (PA6) kompozitok átlagos hosszirányú ( $S_{Hátlag}$ ) és keresztirányú ( $S_{Kátlag}$ ) zsugorodása a száltartalom függvényében



47. ábra Schulamid (PA6) kompozitok vetemedési tényezője ( $R$ ) a száltartalom függvényében



48. ábra Akulon (PA6.6) kompozitok átlagos hosszirányú ( $S_{Hátlag}$ ) és keresztirányú ( $S_{Kátlag}$ ) zsugorodása a száltartalom függvényében



49. ábra Akulon (PA6.6) kompozitok vetemedési tényezője ( $R$ ) a száltartalom függvényében

Jól látható, hogy míg az erősítőszálakat nem tartalmazó PA6 vetemedési tényezője megközelítőleg 1 (amint ez általában jellemző az erősítetlen és töltetlen polimerekre), addig az erősített anyagok hosszirányú és keresztirányú zsugorodásának különbsége, ezen

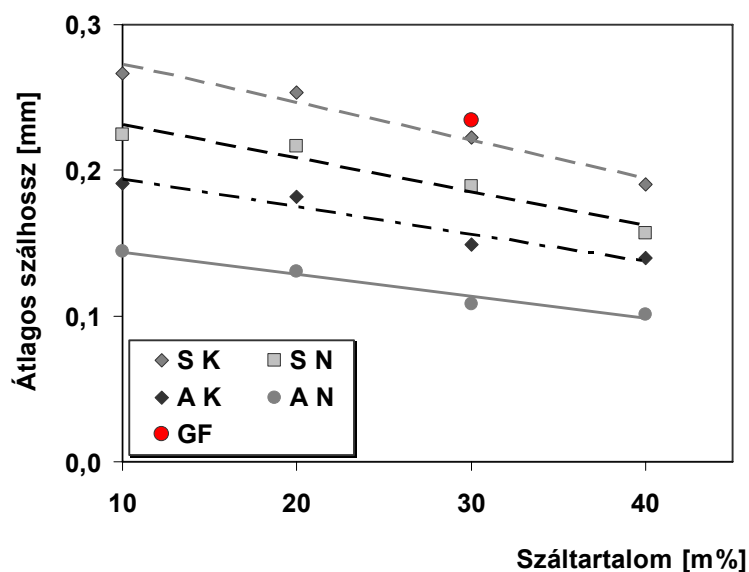
keresztül vetemedési tényezője növekszik a száltartalom függvényében. A Schulamid (PA6) mátrixú kompozitok esetén megfigyelhető, hogy a felületkezelés nélküli szálaknál mind a hosszirányú, mind a keresztirányú zsugorodás nagyobb, ezért a vetemedési tényező nem tér el lényegesen a felületkezelt szálakkal készített kompozitoktól.

#### 4.2.5. A maradó szálhossz vizsgálata

A fröccsöntött hőre lágyuló mátrixú kompozitok feldolgozásakor száltöredezés következik be, amely során elsősorban a kompaundáló extruderben és a fröccsöntőgép csigájának behúzó zónájában fellépő nyíró igénybevétel hatására az átlagos szálhosszúság néhány tized mm-re csökken [49, 54]. Annak érdekében, hogy a bazaltszál-erősítésű kompozitokban a feldolgozás során fellépő száltöredezést meghatározzam a száltartalom, valamint az alkalmazott mátrixanyag és bazaltszál típusának függvényében, a 3. fejezetben leírt eljárással megmértem a próbatestekben lévő szálak hosszát. Ezek az eredmények a vizsgálati rendszer jellemzői, a technológiai paraméterek változtatása hatással van rájuk. Ennek részletezése azonban nem feladata a kitűzött kutatásnak. Az egyes anyagokban található szálak átlagos hosszát a 17. táblázat és az 50. ábra mutatja.

| Kompozit típusa | Száltartalom [m%] | Átlagos szálhossz [mm] |
|-----------------|-------------------|------------------------|
| SK              | 10                | 0,267±0,240            |
|                 | 20                | 0,253±0,158            |
|                 | 30                | 0,223±0,179            |
|                 | 40                | 0,190±0,118            |
| SN              | 10                | 0,224±0,161            |
|                 | 20                | 0,217±0,166            |
|                 | 30                | 0,189±0,132            |
|                 | 40                | 0,157±0,110            |
| AK              | 10                | 0,191±0,161            |
|                 | 20                | 0,182±0,157            |
|                 | 30                | 0,149±0,147            |
|                 | 40                | 0,140±0,120            |
| AN              | 10                | 0,144±0,112            |
|                 | 20                | 0,131±0,101            |
|                 | 30                | 0,108±0,092            |
|                 | 40                | 0,101±0,080            |
| GF              | 30                | 0,234±0,125            |

17. táblázat Maradó szálhosszak a vizsgált kompozitokban



50. ábra Az átlagos szálhossz változása a száltartalom függvényében a vizsgált kompozitokban

Amint az 50. ábrán jól látható, az átlagos szálhossz csökken a száltartalom növekedésével, ez a növekvő száltartalomból fakadó nagyobb nyíró igénybevételnek tulajdonítható. Az Akulon (PA6.6) mátrixú kompozitok felületkezelt és felületkezelés nélküli szálak esetében is rövidebb átlagos szálhosszat eredményeztek a Schulamid (PA6) mátrixú kompozitokhoz képest, a PA6.6 nagyobb ömledékvizkozitása miatt. Mind a PA6, mind a PA6.6 mátrixú kompozitoknál megfigyelhető, hogy a felületkezelés hiánya növeli a száltördelődést. Ez felhívja a figyelmet arra, hogy a felületkezelésnek a szál-mátrix határfelületi adhézió javításán túlmenően feldolgozási szempontból is nagy jelentősége van. A szálak felületére felvitt írezés nem csak kapcsolószereket tartalmaz, hanem olyan összetevőket is, amelyek megvédik a szálakat a feldolgozás során fellépő súrlódástól és mechanikai igénybevételtől. A száltartalom és az átlagos szálhossz között közelítőleg lineáris összefüggés van, amit a (20) összefüggéssel lehet leírni [127].

$$l_f = -A \cdot c + B \quad (20)$$

ahol  $c$  [m%] a száltartalom,  $l_f$  [mm] az átlagos szálhossz,  $B$  [mm] és  $A$  [mm/m%] állandók. Az  $A$ ,  $B$  tényező és a korrelációs együtthatók a 18. táblázatban láthatók az egyes kompozitok esetében.

| Jelölés | A [mm/m%] | B [mm] | R <sup>2</sup> |
|---------|-----------|--------|----------------|
| SK      | 0,0026    | 0,2983 | 0,971          |
| SN      | 0,0023    | 0,2540 | 0,943          |
| AK      | 0,0019    | 0,2120 | 0,937          |
| AN      | 0,0015    | 0,1593 | 0,965          |

18. táblázat A maradó szálhossz és a száltartalom összefüggését leíró (20) egyenlet állandói és a korrelációs együtthatók a vizsgált kompozitok esetében

#### 4.2.6. Az eredmények értékelése

Vágott folytonos bazaltszál erősítéssel mind PA6, mind pedig PA6.6 mátrix alkalmazásával kedvező mechanikai tulajdonságok érhetőek el. 40 m% szálerősítéssel a mátrix 60 MPa körüli húzószilárdsága 170 MPa-ra növelhető. A szálak felületkezelése a rugalmassági modulusra csekélyebb hatással volt, mint a szilárdsági értékekre. Ez arra enged következtetni, hogy a merevséget a szakító-, illetve a hajlítóvizsgálat erő-elmozdulás görbéjének kezdeti szakaszában – ahol még kicsi a deformáció, ezért a fellépő csekély igénybevétel gyenge határfelületi adhézió esetén sem képes a szál-mátrix határfelület szétválasztására – csak a mátrix és az erősítőanyag tulajdonságai befolyásolják, a határfelület minősége itt csekély szerepet játszik.

Az ütvehajlító szilárdság felületkezelt szálak alkalmazása esetén jelentősen, míg a felületkezelés nélküli szálaknál alig növekszik a száltartalom függvényében. A hornyolatlan erősítetlen PA6 és PA6.6 próbatestek nem törtek el az ütvehajlító vizsgálat során, de a hornyolt próbatestek vizsgálata alapján lehetőség nyílt a mátrix és a kompozitok összehasonlítására. A 10 m%-os bazaltszálerősítés kevesebb, mint felére csökkenti az  $\alpha_{cN}$ -t, azonban 40 m% száltartalomnál az már megközelíti a mátrix ütvehajlító szilárdságát. Ez valószínűleg abból fakad, hogy a bazaltszálak a merevség növelése révén ridegítik az anyagot és csökkentik a maradó alakváltozásra való képességét, emellett hibahelyként repedések kiindulópontjai lehetnek. A száltartalom növekedésével azonban az erősítőszálak – mivel sokkal nagyobb sűrűségben fordulnak elő a mátrixban – inkább megállítják a repedés terjedését. A bazaltszálak a kvázisztatikus mechanikai jellemzőket minden esetben javítják, ezzel szemben a szívósságot csökkentik. A száltartalom növelésével minden vizsgált mechanikai tulajdonság javuló tendenciát mutat, a vizsgált tartományon belül egyértelműen a 40 m% erősítőanyag alkalmazása adja a legjobb eredményeket.

---

A DMA vizsgálatok segítségével feltártam a vizsgált kompozitok mechanikai tulajdonságainak hőmérsékletfüggését. A szálerősítés kedvező hatása a magas hőmérsékletű alkalmazások esetében jól kimutatható, ami jelentősen kiterjeszti a kompozitok műszaki alkalmazásának lehetőségeit. Igazoltam, hogy a DMA vizsgálatok széles hőmérséklet-tartományban alkalmasak a szál-mátrix határfelület minősítésére. A felületkezelt és felületkezelés nélküli kompozitok DMA görbéi között jellegzetes különbségek tapasztalhatóak (40., 41., 44., 45. ábra). Ezek közül a legfontosabb a veszteségi tényező értéke az üvegesedési átmenetben és az afölötti hőmérsékleteken. Összefoglalva megállapítható, hogy a folytonos bazaltszál kiválóan alkalmas PA6 és PA6.6 mátrixú fröccsöntött kompozitok erősítőanyagaként való felhasználásra. A 10, 20, 30 és 40 m% vágott folytonos bazaltszál erősítéssel kompaundálással és fröccsöntéssel előállított kompozitoknál kedvező mechanikai tulajdonságok érhetőek el. E kompozitok felhasználásával az üvegszálás kompozitokkal összemérhető mechanikai tulajdonságokkal rendelkező termékek állíthatók elő.

### **4.3. A felületkezelés hatása a kompozitok tulajdonságaira**

A polimer kompozitok tulajdonságait nem csak az erősítőanyag és a mátrix tulajdonságai befolyásolják, hanem a határfelületi kölcsönhatásoknak is jelentős szerepük van. Mind a mechanikai, mind a termikus hatások következtében fellépő feszültségeket a két fázis közötti határfelületi réteg közvetíti. A poláris szerkezetű ásványi- és üvegszálak, illetve a szintén poláris poliamid közötti határfelületi adhézió kémiai módszerekkel történő javítására leggyakrabban szilán kapcsolószereket alkalmaznak, amelyeket az erősítőszálak felületére visznek fel a szálgyártás során. Az iparban a kapcsolószerek csak egyik komponensét képezik a szálak feldolgozhatóságát, védelmét és a határfelületi adhézió javítását szolgáló írezésnek [81, 87, 88, 92, 128-130]. Laboratóriumi körülmények között arra nyílt lehetőségem, hogy az eredeti (a gyártás során felvitt) írezés eltávolítása után a kiválasztott kapcsolószerezrel vonjam be a szálak felületét. Ennek az a leggyakrabban alkalmazott módszere, hogy a megfelelő oldószerben feloldva, áztatás és az azt követő szárítás révén visszük fel az erősítőszálak felületére a kapcsolószert. Így a szálak felületén a kapcsolószerből megfelelő bevonatot hozhatunk létre, ugyanakkor ez a bevonat – az írezéssel szemben – nem nyújt mechanikai védelmet a szálaknak. Jelenleg a folytonos technológiával gyártott bazaltszálakat epoxi-, vinilészter és poliésztergyantához optimalizált kapcsolószerekkel kezelik [106, 107, 131, 132]. Ezek egy része irodalmi

---

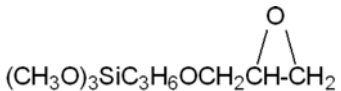
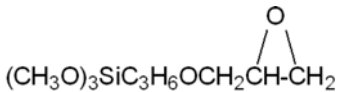
utalások szerint a poliamiddal is viszonylag kedvező tulajdonságokkal rendelkező határfelületet képes létrehozni [88, 92]. Ezt a 4.2. fejezetben mérésekkel is igazoltam. A bazaltszálás hőre lágyuló polimer mátrixú kompozitok közül a PP mátrixhoz már kidolgozták a határfelületi adhézió javításának módszereit [3-5, 27, 32], azonban a poliamidhoz jelenleg még kísérleti szakaszban van a határfelületi kapcsolódás javítása. A bazaltszálhoz vélhetően az üvegszálás poliamidokhoz alkalmazott kapcsolószerkezetek a leginkább alkalmasak, tekintettel a bazalt- és üvegszálak vegyi összetétele és szerkezete közötti hasonlóságra [22, 23].

Céлом az volt, hogy feltárjam az üvegszál-poliamid rendszerhez alkalmazott szilán felületkezelő szerek alkalmazhatóságát a bazaltszálakhoz, illetve a bazaltszálás kompozit tulajdonságainak függését a szilán típusától, funkciós csoportjaitól és mennyiségétől. Első lépésben különböző funkciós csoportokkal rendelkező szilánvegyületeket választottam ki. Ezek közül a kompozitok mechanikai jellemzőinek vizsgálatával kiválasztom a leginkább megfelelő típust. Mivel a kapcsolószer típusa mellett annak mennyisége is jelentősen befolyásolja a kompozit tulajdonságait [99], további kísérletekre volt szükség annak érdekében, hogy a felületkezelő szer mennyiségének hatását meghatározzam. Első lépésben a kísérletek során előállított bazaltszálás kompozitok száltartalmát 30 m%-ban rögzítettem, tekintettel arra, hogy ez az iparban az üvegszálás PA mátrixú kompozitoknál leggyakrabban alkalmazott száltartalom. Ezután a száltartalom függvényében változó mechanikai és fizikai tulajdonságok meghatározását tűztem ki célul. Az így nyert adatok segítségével meg lehet alapozni az iparban a bazaltszálak poliamid mátrixú kompozitokhoz való társítása során alkalmazható kapcsolószerkezetek típusát és mennyiségét, illetve megállapítható, hogy a felületkezelés nélküli szálakkal összevetve milyen tulajdonságjavítás érhető el.

A felületkezelés technológiai paramétereit a kapcsolószerkezetek gyártóinak ajánlásai és az irodalomban fellelhető adatok alapján határoztam meg [3, 78, 81, 85, 88, 90, 92, 96, 99, 100]. Az alapvető kvázistatikus és dinamikus mechanikai vizsgálatok és a fröccsöntési zsugorodás kiértékelésével, valamint a párhuzamosan készített SEM felvételek és a kompozitok termodinamikai tulajdonságainak elemzésével mutatom be az alkalmazott felületkezelés tulajdonságmódosító hatásait.

### 4.3.1. Kompozitok és próbatetek előállítása

Kísérleteimhez három különböző típusú szilánvegyületet alkalmaztam, amelyek mind a mátrixhoz, mind pedig az erősítőszálhoz kapcsolódó funkciós csoportjuk tekintetében különböztek egymástól (19. táblázat). Ezeket a kapcsolószereket az iparban speciálisan üvegszál-poliamid kompozitokhoz alkalmazott típusok közül választottam ki.

| Gyártó           | Márkanév | Típus  | Szerkezeti képlet  |
|------------------|----------|--|--|
| Wacker Chemie AG | GF80     | 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán              | $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$<br> |
| Wacker Chemie AG | GF91     | N-(2-amino-etil)-3-amino-propil-trimetoxi-szilán | $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{NHC}_2\text{H}_4\text{NH}_2$   |
| Wacker Chemie AG | GF93     | 3-amino-propil-trietoxi-szilán                   | $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{NH}_2$  |
| Struktol (USA)   | SCA960   | 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán              | $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiC}_3\text{H}_6\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$<br> |

19. táblázat A felhasznált felületkezelő szerek főbb adatai

Az alkalmazott felületkezelő szerek közül a GF80 és az SCA960 jelű termékekben lévő szilánvegyületek szerkezete azonos. Azért döntöttem mindkettő alkalmazása mellett, mert fel akartam mérni, hogy a különböző gyártóktól származó kapcsolószerek hogyan viszonyulnak egymáshoz tulajdonságaikban. A kísérletekhez a 4.2. fejezetben bemutatott, a Kamenny Vek által gyártott, BCS 13.6 jelű vágott bazaltszálat használtam. A szálon jelenlévő írezést 400°C hőmérsékletű izzító kemencében három órás hőkezeléssel távolítottam el. A felületkezelő szerekből az erősítőanyagra vonatkoztatva 1 m%-os oldatot készítettem ioncserélt vízzel. A kimért erősítőanyag mennyisége minden esetben 600 g volt. 3375 g ioncserélt vízből és 6 g felületkezelő szerből álló oldatot készítettem (az oldat koncentrációja így 0,177 m% volt), majd 2 óra oldódás után az erősítőanyagot az oldatban áztattam 2 órán át, annak érdekében, hogy végbemenjen a szilánok hidrolízise és a bazaltszál felületén megkötött hidroxil csoportokhoz való kapcsolódása. Végül 80°C-os légcirkulációs szárítószekrényben teljesen elpárologtattam a vizet és kiszáritottam a szálakat, hogy a szilánmolekulák kondenzációja végbemenjen és a polysziloxán réteg kialakulhasson. A próbatesteket úgy állítottam elő, hogy a 4.2.1. fejezetben leírt módon, első lépésben összeállítottam a PA-granulátum/erősítőszál keveréket a megfelelő arányban, majd Brabender Plasti-Corder PL 2100 típusú kétcsigás keverőextruderrel kompaundáltam,

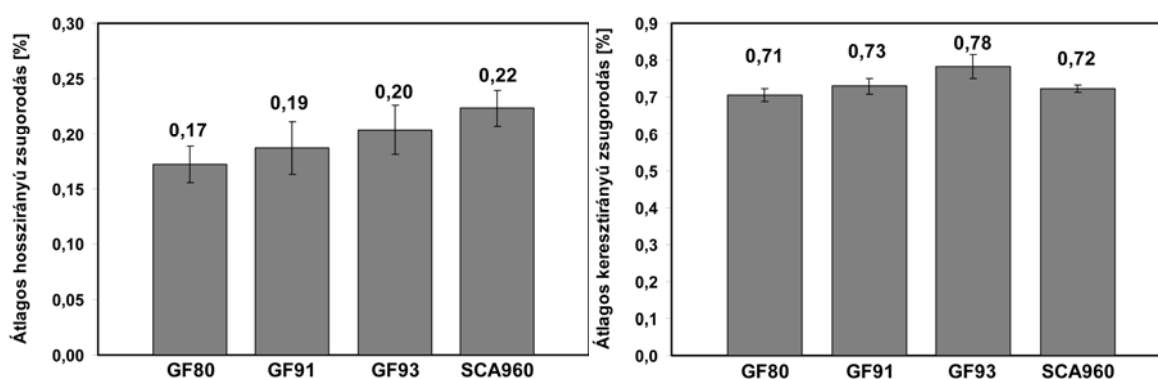
ezután granuláltam az előgyártmányt. A fröccsöntést Arburg 270 C 500-250 típusú fröccsöntő gépen végeztem el. A fröccsöntéssel 4×10 mm keresztmetszetű szabványos piskóta alakú, valamint a zsugorodási vizsgálatok céljára 80×80×2 mm nagyságú lapkapróbatesteket készítettem. A fröccsöntési paraméterek megegyeztek a 4.2.1. fejezetben és a 14. táblázatban a 30 m% bazaltszállal erősített PA6 mátrixú kompozitokra leírt paraméterekkel.

