



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Vegyésmérnöki és Biomérnöki Kar
Oláh György Doktori Iskola

Bioalapú Szenesedő Komponensek Módosítása Politejsav Égésgátlására

Tézisfüzet

Szerző:

Decsov Kata Enikő

Témavezető: Dr Bordácsné Bocz Katalin,
Tudományos munkatárs

Gyógyszer-, Környezet- és Biztonságtechnológiai Anyagok
Kutatócsoport

Szerves Kémia és Technológia Tanszék

Budapest

2023

1 Bevezető

A fenntarthatóság és a környezettudatosság gondolata egyre inkább áthatja mindennapjainkat. Az új szabályozásoknak köszönhetően kevesebb fosszilis anyagból készült terméket használunk a mindennapi életben, különös tekintettel az egyszer használatos termékekre. Ezzel párhuzamosan a bioalapú és biológiailag lebomló nyersanyagok népszerűbbé és divatosabbá válnak, a kisléptékű gyártási technológiáktól – mint például a 3D nyomtatás – a tartós fogyasztási cikkek nagy volumenű gyártásáig.

A poli(tejsav) (PLA) egyre nagyobb figyelmet kap a biológiailag lebomló hőre lágyuló műanyagok körében bőséges megújuló nyersanyagforrása, mechanikai tulajdonságai és egyszerű feldolgozhatósága miatt. Ezért a PLA-t a petrokémiai alapú műanyagok reális alternatívájának tekintik a legkülönbözőbb alkalmazásokban. A PLA alkalmas tartós fogyasztási cikkek gyártására is, mivel azonban ezekre a hosszú élettartamú termékekre gyakran vonatkoznak égésgátlási előírások és szabványok, ezért annak kidolgozása, hogyan tudjuk módosítani a PLA-t hatékony égésgátló adalékokkal aktuális megoldandó feladat.

A fenntartható anyagok felhasználásának jövőképe a polimer adalékanyagok piacán is megjelenik. A hatékonyság mellett egyre fontosabbá válik, hogy az adalékanyagok megújuló forrásból származzanak. Ez különösen fontos a bioalapú és biológiailag lebomló mátrixok esetében, mint a PLA, ahol az adalékanyagok komoly problémát jelenthetnek a kompozitálhatóság szempontjából. Emiatt több kutatás irányul a bioalapú erősítő- és töltőanyagok, és egyéb adalékok vizsgálatára. Mindazonáltal a hagyományos komponensek, például az erősítőszálak természetes alapú szálakkal való helyettesítése új kihívások elé állítja a kutatókat, mint például azok nagyobb gyúlékonysága. Emiatt elengedhetetlen ezen kompozitok hatékony égésgátlásának biztosítása, lehetőleg szintén bioalapú adalékanyagokkal.

Az ún. felhabosodó égésgátlók (IFR) ígéretes környezetbarát rendszereknek számítanak mérsékelt füstkibocsátásuk, toxicitásuk és korróziójuk miatt. Egyre inkább szorgalmazzák és előnyben részesítik az IFR rendszerekben bioalapú komponensek, illetve segédanyagok használatát, különösen a biopolimer kompozitokban. A petrokémiai alapú szenesedő komponensek helyettesítése megújuló anyagokkal kézenfekvő megoldás környezetbarát égésgátló készítmények előállítására, többek között a PLA számára.

2 Szakirodalmi háttér

2.1 Polimer kompozitok égésgátlása

A legtöbb műanyag hő hatására könnyen meggyullad és intenzíven ég. A polimer láncok hőbomlása során csökkent molekulatömegű anyagok keletkeznek, viszkozitásuk csökken, ami miatt sokszor égő olvadékcseppek is keletkeznek¹. A csepegő polimer fokozza a tűz terjedését, a bomlástermékek táplálják a tüzet és mérgező gázok szabadulhatnak fel belőle². Az égésgátlók beavatkozhatnak az égési folyamatokba, például a hő- és tömegtranszportba, a polimer bomlásába, a kémiai reakciókba a kondenzált fázisban, a pirolízistermékek kémiai bomlásába és oxidációjába, a gyulladásba vagy a láng terjedésébe³. Komplex hatásmechanizmusuk révén több folyamatot is képesek különböző mértékben egyidejűleg gátolni.

2.1.1 Felhabosodó égésgátló adalékrendszerek

Az intumeszcens azaz felhabosodó égésgátló rendszerek (IFR) hatékony működéséhez általában három komponensre van szükség⁴:

- **Savforrás** – főként szerves savak, vagy hő hatására savas vegyületekké alakuló vegyületek (pl. savak, ammóniumsók, foszfátok),
- **Szenesedő komponens** – hagyományosan poliolkok, például pentaeritrit és keményítő, illetve poliamidok;
- **Hab-/gázképző komponens** – például a melamin és a karbamid.

Ezen összetevők kölcsönhatása révén jön létre az égésgátlás: a melegítés során a savforrás ásványi savvá alakul és részt vesz a szenesedő vegyület dehidratálásában és az így kialakuló poliaronás, elszenesedett komponensekből a gázképző bomlása során celluláris szerkezetet képez. Az IFR rendszer megduzzad, ha a kritikus hőmérséklet fölé melegítik, emiatt fontos, hogy ezen anyagok a megfelelő hőmérsékleten induljanak bomlásnak. Így egy porózus elszenesedett habréteg jön létre, amely fizikai gátat képez a polimer felületén és megvédi az alatta lévő anyagot, akadályt képezve az oxigén- és pirolízis termékek áramlásának⁵. Ennek eredményeként a láng kialszik, mivel nem keletkezik több bomlástermék, amely azt táplálná. A módszer további előnye, hogy az égés során csak korlátozott mennyiségű gáz keletkezik. Emiatt a folyamat során kevés füst, illetve mérgező, esetleg maró hatású anyag szabadul fel. A kialakított védőréteg megakadályozhatja a polimer csepegését is, így megakadályozhatja a láng továbbterjedését⁶.

Az IFR rendszer általánosan használt példája az ammónium-polifoszfát (APP) és a pentaeritrit (PER) kombinációja, ahol az APP egyben savforrás és habképző, míg a PER a szenesedő komponens⁷. A PER azonban nedvességre érzékeny és kompatibilitása a legtöbb polimer mátrixszal gyenge. Vízábszorpciója továbbá katalizálhatja a poliészterek – például a PLA – hidrolitikus bomlási folyamatait, ami gyakran a kompozitok égésgátlási és mechanikai tulajdonságainak romlását eredményezi. Többek közt emiatt is egyre inkább előnyben részesítik a PER és más kőolaj alapú szenesedő anyagok helyettesítését bioalapú segédanyagokkal, zöldebb égésgátló készítmények előállítására érdekében.

¹ M. M. Hirschler, in *Fire retardancy of polymeric materials*, (Marcel Dekker Inc, NY, 2000), pp. 27–79.

² D. J. Irvine, J. A. McCluskey, I. M. Robinson, *Polym Degrad Stab.* **67**, 383–396 (2000).

³ H. F. Mark, *et al.*, *Flame-Retardant Polymeric Materials*, 1–17 (1975).

⁴ S. Bourbigot, M. Le Bras, S. Duquesne, M. Rochery, *Macromol Mater Eng.* **289**, 499–511 (2004).

⁵ B. Schartel, *Materials.* **3**, 4710–4745 (2010).

⁶ G. Camino, S. Lomakin, in *Fire Retardant Materials*, (Elsevier Science, 2001), pp. 318–336.

⁷ S. Bourbigot, M. Le Bras, R. Delobel, *Carbon N Y.* **31**, 1219–1230 (1993).

A bioalapú adalékanyagok polimer kompozitokban mutatott hatékonysága és összeférhetősége azonban gyakran nem megfelelő, ezért gyakran módosítani kell őket a megfelelő égésgátló rendszer kialakítása érdekében.

