



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem  
Vegyészmérnöki és Biomérnöki Kar  
Fizikai Kémiai és Anyagtudományi Tanszék  
Műanyag- és Gumiipari Laboratórium

## **Elasztomerrel módosított PP/szizál kompozitok ütésállósága**

**TDK-dolgozat**

Készítette:

Bartos András

Műanyag- és száltechnológiai mérnöki MSc.

Témavezető:

Dr. Móczó János

Budapest, 2015

# Tartalomjegyzék

1. 1. Bevezetés.....	2
2. 2. Irodalmi háttér.....	4
2.1. Komponensek tulajdonságai.....	5
2.2. Természetes alapú töltőanyagok, szálak alkalmazása a kompozitokban.....	5
2.3. A szizál, mint természetes erősítőanyag.....	8
2.4. Elasztomer és ütésállóság.....	10
2.5. Határfelületi kölcsönhatások.....	12
2.6. Szerkezet.....	15
2.7. Mikromechanikai deformációs jelenségek.....	18
3. Kísérleti rész.....	21
3.1. Felhasznált anyagok.....	21
3.2. Mintakészítés.....	22
3.3. Vizsgálati módszerek.....	22
4. Eredmények és kiértékelésük.....	24
4.1. A szizál tartalom hatása a kompozitok tulajdonságaira.....	24
4.2. Az elasztomer hatása a tulajdonságokra.....	34
4.3. Különböző száltípusok alkalmazása a kompozitokban.....	39
5. Összefoglalás.....	43
6. Köszönetnyilvánítás.....	45
7. Irodalomjegyzék.....	46

## 1. Bevezetés

A XXI. században a műanyagok életünk fontos részét képezik, előállításukat és felhasználásukat növekvő tendencia jellemzi országunkban és világszinten is. A polimerek igen változatos szerkezetének köszönhetően a műanyagok számos felhasználási területen – mint például a járműipar, építőipar, csomagolóipar, vagy elektronikai ipar – előfordulnak, napjainkban a legkülönbözőbb műanyagipari termékekkel találkozhatunk. Elterjedésüket segítette a sűrűségükhöz képest jó műszaki tulajdonságuk, jó ellenálló képességük, a termelékeny gyártás és az alapanyagok alacsony ára is. A polimerekkel kapcsolatos kutatásoknak köszönhetően a műanyagok fejlődése és felhasználása várhatóan a jövőben is jelentősen emelkedni fog.

Az utóbbi évtizedekben a kompozitok, társított polimer rendszerek térhódítása is jelentőssé vált. Töltőanyagként gyakran használnak falisztet, talkumot vagy kalcium-karbonátot, amelyeket a mátrixba keverve a termék ára csökkenthető. Faliszt erősítésű rendszerek esetében a töltőanyag-tartalom elérheti az 50 – 70 %-ot is, amely jelentős költségcsökkenést jelent. A mátrixhoz kevert töltőanyag a termék mechanikai tulajdonságait is befolyásolja, merevségét növeli, a zsugorodást a feldolgozás során csökkenti. A fentebb említett töltőanyagok mellett napjainkban egyre népszerűbbek a természetes szálakat tartalmazó polimerek. Ezek a szálak a hagyományos töltőanyagokhoz hasonlóan viszonylag olcsón beszerezhetőek, kis sűrűség és jó specifikus tulajdonságok jellemzik őket, nem utolsósorban más erősítő szálakkal ellentétben biológiai úton lebomlanak. [1] Ennek kiemelkedő jelentősége lehet a napjainkban egyre súlyosabb problémát kiváltó hulladékkezeléssel kapcsolatban.

A töltőanyagok alkalmazásának számos előnye mellett meg kell említeni, hogy bár a kompozit merevsége minden esetben növekszik, ugyanakkor ezzel párhuzamosan a termék ütésállósága csökkenni fog. A csökkenő ütésállóságot azzal kompenzálhatjuk, ha elasztomert keverünk a rendszerhez. A különböző szálal erősítőanyagok mellett elasztomerek széles skálája áll a rendelkezésünkre. A tulajdonságok tovább javíthatók kapcsolóanyagok alkalmazásával, amelyek a töltőanyag és a mátrix közötti határfelületi kölcsönhatások megváltoztatására szolgálnak.

A fent leírtak alapján kiderül, hogy számos kompozit akár 3-4 komponenst is tartalmazhat, az így kialakított heterogén rendszer szerkezete és tulajdonságai igen tág határok között változhatnak.

A kutatásom során a szizál, mint természetes szál, valamint SEBS (sztirol-etilén/butilén-sztirol), mint elasztomer tulajdonságokra gyakorolt hatását vizsgáltam. Extrúzióval granulátumot állítottam elő széles összetételi tartományban, majd a próbatesteket fröccsöntéssel állítottam elő. Munkám célja a PP/szizál/elasztomer rendszerekben lejátszódó mikromechanikai deformációs és tönkremeneteli folyamatainak, illetve a háromkomponensű rendszerek ütésállóságát meghatározó tényezők feltárása volt.