#### 4.3.2. A felületkezelő szer kiválasztása

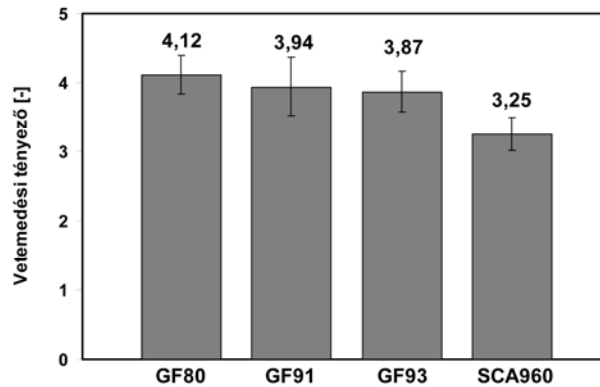
Első lépésben a 19. táblázatban szereplő felületkezelő szerek közül választottam ki a legmegfelelőbbet, ehhez mindegyik felületkezelő szerrel, azonos technológiát alkalmazva, 30 m% erősítőanyag-tartalmú kompozitokat készítettem. A mechanikai vizsgálatokat és a zsugorodásmérést a 3. fejezetben leírt módon hajtottam végre. Az eredmények a 20. táblázatban és az 51. és 52. ábrán láthatóak.

|  | GF80      | GF91      | GF93      | SCA960    |
|--|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Húzószilárdság, $\sigma_M$ [MPa]             | 114,4±0,2 | 115,2±0,5 | 113,3±0,3 | 98,1±0,4  |
| Húzó rugalmassági modulus, E [MPa]           | 7564±228  | 7296±287  | 7669±205  | 7970±322  |
| Határhajlító feszültség, $\sigma_{fM}$ [MPa] | 159,7±0,7 | 161,7±0,5 | 160,4±1,1 | 134,5±1,3 |
| Hajlítómódulus, $E_f$ [MPa]                  | 5963±35   | 5689±14   | 5656±23   | 4876±39   |
| $\alpha_{cN}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]           | 10,1±0,5  | 9,7±0,3   | 9,6±1,0   | 8,9±1,0   |
| $\alpha_{cU}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]           | 82,4±6,1  | 83,3±2,6  | 71,3±6,4  | 72,8±7,8  |

20. táblázat A különböző felületkezelésű bazaltszállal erősített PA6 kompozitok mechanikai tulajdonságai



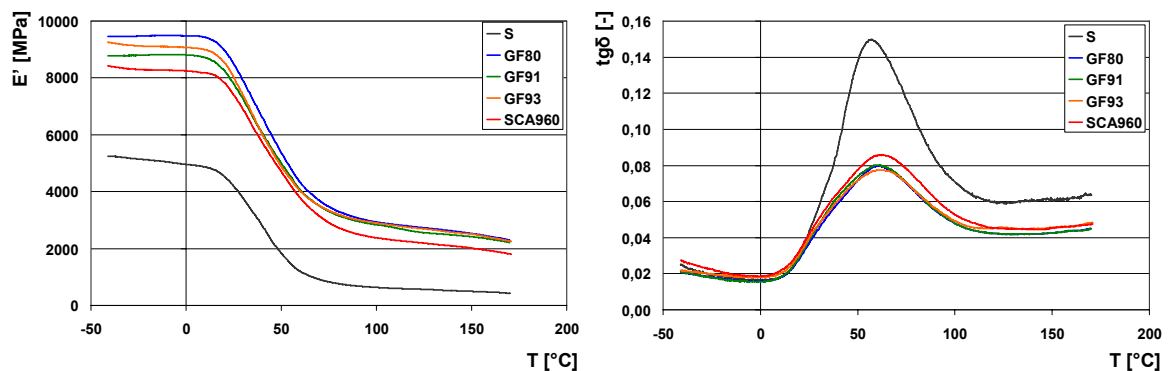
51. ábra A különböző felületkezelésű bazaltszállal erősített PA6 kompozitok átlagos hossz- és keresztirányú zsugorodása



52. ábra A különböző felületkezelésű bazaltszállal erősített PA6 kompozitok vetemedési tényezője

A 20. táblázat tanúsága szerint a Wacker gyártmányú felületkezelő szerekkel (GF80, GF91 és GF93) megközelítőleg azonos kvázistatikus mechanikai jellemzőket értem el, az SCA960 típusú szilánnal kezelt bazaltszállakból készült kompozitok ettől elmaradnak a húzószilárdság és a határhajlító feszültség tekintetében, annak ellenére, hogy az SCA960 hatóanyaga kémiaailag azonos a GF80-al (3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán).

A kompozitok termomechanikai viselkedésének megismerése érdekében dinamikus mechanikai analízisnek (DMA) vettem alá a kompozitokat a 3. fejezetben leírt paraméterekkel. Az ábrákon az *S* az erősítetlen mátrixanyagot jelöli. Az eredményeket az 53. ábra mutatja.

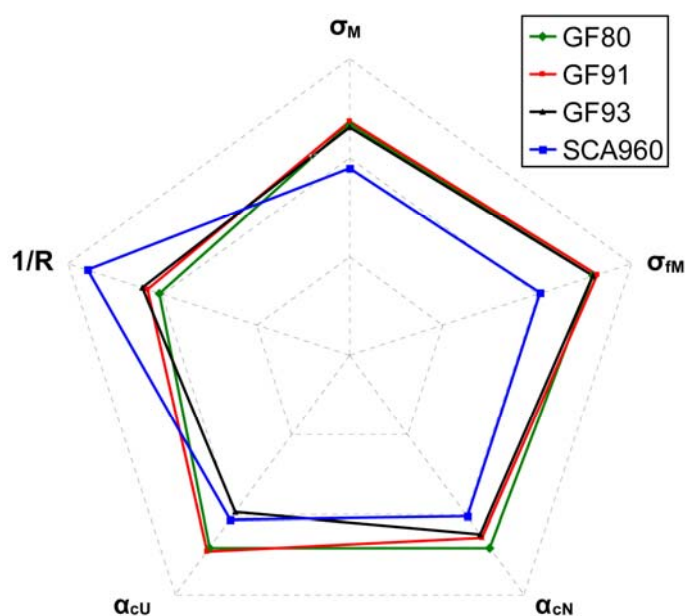


53. ábra Különböző felületkezelésű kompozitok DMA görbéi ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)

Az 53. ábrán az egyes kompozitok tárolási modulusa hozzávetőlegesen úgy aránylik egymáshoz, mint hajlítómodulusuk (20. táblázat). Megfigyelhető, hogy az SCA960 felületkezelő szerrel kezelt kompozit veszteségi tényező görbéjének csúcsa a többi kompozitéhoz viszonyítva magasabb. Ez összhangban van a kvázistatikus és

dinamikus mechanikai mérésekkel, melyek az SCA960 felületkezelő szerrel kezelt kompozit rosszabb mechanikai tulajdonságait, ezen keresztül gyengébb határfelületi adhézióját bizonyítják. A  $tg\delta$  csúcs magassága tehát bizonyos fokú korrelációt mutat a határfelület minőségével.

Az 54. ábrán a kiválasztás legfontosabb szempontjai (húzószilárdság, határhajlító feszültség, hornyolt és hornyolatlan próbatesteken mért ütvehajlító szilárdság és a vetemedési tényező reciproka) alapján hasonlítottam össze a különböző szilánokat.



54. ábra A különböző felületkezelő szerekkel készült kompozitok összehasonlítása a legfontosabb szempontok alapján

Jól látható, hogy a GF80 típusú felületkezelő szerrel előállított kompozit a vetemedési tényező kivételével minden vizsgált szempontból kedvező tulajdonságokkal rendelkezik a többi felületkezelő szerrel összehasonlítva. Vetemedési tényezője viszonylag nagy, de ennél nagyobb jelentőségűek a kedvező mechanikai tulajdonságok. Ennek mérlegelésével végül a GF80 típusú felületkezelő szert választottam ki a további vizsgálatokhoz.

#### 4.3.3. A felületkezelő szer koncentrációjának meghatározása

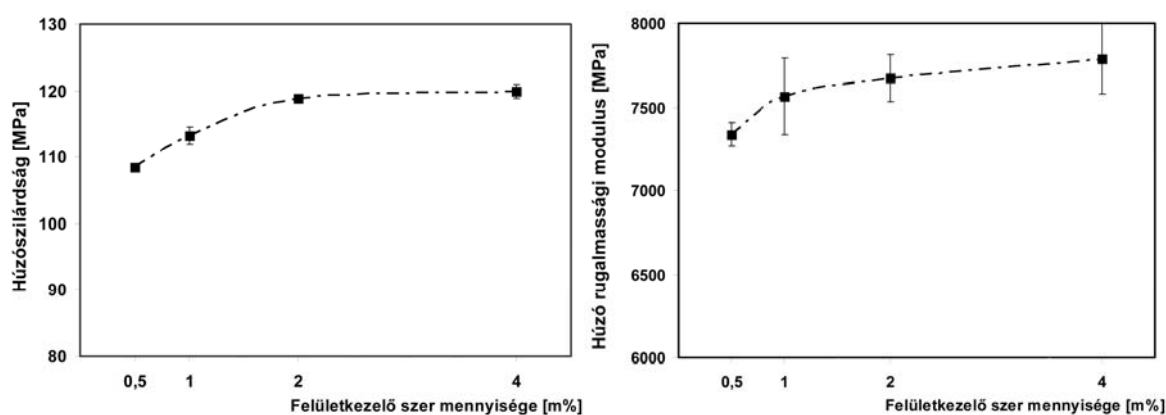
A szálak felületére oldat formájában felvitt felületkezelő szerek alkalmazásánál lényeges paraméter az oldat koncentrációja, ezen keresztül az egységnyi tömegű szálra jutó felületkezelő szer mennyisége. Bizonyos felületkezelő szerek esetében a mennyiségnek van egy optimuma, ami fölött már nem javítja, hanem rontja a kompozitok mechanikai

tulajdonságait [3, 96, 99]. A kompozit jellemzőire gyakorolt hatásán túlmenően, a koncentráció megválasztásánál tekintettel kell lenni a felületkezelő szerek magas ára is. Ezért az előző fejezetben kiválasztott GF80 típusú 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán felületkezelő szerrel a 21. táblázatban látható oldatkonzentrációk alkalmazásával készítettem kompozitokat. A kompozitok előállításának technológiája megegyezett az előző fejezetben leírtakkal, csupán az oldatkonzentrációt módosítottam. A legmegfelelőbb oldatkonzentrációt – a felületkezelő szer kiválasztásához hasonlóan – a kompozitok alapvető mechanikai tulajdonságainak és fröccsöntési zsugorodásának figyelembevételével állapítottam meg.

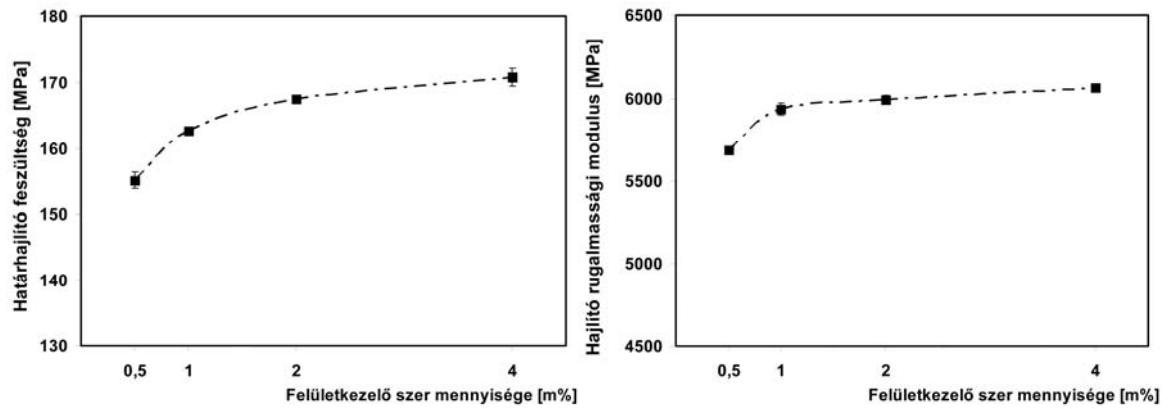
| Egységnyi tömegű szátra jutó felületkezelő szer | Oldatkonzentráció | Jelölés   |
|---|-------------------|-----------|
| 0,5%  | 0,089%            | GF80 0,5% |
| 1%  | 0,177%            | GF80 1%   |
| 2%  | 0,354%            | GF80 2%   |
| 4%  | 0,706%            | GF80 4%   |

21. táblázat A bazaltszálak felületkezeléséhez alkalmazott oldatok koncentrációja

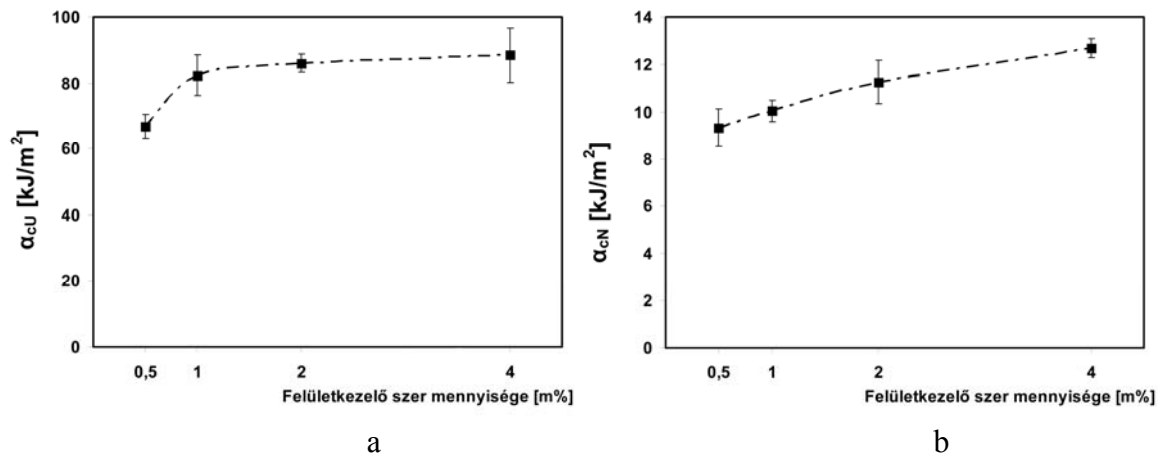
A szakítóvizsgálatok eredménye az 55., a hajlítóvizsgálatoké az 56., a Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatok eredménye az 57. ábrán látható. A különböző felületkezeléssel ellátott kompozitok zsugorodása és vetemedési tényezője az 58. és 59. ábrán látható.



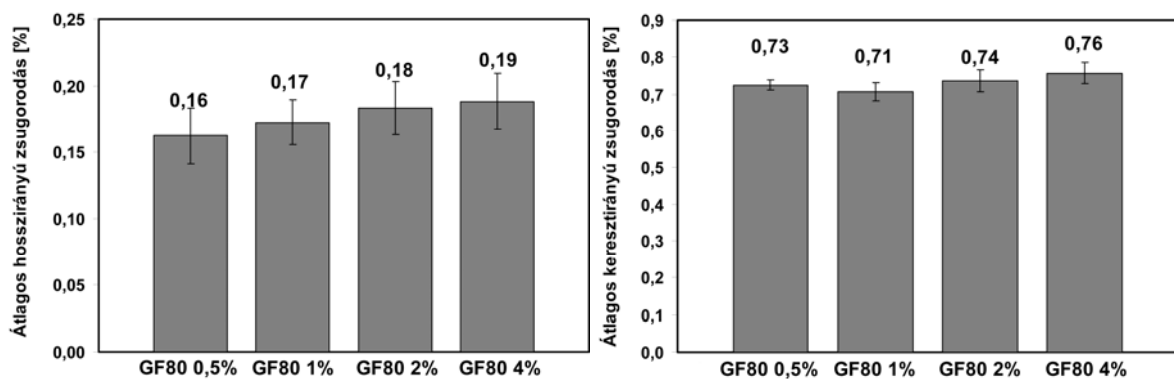
55. ábra A különböző koncentrációjú oldattal felületkezelt bazaltszállal erősített PA6 kompozitok húzási tulajdonságai



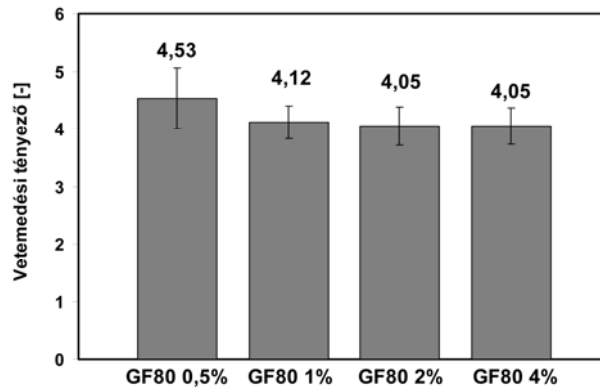
56. ábra A különböző koncentrációjú oldattal felületkezelt bazaltszállal erősített PA6 kompozitok hajlítási tulajdonságai



57. ábra A különböző koncentrációjú oldattal felületkezelt bazaltszállal erősített PA6 kompozitok ütvehajlító szilárdsága hornyolatlan (a) és hornyolt (b) próbatestek esetén



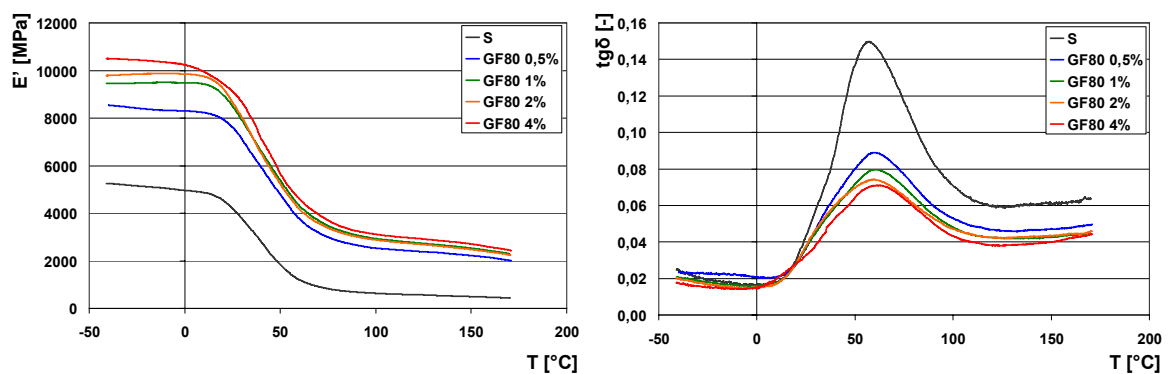
58. ábra A különböző koncentrációjú oldattal felületkezelt bazaltszállal erősített PA6 kompozitok átlagos hossz- és keresztirányú zsugorodása



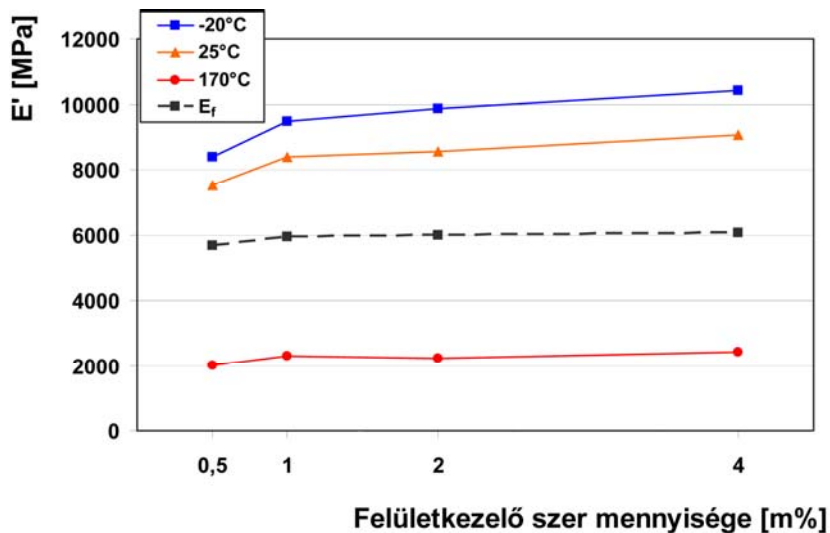
59. ábra A különböző koncentrációjú oldattal felületkezelt bazaltszállal erősített PA6 kompozitok vetemedési tényezője

Az 55-57. ábrákon megfigyelhető, hogy a felületkezelő szer oldatkoncentrációjának növelése valamennyi vizsgált mechanikai jellemzőt kedvező irányban befolyásolta. A húzószilárdság és a határhajlító feszültség mellett a rugalmassági modulus értékek is növekedtek. A határfelületi adhézió javulása az ütvehajlító szilárdságot is megnövelte. A zsugorodást és a deformációs tényezőt nem befolyásolta számottevően a felületkezelő szer mennyisége. Mindegyik mechanikai jellemzőnél megfigyelhető egy telítődési jelleg: az oldatkoncentráció növekedésével az értékek látszólag egy határértékhez közelítenek. Jól látható, hogy a felületkezelő szer mennyiségének optimumát nem sikerült elérni, ennek ellenére nem készítettem 4 m%-nál több felületkezelő szerrel kezelt kompozitot, mivel az ennél nagyobb mennyiségű felületkezelő szer alkalmazása a szilánok magas ára való tekintettel gazdaságossági szempontból nem célszerű.