2.2 Az adalékanyagok módosítása

2.2.1 Mikrokapszulázás

A mikrokapszulázási eljárás az egyik leghatékonyabb módszer egy adalékanyag felületi tulajdonságainak módosítására azáltal, hogy egy külső héjat alakítanak ki, hogy azzal javítsák a határfelületi kölcsönhatásokat. Emellett a mikrokapszulázás javíthatja egyes polimer kompozitok égésgátlási- és mechanikai tulajdonságait, illetve vízállóságát is.⁸

2.2.2 N és P kezelés

A különböző töltő- és adalékanyagok nitrogén- és foszfortartalmú vegyületekkel történő felületkezelése gyakran elősegíti vagy erősíti az égésgátló hatást, ami különösen fontos a természetes szálerősítésű rendszerekben, ahol a szálak kanóc hatása fokozhatja a kompozit gyúlékonyságát.

2.2.3 Mikronizálás

Az égésgátló adalékok szemcsemérete jelentős hatással van a felhabosodó égésgátló rendszerek hatékonyságára és mechanikai tulajdonságaira egyaránt. Az IFR-rendszer komponenseinek (relatív) részecskeméretétől és a polimer mátrixban való diszperziójuktól függően kölcsönhatásaik és reakcióutak változhatnak. Így különböző összetételű és szerkezetű tűzgátló védőrétegek nyerhetők, amelyek égésgátlási teljesítményükben jelentősen eltérnek egymástól⁹. Bocz és mtsai.⁹ őrlést alkalmaztak, míg Ribeiro és mtsai.¹⁰ kétféle, részecskeméretben eltérő adalékanyagot használtak ezen jelenség tanulmányozására. Eredményeik azt mutatták, hogy nagyobb mértékű kémiai kölcsönhatás és ezáltal jelentősen hatékonyabb égésgátló teljesítmény érhető el egy IFR rendszerben, ha az alkalmazott APP kisebb részecskeméretű, elsősorban a megnövekedett felület miatt.

2.2.4 Szilánózás

A szilán-tartalmú felületkezelő ágenseket általában természetes szálerősítésű polimer kompozitokban használják a felületi adhézió- és a mechanikai tulajdonságok javítására¹¹. A szilán vegyületekkel történő kezelés javítja a határfelületi kölcsönhatásokat, csökkenti a nedvességfelvételt, és fokozza a polimer kompozitok égésgátló tulajdonságait¹². IFR rendszerekkel kombinálva a szilícium tartalmú anyagok jótékony hatása egy termikusan stabil kerámiaszerű szilícium-foszfát szerkezet kialakításában rejlik, amely megnövelt záróhatással és jó tűzállósággal rendelkezik¹³.

2.3 Bioalapú felhabosodó égésgátló rendszerek PLA-ban

2.3.1 Lignin és keményítő

Réti és mtsai.¹⁴ a lignint (LIG) és a keményítőt a PER-hez hasonlította, mint szenesedő komponenst a PLA/APP/szenesedő rendszerekben. Bár a PER teljesített a legjobban az oxigénindex (LOI) tekintetében és az UL-94 lángterjedési tesztekben, a LIG és a keményítő rendszerek is javulást mutattak a tiszta PLA-hoz képest. Elegyterveket alkalmaztak a rendszer

⁸ R.-M. Li *et al.*, *RSC Adv.* **5**, 16328–16339 (2015).

⁹ K. Bocz, T. Krain, G. Marosi, *Int J Polym Sci.* **2015**, 1–7 (2015).

¹⁰ S. P. S. Ribeiro *et al.*, *Microsc Res Tech.* **83**, 276–286 (2020).

¹¹ Y. Xie, C. A. S. Hill, Z. Xiao, H. Militz, C. Mai, *Compos Part A Appl Sci Manuf.* **41**, 806–819 (2010).

¹² K. Bocz *et al.*, *Polym Degrad Stab.* **106**, 63–73 (2014).

¹³ Y. Chen, L. Li, L. Qian, *RSC Adv.* **8**, 27470–27480 (2018).

¹⁴ C. Réti, M. Casetta, S. Duquesne, S. Bourbigot, R. Delobel, *Polym Adv Technol.* **19**, 628–635 (2008).

optimalizálására, és mindössze 12 tömeg% APP-val, magas megújuló tartalom mellett (28% keményítő) 28%-os LOI értéket értek el. Costes és mtsai.¹⁵ különböző típusú **lignineket módosítottak foszfor- és nitrogéntartalmú vegyületekkel**. Ezek a módosított ligninek rendkívül hatékonyan bizonyultak a kompozit rendszer éghetőségének csökkentésében, az UL-94 teszt során a V-0 – legjobb besorolást – érték el, miközben a gyulladási idejük (TTI) és a termikus stabilitásuk sem csökkent. Zhang és mtsai.¹⁶ **karbamiddal módosított lignint (U-LIG) szintetizáltak**, amely szénforrásként működött az APP-t tartalmazó IFR rendszerben. Kimutatták, hogy a PLA/APP/U-LIG kompozit eléri a V-0 besorolást és a 34,5%-os LOI értéket, és jobb égésgátlási képességgel és szívóssággal rendelkezik, mint a PLA/APP/LIG vagy PLA/APP rendszerek.

Zhang és mtsai.¹⁷ **lignin-szilícium-dioxid hibridet is szintetizáltak** és azt PLA/APP rendszerhez adták optimalizálva a komponensek arányát. Ezen hibridek hozzáadásával elérték a V-0 besorolást, jobb szénmorfológiát értek el, illetve nagyobb mennyiségű foszfortartalmú szenes maradékot kaptak az éghetőségi teszt végén. Wang és mtsai.¹⁸ a **keményítő szenesedőszerként** való felhasználása mellett az **poliuretánt használt APP mikrokapszulálására** melamin gyantával párosítva. Ennek az IFR-rendszernek a 30 tömeg%-os alkalmazásával PLA-ban elérték az UL-94 V-0 minősítést és igen magas, 41%-os LOI-értéket mértek.

2.3.2 Ciklodextrinek

A ciklodextrinek nagy potenciált mutattak égésgátló komponensként több polimer rendszerben, különösen a PLA-ban. Feng és mtsai.¹⁹ β -ciklodextrin-t (β -CD) használtak zöld szénforrásként APP-vel és melaminnal (MA) kombinálva különböző tömegarányokban. Ezen rendszerek esetében kiemelkedő szenesedő képességet mutattak ki PLA-ban. Az 1:2:1 tömegarányú β -CD, APP és MA-ból álló rendszer 20 tömeg%-ban alkalmazva 34,2%-os LOI értéket ért el, és megfelelt az UL-94 szabvány V-0 kritériumainak. A szenesedő képességének javítására Zhang és mtsai.²⁰ a β -CD-t **határfelületi polikondenzációval fenil-foszfonav-dikloriddal módosították**, és foszfolipidált β -CD-t (PCD) kaptak. Azt találták, hogy az APP és a PCD optimális tömegaránya 5:1. Ennél az aránynál, 30 tömeg% adalék alkalmazása mellett, a LOI elérte a 42,6%-os értéket, valamint az UL-94 teszt szerinti V-0 minősítést. Ezen összetétel használatakor kapták a kónikus kalorimetriai mérés (MLC) során a legnagyobb mennyiségű szenes maradékot (71,5 tömeg%) miközben jelentős mértékben lecsökkentették a maximális hőkibocsátási sebességet (pHRR) és a teljes kibocsátott hőmennyiséget (THR) is.