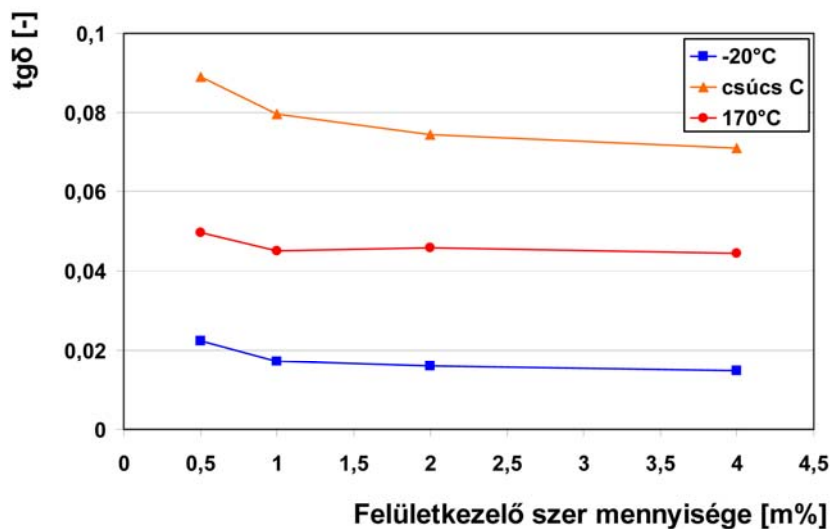
A DMA vizsgálatok eredményeit a 60-62. ábra mutatja. Az ábrákon az S az erősítetlen mátrixanyagot jelöli. A 61. ábrán a kompozitok hajlítómodulusát is feltüntettem (lásd az 56. ábrát).



60. ábra Különböző koncentrációjú oldatban GF80 típusú szilánal felületkezelt kompozitok DMA görbéi ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



61. ábra Különböző koncentrációjú oldatban GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok tárolási modulusa ( $E'$ ) és hajlító rugalmassági modulusa ( $E_f$ ) a felületkezelő szer szára vonatkoztatott mennyiségének függvényében, -20, 25 és 170°C hőmérséklet mellett



62. ábra Különböző koncentrációjú oldatban GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok veszteségi tényezője a felületkezelő szer szára vonatkoztatott mennyiségének függvényében, -20 és 170°C hőmérséklet mellett, illetve a  $tg\delta$  maximumánál

A 60. ábrán látható, hogy a tárolási modulus növekszik a felületkezelő szer koncentrációjának növekedésével. Ha a három kiválasztott hőmérsékleten ábrázoljuk az  $E'$ -t a felületkezelő szer mennyiségének függvényében (61. ábra), az 55. és 56. ábrán látható, a kvázistatikus mechanikai vizsgálatokból kapott, telítődési görbékhez hasonló képet kapunk. A 61. ábrán a hajlító rugalmassági modulusot is ábrázoltam ( $E_f$ ), itt látható, hogy a próbatest eltérő befogási módja és a kismértékben eltérő vizsgálati hőmérséklet

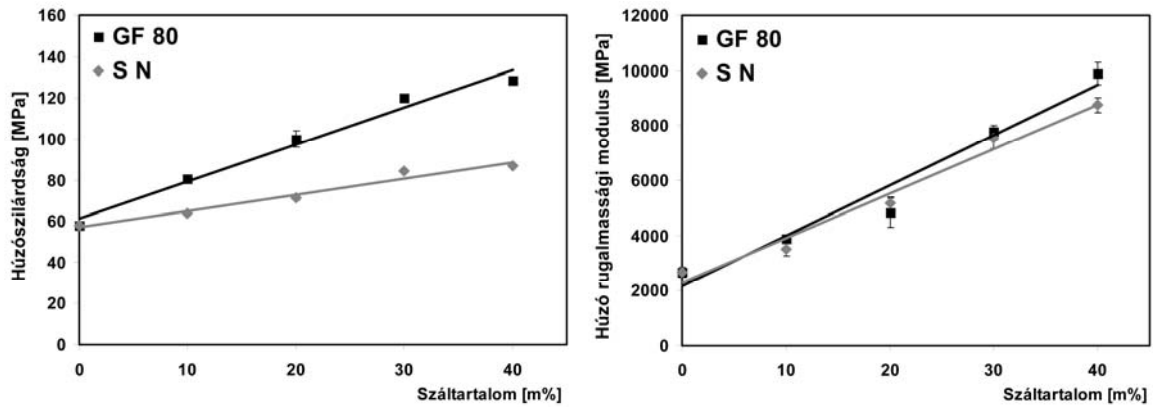
---

miatt a hajlítómodulus értékek eltérnek a 20°C-on mért  $E'$ -től, azonban az  $E_f$  és az  $E'$  modulusértékek egyaránt egy adott határértékhez tartanak. A 62. ábrán a  $tg\delta$  esetében hasonló változás figyelhető meg a felületkezelő szer mennyiségének függvényében, azzal a különbséggel, hogy a tárolási modulussal szemben a veszteségi tényező a határfelület minőségének javulásával nem növekszik, hanem csökken.

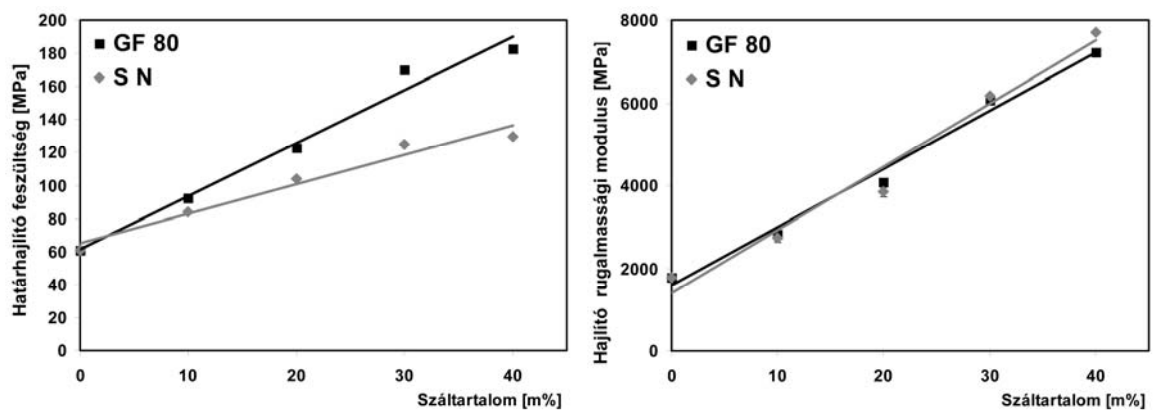
A fenti eredmények alapján kijelenthető, hogy a vizsgált tartományon belül az erősítőanyagra vonatkoztatva 4 m% GF80 típusú 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán alkalmazásával lehet a legkedvezőbb eredményt elérni. Költséghatékonysági szempontból 2 m% mennyiségű felületkezelő szer is elégségesnek minősülhet, tekintettel arra, hogy a 4 m% felületkezelő szerrel kezelt kompozit nem múlja felül a 2 m%-ost számottevő mértékben. Ennek ellenére 4 m% GF80 felületkezelő szer alkalmazásával végeztem a további kísérleteket, mivel minden vizsgált szempontból ez nyújtja a legkedvezőbb tulajdonságokat, céloom pedig a vizsgált tartományon belül legkedvezőbb mechanikai tulajdonságokat biztosító koncentrációt meghatározása és további alkalmazása volt.

#### **4.3.4. A száltartalom hatása a kompozitok tulajdonságaira**

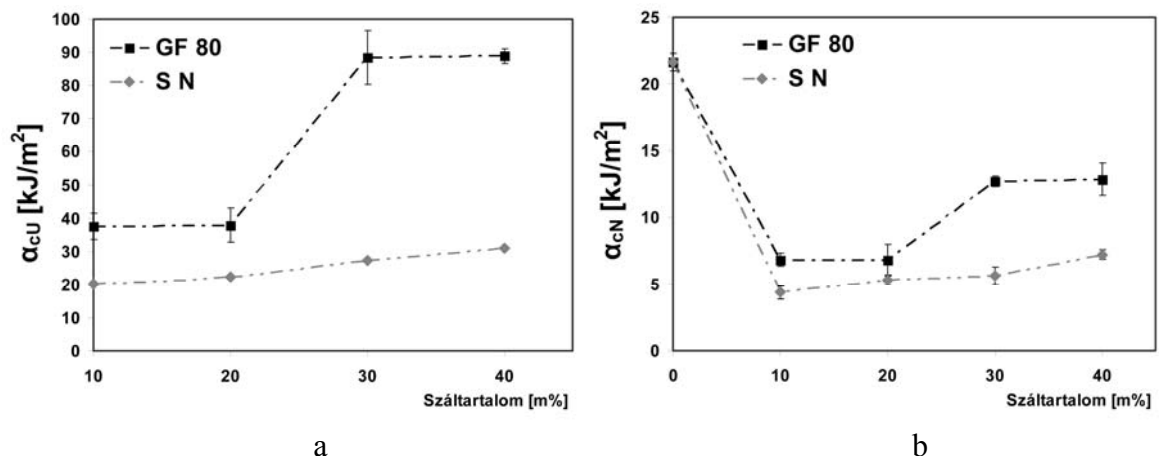
A szilános felületkezelő szerrel kezelt bazaltszálakkal erősített kompozitok esetében – a gyártó által felületkezelt és a felületkezelés nélküli szálakhoz hasonlóan (4.2. fejezet) – meghatároztam a száltartalom hatását a kompozitok tulajdonságaira. A GF80 típusú felületkezelő szert a szálra vonatkoztatva 4 m%-os mennyiségben alkalmaztam. A 10 és 20 m% erősítésű kompozitokat oly módon állítottam elő, hogy kétcsigás keverőextruderrel 30 m% száltartalmú kompozitot készítettem, majd ezt a fröccsöntést megelőzően a mátrixanyag granulátumával a szükséges mértékben hígítottam. A fröccsöntési paraméterek megegyeztek a 4.2.1. fejezetben és a 14. táblázatban a PA6 mátrixú kompozitokra leírt paraméterekkel. A kapott eredményeket összevettem a kezeletlen szálakkal készült kompozitok eredményeivel (jelölése: SN). Elsőként a kompozitok alapvető mechanikai tulajdonságait vizsgáltam meg. A szakítóvizsgálatok eredménye a 63., a hajlítóvizsgálatoké a 64. ábrán, a Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatok eredménye a 65. ábrán látható. A hornyolatlan erősítetlen PA6 próbatestek nem törtek el a vizsgálat során, ezért a 65/a. ábrán csak a szálerősített kompozitok mérési eredményei szerepelnek.



63. ábra Különböző száltartalmú és felületkezelésű PA6 kompozitok húzási tulajdonságai



64. ábra Különböző száltartalmú és felületkezelésű PA6 kompozitok hajlítási tulajdonságai

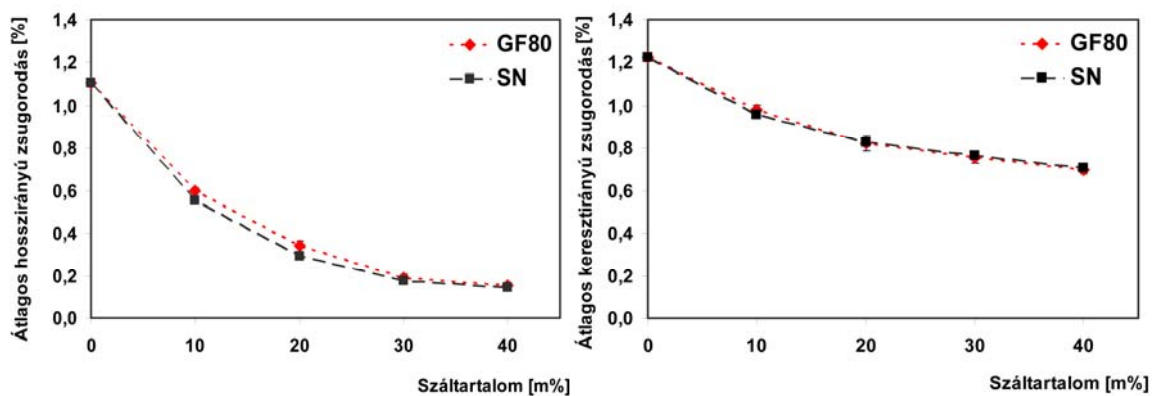


65. ábra Különböző száltartalmú és felületkezelésű PA6 kompozitok ütvehajlító szilárdsága hornyolatlan (a) és hornyolt (b) próbatestek esetén

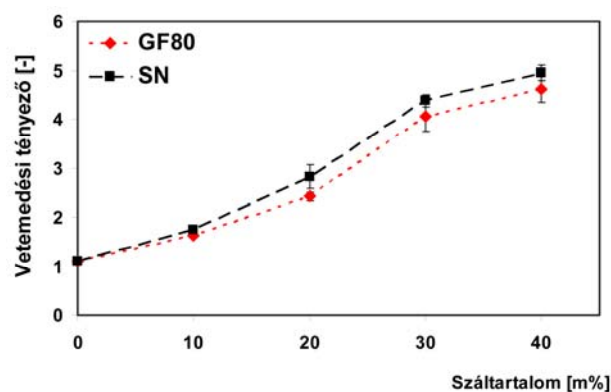
A 63. és 64. ábrán jól látható, hogy a felületkezelés nélküli bazaltszállal erősített kompozitok szilárdsága kisebb a felületkezeltekéhez képest. A felületkezelt kompozitok húzószilárdsága átlagosan 40, határhajlító feszültsége 30%-kal múlja felül a kezeletlen

kompozitokét. Ugyanakkor a kezelt és kezeletlen kompozitok húzó- és hajlítómerevsége között csekély a különbség. Ez arra enged következtetni, hogy a merevséget a szakító-, illetve a hajlítóvizsgálat erő-elmozdulás görbéjének kezdeti szakaszában – ahol még kicsi a deformáció, ezért a fellépő csekély igénybevétel gyenge határfelületi adhézió esetén sem képes a szál-mátrix határfelület szétválasztására – csak a mátrix és az erősítőanyag tulajdonságai befolyásolják, a határfelület minősége itt csekély szerepet játszik. A 65. ábrán látható, hogy a 4.2.2. fejezetben leírtakhoz hasonlóan, a szálerősítés jelentős mértékben csökkenti az ütvehajlító szilárdságot, a száltartalom növelésével azonban növekszik az ütvehajlító szilárdság. A felületkezelő szer alkalmazása az ütvehajlító szilárdság 70-220%-os növekedését okozta.

A különböző száltartalmú kompozitok zsugorodása és vetemedési tényezője a 66. és 67. ábrán látható.



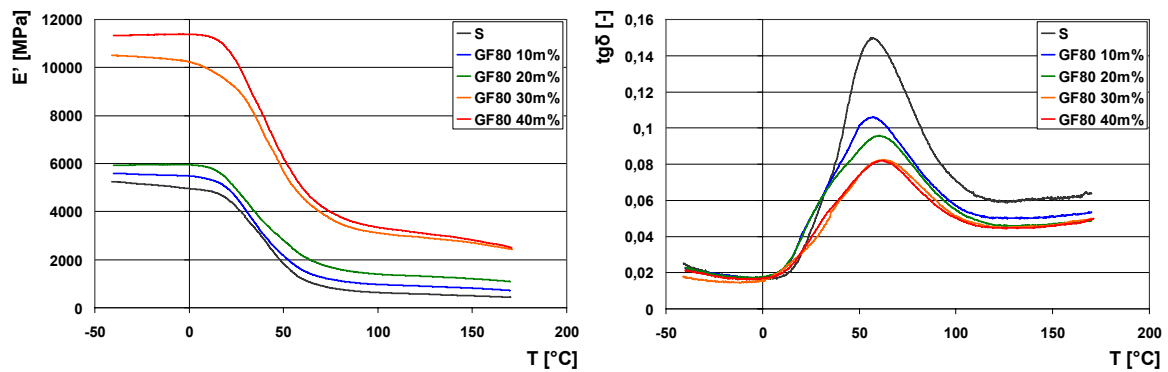
66. ábra Különböző száltartalmú és felületkezelésű PA6 kompozitok átlagos hossz- és keresztirányú zsugorodása



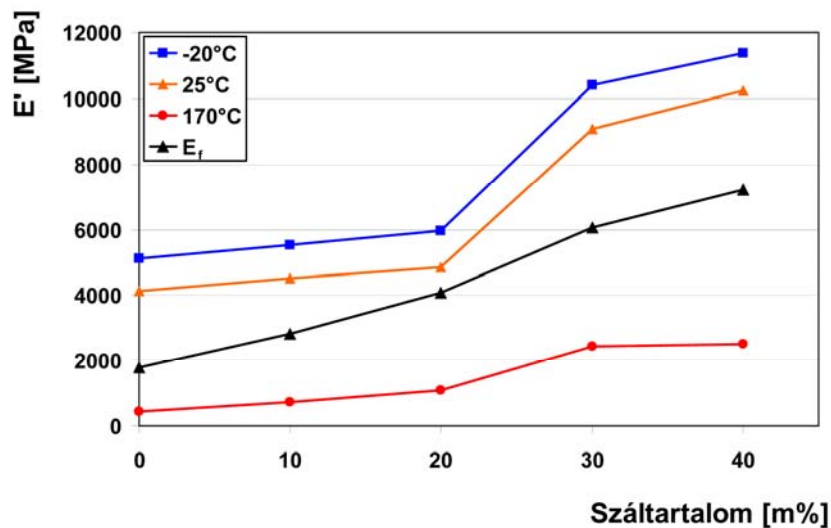
67. ábra Különböző száltartalmú és felületkezelésű PA6 kompozitok vetemedési tényezője

A felületkezelt és kezeletlen szálakkal készült kompozitok zsugorodása között nincs számottevő különbség, ami érthető, hiszen a fröccsöntési paraméterek és a mátrixanyag is megegyezett a különböző felületkezelésű kompozitoknál.

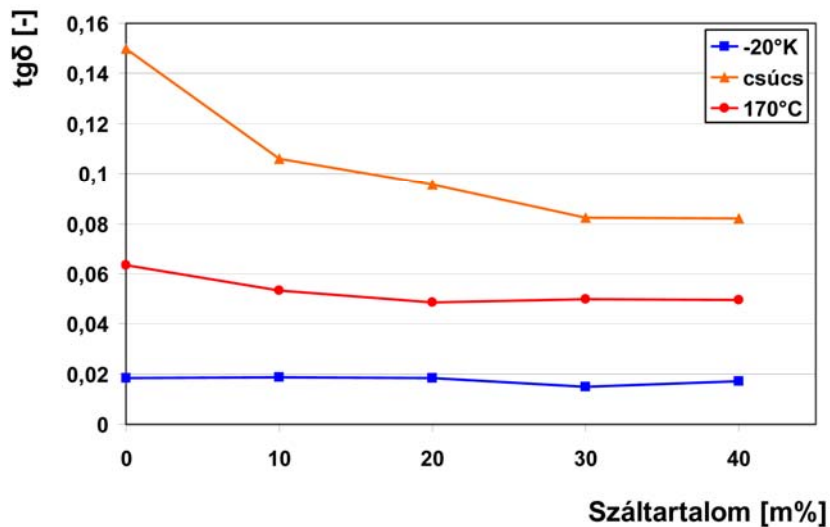
A DMA vizsgálatok eredményeit a 68-70. ábra mutatja. Az ábrákon az  $S$  az erősítetlen mátrixanyagot jelöli. A 69. ábrán a kompozitok hajlítómodulusát is feltüntettem (lásd a 64. ábrát).



68. ábra Különböző száltartalmú, GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok DMA görbéi ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)



69. ábra Különböző száltartalmú, GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok tárolási modulusa ( $E'$ ) és hajlító rugalmassági modulusa ( $E_f$ ) a száltartalom függvényében, -20, 25 és 170°C hőmérséklet mellett



70. ábra Különböző száltartalmú, GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok veszteségi tényezője a száltartalom függvényében, -20 és 170°C hőmérséklet mellett, illetve a  $tg\delta$  maximumánál

A 68., 69. és 70. ábrán, az  $E'$ , a  $tg\delta$  és a száltartalom között a 4.2. fejezetben leírt összefüggések figyelhetőek meg. A DMA mérések eredményei alapján kijelenthető, hogy a PA6 mátrixú bazaltszálalás kompozitok DMA mérései alapján következtetni lehet a szál-mátrix határfelület minőségére a teljes felhasználási hőmérséklet-tartományban, -40-től 170°C-ig. A  $tg\delta$  görbe csúcsának magassága – amely a láncszegmensek és oldalsoportok mozgékonyaságával, ezáltal a szál és a mátrix közötti kémiai kötések számával szorosan összefügg [133-135] – érzékenyen követi a határfelület szilárdságának változását, amelyre a kompozitok mechanikai tulajdonságaiból és a töretfelületek SEM felvételeiből következtethetünk. Ugyanakkor a  $tg\delta$  görbe nem csak az üvegesedési átmenet környékén, hanem a mátrix amorf fázisának nagyrugalmas fizikai állapotában is, széles hőmérséklet-tartományban alkalmas az adhézió összehasonlítására. A DMA vizsgálat alkalmazása azért előnyös a határfelület minősítésére, mert nem egy elvont, a kész kompozit tulajdonságaival nehezen összeegyeztethető eljárást vesz alapul – pl. csepplehúzás, fragmentációs vizsgálat (ahol az erősítőanyag és a mátrix nem megy keresztül a kompozit előállításával és feldolgozásával járó termikus és mechanikai igénybevételeken), – hanem a kész, ipari technológiával feldolgozott kompozitot veszi alapul és széles hőmérsékleti skálán nyújt információt.

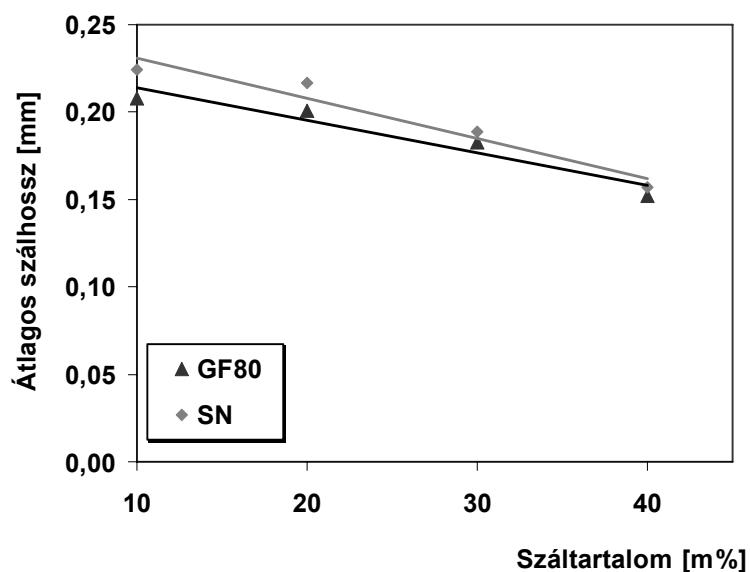
#### 4.3.5. A felületkezelt szálakkal erősített kompozitok morfológiája

A maradó szálhosszakat mind a kompaundálás során létrejött granulátumon, mind pedig a fröccsöntött szakítópróbatesteken megmértem. A szálak hosszát a 3. fejezetben leírt kiégetéses módszerrel mértem meg (22. táblázat).

| Felületkezelő szer típusa | Felületkezelő szer szála vonatkoztatott mennyisége [m%] | Száltartalom [m%] | Átlagos szálhossz a granulátumban [mm] | Átlagos szálhossz a termékben [mm] |
|---------------------------|---|-------------------|--|------------------------------------|
| GF80                      | 1   | 30                | 0,247±0,155                            | 0,187±0,119                        |
| GF91                      | 1   | 30                | 0,239±0,151                            | 0,182±0,151                        |
| GF93                      | 1   | 30                | 0,224±0,147                            | 0,182±0,129                        |
| SCA960                    | 1   | 30                | 0,222±0,130                            | 0,183±0,124                        |
| GF80                      | 0,5   | 30                | 0,242±0,148                            | 0,184±0,127                        |
| GF80                      | 1   | 30                | 0,247±0,155                            | 0,187±0,119                        |
| GF80                      | 2   | 30                | 0,245±0,161                            | 0,186±0,104                        |
| GF80                      | 4   | 30                | 0,238±0,155                            | 0,183±0,097                        |
| GF80                      | 4   | 10                | 0,238±0,155                            | 0,208±0,119                        |
| GF80                      | 4   | 20                | 0,238±0,155                            | 0,201±0,129                        |
| GF80                      | 4   | 30                | 0,238±0,155                            | 0,183±0,097                        |
| GF80                      | 4   | 40                | 0,200±0,126                            | 0,152±0,102                        |

22. táblázat Maradó szálhosszak a szilános felületkezeléssel készült kompozitokban

A kompaundálás után a szálak hossza a felületkezelő szer mennyiségétől és minőségétől függetlenül 0,22-0,25 mm között alakult, kivéve a 40 m% szállal erősített kompozitot, ahol 0,200 mm az átlagos szálhossz a nagyobb száltartalom miatt alakult ki. A 10-30 m% száltartalmú kompozitok esetében 30 m% száltartalmú granulátumot készítettem, majd ezt a fröccsöntést megelőzően a mátrixanyaggal a szükséges mértékben hígítottam, ezért itt azonosak a kompaundálás utáni szálhosszak. A fröccsöntés során további száltördelődés következett be, de nem jelentős mértékben. A végső szálhossz 0,18-0,21 mm között változik, a 40 m% száltartalmú kompozit esetében 0,152 mm. Következésképpen a felületkezelés típusa nem befolyásolta számottevően a fröccsöntött termékben jelenlévő szálak hosszát. A 4 m% GF80 felületkezelő szerrel készült kompozitokban mért maradó szálhossz a (20) egyenletben leírt lineáris összefüggés szerint változik a száltartalom függvényében (71. ábra), az állandók és a korrelációs együtthatók a 23. táblázatban láthatók.

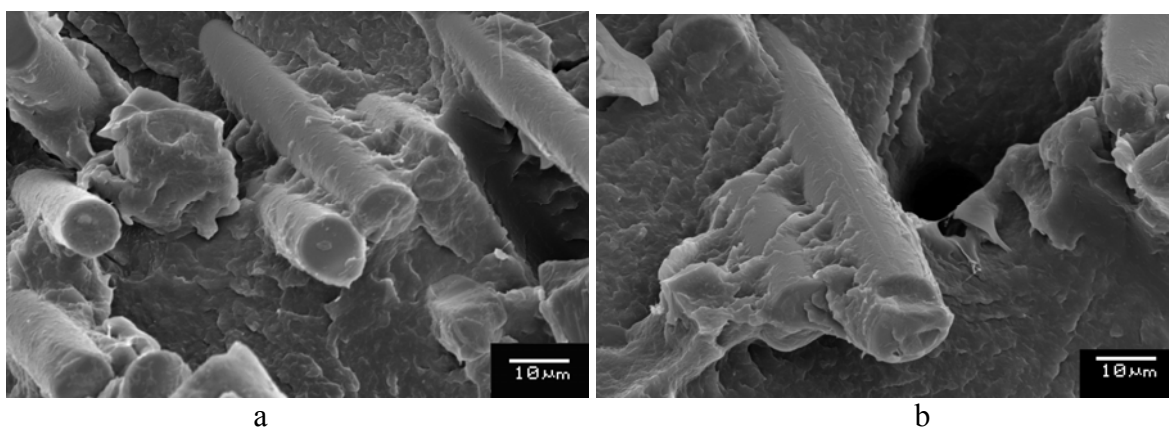


71. ábra Az átlagos szálhossz változása a száltartalom függvényében a kezeletlen (SN) és 4 m% GF80 típusú szilánnal kezelt (GF80) bazaltszálakkal erősített kompozitokban

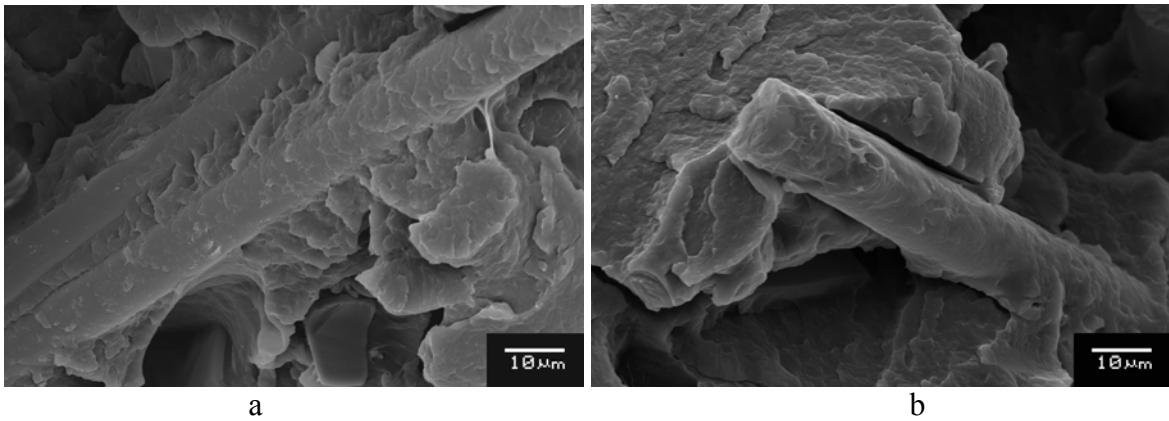
| Jelölés | A [mm/m%] | B [mm] | R <sup>2</sup> |
|---------|-----------|--------|----------------|
| GF80    | 0,0019    | 0,2325 | 0,925          |
| SN      | 0,0023    | 0,2540 | 0,943          |

23. táblázat A maradó szálhossz és a száltartalom összefüggését leíró (20) egyenlet állandói és a korrelációs együtthatók a felületkezelés nélküli (SN) és 4 m% GF80 felületkezelő szerrel készült kompozitok (GF80) esetében

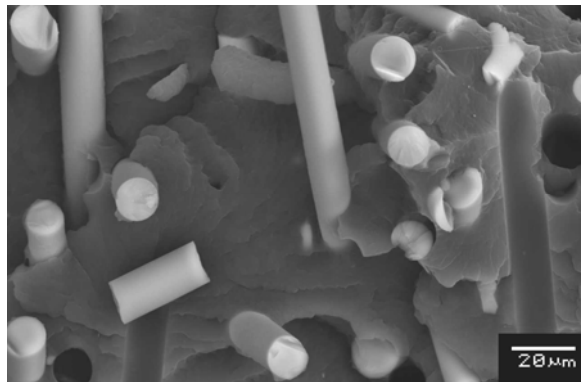
A szakító próbatestek töretfelületéről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvételek a 72-74. ábrán láthatók.



72. ábra Szakító próbatestek töretfelületéről készült SEM felvételek különböző típusú szilánokkal felületkezelt kompozitok esetében, a: GF80, b: GF91



73. ábra Szakító próbatestek töretfelületéről készült SEM felvételek különböző mennyiségű GF80 típusú szilánnal felületkezelt kompozitok esetében, a: 0,5 m%, b: 4 m%



74. ábra Szakító próbatest töretfelületéről készült SEM felvétel felületkezelés nélküli 30 m% bazaltszállal erősített kompozit (SN30) esetében

A 72. és 73. ábrán látható, hogy a felületkezelő szer mennyiségétől függetlenül a szálak felületén a tönkremenetel során folytonos mátrixréteg alakul ki, mindkét ábrázolt esetben kitűnő szál-mátrix adhézió figyelhető meg. A felületkezelő szer típusa szintén nem befolyásolta a töretfelületek jellegét. Ez azt jelenti, hogy a szakadás az erős kémiai kötésekkel megerősített határfelület helyett a mátrixanyagon belül következett be. Ezzel szemben a kezeletlen bazaltszálak teljesen elváltak a mátrixtól. Ez arra enged következtetni, hogy ha van is bizonyos fokú adhéziós kapcsolat a szál és a mátrix között, az lényegesen gyengébb a mátrixhoz viszonyítva.

#### 4.3.6. Szálfelületek jellemzése

A bazaltszálakon végzett felületkezelésének közvetlen ellenőrzése céljából a különböző kezelésű szálakat FTIR módszerrel vizsgáltam a 3. fejezetben leírt módszerrel. Ez az eljárás arra alkalmas, hogy a felületkezelő szerek jelenlétét – a molekuláikban lévő atomcsoportok révén – kimutassa a szálak felületén. Ugyanakkor a szál felülete és a

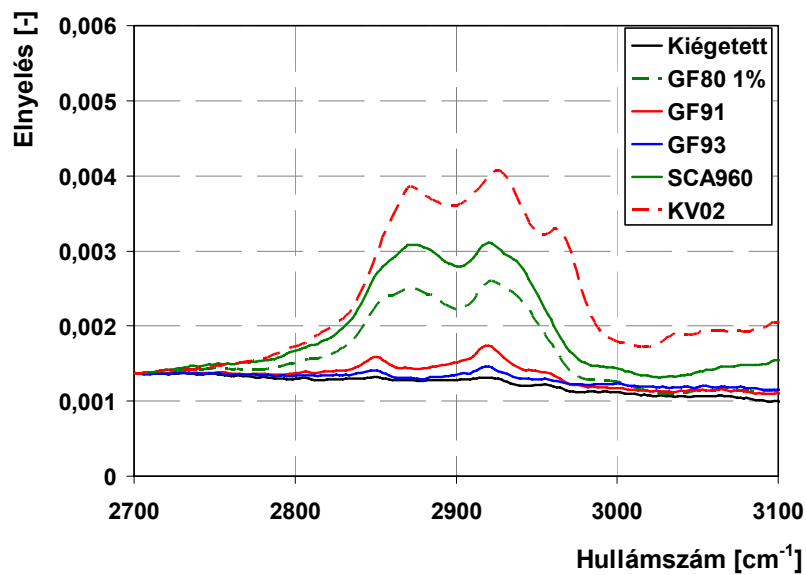
felületkezelő szer molekulái között kialakuló kémiai kötések vizsgálata nem minden esetben lehetséges ezzel a módszerrel. A módszer kvantitatív vizsgálatra csak korlátozottan alkalmas. A vizsgált szálak felsorolása és jelölése a 24. táblázatban látható. A felületkezelő szerek jelenlétének bizonyítása olyan atomcsoportok azonosításával lehetséges, amelyek hiányoznak a bazaltszálból, de a felületkezelő szerekben megtalálhatók. Az ezen atomcsoportokban lévő kémiai kötések a 24. táblázat 4. oszlopában láthatók. A rendelkezésre álló korrelációs táblázatok [136, 137] segítségével a kémiai kötések alapján azonosítottam az elnyelési csúcsokat, majd pedig a molekulák és a bennük lévő atomcsoportok szerint pontosítottam az azonosítást.

| Jelölés   | Felületkezelő szer típusa | Felületkezelő szer mennyisége a szála vonatkoztatva [m%] | Kémiai kötések                          | Megjegyzés                 |
|-----------|---------------------------|--|---|----------------------------|
| Kiégetett | Nincs                     | 0  | -                                       |                            |
| GF80 0,5% | Wacker GF80               | 0,5  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C                |                            |
| GF80 1%   | Wacker GF80               | 1  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C                |                            |
| GF80 2%   | Wacker GF80               | 2  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C                |                            |
| GF80 4%   | Wacker GF80               | 4  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C                |                            |
| GF91      | Wacker GF91               | 1  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C, N-H, C-N      |                            |
| GF93      | Wacker GF93               | 1  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C, N-H, C-N, C=O |                            |
| SCA960    | Struktol SCA960           | 1  | C-H, O-H, C-O, Si-C, C-C                |                            |
| KV02      | KV02                      | nincs adat   | nincs adat                              | Gyártó által felületkezelt |

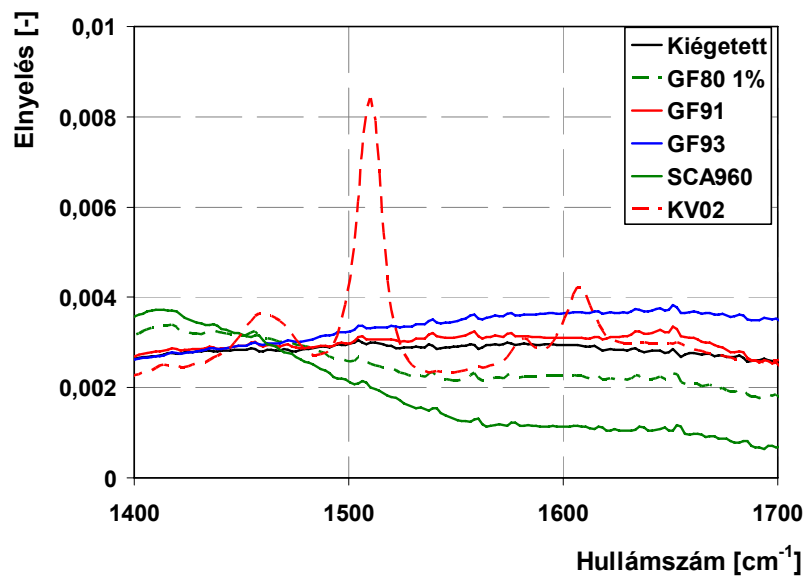
24. táblázat Az FTIR vizsgálatnak alávetett, különböző felületkezelésű bazaltszálak és az alkalmazott felületkezelő szerekben előforduló kémiai kötések

A felületkezelő szerek jelenlétét a  $2700-3100\text{ cm}^{-1}$  hullámszám-tartományban sikerült egyértelműen kimutatni. A 75. és 76. ábra az összes alkalmazott felületkezelő szerrel kezelt bazaltszálak elnyelési görbáját ábrázolja a  $2700-3100\text{ cm}^{-1}$ , illetve  $1400-1700\text{ cm}^{-1}$  hullámszám tartományban, míg a 77. ábrán a GF80 típusú szilánal különböző mennyiségben kezelt szálak spektruma látható a  $2700-3100\text{ cm}^{-1}$  tartományban. Az alkalmazott szilán felületkezelő szerek infravörös spektrumát is felvettem (78. ábra), ez esetben a folyékony szilánvegyületeket a spektroszkóp gyémántablakára csöpögtettem, és zafír helyett csak egy – az infravörös sugárzást elnyelő – kupakkal takartam el, hogy a

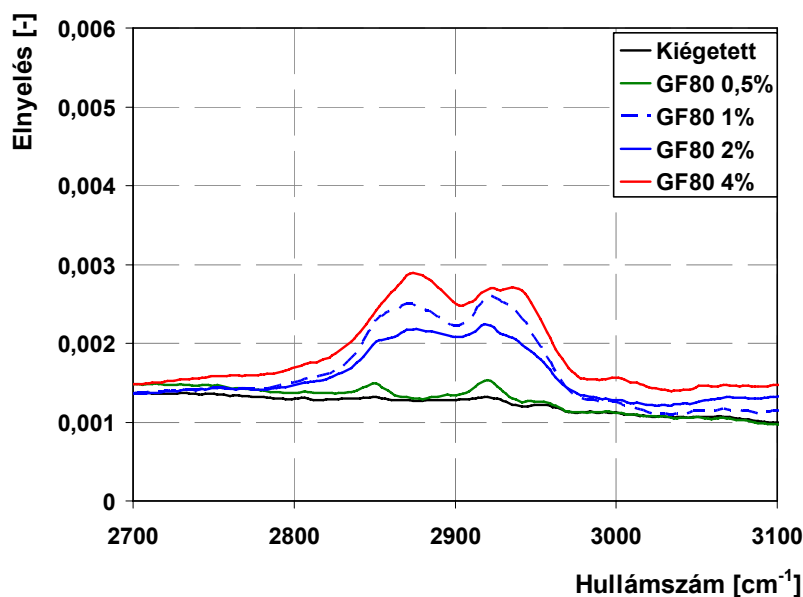
környezetből érkező infravörös sugárzás hatását kiszűrjem és meggátoljam a minták elpárolgását.



75. ábra A különböző típusú felületkezelő szerrel kezelt bazaltszálak elnyelési spektruma a 2700-3100  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám tartományban



76. ábra A különböző típusú felületkezelő szerrel kezelt bazaltszálak elnyelési spektruma a 1400-1700  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám tartományban



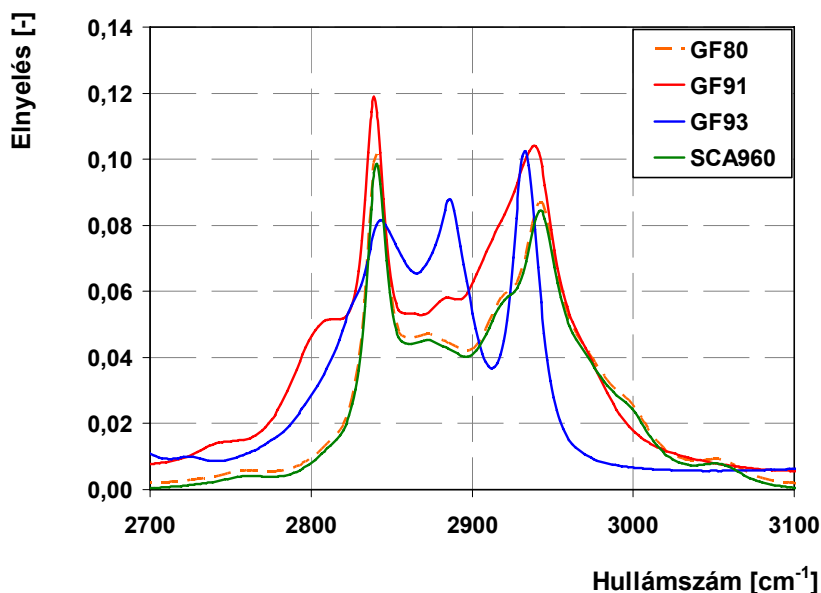
77. ábra A GF80 típusú felületkezelő szerrel kezelt bazaltszálak elnyelési spektruma a 2700-3100  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám tartományban

A 75. és 77. ábrán, 2850 és 2925  $\text{cm}^{-1}$ -nél látható csúcsok az alifás szénláncban található C-H kötésekkel hozhatók összefüggésbe. A 75. ábrán a KV02, GF80 és SCA960 jelű anyagoknál emellett 2870  $\text{cm}^{-1}$ -nél is megfigyelhető egy további csúcs, azonban ennek azonosítása nem sikerült. A GF80 és az SCA960 hatóanyaga azonos, és eltér a többi alkalmazott felületkezelő szertől. A KV02 összetétele ismeretlen. A 75. ábrán a KV02 esetében 2970  $\text{cm}^{-1}$ -nél is látható egy elnyelési csúcs, amely metilcsoport (-CH<sub>3</sub>) jelenlétére utal. A kiégetett bazaltszál felületén az említett tartományban nem jelentkezett csúcs. A 77. ábrán az elnyelési csúcsok magassága bizonyos korrelációt mutat a GF80 felületkezelő szer mennyiségével. Ebből azonban nem lehet a szálakon jelenlévő felületkezelő szer mennyiségére vonatkozóan messzemenő következtetéseket levonni, mivel az alkalmazott eljárás kvantitatív vizsgálatra csak korlátozottan alkalmas.