2.3.3 Természetes szálak

Ismeretes, hogy a természetes szálak úgynevezett kanóc hatása megnehezíti az azokkal erősített biokompozitok égésgátlását²¹. Suardana és mtsai.²² **diammónium-foszfáttal (DAP) kezelt kókusz** erősítésű PLA kompozitokat készítettek. A DAP arányának növelése a kezelőszerszomban a kompozit szálak bomlási hőmérsékletét csökkentette, de növelte a szenes maradékok mennyiségét. A legmagasabb, 5 tömeg/térfogat%-os DAP koncentráció esetén figyelték meg a legalacsonyabb lineáris lángterjedési sebességet és súlyvesztéseket. A hajlító- és szakítószilárdság azonban csökkent a kezeletlen szálakat tartalmazó kompozitokéhoz képest.

¹⁵ L. Costes *et al.*, *Eur Polym J.* **84**, 652–667 (2016).

¹⁶ R. Zhang, X. Xiao, Q. Tai, H. Huang, Y. Hu, *Polym Eng Sci.* **52**, 2620–2626 (2012).

¹⁷ R. Zhang *et al.*, *High Perform Polym.* **24**, 738–746 (2012).

¹⁸ X. Wang *et al.*, *Ind Eng Chem Res.* **50**, 713–720 (2011).

¹⁹ J.-X. Feng, S.-P. Su, J. Zhu, *Polym Adv Technol.* **22**, 1115–1122 (2011).

²⁰ Y. Zhang, P. Han, Z. Fang, *J Appl Polym Sci.* **135**, 46054 (2018).

²¹ S. Li, J. Ren, H. Yuan, T. Yu, W. Yuan, *Polym Int.* **59**, 242–248 (2010).

²² N. P. G. Suardana, M. S. Ku, J. K. Lim, *Mater Des.* **32**, 1990–1999 (2011).

Kaci és mtsai.²³ PLA mátrixban a mikrokristályos cellulóz (MCC) és a cellulóz nano-szálak (CNW) hatását hasonlították össze maleinsavanhidriddel ojtott PLA kompatibilizálószer jelenlétében. Azt találták, hogy mind **a méretarány**, mind a töltőanyag-tartalom befolyásolja a PLA/cellulóz rendszerek égésgátlási tulajdonságait. A mikrokcaloriméteres (PCFC) mérések során megfigyelték, hogy 1 tömeg% CNW hatékonyabban növelte a pHRR hőmérsékletét és csökkentette értékét. Costes és mtsai.²⁴ MCC és cellulóz nanoszálak (CNC) alumínium-fitáttal történő kombinálásának hatását vizsgálták PLA-ban. A szenesedés mértéke mindkét esetben fokozódott a cellulóz hozzáadására, azonban a CNC nagy fajlagos felülete előnyösebbnek bizonyult a szigetelő elszenesedett réteg kialakításában.

2.4 Célok

A szakirodalom áttekintése során azt találtam, hogy sok kutató tanulmányozta a természetes szálerősítésű PLA kompozitok égésgátlási lehetőségeit. Elemezték a növényi eredetű adalékanyagok mennyiségének- és az erősítőszálak felületmódosításának hatását is. Az égésgátló komponensek a kompozit fázisok közötti – azaz erősítő szálak és mátrixanyag közti – optimális megoszlását azonban ez idáig nem vizsgálták. Ezért célul tűztük ki, hogy vizsgáljuk a foszfortartalmú égésgátló adalékok kompozit fázisok közötti megoszlásának hatását a kompozitok éghetőségi- és mechanikai tulajdonságaira.

A legtöbb kutató egy vagy legfeljebb két különböző részecskeméretű cellulózszál kombinációját vizsgálta egy égésgátló rendszer hatékonyságára vonatkozóan. Eddig nem készült átfogó kutatás a szálak részecskeméretének hatásáról – vagy potenciálisan előnyös tartományáról – ezért célom volt ennek mélyreható vizsgálata PLA mátrix rendszerben. A cellulózszál hosszának az IFR rendszer szenesedési jellemzőire gyakorolt hatását terveztük értékelni.

Szenesedési képességüknek és termikus stabilitásuknak köszönhetően a ciklodextrinek hatékony bioalapú szenesedő komponensnek bizonyultak több polimer rendszerben, beleértve a PLA-t is. A szakirodalomból ismert, hogy egy égésgátló adalék szemcsemérete jelentős hatással lehet az égésgátló polimer rendszer éghetőségére és mechanikai tulajdonságaira egyaránt. A közelmúltban rámutattak, hogy a ciklodextrinek vizes oldatából sikeresen lehet nagy sebességű elektrosztatikus szálképzéssel örölhető mikroszálakat előállítani²⁵. Hipotézisem az volt, hogy - szenesedőszerként történő alkalmazás esetén - a ciklodextrin mikroszálás formájának nagy felülete további előnyökkel járhat egy felhabosodó égésgátló rendszerben. Ezen túlmenően a ciklodextrin mikroszálak égésgátló felületmódosítását is vizsgáltuk.

Az szakirodalmi áttekintés arra is rámutat, hogy a mikrokapszulázási eljárás alkalmazása számos előnnyel járhat egy adalékrendszer kialakításakor. Javíthatja például a határfelületi kölcsönhatásokat, a vízállóságot, továbbá ígéretes módszer komplex (3 az 1-ben) felhabosodó égésgátló adalék előállítására. Az ilyen rendszerekben a magrészecske lehet például APP, amely savforrásként és habosítószerként szolgál, míg a szenesedő komponens alkothatja a héjréteget. Erre a célra egy szorbit alapú bioepoxigyanta alkalmazását javasoltam, amely jó szenesedési képességgel és nagy vízállósággal rendelkezik és összeférhetősége megfelelő a PLA-val.

²³ M. Kaci, T. Aouat, E. Devaux, J.-M. Lopez-Cuesta, *AIP Conf Proc.* **2196**, 020017 (2019).

²⁴ L. Costes *et al.*, *Eur Polym J.* **74**, 218–228 (2016).

²⁵ P. Vass *et al.*, *J Control Release.* **298**, 120–127 (2019).

3 Kísérleti módszerek

3.1 Mintagyártó berendezések

Módszer	Berendezés	Tartozékok/ Beállítások
Ömledék kompaundálás	Labtech Scientific LTE 26-44 moduláris ikercsigás extruder	csiga átmérője 26 mm, hossz-átmérő arány (L/D) 44
Film extrúzió	Labtech LCR 300 síkfólia gyártósor	
Belső keverő	Brabender Plasti-Corder Lab-Station	W50 EHT 3Z típusú belső keverő
	HAAKE™ Rheomix OS Lab Mixer	
Préselés	Teach-Line Platen Press 200E fűtött lemezprés	négyzet alakú présformával
	Fontjine LabEcon300 Junior fűtött lemezprés	négyzet alakú présformával
Nagysebességű elektrosztatikus szálképzés (HSES)	Quick2000 Ltd. HSES	rozsdamentes acél forgófej nyílásokkal (d = 330 µm) nagy sebességű motorhoz csatlakoztatva
	SEP-10 S Plus fecskendő pumpa	100 ml fecskendő
	nagyfeszültségű tápegység	45 kV
Őrlés	IKA MF10 kalapácsos malom	1.0 mm szita