A 76. ábrán látható, hogy a gyártó által a szálak felületére felvitt KV02 típusú felületkezelő szer olyan komponenseket is tartalmaz, amit az általam alkalmazott szilánvegyületek egyike sem. A KV02 görbéjének csúcsai itt a következő atomcsoportokkal azonosíthatók: 1450  $\text{cm}^{-1}$ : aromás szén-szén kettőskötés (C=C), 1520-1540  $\text{cm}^{-1}$ : nitrocsoportot (-NO<sub>2</sub>) tartalmazó alifás és aromás szerves vegyületek, 1625  $\text{cm}^{-1}$ : aromás szén-szén kettőskötés vagy N=O.

Az FTIR vizsgálatokkal sikerült bizonyítanom valamennyi alkalmazott felületkezelő szer jelenlétét a bazaltszálak felületén, alapvetően a szilánmolekulák középső részét alkotó alifás szénláncokban található C-H kötések kimutatásával. Emellett az is

bizonyítást nyert, hogy a gyári felületkezelő szert sikerült kiégetéssel teljes mértékben eltávolítani a szálak felületéről. A gyári felületkezelés – az általam alkalmazottaktól eltérően – aromás és nitrocsoportot tartalmazó vegyületek jelenlétére utaló elnyelési csúcsokat is mutat.



78. ábra A különböző típusú felületkezelő szerek elnyelési spektruma a 2700-3100  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám tartományban

A felületkezelő szerek elnyelési görbéin (78. ábra) is egyértelműen láthatók a 2850 és 2925  $\text{cm}^{-1}$  hullámszám körüli csúcsok, amelyek az alifás szénláncok jelenlétére utalnak. Ugyanakkor 2870  $\text{cm}^{-1}$  körül is látható egy csúcs, amely különösen a GF93 esetén kiemelkedő. Ez a felületkezelő szerek üveg- vagy bazaltszállal reagáló funkciós csoportjain található metilcsoporttal ( $-\text{CH}_3$ ) lehet összefüggésben. Valószínűleg a GF93-nál azért erősebb ez a csúcs, mert etoxi ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ ), nem pedig metoxi ( $\text{CH}_3\text{O}$ ) funkciós csoporttal rendelkezik.

#### 4.3.7. Az eredmények értékelése

A mérési eredmények alapján megállapítható, hogy mind a négy vizsgált szilánvegyület kedvező hatással van a kompozitok mechanikai tulajdonságaira, azonban hatásukban nem különböznek egymástól számottevő mértékben. Ezért nem volt magától értetődő a legmegfelelőbb típus kiválasztása, hiszen a GF80, GF91 és GF93 hasonló tulajdonságokat eredményezett. A felületkezelő szer mennyiségének növelése a fröccsöntési zsugorodást nem befolyásolta számottevően, ugyanakkor valamennyi

---

mechanikai tulajdonságra kedvezően hatott. Az oldatkonzentrációtól függő mechanikai tulajdonságoknál minden esetben megfigyelhető egy telítődési jelleg, az oldatkonzentráció további növelésével feltehetőleg elérhető egy optimum, azonban ez már gazdaságtalanul nagy mennyiségű szilán alkalmazását követelné meg.

Különböző típusú szilán kapcsolószerekkel kezelt bazaltszálakkal erősített PA6 mátrixú fröccsöntött kompozitok és mátrixanyaguk  $-40...170^{\circ}\text{C}$  hőmérséklet-tartományban végzett dinamikus mechanikai analízise alapján kimutattam, hogy a veszteségi tényező és tárolási modulus alkalmas a szál-mátrix határfelületi adhézió minősítésére. Igazoltam, hogy a veszteségi tényező görbe csúcsának magassága összhangban van a szál-mátrix határfelületet minőségével.

A bazaltszálakon végzett FTIR vizsgálatokkal igazoltam a felületkezelő szerek jelenlétét a szálak felületén, illetve az is megállapítást nyert, hogy a KV02 típusú szálakon alkalmazott írezés a szilán kapcsolószereken túl számos egyéb komponenst tartalmaz. Ugyanakkor az alkalmazott vizsgálati eljárás nem volt alkalmas a bazalt és a felületkezelő szerek közötti primer kötések kialakulásának igazolására.

Összefoglalva kijelenthető, hogy sikeresen hajtottam végre bazaltszálak oldatos felületkezelését és ezek felhasználásával PA6 mátrixú kompozitok előállítását. Megállapítottam, hogy a vizsgált anyagok közül a legjobb hatást a 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán típusú kezelőanyag (a szálra vonatkoztatva 4 m% mennyiségben alkalmazva) eredményezte.

#### **4.4. Hosszúszálas kompozitok vizsgálata**

A hőre lágyuló mátrixú kompozitok mechanikai jellemzőinek javítása érdekében régóta törekednek a késztermékben található erősítőszálak hosszúságának növelésére. Ez nehéz feladatot jelent, mert a hagyományos feldolgozási technológiák alkalmazása során – mint a kompaundálás és a fröccsöntés – az erősítőszálak jelentős mértékben megrövidülnek, hosszuk a kritikus szálhossz alá csökkenhet, ami a mechanikai tulajdonságok romlását okozza [49, 50, 80]. Ezért számos eljárást fejlesztettek ki olyan kompozit termékek gyártására, melyekben a szálhosszúság jelentősen meghaladja a néhány tízed mm-es tartományt. Ezeket a kompozitokat összefoglaló néven LFT-nek (Long Fiber Thermoplastics) nevezzük. Az LFT kompozitok gyártástechnológiáit két csoportra lehet osztani: vannak olyan berendezések, melyek a kompaundálást és a késztermék előállítását egy gépsorban egyesítik (*Direct processing: D-LFT*), és vannak feldolgozásra készen

---

megvásárolható hosszúszálas granulátumok, melyeket hagyományos fröccsöntőgépen is fel lehet dolgozni (ready-to-use Pellets: P-LFT). A hosszúszálas granulátumok (P-LFT) gyártástechnológiájának alapja, hogy a mátrixanyagot megömlesztik egy extruderben és az ömledék a különleges extruderszerszámba bevezetett rovingot átítatja, majd megszilárdulás után a pultrudált rúdhoz hasonló megjelenésű terméket a kívánt (tipikusan 10-15 mm) hosszúságú darabokra vágják [138].

#### **4.4.1. Kompozitok előállítása**

Annak érdekében, hogy a bazaltszálak felhasználásának ilyen irányú lehetőségeit megvizsgáljam, a 4.1. fejezetben CB1-el jelölt, a Kamenny Vek által gyártott bazaltszál felhasználásával rövid- és hosszúszálas kompozitokat állítottam elő. Ez a száltípus roving és vágott szál formájában egyaránt rendelkezésemre állt. Mind a vágott szál, mind a rovingot a gyártás során epoxigyantához optimalizált szilán kapcsolószert tartalmazó felületi bevonattal látták el. A mátrixanyag PA6 volt (gyártó: FACT GmbH, márkanev: Factor PA6). A hosszúszálas kompozit granulátum a FACT GmbH németországi üzemében készült, a cég által szabadalmaztatott P-LFT eljárással [138]. A kísérleteimhez előállított granulátum szemeinek – és ezáltal a benne elhelyezkedő szálaknak – a hossza 11 mm volt. A rövidszálas kompozitot hagyományos kompaundálási és fröccsöntési eljárással állítottam elő. Első lépésben összeállítottam a PA-granulátum/erősítőszál keveréket a megfelelő arányban, majd Brabender Plasti-Corder PL 2100 típusú kétcsigás keverőextruderrel kompaundáltam, ezután granuláltam az előgyártmányt. A felhasznált alapanyagok jelölése a következő: mátrix: PA6, hagyományos kompozit granulátum: SBF (Short Basalt Fiber), hosszúszálas granulátum: LFT. Az SBF száltartalma 30 m%, az LFT-é pedig eredendően 40 m% volt, azonban ez utóbbit a fröccsöntés során mátrixanyag granulátum hozzáadásával 30 m%-ra hígítottam, tekintettel arra, hogy 30 m% az iparban az üvegszálas PA mátrixú kompozitoknál leggyakrabban alkalmazott száltartalom. Fröccsöntéssel 4×10 mm keresztmetszetű szabványos piskóta alakú, valamint a zsugorodási és ejtdárdás vizsgálatok céljára 80×80×2 mm nagyságú lapkapróbatesteket fröccsöntöttem Arburg 270 C 500-250 típusú fröccsöntő gépen. Az alkalmazott csigadugattyú átmérője 35 mm, hossz/átmérő viszonya 20 volt. A hosszúszálas kompozitok feldolgozása során a szálak megóvása érdekében az iparban általánosan alkalmazottnál képest kíméletesebb fröccsöntési paramétereket – kisebb csigafordulatszám, nagyobb ömledékhőmérséklet, kisebb befroccsöntési sebesség stb. – célszerű alkalmazni. Ugyanakkor az összehasonlíthatóság érdekében a hagyományos kompozitok (SBF)

fröccsöntése során a 4.2.1. fejezetben leírtakkal megegyező paramétereket alkalmaztam. A fröccsöntési paraméterek a 25. és 26. táblázatban láthatók. Feldolgozás előtt minden esetben 80°C-on, 5 órát szárítottam az alapanyagokat. A hosszúszálas anyagok fröccsöntése során ajánlott a granulátum előmelegítése, ami gyorsabb megömlést és ezáltal kisebb nyíróigénybevételt jelent. Ezért az LFT próbatestek fröccsöntése során a granulátumot közvetlenül a szárítás után, 80°C-on tettem a fröccsöntőgépbe.

| Paraméter                                    | PA6 és SBF | LFT |
|--|------------|-----|
| Befröccsöntési sebesség [cm <sup>3</sup> /s] | 40         | 20  |
| Torlónyomás [bar]                            | 40         | 0   |
| Utónyomás [bar]                              | 400        | 400 |
| Csiga kerületi sebessége [m/perc]            | 15         | 10  |

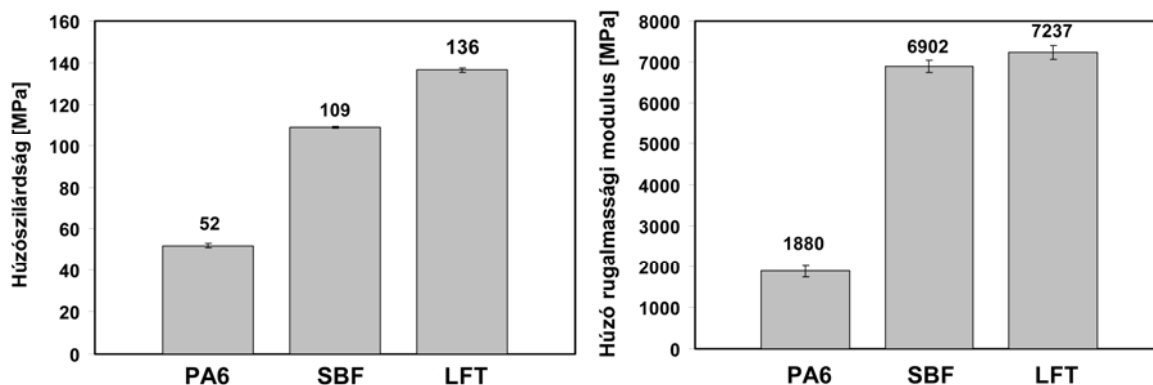
25. táblázat Hosszú- és rövidszálas kompozitok fröccsöntése során alkalmazott paraméterek, SBF: rövidszálas kompozit, LFT: hosszúszálas kompozit

| Extrudálási hőmérséklet [°C] | Zónahőmérsékletek fröccsöntésnél [°C] |     |     |     |     |
|------------------------------|---------------------------------------|-----|-----|-----|-----|
| 290                          | 280                                   | 285 | 290 | 295 | 300 |

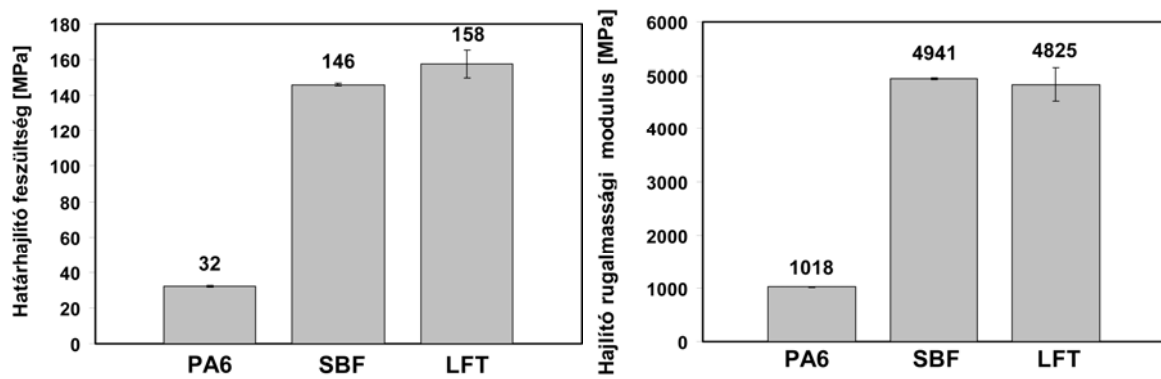
26. táblázat Hosszú- és rövidszálas kompozitok feldolgozása során alkalmazott extrudálási és fröccsöntési hőmérsékletek

#### 4.4.2. Mechanikai vizsgálatok értékelése

A mechanikai és termomechanikai tulajdonságok meghatározása érdekében kvázisztatikus és dinamikus mechanikai, valamint DMA vizsgálatokat végeztem a próbatesteken. A húzó- és hajlítóvizsgálatok eredményei a 79. és 80. ábrán láthatók.



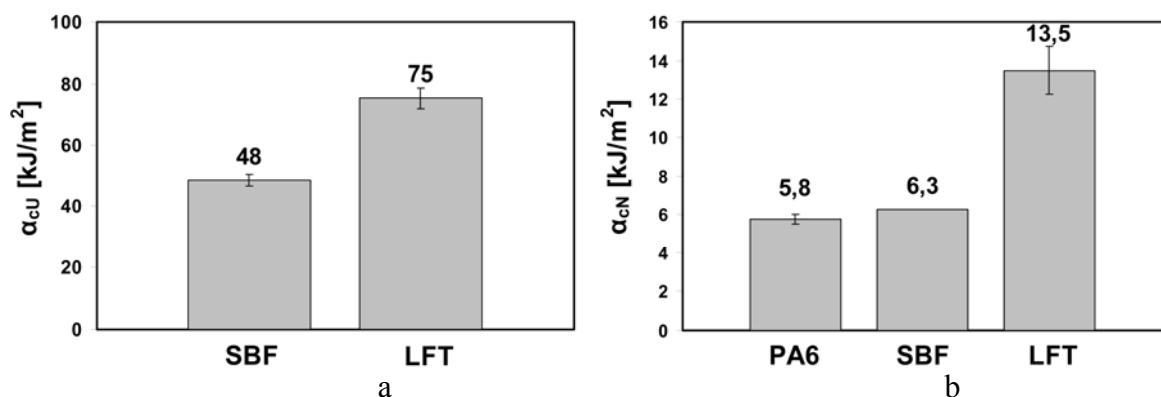
79. ábra A Factor PA6 mátrixú kompozitok húzási tulajdonságai



80. ábra A Factor PA6 mátrixú kompozitok hajlítási tulajdonságai

A rövid bazaltszál erősítő hatása a mátrixanyaghoz képest a húzószilárdság és a határhajlító feszültség tekintetében hasonló a Schulamid PA6 mátrixú kompozitoknál tapasztaltakhoz (31. és 33. ábra). A hosszúszálalás kompozit a rövidszálalás anyag húzószilárdságát 25%-kal, míg a határhajlító feszültséget 8%-kal múlja felül, ez hozzávetőlegesen megfelel annak az aránynak, amit további 10 m% rövid erősítőszál hozzáadása eredményez. A húzó rugalmassági modulus tekintetében már kisebb ez a növekmény, míg a hajlító moduluszt lényegében nem befolyásolja a szálhossz.

A kompozitok ütészállósági tulajdonságainak meghatározása érdekében Charpy-féle ütvehajlító vizsgálatot végeztem hornyolt és hornyolatlan próbatesteken. Az eredmények a 81. ábrán láthatók. A hornyolatlan PA6 próbatestek nem törtek el a vizsgálat során, ezért a 81/a. ábrán csak a szálerősített kompozitok mérési eredményei szerepelnek.



81. ábra Factor PA6 kompozitok ütvehajlító szilárdságára hornyolatlan (a) és hornyolt (b) próbatestek esetén

Az ejtődárdás vizsgálatokat egy Ceast Fractovis 6785 berendezésen hajtottam végre, 80×80×2 mm-es lapka próbatestek felhasználásával a 3. fejezetben leírt paraméterekkel. Az eredmények a 27. táblázatban láthatók.

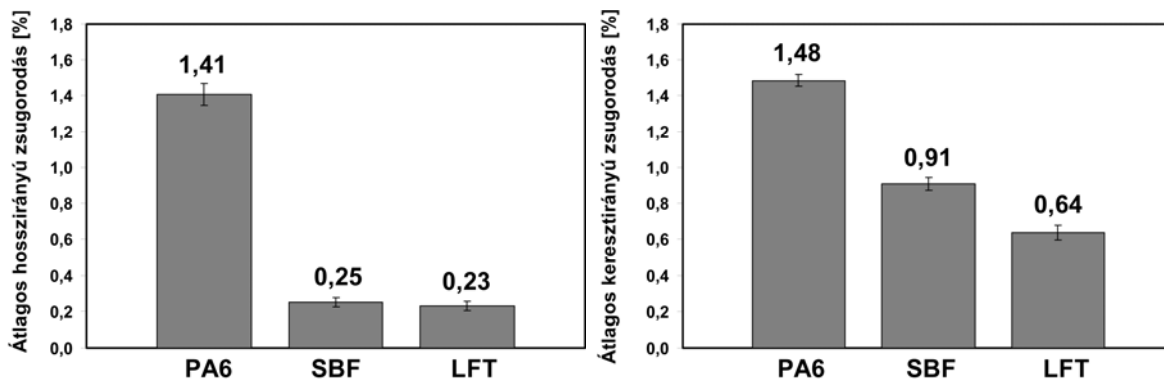
| Jelölés | $E_p$<br>[J/mm] | $D_i$<br>[%] |
|---------|-----------------|--------------|
| PA6     | 36,3±0,1        | 52,07±1,0    |
| SBF     | 1,3±0,0         | 7,92±2,3     |
| LFT     | 3,6±0,4         | 16,24±5,5    |

27. táblázat Factor PA6 kompozitok perforációs energiája ( $E_p$ ) és duktilitási indexe ( $D_i$ )

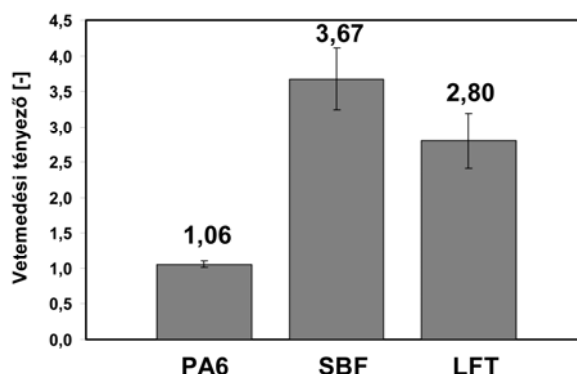
A dinamikus mechanikai jellemzőkre sokkal nagyobb hatást gyakorolt a szálhosszúság, mint a kvázisztatikusakra. Hornyolatlan próbatestek esetén 56%-kal nőtt az ütvehajlító szilárdság, míg hornyolt próbatestek esetén, ahol alig van különbség a mátrix és az SBF ütvehajlító szilárdsága között, a hosszú szálak alkalmazása 100%-os növekedést eredményezett. A mátrixanyag perforációs energiájához képest körülbelül egy nagyságrend csökkenést okozott a szálerősítés. Ugyanakkor a hosszabb szálak alkalmazása mintegy 100%-kal megnövelte a perforációs energiát a rövidszálas kompozithoz képest. A mátrix duktilitási indexe a poliamidokra jellemző 50%-hoz közeli érték, a tönkremenetel során jelentős képlékeny alakváltozást szenvedtek a próbatestek. Ezzel szemben a kompozitok ridegen, szilánkosan roncsolódtak, az SBF  $D_i$ -je ennek megfelelően igen kicsi. Ugyanakkor a hosszú szálak alkalmazása a duktilitási indexet kétszeresére növelte a rövidszálas kompozithoz képest. A dinamikus mechanikai tulajdonságoknak a szálhossz növekedésével végbemenő javulása valószínűleg annak tulajdonítható, hogy a repedésterjedés során sokkal több szálszakadás történik (annak köszönhetően, hogy az erősítőszálak sokkal nagyobb hányada haladja meg a kritikus szálhosszat), a szálak elszakítása pedig több energiát emészt fel, mint a töretfelületből való kihúzódásuk.

#### 4.4.3. A fizikai tulajdonságok vizsgálata

A Factor PA6 mátrixú kompozitok zsugorodását a 3. fejezetben leírt módon, lapkapróbatesteken határoztam meg (82-83. ábra).



82. ábra A Factor PA6 mátrixú kompozitok átlagos hossz- és keresztirányú zsugorodása

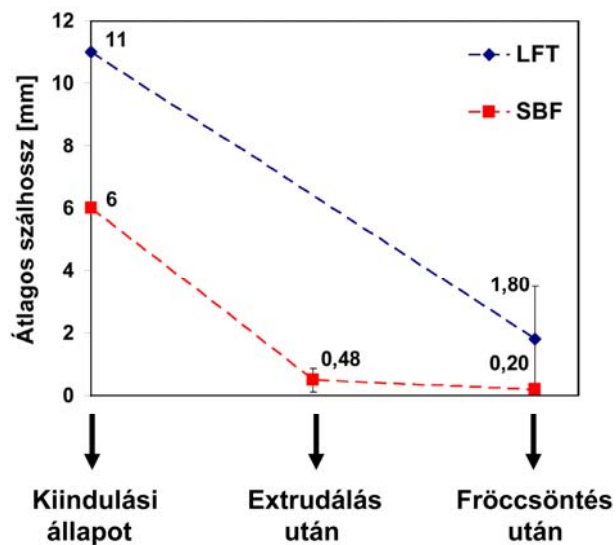


83. ábra A Factor PA6 mátrixú kompozitok vetemedési tényezője

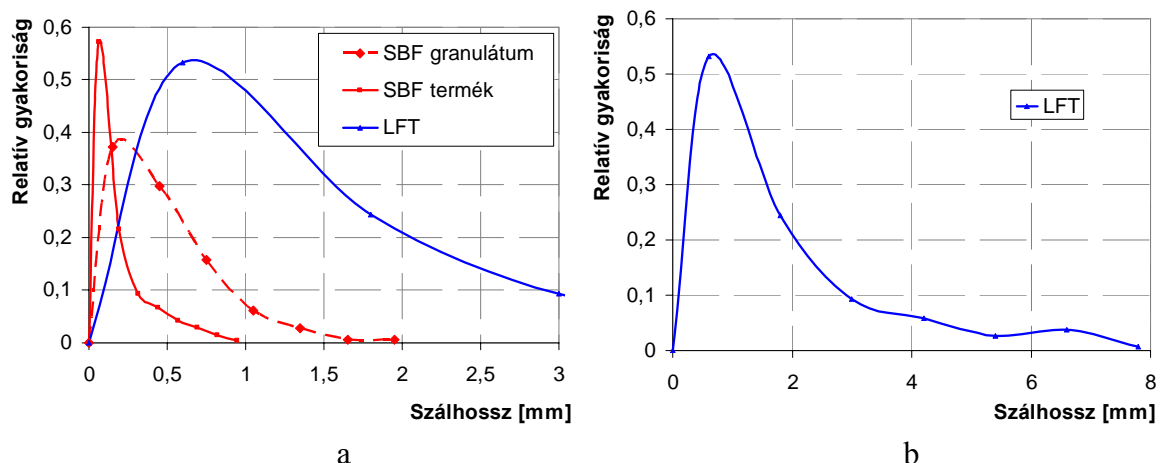
A hosszúszálas kompozit hosszirányú zsugorodása nem változott jelentős mértékben a rövidszálaséhoz képest, azonban a keresztirányú zsugorodás lecsökkent a hosszú szálaknak köszönhetően. Így a vetemedési tényező 2,8-re csökkent. Elmondhatjuk, hogy a hosszabb szálak alkalmazása a fröccsöntési zsugorodás nagyságát és jellegét is kedvező irányban befolyásolta. Ebben szerepet játszhat az, hogy a hosszú szálak a befröccsöntés során kevésbé orientálódtak.

A fröccsöntés során a termékben kialakuló szálhossz vizsgálatára a 3. fejezetben leírt kiégetéses módszerrel a szakító próbatestekből kinyert szálak hosszát optikai mikroszkóppal mértem meg. A kompaundálásból fakadó száltöredezés megállapítására a kétszigás extruderben bekevert rövidszálas kompozit (SBF) granulátumból is mintákat készítettem. Az átlagos szálhosszakat a feldolgozási fázis szerint mutatja a 84. ábra. A

kiindulási állapot a rövidszálas kompozitok esetében a bekevert vágott szálak átlagos hosszát, a hosszúszálas kompozitoknál pedig a granulátumban jelen lévő szálak hosszát jelenti. A hosszúszálas kompozitoknál a technológiai lépések sorából hiányzik az extrudálás. A granulátumból, illetve a fröccsöntött próbatestekből kinyert szálak hosszának sűrűségfüggvényei a 85. ábrán láthatók. A 85/a. ábrán az összes vizsgált kompozitra vonatkozó sűrűségfüggvény látható, a könnyebb összehasonlítás érdekében a 3 mm alatti tartományban, míg a 85/b. ábrán csak az LFT-ből kinyert szálak sűrűségfüggvénye látható a teljes tartományban.



84. ábra Rövid és hosszú bazaltszálas kompozitokban jelenlévő szálak átlagos hossza

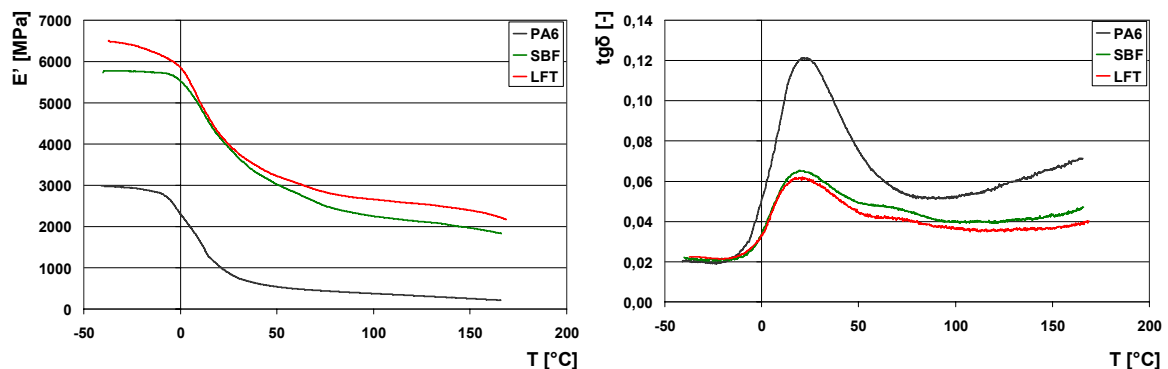


85. ábra A granulátumból és a fröccsöntött próbatestekből kinyert szálak hosszának sűrűségfüggvényei, a: az összes vizsgált anyagra, b: az LFT esetében

Az extrudálás és darálás közben a szálak hossza átlagosan 0,48 mm-re csökkent, amiben feltehetőleg jelentős szerepet játszanak az egy irányba forgó kétszigás extruder

csigáján elhelyezett keverőelemek. A fröccsöntés során ezek a szálak átlagosan 0,2 mm-re rövidülnek tovább. A kíméletes fröccsöntési paraméterek alkalmazása ellenére a hosszúszálas granulátumban található 11 mm hosszú szálak átlagosan 1,8 mm-re töredezték, azonban ez egy nagyságrenddel meghaladja a rövidszálas próbatestekben található szálak hosszát és jelentős mértékben megnöveli annak esélyét, hogy a termékben jelenlévő szálak elérjék a kritikus szálhosszt. Mivel a szálak átlagos átmérője 14  $\mu\text{m}$  körüli, a 1,8 mm átlagos szálhossz 130-as L/D értéket képvisel. A 0,2-es átlagos szálhossz esetében az L/D arány mindössze 14, azaz a szál 14-szer hosszabb az átmérőjénél. Az LFT kompozitban lévő szálak a befroccsöntés során meghajlik és a termékben görbült alakot vesz fel. Ezek a szálak a kiégetés után is megőrzik görbült alakjukat, ezért hosszukat a két végpontot összekötő egyenes hossza helyett a szál vonalára illesztett görbe ívhosszaként értelmeztem.

A hosszú bazaltszálak tulajdonságjavító hatásának hőmérséklet-függését DMA vizsgálatokkal mértem fel, a 3. fejezetben leírt paraméterekkel. A kapott eredményeket a 86. ábra mutatja.



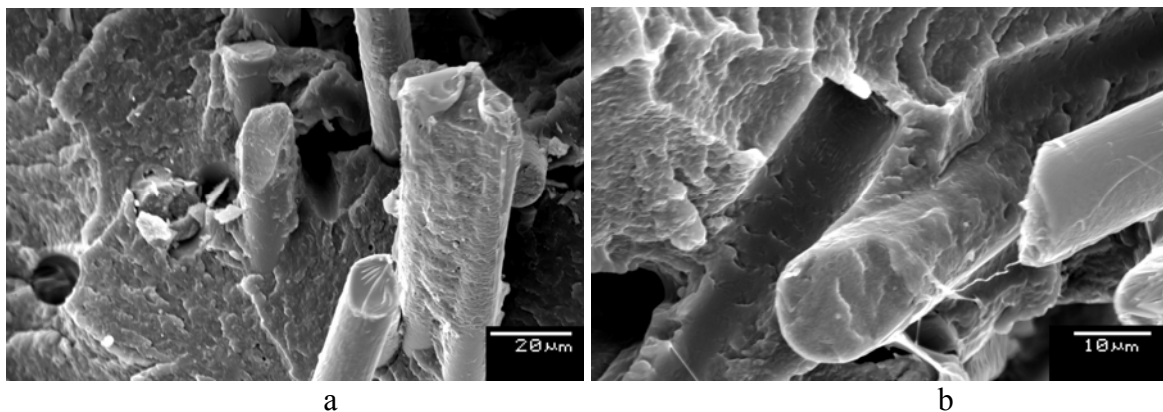
86. ábra Factor PA6 mátrixú kompozitok DMA görbéi ( $E'$ : tárolási modulus,  $tg\delta$ : veszteségi tényező)

A 86. ábrán látható, hogy a szálerősítés megnövelte a mátrix tárolási modulusát. A rövidszálas kompozit tárolási modulusa  $-40^{\circ}\text{C}$ -on mintegy 90%-kal,  $160^{\circ}\text{C}$ -on pedig 700%-kal haladja meg a mátrixanyag tárolási modulusát. A bazaltszálak hosszának növelése csekély mértékben növelte a tárolási modulusát. A szobahőmérséklet körüli tartományban mindössze 5%-kal tér el a két kompozit tárolási modulusa, ez a 80. ábrán is megfigyelhető a  $20^{\circ}\text{C}$ -on kondicionált próbatesteken mért hajlítómoduluson. A kompozitok  $E'$ -je  $160^{\circ}\text{C}$ -on azonos a mátrix  $0^{\circ}\text{C}$ -on mért tárolási modulusával, ami jól mutatja a szálerősítés kedvező hatását a kompozit hőállóságára. Az üvegesedési

---

hőmérséklet alatt, ahol a mátrix amorf fázisa üvegszerű fizikai állapotban van, valamennyi vizsgált anyag veszteségi tényezője megközelítőleg azonos, a  $T_g$  fölött azonban a mátrixra jellemző  $tg\delta$  meghaladja a kompozitokét. Általánosan elmondható, hogy a szálhossz növekedése a DMA görbék alakulására hasonlóan hat, mint a száltartalom növelése vagy a határfelületi adhézió javítása [139].

A szakítópróbatetek töretfelületéről készült pásztázó elektronmikroszkópos felvételeket a 87. ábra mutatja.

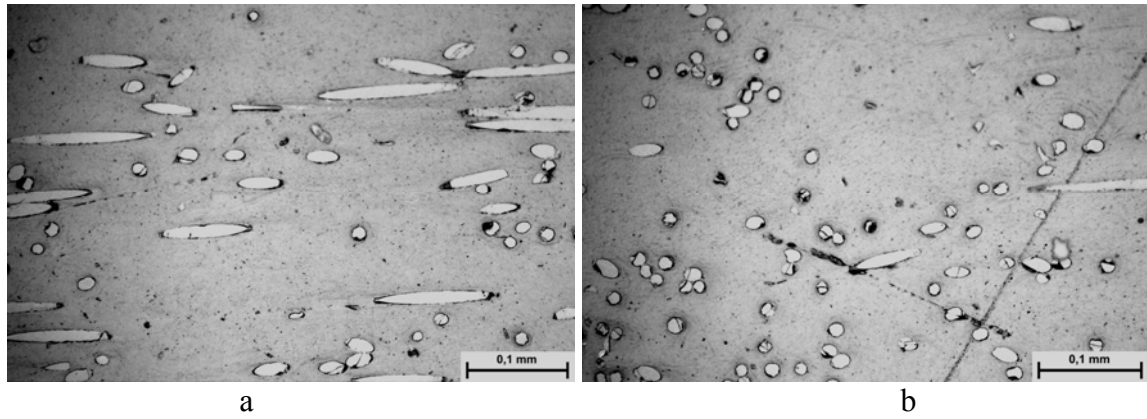


87. ábra Factor PA6 mátrixú kompozit szakítópróbatetek töretfelületéről készült SEM felvételek, a: rövidszálas (SBF), b: hosszúszálas (LFT)

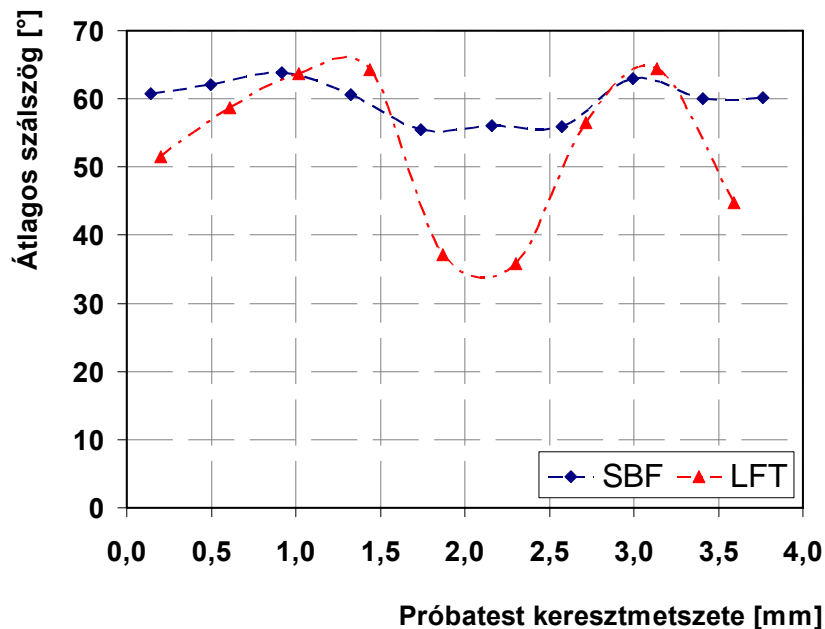
A felvételek alapján megállapítható, hogy a mátrixanyag jól tapad a bazaltszálak felületéhez, függetlenül attól, hogy rövid- vagy hosszúszálas kompozitról van szó. Megfigyelhető, hogy a töretfelületből kiálló szálak felületére jelentős mennyiségű mátrixanyag tapadt. Jelentős különbség azért nem mutatkozik a két anyag között, mivel a szálak felületkezelése és a mátrixanyag azonos.

#### 4.4.4. A szálorientáció vizsgálata

A hosszúszálas kompozitok homogénebb zsugorodása (83. ábra) alapján arra a következtetésre jutottam, hogy a szálhossz függvényében jelentősen változik az erősítőszálak orientációja a terméken belül. Ennek igazolására a 3. fejezetben leírt eljárással méréseket végeztem az orientáció megállapítására. A 88. ábra a csiszolat felületéről készített optikai mikroszkópi felvételeket mutatja. A próbatest teljes keresztmetszete mentén az egyes zónákban mért átlagos szálszögek a keresztmetszet függvényében a 89. ábrán láthatók.



88. ábra Optikai mikroszkópos felvételek az LFT próbatest héjrégéről (a) és magrétegéről (b)



89. ábra A rövid és hosszú bazaltszállal erősített szakítópróbatestekben mért átlagos szálszög a keresztmetszet mentén

Az 89. ábrán látható, hogy az LFT esetében a maximális szálszög a héjrégben, a próbatest felületétől mintegy 1-1,5 mm-re lép fel. Innen kifelé haladva kismértékben csökken a szálszög. A keresztmetszet középső régiójában – a magrétegben – a szálszög jelentősen lecsökken. Az SBF esetében is megfigyelhető a héjrég és a magréteg közötti különbség, ahogy a szerszámfal melletti kisebb orientáció is nyilvánvaló. Ugyanakkor a magrétegben is  $45^\circ$  felett van a szálszög, azaz a próbatest teljes keresztmetszetében az ömledékáramlás irányába álltak be a szálak. Az átlagos szálszög az LFT esetén  $51^\circ$ , míg az SBF-nél  $60^\circ$ . Az orientáció aszimmetriája annak tulajdonítható, hogy a próbatest szerszámüregét az elosztócsatornával összekötő lépcsőzetes filmgát aszimmetrikusan

---

helyezkedik el, ezért pedig a próbatest teljes hosszában meghatározza az áramlási viszonyokat. A 89. ábrán az LFT szálszögét ábrázoló görbe nagyon hasonlít a nyírófeszültség változásához a keresztmetszet mentén (6. ábra). A befröccsöntés során a rövid bazaltszálak többé-kevésbé merev rúdként viselkednek, ezért könnyebben beállnak az áramlás irányába. Ezzel szemben a hosszú bazaltszálak az ömledékben elhajlanak, alakjuk megváltozik, ezért az ömledékáramlásban fellépő nyíróigénybevétel másként hat rájuk, nem képesek a rövid szálakhoz hasonlóan beállni az áramlás irányába. A szálhossz mellett az eltérő befröccsöntési sebesség is hozzájárulhatott az eltérő szálorientáció kialakulásához, azonban ez nem csökkenti az eredmény értékét, hiszen az alkalmazott fröccsöntési paraméterek szervesen hozzátartoznak a szóban forgó technológiákhoz, azaz az iparban a kompaundálással gyártott (rövidszálas) kompozitokat a minimális ciklusidőre törekedve, az LFT kompozitokat viszont kíméletes paraméterekkel fröccsöntik.

#### **4.4.5. Az eredmények értékelése**

Az alkalmazott hosszúszálas fröccsöntési technológia előnye, hogy a különleges hosszúszálas granulátumot a legtöbb, hőre lágyuló mátrixú kompozitok fröccsöntéséhez alkalmazott fröccsöntőgépen fel lehet dolgozni, így számos műanyagfeldolgozó cég beruházás nélkül is élhet az eljárás előnyeivel. Kimutattam, hogy az extrúziós kompaundálás során a mátrixanyaghoz 30 m% mennyiségben adagolt bazaltszálak átlagosan 0,48 mm hosszúságúra töredeznek, majd az átlagos szálhossz a plasztikálás és befröccsöntés során 0,2 mm-re csökken. Ezzel szemben hosszúszálas granulátum alkalmazásával és kíméletes fröccsöntési paraméterekkel egy hagyományos fröccsöntőgépen is 1,8 mm átlagos szálhosszat értem el, ami a hagyományos rövid szálas kompozitokra jellemző 14 helyett 130-as alaki tényezőt (L/D arány) jelent. A szálak hosszának megnövelése miatt a húzószilárdság növekedése a rövidszálas kompozitokhoz képest 25%-ot, míg a határhajlító feszültség növekedése 8%-ot tett ki. Az ütvehajlító szilárdság, a perforációs energia és a duktilitási index a hosszúszálas kompozitok esetében messze felülmúlja a rövid szálas kompozitokat. A hosszúszálas kompozit fröccsöntési zsugorodása a rövid szálas kompoziténál homogénebb, vetemedési tényezője 30%-kal kisebb.

Összefoglalva kijelenthető, hogy a folytonos bazaltszálak alkalmasak hosszúszálas fröccsöntési technológiával történő feldolgozásra. DMA vizsgálatok segítségével megállapítottam, hogy a hosszú erősítőszálak alkalmazása növeli a tárolási modulust és csökkenti a veszteségi tényezőt a rövidszálas kompozitokhoz képest.