3.2 Analitikai módszerek

Mérés	Berendezés	Tartozékok/ Beállítások
TGA	TA Instruments Q5000 TGA	platina tégelyek, nitrogén atmoszféra
	TA Instruments Discovery	platina tégelyek, nitrogén atmoszféra
DSC	Mettler Toledo 3+ type DSC	előre lyukasztott tetejű alumínium tégelyek, nitrogén atmoszféra
FTIR	Bruker Tensor 37	deuterált-triglicerid-szulfát detektor Specac Golden Gate ATR unit
Raman spektrometria	Horiba Jobin–Yvon LabRAM	Olympus BX-40 optikai mikroszkóp 532 nm Nd:YAG lézer
Mass loss típusú kónikus kaloriméter	Fire Testing Technology	ISO 13927 standard szerint
Oxigén index	Fire Testing Technology	ISO 4589 standard szerint
UL-94	Fire Testing Technology Vegyifülke	ISO 9772 és ISO 9773 standard szerint
Gélpermeációs kromatográfia	Separation Module Waters e2695	Oszlopok: Styragel HR1, HR3, HR4, WYATT Optilab® T-rEX törésmutató detektor
Pásztázó elektronmikroszkóp	SEM 6380LVa	JEOL 1200 ionporlasztó
Szakítóvizsgálat	Zwick Z020 universal tester	10 kN szakítófej
Dinamikus mechanikai elemzés	TA DMA Q800	kétoldalon fixen befogott hajlító bilincs

4 Eredmények

4.1 A foszforvegyületek eloszlásának optimalizálása természetes szövetrel erősített biokompozitokban

Ebben a munkában lencszövetekkel erősített, PLA mátrixú biokompozitokat készítettem és azok égésgátlási lehetőségeit vizsgáltam. A foszfor alapú égésgátló (FR) vegyületeket mind a polimer mátrixban, mind az erősítő szálak felületén alkalmaztam, hogy kiküszöböljük azok kanóc hatását. A mátrixrétegekben APP alapú IFR adalékot alkalmaztam, míg a természetes rostok kezelésére diammonium-foszfát (DAP) és karbamid (U) elegyét alkalmaztam. Ez az ún. „DAP/U” kezelés a P-N szinergizmus kiaknázására és a foszforvegyülettel égésgátolt természetes szálak csökkent hőstabilitásának kompenzálására irányult. Kimutattam, hogy a kezelőoldat koncentrációját nem érdemes 15 w/V% DAP/U fölé emelni, mivel a szál telítődik, és nem tud több égésgátlót felvenni. Az égésgátolt biokompozitok optimális összetételének eléréséhez, valamint a P-tartalmú vegyületek fázisok közti optimális megoszlásának meghatározásához az éghetőségi- és a mechanikai tulajdonságokat tanulmányoztam egy 3² teljes faktoros kísérleti terv segítségével. Ennek során a különböző töménységű kezelőszerezrel kezelt szöveteket és különböző IFR tartalmú PLA mátrixanyagokat kombináltam. Számos éghetőségi jellemző, mint például az oxigénindex (LOI), a gyulladási idő (TTI), a maximális hőkibocsátási sebesség (pHRR) és a tesztek után kapott maradék tömeg pozitív kölcsönhatást mutatott az égésgátlóval kezelt fázisok között. Ez azt jelenti, hogy a kombinált égésgátlási megközelítés alkalmazásakor jobb égésgátló teljesítményt értem el, mint ahogy az egyes égésgátolt összetevők éghetőségi jellemzői alapján várható lenne.

1. Táblázat Az égésgátolt kompozitok UL-94 besorolása*

film szövet	0 wt% IFR	10 wt% IFR	20 wt% IFR
0 w/V% DAP/U	HB (27 mm/min)	HB(-)	V-2
10 w/V% DAP/U	HB (17 mm/min)	V-2	V-0
20 w/V% DAP/U	HB (16 mm/min)	V-2	V-0

*HB:vízszintes égés, V-2:hosszú függőleges égés/láng csepegés, V-0:rövid függőleges égés, nincs lángcsepegés

Az UL-94 szabvány szerinti legjobb, V-0 besorolást csak akkor érték el a kompozitok, ha mindkét összetevőt – azaz a mátrixot és a szálakat is – égésgátlóval kezeltem (1. Táblázat). Az erősítő szövet egyfajta szenes stabilizáló keretként működhet a rendszerben, amennyiben képes szenesedni. Ezt a szenesedést a mátrixrétegekből származó illékony foszforvegyületek is elősegítették a kónikus kalorimetriás mérés során. Ennek ellenére a vertikális teszteknel a kanóchatás csak a szálak kezelésével volt kiküszöbölhető.

Továbbá az égésgátolt biokompozitok szakítószilárdsági adatainak varianciaanalízise (ANOVA) is bizonyította az égésgátlóval kezelt összetevők közötti pozitív kölcsönhatást. A kombinált megközelítéssel égésgátolt biokompozitok jobb mechanikai tulajdonságait a szál- és mátrixfázisban egyaránt jelen lévő foszfátok által biztosított jobb határfelületi kölcsönhatás magyarázta. Ez a további vizsgálatot igénylő kölcsönhatás valószínűleg annak tulajdonítható, hogy a DAP hőbomlásából származó foszforsav hatására növekszik a szálak felületi érdessége, amely azonban csak akkor eredményez rögzítő hatást, amikor APP jelenlétének következtében a PLA viszkozitása csökken (amint arról a szakirodalomban beszámoltak²⁶).

Összefoglalva, a biokompozitok égésgátlására kombinált megközelítést javasoltam, mivel amikor a foszfortartalmú anyagok mind az erősítő lencszövetek felületén, mind a biológiailag lebomló mátrixanyagban megfelelő megoszlásban vannak jelen, az hatékonyan égésgátolt biokompozitokat eredményez, amely továbbá jó mechanikai jellemzőkkel társul.

²⁶ K. Bocz *et al.*, *Compos Part A Appl Sci Manuf.* **70**, 27–34 (2015).

4.2 A cellulózsálak hosszának hatása a felhabosodó égésgátló rendszer hatékonyságára PLA biokompozitokban

A cellulózsálak hozzáadása felhabosodó rendszerrel égésgátolt PLA kompozitokhoz ígéretes módja lehet a hőszigetelő szén réteg megerősítésének. Azonban kulcsfontosságú a cellulózsálak arányának és méretének optimalizálása, hogy hatékonyan égésgátolt biokompozitot hozzunk létre. A korábbi tanulmányok arra összpontosítottak, hogy egyetlen vagy két cellulózsálméret hogyan befolyásolja egy égésgátló rendszer teljesítményét. A szálméret optimális tartományát azonban nem vizsgálták alaposan.

Ezért ebben a tanulmányban PLA mátrixban vizsgáltam mikrométerű cellulóz szálok hosszának hatásait kezeletlen és égésgátlóval kezelt formában egy felhabosodó égésgátló rendszerben. Célom az volt, hogy meghatározzam azt a szálhosszt, amely esetén már érvényesül a kanó hatás, illetve, hogy mely szálhossz képes előnyösen befolyásolni a felhabosodó szénréteg szigetelő tulajdonságait. Állandó mennyiségű (15%) melamin-polifoszfát (MPP) alkalmazása mellett a cellulóz tartalmú kompozitok fokozott szenesedést mutattak a termogravimetriai (TGA) vizsgálatok során. A cellulózsálak szenesedést elősegítő tulajdonsága azonban csak akkor mutatkozott meg a kompozitok éghetőségi tulajdonságaiban, amikor a száltartalom minimum 10% volt. Ugyanakkor a kompozitok gyúlékonyságát növelte a cellulózsálak kanóhatása, amit a csökkent LOI értékek tükröztek. Ez a káros hatás a szálhossz növekedésével nőtt; 2,0%-kal alacsonyabb LOI értéket mértem a leghosszabb „C300” típusú 300 µm hosszúságú cellulózzal, mint a legrövidebb „C8” 8 µm hosszúságú szálat tartalmazó kompozitok esetében (2. Táblázat).