---

## 5. Összefoglalás

A munkám elején megfogalmazott célok megvalósulása az alábbiakban foglalható össze:

Az elemi bazalt- és üvegszálak vizsgálata alapján megállapítottam, hogy a három különböző gyártótól származó, de azonos gyártástechnológiával készült folytonos bazaltszál átlagos átmérője 12-15  $\mu\text{m}$  között változik. A bazaltok összetételét meghatározza a nyersanyagként felhasznált kőzet és 8 különböző fénoxidból épülnek fel. Ugyanakkor az E üvegszálban mindössze négy fénoxid található meg nagyobb mennyiségben. A  $\text{SiO}_2$  és az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mind a bazalt-, mind pedig az üvegszálak szerkezeti és szilárdsági szempontból meghatározó vázanyaga. Ezen vegyületek alkotják az üveg- és bazaltszálak térhálós szerkezetének teherviselő „vázát”, a többi vegyület az üvegszálak esetében tulajdonság-módosítóként (elsősorban az olvadási hőmérséklet és az ömledékviszkózitás befolyásolására) a bazaltszálakban pedig természetes szennyezőként van jelen. Kimutattam, hogy a folytonos technológiával és a Junkers eljárással előállított bazaltszálak átlagos szakítószilárdsága az anyaguk együttes  $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$  tartalmával szoros, pozitív meredekségű lineáris összefüggést mutat a 60 és 70 m% közötti tartományban. Az eredmények felhasználásával lehetővé válik a bazaltszálak mechanikai tulajdonságainak javítása  $\text{SiO}_2$  és/vagy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hozzáadásával. A tiszta  $\text{SiO}_2$  és/vagy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  adagolása megdrágítaná a szálgyártást, de a jobb mechanikai tulajdonságok elérésével ez megtérülhet. A folytonos technológiával gyártott bazaltszálak mechanikai tulajdonságai nem különböznek jelentősen az E üvegszálakétól, minőségük egyenletes, átmérőjük szűk határok között változik, az egyes szálakon belül pedig állandó az átmérő.

Kimutattam, hogy a folytonos technológiával gyártott vágott bazaltszál kiválóan alkalmas PA6 és PA6.6 mátrixú fröccsöntött kompozitok erősítőanyagaként való felhasználásra. A 10, 20, 30 és 40 m% bazaltszál erősítésű, kompaundálással és fröccsöntéssel előállított kompozitoknál kedvező szilárdsági tulajdonságok érhetőek el, 40 m% szálerősítéssel a húzószilárdság a mátrixhoz képest a háromszorosára növelhető. DMA vizsgálatokkal feltártam a vizsgált kompozitok mechanikai viselkedésének hőmérsékletfüggését.

A fröccsöntött kompozitoknál kulcsfontosságú paraméter a termékben lévő szálak hossza, mivel az a feldolgozás során a száltöredezés következtében gyakran a kritikus szálhossz alá csökken. Ezért valamennyi kompozitban megmértem a próbatestben

---

jelenlévő szálak átlagos hosszát és megállapítottam, hogy értéke 0,1 és 0,3 mm között változik. A viszonylag kicsi szálhosszak a kompaundálás során a kétcsigás keverőextruderben végbemenő nagyfokú száltördelődésnek tulajdoníthatóak. A száltartalom növekedésével nem csökken tovább jelentős mértékben a szálhossz, a 10 és 40 m% bazaltszállal erősített kompozitok közötti szálhossz-különbség átlagosan 0,06 mm.

A különböző felületkezelésű bazaltszálakkal erősített kompozitok vizsgálati eredményei alapján megállapítható, hogy mind a négy vizsgált szilán kapcsolószer kedvező hatással van a kompozitok mechanikai tulajdonságaira. A felületkezelő szer mennyiségének növelése a fröccsöntési zsugorodást nem befolyásolta számottevően, ugyanakkor valamennyi mechanikai tulajdonságra kedvezően hatott. Minden esetben megfigyelhető egy telítődési jelleg, az oldatkoncentráció további növelésével feltehetőleg elérhető egy optimum, ennek ellenére nem készítettem 4 m%-nál több felületkezelő szerrel kezelt kompozitot, mivel az ennél nagyobb mennyiségű felületkezelő szer alkalmazása a szilánok magas árára való tekintettel gazdaságossági szempontból nem célszerű. Megállapítottam, hogy a vizsgált anyagok közül a legjobb hatást a 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán típusú kezelőanyag (a szálra vonatkoztatva 4 m% mennyiségben alkalmazva) eredményezte. A felületkezelés hatására 30 m% szállal erősített kompozit esetében a húzószilárdság a kezeletlen kompozithoz képest 42%-kal, a hajlító szilárdság 37%-kal, a hornyolatlan próbatesteken mért fajlagos ütőmunka 223%-kal nőtt. A felületkezelés sikerességét Fourier-transzformációs visszaverődéses infravörös spektroszkópiával igazoltam.

Különféle határfelületi kölcsönhatást növelő anyagokkal kezelt, különböző típusú bazaltszálakkal erősített PA6 és PA6.6 mátrixú fröccsöntött kompozitok és mátrixanyaguk DMA vizsgálata alapján kimutattam, hogy a veszteségi tényező és tárolási modulus összehasonlítása alkalmas a szál-mátrix határfelületi adhézió minősítésére. Igazoltam, hogy a veszteségi tényező görbe csúcsának magassága összhangban van a szál-mátrix határfelületet minőségével az üvegesedési átmenetben és az afölötti hőmérsékleteken: minél alacsonyabb a csúcs magassága, illetve minél nagyobb a tárolási modulus, annál erősebb a határfelületi adhézió.

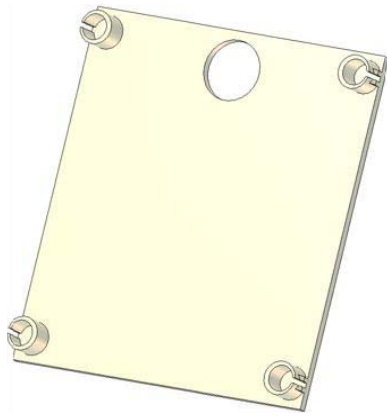
Igazoltam, hogy a folytonos technológiával gyártott bazaltszálak alkalmasak hosszúszálas fröccsöntési technológiával való feldolgozásra. Az alkalmazott hosszúszálas fröccsöntési technológia előnye, hogy a különleges hosszúszálas granulátumot a legtöbb, hőre lágyuló mátrixú kompozitok fröccsöntéséhez alkalmazott fröccsöntőgépen fel lehet dolgozni. Kimutattam, hogy az extrúziós kompaundálás során a mátrixanyaghoz 30 m%

---

mennyiségben adagolt bazaltszálak átlagosan 0,48 mm hosszúságúra töredeznek, majd az átlagos szálhossz a plasztikálás és befröccsöntés során 0,2 mm-re csökken. Ezzel szemben hosszúszálas granulátum alkalmazásával és kíméletes fröccsöntési paraméterekkel 1,8 mm átlagos szálhosszat értem el, ami a hagyományos rövid szálas kompozitokra jellemző 14 helyett 130-as alaki tényezőt (L/D arány) jelent. A szálak hosszának növelése a húzószilárdságot a rövidszálas kompozitokhoz képest 25, míg a határhajlító feszültséget 8%-kal növelte meg. A hosszúszálas kompozitok ütvehajlító szilárdsága és perforációs energiája több mint 100%-kal felülmúlja a rövidszálas kompozitokét. A hosszúszálas eljárással gyártott kompozitok fröccsöntési zsugorodása a hagyományos rövidszálas kompozitokhoz viszonyítva homogénebb, a hosszúszálas kompozitok esetében a vetemedési tényező 30%-kal kisebb a rövidszálas kompozitokhoz képest. Ennek oka, hogy a hosszúszálas kompozit próbatestek magrétegében lényegesen kisebb, míg a héjrétegben azonos a kialakuló szálorientáció, mint a rövidszálas kompozitokban. Dinamikus mechanikai analízis segítségével megállapítottam, hogy a szálhossz növekedése a DMA görbék alakulására hasonlóan hat, mint a száltartalom növelése vagy a határfelületi adhézió javítása.

## **5.1. Az eredmények hasznosulása**

A folytonos technológiával gyártott bazaltszálak alkalmasságát fröccsöntött termékek előállítására a FESTO AM Gyártó Kft. üzemében teszteltem. Az előállított termék egy pneumatikus nyomáshatároló ellenőrző ablakkal ellátott fedele, mérete 70×78 mm, vastagsága 2 mm, hátoldalán négy bepattanó kötés biztosítja a rögzítését. A fedelet eredetileg PA6 + 20 m% üveggyöngy + 10 m% üvegszál összetételű alapanyagból fröccsöntik, egyfészes forrócsatornás szerszámban. Kísérleteim során Schulamid 6MV13F típusú PA6-ból és annak 30 m% Kamenny Vek bazaltszállal erősített kompozitjából (jele: SK 30) készítettem termékeket (90 és 91. ábra). Az alkalmazott fröccsöntési paraméterek a 28. táblázatban láthatók. A bazaltszálas poliamidból készült termék megjelenése, felületi minősége kiváló volt, valamennyi tűrésezett mérete a tűrésmezőn belül volt, ezért alkalmas a rendeltetészerű felhasználásra.

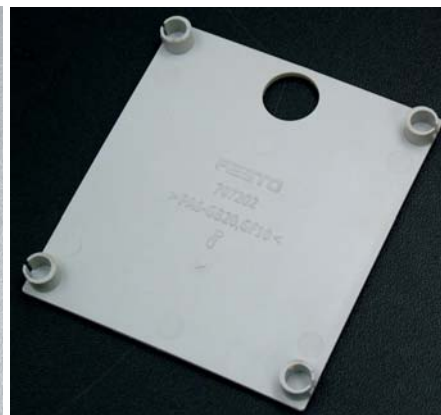


a



b

90. ábra A fedél 3 dimenziós modellje (a) és a PA6-ból, valamint 30 m% bazaltszállal erősített PA6-ból fröccsöntött fedelek (b)



91. ábra 30 m% bazaltszállal erősített és erősítetlen PA6-ból fröccsöntött fedelek hátoldala

| Paraméter  | SK30                |
|--|---------------------|
| Befröccsöntési sebesség [ $\text{cm}^3/\text{s}$ ] | 30                  |
| Torlónyomás [bar]                                  | 40                  |
| Csiga kerületi sebessége [m/perc]                  | 10                  |
| Zónahőmérsékletek [ $^{\circ}\text{C}$ ]           | 250-255-260-265-270 |
| Szerszámhőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]         | 60                  |
| Utónyomás [bar]                                    | 500                 |

28. táblázat A pneumatikus nyomáshatároló fedél fröccsöntési paramétere

---

## 5.2. További megoldásra váró feladatok

Munkám során számos olyan kérdés merült fel, amelyekkel idő- és terjedelembeli korlátok miatt nem tudtam foglalkozni.

A bazaltszálak vegyi összetétele és szakítószilárdsága közötti összefüggést ki kell terjeszteni a 60-70 m% együttes  $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$  tartalom alatti és fölötti tartományra, mesterséges bazalt keverékek előállításával, illetve  $\text{SiO}_2$  és  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hozzáadásával természetes eredetű bazalt alapanyagokhoz. Ezen túlmenően azt is meg kell vizsgálni, hogy gazdaságosan megoldható-e a bazalt alapanyag szilícium-oxiddal és/vagy alumínium-oxiddal való adalékolása a szálgyártás során.

További fontos lépés a kritikus szálhossz meghatározása és összevetése a kompozit próbatestekben jelen lévő szálak hosszával a különböző típusú és felületkezelésű bazaltszálaknál, PA6 és PA6.6 mátrix esetében is.

Nagyrészt feltáratlan terület a technológiai paraméterek hatása a rövid- és hosszúszálas kompozit termékekben lévő szálak hosszára és ezen keresztül a mechanikai tulajdonságokra. A dolgozatban a rövidszálas kompozitokat „hagyományos” (a hőre lágyuló kompozitoknál megszokott) paraméterekkel dolgoztam fel, míg a hosszúszálas kompozitokat kéméletes fröccsöntési paraméterekkel. Ugyanakkor meg lehet vizsgálni, hogy a kéméletes fröccsöntési paraméterek hogyan hatnak a rövidszálas kompozitok tulajdonságaira, illetve a hagyományos fröccsöntési paraméterek mellett hogyan alakul a szálhossz hosszúszálas granulátum feldolgozása során.

Mivel a PA mátrixú kompozitokat gyakran alkalmazzák olyan helyeken, ahol hosszú időn keresztül magas hőmérsékletnek vannak kitéve (például belsőégésű motorok beszívócsonkja és olajteknője), fontos megvizsgálni a bazaltszállal erősített kompozitok hosszú távú mechanikai viselkedését magas hőmérséklet mellett.

---

## 6. Tézisek

Kísérleti eredményeim alapján az alábbi tézispontokat fogalmaztam meg:

1. Kimutattam, hogy a folytonos technológiával gyártott vágott bazaltszál kiválóan alkalmas PA6 és PA6.6 mátrixú fröccsöntött kompozitok erősítőanyagaként való felhasználásra. A 10, 20, 30 és 40 m% bazaltszál erősítésű, kompaundálással és fröccsöntéssel előállított kompozitoknál kedvező szilárdsági tulajdonságok érhetőek el, 40 m% szálerősítéssel a húzószilárdság a mátrixhoz képest a háromszorosára növelhető. A bazaltszálak felhasználásával az üvegszálak kompozitokéhoz hasonló mechanikai tulajdonságokkal rendelkező termékek állíthatók elő [71, 127].
2. Kimutattam, hogy a folytonos technológiával és a Junkers eljárással előállított bazaltszálak átlagos szakítószilárdsága az anyaguk együttes  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalmával szoros, pozitív meredekségű lineáris összefüggést mutat, a 60 és 70 m% közötti tartományban. A  $\sigma=a\cdot C-b$  egyenlettel leírható egyenes meredeksége és konstans értéke az általam alkalmazott kísérleti rendszerben az alábbi értékre adódott:  $a=128$  MPa/m%,  $b=7000$  MPa, ahol  $\sigma$  [MPa] a szálak átlagos szakítószilárdsága,  $C$  [m%] a bazalt együttes  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3$  tartalma [122].
3. Különböző határfelületi kölcsönhatást növelő anyagokkal kezelt, különböző típusú bazaltszálakkal erősített PA6 és PA6.6 mátrixú fröccsöntött kompozitok és mátrixanyaguk  $-40\dots 170^\circ\text{C}$  hőmérséklet-tartományban végzett dinamikus mechanikai analízise alapján kimutattam, hogy a vizsgált kompozitok esetében a veszteségi tényező és tárolási modulus összehasonlítása alkalmas a szál-mátrix határfelületi adhézió minősítésére. Igazoltam, hogy a veszteségi tényező görbe csúcsának magassága összhangban van a szál-mátrix határfelületet minőségével az üvegesedési átmenetben és az afölötti hőmérsékleteken: minél alacsonyabb a csúcs magassága, illetve minél nagyobb a tárolási modulus, annál erősebb a határfelületi adhézió [135, 140].

- 
4. Kimutattam, hogy egységes technológiai paraméterekkel, kompaundálással és fröccsöntéssel előállított, különböző típusú és felületkezelésű bazaltszálakkal erősített PA6 és PA6.6 mátrixú kompozit próbatestekben jelen lévő szálak átlagos hossza a száltartalom függvényében a 10-40 m% tartományban az  $l_f = -A \cdot c + B$  összefüggéssel jellemezhető, ahol  $c$  [m%] a száltartalom,  $l_f$  [mm] az átlagos szálhossz,  $B$  [mm] és  $A$  [mm/m%] állandók. A  $B$  tényező a vizsgált kompozitoknál 0,16 és 0,30 mm között változik az alkalmazott mátrixtól és száltípustól függően. Az  $A$  tényező értéke  $0,0020 \pm 0,0004$  mm/m% [127].
5. Sikeresen alkalmaztam oldatos felületkezelést bazaltszállal erősített PA6 mátrixú kompozitok előállítására. Megállapítottam, hogy a vizsgált anyagok közül a legjobb hatást a 3-glicidoxi-propil-trimetoxi-szilán típusú kezelőanyag (a szálra vonatkoztatva 4 m% mennyiségben alkalmazva) eredményezte. A felületkezelés hatására 30 m% szállal erősített kompozit esetében a húzószilárdság a kezeletlen kompozithoz képest 42%-kal, a hajlító szilárdság 37%-kal, a hornyolatlan próbatesteken mért fajlagos ütmunka 223%-kal nőtt. A felületkezelés sikerességét Fourier-transzformációs visszaverődéses infravörös spektroszkópiával igazoltam [135].
6. Folytonos technológiával gyártott bazaltszálakkal erősített, újszerű hosszúszálas technológiával valamint kompaundálással előállított rövidszálas, fröccsöntött PA6 mátrixú kompozitok összehasonlításával kimutattam, hogy:
- a: Kíméletes fröccsöntési paraméterek alkalmazásával a vizsgált hosszúszálas eljárással gyártott kompozitokban az erősítőszálak alakhi tényezője (átlagos hossz/átmérő viszonya) 130, szemben a kompaundált rövidszálas kompozitokkal, ahol az alakhi tényező átlagos értéke 14. A hosszúszálas kompozitok ütvehajlító szilárdsága és perforációs energiája több mint 100%-kal felülmúlja a rövidszálas kompozitokét. Dinamikus mechanikai analízis segítségével megállapítottam, hogy a hosszú erősítőszálak alkalmazása átlagosan 10%-kal növeli a tárolási modulust és hasonló mértékben csökkenti a veszteségi tényezőt a rövidszálas kompozitokhoz képest.
- b: A hosszúszálas eljárással gyártott kompozitok fröccsöntési zsugorodása a hagyományos rövidszálas kompozitokhoz viszonyítva homogénebb, a hosszúszálas kompozitok esetében az áramlásirányú és az erre merőleges zsugorodás hányadosa 30%-kal kisebb a rövidszálas kompozitokhoz képest. Ennek oka, hogy a hosszúszálas kompozit próbatestek magrétegében lényegesen kisebb, míg a héjrétegben azonos a kialakuló szálorientáció, mint a rövidszálas kompozitokban [141].

---

## 7. Irodalomjegyzék

1. Jacob A.: Asia - the future for composites market, *Reinforced Plastics*, 47/7 (2003), 28-30.
2. Heinz B., Herbert W.: Tulajdonságok javítása hosszú üvegszál erősítéssel a hőre lágyuló műanyagok példáján, *Műanyag és Gumi*, 41 (2004), 11-15.
3. Szabó J. S.: Ásványiszál-erősítésű polimer kompozitok előállítása és tulajdonságaik elemzése, PhD értekezés, BME, 2005.
4. Pölöskei K.: A szálgyártás során keletkező bazaltszálfejek hatása a polimer kompozitok mechanikai tulajdonságaira, PhD értekezés, BME, 2006.
5. Czigány T.: Bazaltszál-erősítésű hibridkompozitok, MTA doktori értekezés, BME, 2005.
6. [www.basaltfibre.com/eng](http://www.basaltfibre.com/eng) (2009)
7. Schut J. H.: New rapid molding technologies and unusual reinforcements at Paris JEC show, *Plastics Technology*, 51/6 (2005), 54-59.
8. Schut J. H.: Lava-based fibers reinforce composites, *Plastics Technology*, 52/6 (2004), 25-27.
9. Lyons J. S.: Linear viscoelastic analysis of the room-temperature creep behavior of glass-reinforced aromatic and aliphatic thermoplastics, *Polymer Testing*, 22 (2003), 545-551.
10. Bánhegyi Gy.: Poliamidok autóipari alkalmazása, *Műanyagipari Szemle*, 3/3 (2006), 52-56.
11. Laura D. M., Keskkula H., Barlow J. W.: Effect of glass fiber surface chemistry on the mechanical properties of glass fiber reinforced rubber-toughened nylon 6, *Polymer*, 43 (2002), 4673-4687.
12. Sui G., Wong S. C., Yue C. Y.: Effect of extrusion compounding on the mechanical properties of rubber-toughened polymers containing short glass fibers, *Journal of Materials Processing Technology*, 113 (2001), 167-171.
13. Czél G., Gaál J.: Tojásszelvényű üvegszál erősítésű homoktöltésű poliészter csatornacsövek anyagösszetételének, és mechanikai tulajdonságainak kapcsolata, *Műanyag és Gumi*, 42 (2005), 174-177.
14. Bernardo E., Stoll E., Boccaccini A. R.: Novel basalt fibre reinforced glass matrix composites, *Journal of Materials Science*, 41 (2006), 1207-1211.