2. Táblázat Különböző cellulózsálhosszúságú kompozit minták LOI és UL-94 vizsgálati eredményei

Minta	LOI [%]	UL-94	Minta	LOI [%]	UL-94
PLA	20,5	HB	PLA+MPP	27	V2
PLA+MPP+C8	27,5	V2	PLA+MPP+FR-C8	26,5	V2
PLA+MPP+C30	26,0	V2	PLA+MPP+FR-C30	26,5	V2
PLA+MPP+C60	26,0	V2	PLA+MPP+FR-C60	26,5	V2
PLA+MPP+C300	25,5	V2	PLA+MPP+FR-C300	25,5	V2

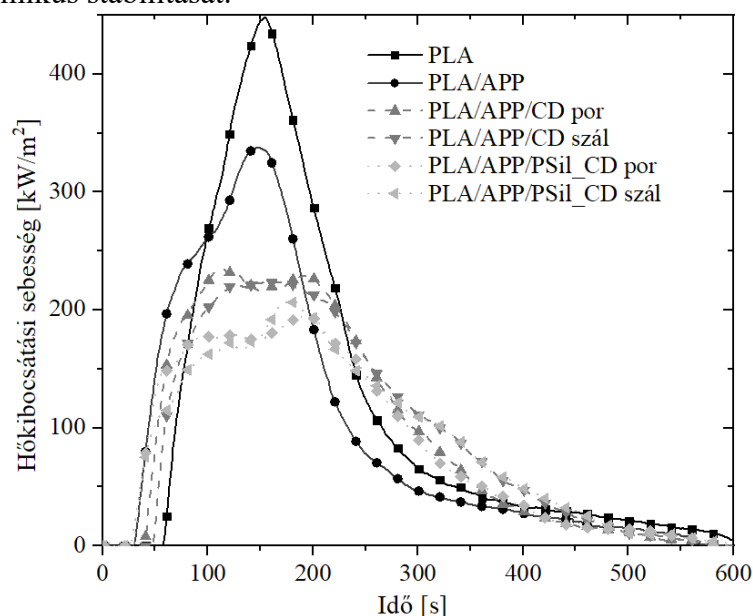
A hosszabb szálok azonban jobban teljesítettek a kónikus kalorimetriai vizsgálatok során, a kompozitok hőkibocsátási sebességének csökkentésében. Feltételeztem, hogy a rövidebb cellulózsálak nagyobb felülete elősegíti a kémiai kölcsönhatásokat az MPP-vel, míg a hosszabb szálok esetében a fizikai hatások kerülnek előtérbe, azaz a felhabosodó szén védőréteg szerkezeti megerősítése.

A cellulózsálak P- és N-tartalmú vegyületekkel történő felületkezelése fokozott szenesedést és alacsonyabb gyúlékony gázkibocsátást eredményezett a hőbomlás során. Az égésgátlóval történő kezelés azonban nem volt hatékony a hosszabb szálok kanóhatásának kiküszöbölésében, és a kompozitok éghetőségét sem csökkentette jelentős mértékben. Mindazonáltal az FR-kezelt cellulózsálat tartalmazó kompozitok a kónikus kalorimetriás mérések során számottevően megnövelték a gyulladási időt, lerövidítették az égési időt és ezzel jelentősen – körülbelül 20%-kal – csökkentették a THR-t. Feltehetően ez annak köszönhető, hogy a szenesedő komponensként alkalmazott szálas adalék hatékonyan beépült a szén védőrétegbe, így erősítve azt és javítva annak hőszigetelő képességét. Ezt a feltételezést a szén maradékok SEM analízise is megerősítette, mivel ezeken a felvételeken a kezelt szálat tartalmazó kompozitok maradékai esetében kompaktabb szén szerkezetet tapasztaltam.

A felhabosodó égésgátló rendszer teljesítményét tekintve a 30-60 µm hosszúságú cellulózsálak bizonyultak optimálisnak. Ezek a szálok csak mérsékelt kanóhatást fejtettek ki, míg égés közben hatékonyan növelték a szén tűzgátló réteg szerkezeti integritását.

4.3 Elektrosztatikus szálképzéssel előállított ciklodextrin mikroszálak használata égésgátló PLA kompozitokban

A ciklodextrinek olyan bioalapú szenesedőszerek, amelyeket különféle polimer rendszerekben, például PLA-ban már több módon alkalmaztak. A ciklodextrinekből mikroszálak állíthatók elő nagysebességű elektrosztatikus szálképzéssel (HSES). A szakirodalom azt sugallja, hogy az égésgátló adalék mérete befolyásolhatja a polimer kompozit éghetőségi- és mechanikai tulajdonságait. Feltételeztük, hogy nagy felülete miatt a ciklodextrin mikroszálak formája – szenesedő komponensként alkalmazva – javíthatja a felhabosodó égésgátló rendszer teljesítményét. Ezért ebben a munkában 2-hidroxi-propil- β -ciklodextrin (CD) vizes oldatából HSES módszerrel mikroszálak szerkezetű adalékot állítottam elő, majd bioalapú szenesedőszerként használtam fel. A CD fajlagos felületét méréseink alapján a HSES szálképzés mintegy kilencszeresére növelte. Ezen túlmenően a CD por és mikroszálak formáit foszforos-szilánnal (PSil) felületkezeltük azzal a céllal, hogy javítsuk annak termikus és szerkezeti stabilitását. TGA vizsgálatok során a szálak szerkezetű CD-ből képződő szenes maradékok eredményei megnövekedett termikus stabilitást mutattak. Továbbá a PSil-es kezelés egyidejűleg felgyorsította a szenesedést és növelte a kialakult szenes maradék termikus stabilitását.



1. Ábra az égésgátló kompozitok hő kibocsátási sebessége az idő függvényében

A kezeletlen és PSil-lel kezelt CD adalékanyagokat 3 tömeg%-ban alkalmaztam szenesedő komponensként égésgátló PLA kompozitok előállításához 15 tömeg% APP mellett. A SEM elemzések és a DMA eredmények azt mutatták, hogy a nagy felületű mikroszálak CD kezeletlen és felületkezelt formában is hatékonyan fokozza az aktív komponensek közötti fizikai kölcsönhatásokat. Emiatt az éghetőségi jellemzők javulását tapasztaltuk a kónikus kaloriméteres mérések során (1. ábra). Csökkent a pHRR és a THR érték, amihez megnövekedett égési maradék mennyiség is társult a PSil-lel kezelt CD-t tartalmazó kompozitok esetében. Feltételeztük, hogy a szilános kezelés hatékonyan javítja a mikroszálak szenesedő komponens szerkezeti és termikus stabilitását. Ez kompakt szenes védőréteg kialakulásához járul hozzá, amelyet kerámiaszerű mikroszálak stabil hálózata erősít, amely így fokozott égésgátlást biztosít. A TTI értékek azonban a PSil-es minták esetében csökkentek, mivel a bomlástermékek korábban megjelentek a gázfázisban, amelyeket a rendszerben lévő foszfortartalmú vegyületek megnövekedett mennyisége inicializált. Továbbá a PSil-ben lévő szilíciumtartalmú csoportok javították a PLA kompozitokból képződött szenes maradékok stabilitását, amint azt a TGA és a kónikus kaloriméteres tesztek eredményei

mutatták. A szenes maradékok FTIR elemzése megerősítette a kerámiaszerű szerkezetek kialakulását. Feltételezhető, hogy a mikroszálás CD-k szupramolekuláris szerkezete is hozzájárul a szenes maradék jobb termikus stabilitásához.

3. Táblázat A kompozit minták LOI értékei

Minta név	LOI [%]
PLA	19,5
PLA/APP	25,0
PLA/APP/CD por	28,0
PLA/APP/CD szál	31,0
PLA/APP/PSil_CD por	32,5
PLA/APP/PSil_CD szál	37,5

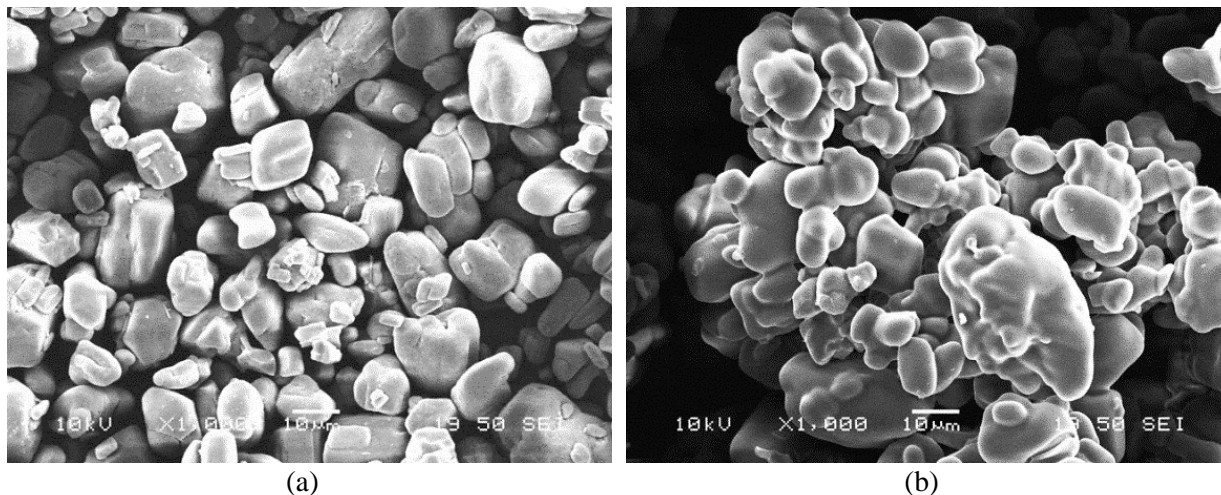
A mikroszálás szerkezet és az alkalmazott PSil-kezelés jótékony hatásai leginkább a PLA kompozitok LOI értékeiben mutatkoztak meg (3. táblázat). A 15% APP-t tartalmazó kompozit LOI értéke 25%-ról 28%-ra nőtt 3 tömeg% CD por formában történő hozzáadásával, de amikor a CD-t mikroszálás formában adtuk a rendszerhez, az 31%-ot ért el. A CD-k PSil-kezelése további javulást eredményezett; a PSil-lel kezelt CD porral és mikroszálás adalékkal 32,5%-os, illetve 37,5%-os LOI értékeket értem el. A megnövekedett oxigénkoncentráció melletti hatékony égésgátlás a kondenzált fázisban fellépő aktív foszfor-szilícium kölcsönhatásokkal van összefüggésben, amelyek egy termikusan stabil grafitizált szénréteg kialakításával gátolják a hő- és a gyúlékony gázok felszabadulását. Továbbá, mivel a szilános kezelés javítja a CD termikus stabilitását, a mikroszálás szenesedő komponens jótékony „mérethatása” hosszabb ideig megőrizhető és magasabb hőmérsékleten hasznosítható.

A jelen tanulmány vizsgálati eredményeit figyelembe véve megállapítható, hogy a PSil-lel kezelt CD-tartalmú kompozitok kondenzált fázisában a foszfor-szilícium kölcsönhatások elősegítik a termikusan és szerkezetileg stabil grafitizált tüzgátló réteg kialakulását. Ez a réteg különösen hatékony kis láng kioltásában – amit a megnövekedett LOI-értékek jeleznek –, míg az egyéb éghetőségi vizsgálatok során kevésbé jelentős hatású, valószínűleg a Si-tartalmú segédanyagok viszonylag kis aránya miatt.

4.4 Bioepoxigyantával mikrokapszulázott ammónium-polifoszfát fejlesztése politejsav égésgátlására

Ebben a munkában egy új típusú mikrokapszulázott APP-t terveztem és hoztam létre in situ polimerizációval. Az APP-t egy szorbit alapú epoxigyanta héjjal vontam be. A gyanta bevonatot nem csupán a PLA mátrixszal való összeférhetőség javítása érdekében vittem fel, hanem bioalapú szenesedő komponensként is alkalmaztam a rendszerben, hogy így fokozzam a felhabosodó rendszer égésgátló hatékonyságát. Vizsgáltam a biogyanta héj vastagságának hatását az égésgátolt PLA kompozitok termikus-, égésgátlási- és mechanikai tulajdonságaira, valamint vízállóságára.

A bioepoxi bevonat hatását különböző APP:gyanta arányokban vizsgáltam: 10:1, 10:2 és 10:3 tömegarányban (sorrendben MCAPP1, MCAPP2 és MCAPP3). A pásztázó elektronmikroszkópos felvételek sima, egyenletes epoxirétegeket mutattak az APP felületén (2. Ábra), azonban a bevonó oldathoz adott növekvő mennyiségű gyanta hatására a részecskék egyre inkább összetapadtak és aggregátumokat képeztek, ami csökkentette a diszpergálhatóságukat a polimer mátrixban. A kapszulák részecskeméret-analízise is arra utalt, hogy a vastagabb héjréteggel rendelkező részecskék hajlamosak aggregátumok képzésére: az MCAPP3 minta részecskeméret-eloszlása meredek növekedést mutatott a többi mintához hasonlítva.



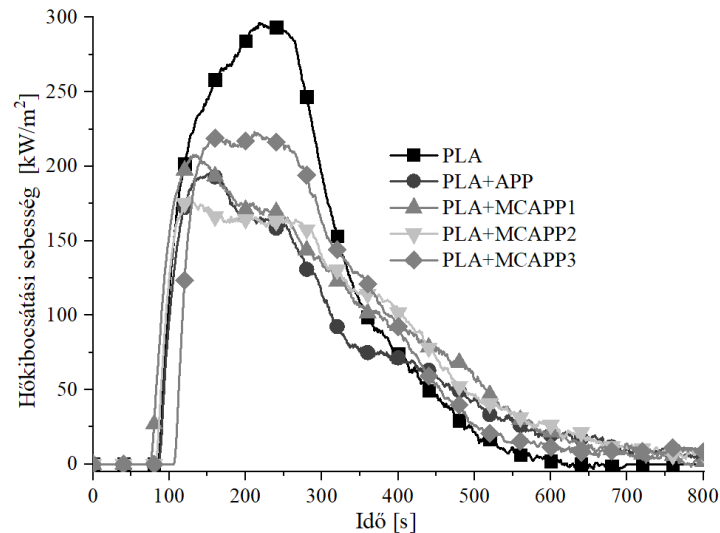
2. Ábra SEM felvételek az: APP (a) és MCAPP2 (b) adalékokról

A gyantabevonatot Raman- és infravörös spektroszkópiával is megvizsgáltam. Az infravörös spektroszkópia egyértelműen kimutatta a bevonatok vastagságának különbségét, míg a Raman-spektroszkópia azt mutatta, hogy az APP főként a részecskén belül mutatható ki, míg a külsején nagy mennyiségű gyanta van jelen. Ezen eredmények továbbá azt mutatták, hogy a gyanta a kapszulafelület minden pontján kimutatható volt, ami azt bizonyítja, hogy az APP-t teljesen beborította a gyanta.

Az új adalékanyagokat termogravimetriás analízissel vizsgáltam, amely kimutatta, hogy a gyanta arányának növekedésével a mikrokapszulázott APP kezdeti bomlási hőmérséklete csökken. Azonban ez a bomlási hőmérséklet csökkenés nagyobb tendenciát mutatott a kapszulák összetétele alapján vártnál. Ez a jelenség az APP és a bioepoxygyanta kölcsönhatásával magyarázható. A jelenség további vizsgálatára TG-FTIR analízist alkalmaztam, amely kimutatta, hogy az APP bomlását fokozzák a biogyanta bomlástermékei.