- 
15. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai, Műegyetemi Kiadó, Budapest (2006)
  16. Fenyvesi É.: Újszerű műszaki és textilipari szálanyagok IX., Műanyag és Gumi, 30 (1993), 230-240.
  17. Czél G., Czigány T.: Study of moisture absorption and mechanical properties of glass fiber / polyester composites – effects of specimen geometry and preparation, *Journal of Composite Materials*, 42 (2008), 2815-2827.
  18. Militký J., Zeisbergerová J., Kovačič V.: Chemical degradation of basalt fibers, <http://centrum.tul.cz> (2009)
  19. Militký J., Kovačič V.: Ultimate mechanical properties of basalt filaments, *Textile Research Journal*, 66 (1996), 225-229.
  20. Park J. M., Shin W. G., Yoon D. J.: A study of interfacial aspects of epoxy-based composites reinforced with dual basalt and SiC fibres by means of the fragmentation and acoustic emission techniques, *Composites Science and Technology*, 59 (1999), 355-370.
  21. Czigány T., Marosi Gy., Macskási L., Holczbauer T, Somos B., Kriskóné Szabó E., Zubonyai F.: Bazaltszál-erősítésű polimer kompozit szerkezeti anyag kifejlesztése, *Műanyag és Gumi*, 40 (2003), 139-144.
  22. Militký J., Kovačič V., Rubnerová J.: Influence of thermal treatment on tensile failure of basalt fibers, *Engineering Fracture Mechanics*, 69 (2002), 1025–1033.
  23. Van de Velde K., Kiekens P., Van Langenhove L.: Basalt fibres as reinforcement for composites, [www.basaltex.com](http://www.basaltex.com) (2009)
  24. Wang G. J., Hu B., Feng Y.: Low velocity impact properties of 3D woven basalt/aramid hybrid composites, *Composites Science and Technology*, 68 (2008), 444-450.
  25. Glogar P., Sucharda Z., Černý M.: Microstructure and mechanical properties of heat resistant composites reinforced with basalt fibres, *Ceramics-Silikáty*, 51 (2007), 190-197.
  26. Liu Q., Shaw M. T., Parnas R. S.: Investigation of basalt fiber composite mechanical properties for applications in transportation, *Polymer Composites*, 27 (2006), 41-48.
  27. Keszei S., Matkó Sz., Bertalan Gy.: Progress in interface modifications: from compatibilization to adaptive and smart interphases, *European Polymer Journal*, 41 (2005), 697-705.

- 
28. Morozov N. N., Bakunov V. S., Morozov E. N.: Materials based on basalt from the European north of Russia, *Glass and Ceramics*, 58 (2001), 100-104.
  29. Goldsworthy W. B.: New basalt fiber increases composite potential, *Composites Technology*, 8/8 (2000), 15-16.
  30. Ziv M.: The widening use of basalt continuous fibers applications, <http://dse-energy.com> (2009)
  31. Pavlovski D., Mislavsky B., Antonov A.: CNG cylinder manufacturers test basalt fibre, *Reinforced Plastics*, 51/4 (2007), 36-39.
  32. Czigány T.: Basalt fiber reinforced hybrid polymer composites, *Materials Science Forum*, 473-474 (2005), 59-66.
  33. Szabó J. S., Czigány T.: Static fracture and failure behavior of aligned discontinuous mineral fiber reinforced polypropylene composites, *Polymer Testing*, 22 (2003), 711-719.
  34. Vas L. M., Pölöskei K., Felhős D., **Deák T.**, Czigány T.: Theoretical and experimental study of the effect of fiber heads on the mechanical properties of non-continuous basalt fiber reinforced composites, *Express Polymer Letters*, 1 (2007), 109-121.
  35. **Deák T.**, Kovács J. G., Szabó J. S.: Bazaltszál-erősítésű fröccsöntött poliamid mechanikai tulajdonságainak vizsgálata, *Anyagvizsgálók Lapja*, 15/3 (2005), 88-92.
  36. **Deák T.**, Kovács J. G.: Study of mechanical properties of injection molded basalt fiber reinforced polyamide composites, *Proceedings of 23rd Danubia-Adria Symposium. Szlovákia, Podbanské*, 83-84 (2006)
  37. Ross A.: Basalt fibers: alternative to glass?, *Composites Technology*, 14/8 (2006), 44-48.
  38. Fourné F.: *Synthetic fibers*, Carl Hanser Verlag, München (1999)
  39. Osnos S.: Past, present and future of continuous basalt fibre, *JEC Composites Magazine*, 44/35 (2007), 24-25.
  40. Gur'ev V. V., Neproshin E. I., Mostovoi G. E.: The effect of basalt fiber production technology on mechanical properties of fiber, *Glass and Ceramics*, 58 (2001), 62-65.
  41. Vas L. M., Halász G.: Összefüggések különböző szerkezetű fonalak geometriai és szilárdsági jellemzői között II. Hosszabszakaszú lokális és globális jellemzők, *Magyar Textiltechnika*, 48 (1995), 11-21.

- 
42. Vas L. M.: Idealizált statisztikus szálkötegcellák és alkalmazásuk szálas szerkezetek, kompozitok modellezésére, MTA doktori értekezés, BME, 2007.
  43. Wojnárovits I., Rendessy E.: A szilikátszálak mechanikai tulajdonságait befolyásoló tényezők, *Építőanyag*, 45 (1993), 50-55.
  44. Sim J., Park C., Moon D. Y.: Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures, *Composites Part B*, 36 (2005), 504-512.
  45. Černý M., Glogar P., Sucharda Z., Chlup Z., Kotek J.: Partially pyrolyzed composites with basalt fibres – Mechanical properties at laboratory and elevated temperatures, *Composites Part A*, 40 (2009), 1650-1659.
  46. Jung T., Subramanian R. V.: Strengthening of basalt fiber by alumina addition, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 28 (1993), 527-532.
  47. Gutnikov S. I., Malakho A. P., Lazoryak B. I., Loginov V. S.: Influence of alumina on the properties of continuous basalt fibers, *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 54 (2009), 223-228.
  48. Meiszel L.: A kompozitok erősítőanyagai tipikusan száljellegűek, *Műanyag és Gumi*, 41 (2004), 330-335.
  49. Dunai A., Macskási L.: *Műanyagok fröccsöntése*, Lexica Kft., Budapest (2003)
  50. Steinbichler G., Dunai A.: Üveg- és természetes szál erősítésű hőre lágyuló műanyagok fröccsöntése, *Műanyag és Gumi*, 37 (2000), 161-165.
  51. Vas L. M., Czigány T.: Strength modeling of two-component hybrid fiber composites in case of simultaneous fiber failures, *Journal of Composite Materials*, 40 (2006), 1735-1762.
  52. Thomason J. L., Kalinka G.: A technique for the measurement of reinforcement fibre tensile strength at sub-millimetre gauge lengths, *Composites Part A*, 32 (2001), 85-90.
  53. Schijve W.: High performance at medium fibre length in long glass fibre polypropylene, *Plastics Additives and Compounding*, 2/12 (2000), 14-21.
  54. Gaál J.: Hőre lágyuló műanyagok tulajdonságmódosítása hosszú erősítőszálakkal, *Műanyag és Gumi*, 31 (1994), 209-212.
  55. Vas L. M.: Strength of unidirectional short fiber structures as a function of fiber length, *Journal of Composite Materials*, 40 (2006), 1695-1734.
  56. McNally D.: Short fiber orientation and its effects on the properties of thermoplastic composite materials, *Polymers-Plastics Technology and Engineering*, 8 (1977), 101-154.

- 
57. Güllü A., Özdemir A., Özdemir E.: Experimental investigation of the effect of glass fibres on the mechanical properties of polypropylene (PP) and polyamide 6 (PA6) plastics, *Materials and Design*, 27 (2006), 316-323.
  58. Akay M., Barkley D.: Fibre orientation and mechanical behaviour in reinforced thermoplastic injection mouldings, *Journal of Materials Science*, 26 (1991), 2731-2742.
  59. Bright P. F., Crowson R. J., Folkes M. J.: A study of the effect of injection speed on fibre orientation in simple mouldings of short glass fibre-reinforced polypropylene, *Journal of Materials Science*, 13 (1978), 2497-2506.
  60. Hine P. J., Davidson N., Duckett R. A.: Measuring the fibre orientation and modelling the elastic properties of injection moulded long glass fibre reinforced nylon, *Composites Science and Technology*, 53 (1995), 125-131.
  61. Belofsky H.: *Plastics product design and process engineering*, Carl Hanser Verlag, München (1995)
  62. Thomason J. L., Vlug M. A.: Influence of fiber length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 1. Tensile and flexural modulus, *Composites Part A*, 27 (1996), 477-484.
  63. Thomason J. L., Groenewoud W. M.: Influence of fiber length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 2. Thermal properties, *Composites Part A*, 27 (1996), 555-565.
  64. Thomason J. L., Vlug M. A., Schipper G.: Influence of fiber length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: part 3. Strength and strain at failure, *Composites Part A*, 27 (1996), 1075-1084.
  65. Thomason J. L., Vlug M. A.: Influence of fiber length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 4. Impact properties, *Composites Part A*, 28 (1997), 277-288.
  66. Thomason J. L.: Influence of fiber length and concentration on the properties of glass fibre-reinforced polypropylene: 5. Injection moulded long and short fibre PP, *Composites Part A*, 33 (2002), 1641-1652.
  67. Fornes T.D., Paul D.R.: Modeling properties of nylon 6/clay nanocomposites using composite theories, *Polymer*, 44 (2003), 4993-5013.
  68. Sui G. X., Wong S. C., Yang R.: The effect of fiber inclusions in toughened plastics Part II: Determination of micromechanical parameters, *Composites Science and Technology* 65 (2005), 221-229.

- 
69. ASTM D648 - 07, Deflection Temperature Under Load (DTUL)
  70. <http://www.ptli.com> (2009)
  71. **Deák T.**, Czigány T.: Investigation of basalt fiber reinforced polyamide composites, *Materials Science Forum*, 589 (2008), 7-12.
  72. Botev M., Betchev A., Bikiaris D.: Mechanical properties and viscoelastic behavior of basalt fiber reinforced polypropylene, *Journal of Applied Polymer Science*, 74 (1999), 523-531.
  73. Thomason J. L.: Micromechanical parameters from macromechanical measurements on glass reinforced polyamide 6.6, *Composites Science and Technology*, 61 (2001), 2007-2016.
  74. Fu S. Y., Lauke B., Mäder E.: Tensile properties of short glass fiber and short carbon fiber reinforced polypropylene composites, *Composites Part A*, 31 (2000), 1117-1125.
  75. Fu S. Y., Lauke B., Mäder E.: Fracture resistance of short glass fiber and short carbon fiber reinforced polypropylene under Charpy impact load and its dependence on processing, *Journal of Materials Processing Technology*, 89 (1999), 501-507.
  76. Malloy R. A.: *Plastic part design for injection molding*, Carl Hanser Verlag, München (1994)
  77. **Deák T.**: A fröccsöntési zsugorodás és a technológia összefüggése, *Műanyagipari Szemle*, 2/2. (2005), 23-29.
  78. Clark R. L., Sauer B. B., Kander R. G.: Nylon 66/poly(vinyl pyrrolidone) reinforced composites I Interphase microstructure and evaluation of fiber–matrix adhesion, *Composites Part A*, 30 (1999), 27-36.
  79. Bodor G., Vas L. M.: *Polimer anyagtudomány, kézirat*, Budapest (1999)
  80. Bigg D. M., Hiscock D. F.: High performance thermoplastic matrix composites, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 1 (1988), 146-160.
  81. Hull D.: *An introduction to composite materials*, Cambridge University Press, Cambridge (1981)
  82. Wang G. J., Liu Y. W., Guo Y. J.: Surface modification and characterization of basalt fibers with non-thermal plasma, *Surface and Coatings Technology*, 201 (2007), 6565-6568.
  83. Kozma M.: Influence of adhesion on the friction of polymers, *Fifth Conference on Mechanical Engineering*, Budapest, CD proceeding (2006)

- 
84. Velu K. Y., Ghosh T. K., Seyam A. M.: Meltblown structures formed by a robotic and meltblowing integrated system: Impact of process parameters on pore size, *Textile Research Journal*, 73 (2003), 971-979.
  85. Park J. M., Subramanian R. V.: Interfacial shear strength and durability improvement by monomeric and polymeric silanes in basalt fiber/epoxy single-filament composite specimens, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 5 (1991), 459-477.
  86. Clark R. L., Craven M. D., Kander R. G.: Nylon 66/poly(vinyl pyrrolidone) reinforced composites 2. Bulk mechanical properties and moisture effects, *Composites Part A*, 30 (1999), 37-48.
  87. Czigány T., **Deák T.**, Tamás P.: Discontinuous basalt and glass fiber reinforced PP composites from textile prefabricates: Effects of interfacial modification on the mechanical performance, *Composite Interfaces*, 15 (2008), 697-707.
  88. Zweifel H.: *Plastics additives handbook*, Carl Hanser Verlag, München (2001)
  89. Kumar A., Gupta R. K.: *Fundamentals of polymers*, McGraw-Hill, Singapore (1998)
  90. Noda K., Tsuji M., Takahara A.: Aggregation structure and molecular motion of (glass-fiber/matrix nylon 66) interface in short glass-fiber reinforced nylon 66 composites, *Polymer*, 43 (2002), 4055-4062.
  91. Carter C. B., Norton M. G.: *Ceramic materials: science and engineering*, Springer Science+Business Media, New York (2007)
  92. Gächter R., Müller H.: *Műanyagadalékok zsebkönyve*, Műszaki Könyvkiadó, Budapest (1989)
  93. Nagae S., Nakamae K.: Characterization of glass fiber/nylon-6 interface by laser Raman spectroscopy, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 22 (2002), 139-142.
  94. Czigány T., **Deák T.**, Tamás P.: Investigation of mineral fiber reinforced polypropylene matrix composites, 13th European Conference on Composite Materials. Stockholm, CD proceeding (2008)
  95. Chen W., Shen H., Auad M. L., Huang C., Nutt S.: Basalt fiber-epoxy laminates with functionalized multi-walled carbon nanotubes, *Composites Part A*, 40 (2009), 1082-1089.
  96. Thomason J. L., Adzima L. J.: Sizing up the interface: an insider's guide to the science of sizing, *Composites Part A*, 32 (2001), 313-321.

- 
97. Strong A. B.: *Plastics materials and processing*, Prentice-Hall, Upper Saddle River (2000)
  98. Mason K. F.: Sizing up fiber sizings, *Composites Technology*, 12/2 (2006), 18-22.
  99. Chou S., Lin L. S., Yeh J. T.: Effect of surface treatment of glass fibres on adhesion to phenolic resin, *Polymers and Polymer Composites*, 7 (1999), 21-31.
  100. Park J. M., Subramanian R. V., Bayoumi A. E.: Interfacial shear strength and durability improvement by silanes in single-filament composite specimens of basalt fiber in brittle phenolic and isocyanate resins, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 8 (1994), 133-150.
  101. Pegoretti A., Fidanza M., Migliaresi C.: Toughness of the fiber/matrix interface in nylon-6/glass fiber composites, *Composites Part A*, 29 (1998), 283-291.
  102. Yue C. Y., Looi H. C., Quek M. Y.: Assessment of fibre-matrix adhesion and interfacial properties using the pull-out test, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 15 (1995), 73-80.
  103. Pölöskei K., Matkó Sz., Czigány T., Marosi Gy.: Szál-mátrix határfelületi adhézió vizsgálata bazaltszál-erősítésű polipropilén kompozit rendszerekben, *Műanyag és Gumi*, 40 (2003), 145-149.
  104. Matkó Sz., Anna P., Marosi Gy., Szép A., Keszei S., Czigány T., Pölöskei K.: Use of reactive surfactants in basalt fiber reinforced polypropylene composites, *Macromolecular Symposia*, 202 (2003), 255-267.
  105. Tjong S. C., Xu S. A., Li K. W. Y.: Mechanical behavior and fracture toughness evaluation of maleic anhydride compatibilized short glass fiber/SEBS/polypropylene hybrid composites, *Composites Science and Technology*, 62 (2002), 831-840.
  106. [www.basfiber.com](http://www.basfiber.com) (2009)
  107. [www.basaltex.com](http://www.basaltex.com) (2009)
  108. Jancar J.: Effect of interfacial shear strength on the mechanical response of polycarbonate and PP reinforced with basalt fibers, *Composite Interfaces*, 13 (2006), 853-864.
  109. MSZ EN ISO 5079:1999. Textíliák. Mesterséges szálak. A szakítóerő és a nyúlás meghatározása egyenkénti szálvizsgálattal.
  110. MSZ EN ISO 527-1-5: 1996-1999. Műanyagok. A húzási tulajdonságok meghatározása.
  111. MSZ EN ISO 178:2003. Műanyagok. A hajlítási tulajdonságok meghatározása.

- 
112. MSZ EN ISO 179:2000. Műanyagok. A Charpy-féle ütési jellemzők meghatározása.
  113. Menard K. P.: Dynamic mechanical analysis : a practical introduction, CRC Press, Boca Raton (2008)
  114. Denga S., Houb M., Ye L.: Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by DMA and their correlations to mechanical testing data, *Polymer Testing*, 26 (2007), 803-813.
  115. Carlier V., Sclavons M., Legras R.: Supported dynamic mechanical thermal analysis: an easy, powerful and very sensitive technique to assess thermal properties of polymer: coating and even nanocoating, *Polymer*, 42 (2001), 5327-5335.
  116. Sperling L. H.: Introduction to physical polymer science, John Wiley & Sons, Hoboken (2006)
  117. MSZ ISO 294-1:2003. Műanyagok. Hőre lágyuló műanyag próbatestek fröccsöntése.
  118. **Deák T.**, Kovács J. G., Szabó J. S.: Bazaltszál-erősítésű fröccsöntött poliamid zsugorodásának vizsgálata, *Műanyag és Gumi*, 41 (2004), 443-448.
  119. Kovács J. G.: Fröccsöntött termékek tervezése és szimulációja, PhD értekezés, BME, 2007.
  120. **Deák T.**, Kovács J. G.: Investigation of the molding shrinkage of basalt fiber reinforced injection molded polymer composites, Fifth Conference on Mechanical Engineering, Budapest, CD proceeding (2006)
  121. Kovács J. G., Solymossy B.: Effect of glass bead content and diameter on shrinkage and warpage of injection-molded PA6, *Polymer Engineering and Science*, 49 (2009), 2218-2224.
  122. **Deák T.**, Czigány T.: Chemical composition and mechanical properties of basalt and glass fibers: A comparison, *Textile Research Journal*, 79 (2009), 645-651.
  123. Černý M., Glogar P., Goliás V.: Comparison of mechanical properties and structural changes of continuous basalt and glass fibres at elevated temperatures, *Ceramics-Silikáty*, 51 (2007), 82-88.
  124. Bradt R. C., Munz D., Sakai M.: Fracture mechanics of ceramics (Proceedings of the 8th international symposium on fracture mechanics of ceramics at University of Houston), Springer Science+Business Media, New York (2003)

- 
125. Wunderlich B.: Thermal analysis of polymeric materials, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2005)
  126. **Deák T.**, Czigány T., Balogh G., Maršáľková M., Kovačič V., Militký J.: Thermomechanical properties of basalt fiber reinforced polyamide composites. Proceedings of 15th International Conference 'STRUTEX' on Structure and Structural Mechanics of Textiles. Liberec, Csehország, 33-41 (2008), 33-40.
  127. Czigány T., **Deák T.**: Folytonos bazaltszállal erősített poliamid mátrixú polimer kompozit szerkezeti anyag fejlesztése, Műanyag és Gumi, 47 (2010), 63-68.
  128. Feuillade V., Bergeret A., Quantin J. C., Crespy A.: Relationships between the glass fibre sizing composition and the surface quality of sheet moulding compounds (SMC) body panels, Composites Science and Technology, 66 (2006), 115-127.
  129. Mallarino S., Chailan J.F., Vernet J.L.: Glass fibre sizing effect on dynamic mechanical properties of cyanate ester composites I. Single frequency investigations, European Polymer Journal, 41 (2005), 1804-1811.
  130. Hamada H., Fujihara K., Harada A.: The influence of sizing conditions on bending properties of continuous glass fiber reinforced polypropylene composites, Composites Part A, 31 (2000), 979-990.
  131. www.technobasalt.com (2009)
  132. Balogh G., **Deák T.**, Mészáros L.: Production and examination of montmorillonite and basaltfibre reinforced hybridcomposite, Sixth Conference on Mechanical Engineering, Budapest, CD proceeding (2008)
  133. Hobbiebrunken T., Fiedler B., Hojo M., Ochiai S., Schulte K.: Microscopic yielding of CF/epoxy composites and the effect on the formation of thermal residual stresses, Composites Science and Technology 65 (2005), 1626-1635.
  134. Gu H.: Dynamic mechanical analysis of the seawater treated glass/polyester composites, Materials and Design, 30 (2009), 2774-2777.
  135. **Deák T.**, Czigány T., Tamás P., Németh Cs.: Enhancement of interfacial properties of basalt fiber reinforced nylon 6 matrix composites with silane coupling agents, Express Polymer Letters, *benyújtva: 2010. február*
  136. www.chem.uic.edu (2009)
  137. Grellmann W., Seidler S.: Polymer testing, Carl Hanser Verlag, München (2007)
  138. www.fact-kunststoffe.de (2009)

- 
139. **Deák T.**, Czigány T.: Effect of fiber surface treatment on mechanical properties of basalt fiber reinforced thermoplastic matrix polymer composites, Sixth Conference on Mechanical Engineering, Budapest, CD proceeding, (2008)
  140. **Deák T.**, Czigány T.: Temperature dependent behavior of mineral fiber reinforced composites, Eighth Conference on Mechanical Engineering, Budapest, CD proceeding, *benyújtva: 2010. február*
  141. **Deák T.**, Czigány T., Maršálková M., Militký J.: Manufacturing and testing of long basalt fiber reinforced thermoplastic matrix composites, Polymer Engineering and Science, *közlésre elfogadva*