A PLA kompozitokban a vízállósági teszt alapján a bioepoxi héjjal történő mikrokapszulázás hatékonyan javította az APP vízállóságát és ezáltal mérsékelte az égésgátolt biokompozitok vízérzékenységet. Az UL-94 standard éghetőségi vizsgálat esetén a tiszta APP nem tudta elérni a V-0 besorolást a minták lángoló csepegése miatt, míg az összes mikrokapszulát tartalmazó kompozit igen. A kapszulázás némileg javította az LOI értéket is, a tiszta APP-hoz képest (28%) az MCAPP2 (29%) érte el a legjobb eredményt.

A kónikus kalorimetriás méréseknél egyik minta TTI-jében sem volt szignifikáns különbség; azonban jelentős változás volt a THR-ben és a pHRR-értékekben (3. Ábra). A pHRR értékek esetében az összes MCAPP égésgátlási hatékonysága jobb volt, mint a tiszta APP-é. Köztük az MCAPP2 adalék volt a leghatékonyabb, 19%-kal alacsonyabb pHRR értékkel, mint a kezeletlen APP tartalmú kompozit és 46%-kal alacsonyabb, mint a tiszta PLA-é. A pHRR eredményekhez hasonlóan a kapszulázott adalékok sikeresen csökkentették a THR-t a héjvastagság sorrendjében 32,0, 37,9 és 31,5%-kal a tiszta polimerhez képest. Figyelembe véve ezeket az eredményeket, az MCAPP2 adalékot találtam a leghatékonyabbnak, mivel a legalacsonyabb THR-t biztosította, 13,3%-kal alacsonyabbat, mint a kezeletlen APP-tartalmú minta. A teszt után az MCAPP2 esetében kaptam a legnagyobb mennyiségű szenes maradékot is. Ezeket a maradékokat SEM segítségével elemeztem. Az összes elszenesedett réteg rugalmas karaktert mutatott, többségében zárt cellás habszerkezettel. Egy ilyen szenes szerkezet hatékonyan megakadályozhatja a hőátadást, és így megvédheti az alatta lévő anyagokat a további hőhatástól.



3. Ábra Az égésgátolt kompozitok hő kibocsátási görbéi az idő függvényében

A szorbit alapú epoxigyantáról bebizonyítottam, hogy hatékony bioalapú szenesedő komponens, és sikeresen alkalmaztam az APP részecskék felületének bevonására, hogy komplex (3 az 1-ben) égésgátló adalékot hozzak létre a PLA számára. Az égésgátló tulajdonságok javulása mellett az APP bioepoxigyantával való kapszulázása jobb töltőanyag-mátrix kölcsönhatást, megnövelt modulust és jobb vízállóságot biztosított a PLA kompozitoknak.

5 Az eredmények alkalmazhatósága

Dolgozatomban a PLA égésgátlási lehetőségeit vizsgáltam különböző bioalapú adalékanyagok felhasználásával. Hatékony, felhabosodó égésgátló rendszereket kívántam létrehozni bioalapú és/vagy potenciálisan biológiailag lebomló komponensekkel. Többféle kémiai és fizikai módosítást javasoltam megújuló forrásból származó szenesedő komponensek és erősítő adalékok előállításához, és átfogóan vizsgáltam ezek hatását az égésgátló rendszerek teljesítményére.

Összefoglalva, számos a PLA kompozitok égésgátlását befolyásoló tényezőt vizsgáltam. Kutatási eredményeim olyan egyszerű módszerekkel segíthetik a biokompozitok égésgátlásának továbbfejlesztését, mint az adalékok mérettartományának megfelelő megválasztása, az adalékok felületkezelése, vagy a fázisok közötti megoszlásuk optimalizálása. A vizsgált módszerek segíthetik a biopolimerek felhasználásának bővítését és az égésgátlási előírásoknak és szabványoknak megfelelő, tartós cikkek fejlesztését.

Az égésgátolt lenszövet-PLA kompozitok a GINOP-2.1.7-15 projekt keretében készültek és kerültek hasznosításra a Meshining Engineering Kft.-vel közreműködésben. A projekt célja alapanyagok és égésgátló formula kifejlesztése volt természetes szövet-erősítésű PLA kompozitokhoz. A projekt során optimalizált összetételű, belsőépítészeti alkalmazásokra szánt biokompozit teljesíti a DIN 4102 és az MSZ EN 13501-1 szabványok követelményeit.

6 Tézispontok

1. Megállapítottam, hogy égésgátló komponensek megoszlásának a kompozit fázisok (erősítőszálak felületi rétege és polimer mátrix) között hatása van a biokompozitok éghetőségi és mechanikai tulajdonságaira. **Előnyös kölcsönhatást mutattam ki ammónium-foszfáttal kezelt len szövetek és ammónium-polifoszfátot tartalmazó politejsav mátrix között: nagyobb mértékben nő a kombinált módszerrel égésgátló biokompozitok égésgátoltsága, továbbá számottevően javulnak a mechanikai jellemzői (húzószilárdság és húzó rugalmassági modulusz) az egyszerű adalékolt rendszerekhez viszonyítva.** [II]
2. Kimutattam, hogy cellulózzal társított égésgátló politejsav kompozitok esetében a cellulóz szálak részaránya mellett a szálak mérete (jellemző hossza) is számottevően befolyásolja a felhabosodó égésgátló adalékrendszer hatékonyságát. Különböző szálhosszúságú kezeletlen, illetve foszfor- és nitrogéntartalmú vegyületekkel felületkezelt 10% cellulózzal és 15% melamin-polifoszfáttal társított politejsav kompozitok éghetőségi vizsgálatai alapján megállapítottam, hogy a cellulóz szálak hosszának növekedésével - a kanóc effektus miatt - számottevően fokozódik a kompozitok gyúlékonysága (csökken az oxigénindexe). **Kimutattam, hogy a 30-60 µm hosszúságú cellulóz szálak növelik a hő hatására keletkező elszenesedett tűzgátló réteg szerkezeti integritását, ezáltal fokozzák a felhabosodó égésgátló rendszer hatékonyságát;** alkalmazásukkal a hőkibocsátás maximális sebessége mintegy 25%-kal, a teljes kibocsátott hőmennyiség pedig mintegy 15%-kal mérséklődik a cellulózt nem tartalmazó égésgátló politejsav kompozitéhoz képest. [VI]
3. **Elsőként mutattam rá, hogy egy szenesedő adalék felület/térfogat aránya számottevő hatással van a felhabosodó égésgátló rendszerben mutatkozó hatékonyságára.** Politejsav (PLA) mátrixban 15% ammónium-polifoszfát (APP) mellett 3% (2-hidroxi-propil)- β -ciklodextrin (CD) típusú szenesedő komponens hatását szemcsés por formában, valamint elektrosztatikus szálképzéssel mikronizált, őrölt szál formában adagolva vettem össze. Megállapítottam, hogy azonos mennyiségű, hagyományos por adalék hatásához képest a mikroszál CD jelentősen megnövelte az égésgátló PLA oxigénindex értékét (28.0%-ról 31.0%-ra), továbbá nagyobb mennyiségű szenes maradékot eredményezett mind a termogravimetriás elemzés, mind a kónikus kaloriméteres vizsgálat során. Az oligoszacharid szenesedő ágens speciális mikroszál szerkezetének előnye az APP-vel történő hatékony kölcsönhatás és a megnövekedett hő- és mechanikai ellenálló-képességű szenes védőréteg kialakításában rejlik. [III, V]
4. **Új CD-PSil égésgátló adalékot állítottam elő (2-hidroxi-propil)- β -ciklodextrin (CD) foszforos szilán (PSil) vegyülettel történő reaktív módosításával.** Politejsavban 15% ammónium-polifoszfát mellett alkalmazott 3% CD-PSil biztosítja az UL-94 éghetőségi szabvány szerinti V-0 besorolást, továbbá 25.0%-ról 32.5%-ra növeli az oxigénindexet. Kimutattam, hogy a CD-PSil égésgátló hatása is fokozható az adalék felület/térfogat arányának növelésével. Elektrosztatikus szálképzéssel gyártott, mikroszál szerkezetű CD reaktív felületkezelésével nyert CD-PSil adalék 15% APP mellett 3%-ban alkalmazva 25.0%-ról 37.5%-ra növeli a politejsav oxigénindexét. [V]
5. **Eljárást dolgoztam ki ammónium-polifoszfát szorbit alapú bioepoxigyantával történő mikrokapszulázására.** Az optimalizált összetételű mikrokapszulázott adalék könnyen kezelhető (kombinált) formában alkot felhabosodó égésgátló adalékrendszert, amelyben a

bioepoxi gyanta tölti be a szenesedő komponens szerepét. A mikrokapsulázott adalék megnövelt égésgátló hatékonyságát politejsavban bizonyítottam. Az ammónium-polifoszfát bioepoxi gyantával történő bevonatolásának további előnyei, hogy jobb határfelületi kölcsönhatást biztosít a politejsav mátrix és az adalék közt, növeli a kompozit húzó rugalmassági moduluszát, továbbá mérsékli az égésgátló adalék vízérzékenységét és kimosódását. [I, IV]

7 Publikációk

7.1 Kapcsolódó cikkek

- I. Decsov K, Bocz K, Szolnoki B, Bourbigot S, Fontaine G, Vadas D, Marosi G (2019) Development of Bioepoxy Resin Microencapsulated Ammonium-Polyphosphate for Flame Retardancy of Polylactic Acid. *Molecules* 24:4123. <https://doi.org/10.3390/molecules24224123> . IF: 3.346; I:19, FI:15.
- II. Bocz K, Szolnoki B, Farkas A, Verret E, Vadas D, Decsov K, Marosi G (2020) Optimal distribution of phosphorus compounds in multi-layered natural fabric reinforced biocomposites. *Express Polymer Letters* 14:606–618. <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2020.50>. IF: 3.531; I:9, FI:8.
- III. Decsov K, Takács V, Marosi G, Bocz K (2021) Microfibrous cyclodextrin boosts flame retardancy of poly(lactic acid). *Polymer Degradation and Stability* 191:109655. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109655>. IF: 4.980; I:19, FI:17.
- IV. Nguyen Thanh TT, Decsov KE, Bocz K, Marosi G, Szolnoki B (2022) Development of Intumescent Flame Retardant for Polypropylene: Bio-epoxy Resin Microencapsulated Ammonium-polyphosphate. *Periodica Polytechnica-Chemical Engineering* 66:313–324. <https://doi.org/10.3311/PPch.19468>. IF: 1.620; I:3, FI:3.
- V. Decsov KE, Ötvös B, Marosi G, Bocz K (2022) Microfibrous cyclodextrin boosts flame retardancy of poly(lactic acid) II - phosphorous silane treatment further enhances the effectivity. *Polymer Degradation and Stability* 200:109938. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2022.109938>. IF: 6.137; I:5, FI:5.
- VI. Decsov KE, Ötvös B, Nguyen TTT, Bocz K (2023) The Effect of Cellulose Fibre Length on the Efficiency of an Intumescent Flame Retardant System in Poly(lactic acid). *Fire* 6:97. <https://doi.org/10.3390/fire6030097>. IF: 3.140; I:-, FI:-.

7.2 További cikkek

- VII. Bocz K, Decsov KE, Farkas A, Vadas D, Bárány T, Wacha A, Bóta A, Marosi G (2018) Non-destructive characterisation of all-polypropylene composites using small angle X-ray scattering and polarized Raman spectroscopy. *Composites Part A-Applied Science And Manufacturing* 114: 250–257. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.08.020>. IF:6.993; I:7, FI:5.
- VIII. Bordácsné Bocz K, Ronkay FG, Decsov KE, Molnár B, Marosi G (2021) Ütésálló poli(etilén-tereftalát) előállítás hulladék felhasználásával. *MŰANYAGIPARI SZEMLE* 2021/0 (1). pp. 1-17. ISSN 1785-7856.
- IX. Bocz K, Ronkay F, Decsov KE, Molnár B, Marosi G (2021) Application of low-grade recycle to enhance reactive toughening of poly(ethylene terephthalate). *Polymer Degradation And Stability* 185:109505. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109505>. IF: 4.980; I:8, FI:5.

- X. Lukács N, Decsov KE, Molnár B, Ronkay F, Bocz KB (2023) Increased processing temperature assisted reactive toughening of poly(lactic acid). Express Polymer Letters 17:169–180.
<https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2023.12>. IF: 3.141; I:-, FI:-.

7.3 Szóbeli előadások

- XI. Decsov K, Bocz K, Marosi G; "Raman spectroscopic characterisation of self-reinforced polypropylene composites", 13th International Conference "Students for Students", 2016 Ápr 13-17, Kolozsvár, Románia
- XII. Decsov K, Bocz K, Baranyi B, Bourbigot S, Szolnoki B, Fontaine G, Vadas D, Marosi G; "Development of bioepoxy resin microencapsulated ammonium polyphosphate for flame retardancy of polylactic acid", International Conference on Bio-based Polymers and Composites, 2018 Szept 2-6, Balatonfüred

7.4 Poszter előadások

- XIII. Decsov K, Bocz K, Baranyi B, Bourbigot S, Szolnoki B, Fontaine G, Sarazin J, Vadas D, Marosi G; "Development of bioepoxy resin microencapsulated ammonium-polyphosphate for flame retardancy of polylactic acid", European meeting on fire retardant polymeric materials 2019 Jún 26-28, Turku, Finnország
- XIV. Decsov K, Bocz K, Baranyi B, Bourbigot S, Szolnoki B, Fontaine G, Sarazin J, Vadas D, Marosi G; "Development of bioepoxy resin microencapsulated ammonium-polyphosphate for flame retardancy of polylactic acid", 1st George Olah Conference 2019 Szept 23, Budapest
- XV. Decsov K, Ötvös B, Marosi G, Bocz K; "Phosphorus-treated microfibrillar cyclodextrin boosts flame retardancy of poly(lactic acid)", 2nd George Olah Conference, 2021 Szept 15, Budapest
- XVI. K. Decsov, B. Ötvös, G. Marosi, K. Bocz; "Phosphorus-treated microfibrillar cyclodextrin boosts flame retardancy of poly(lactic acid)", European Meeting on Fire Retardant Polymeric Materials, 2021 Aug 29, Budapest
- XVII. Decsov K, Ötvös B, Marosi G, Bocz K; "The effect of cellulose fibre length on the efficiency of an intumescent flame retardant system in poly(lactic acid)", 3rd international conference on eco-friendly flame retardant additives and materials, 2022 Máj 17-18, Alés, Franciaország
- XVIII. Decsov K, Ötvös B, Marosi G, Bocz K; "Development of silica microfibrillar and application as flame retardant additives in poly(lactic acid)", Fire and Polymers – 2022 Jún 5-8, Napa, Egyesült Államok
- XIX. Decsov K, Ötvös B, Marosi G, Bocz K; "Development of silica microfibrillar and application as flame retardant additives in poly(lactic acid)", 4th George Olah Conference, 2022 Szept 26, Budapest
- XX. Decsov K, Cserni V, Marosi G, Bocz K; "Development of an alginate-based additive for flame retardancy of polylactic acid", European Meeting on Fire Retardant Polymeric Materials, 2023 Jún 26-29, Zürich, Svájc