## 2. Irodalmi háttér

Ahogy már a bevezetésben is említettem, a műanyagok – mint építő- és autóiipari termékek, csomagolóanyagok, mindennapi használati tárgyaink – életünk fontos részét képezik. A polimerekkel kapcsolatos kutatások az elmúlt évszázad első harmadában kezdődtek meg, a termékek tömeggyártásának kezdete is nagyjából erre az időszakra tehető. Az elmúlt évtizedekben a műanyagok használatára vonatkozó kereslet rohamosan növekedett, ezért szükséges az előállítási, illetve feldolgozási technológiák folyamatos fejlesztése és természetesen az alapanyagokkal kapcsolatos ismeretanyag további növelése.

A műanyagok globális felhasználást tekintve az 1980-as évektől meredek fejlődés tapasztalható, a '90-es évek közepétől a térfogat szerinti alkalmazásuk folyamatosan meghaladja az acélét. A gazdasági válság természetesen a műanyagipart sem kerülte el, de további fejlődés a jövőben is várható. [2] A termékek iránti igény Magyarországon is töretlen, a legutolsó rendelkezésünkre álló adatok alapján 2013-ban is növekedés mutatkozott az elmúlt évhez képest. Korszerűsödött a termékválaszték és a műszaki műanyagok felhasználása szintén jelentős mértékű. [3]

A szerkezeti anyagokkal szemben támasztott egyre magasabb követelmények miatt a kutatók és fejlesztők folyamatosan új megoldások kidolgozásán munkálkodnak, amire az egyik lehetséges megoldást a polimer társított rendszerek alkalmazása. Kompozitokkal már régóta, a természetben is találkozhatunk, azonban ipari, szerkezeti anyagként való hasznosításuk az utóbbi évtizedekben kerültek előtérbe. Mátrixuk lehet valamilyen hőre lágyuló vagy hőre keményedő polimer, amelyhez a megfelelő erősítő fázist adagolva érhetünk el jobb tulajdonságokat. A kompozitok tulajdonságai széles határok között változtathatóak a polimer mátrix, illetve az erősítőanyag gondos megválasztásával. Kitűnő és az igényekhez igazodva változtatható a szilárdságuk, továbbá merevségük és korrózióállóságuk mellett pedig fontos kiemelni a hagyományos szerkezeti anyagokéhoz képest alacsony sűrűségüket.

A polimerek merevsége töltőanyagok, erősítő fázisok hozzáadásával növelhető, ütésállóságuk azonban a legtöbb esetben ezzel egyidejűleg jelentősen csökken. Ennek a kompenzálására elasztomert adnak a rendszerhez. Az így kialakult polimer/elasztomer/erősítőanyag háromkomponensű heterogén rendszerek tulajdonságait, mint minden heterogén polimer

rendszer tulajdonságát alapvetően négy tényező határozza meg: összetétel, a komponensek jellemzői, a szerkezet és a határfelületi kölcsönhatások.

### ***2.1 A komponensek tulajdonságai***

A munkám során előállított heterogén rendszerek három, illetve négy komponensből álltak, ezért fontos a komponensek tulajdonságait egyenként megvizsgálnunk. A mátrix tulajdonságai alapvetően meghatározzák az erősítés mértékét. Az erősítés mértéke annál kisebb, minél nagyobb a mátrix merevsége.[4] Minden mintában mátrixként polipropilént használtam, töltőanyagként szizál szálakat adtam a rendszerhez, az ütésállóság javítására pedig két fajta elasztomert: sztírol-etilén / butilén-sztírol (SEBS) és maleinsav-anhidriddel ojtott sztírol-etilén / butilén-sztírol (SEBS-g-MA) kopolimereket alkalmaztam. Az SEBS elasztomert tartalmazó mintákhoz kapcsolóanyagként maleinsav-anhidriddel ojtott polipropilént (MAPP) használtam a határfelületi kölcsönhatások javításának érdekében. A töltőanyag, az elasztomer és a kapcsolóanyag jellemzésére az alábbi fejezetekben térek ki.

### ***2.2 Természetes alapú töltőanyagok, szálak alkalmazása a kompozitokban***

A töltőanyagok alkalmazása a műanyag- és gumiiparban már több évtizede jelentős mértékű, elég csak a korom gumiabroncs-gyártásban való használatára gondolnunk. Az elmúlt évszázad második felében egyre inkább előtérbe került a környezettudatosság, így a biológiailag lebomló, természetes eredetű töltőanyagok alkalmazása is.

Természetes szál alatt érthetünk állati vagy növényi eredetű anyagokat is, kompozitok előállításánál azonban az utóbbi terjedt el. Bár már évek óta használják az említett szálakat társított rendszerekben, az üvegszál, a szénszál és a szintetikus polimer szálak kiemelkedő tulajdonságai némileg háttérbe szorította őket, azonban az utóbbi időben ismét megnőtt irántuk az érdeklődés, főként ökológiai szempontokat tekintve, illetve jogi irányelvek miatt. [5] Ennek kapcsán több gyártó is igyekszik a természetben megtalálható szálak anyagok felhasználását bevezetni az üvegszállal vagy más ásványi alapanyagú töltőanyaggal szemben. Több korábbi tanulmányban a természetes szálak életút-analízise alapján arra jutottak a kutatók, hogy ezeknek a töltőanyagoknak az alkalmazása sokkal környezetkímélőbb, mint az üvegszállal erősített anyagok esetében. Ennek okai, hogy „előállításuk”, kezelésük, szállításuk kevesebb környezetszennyező hatással jár, biológiailag lebomlanak, ezen kívül elégetésük során energia is nyerhető. [6,7]

A szálak kémiai felépítése és szerkezete nagyon különböző lehet, a nyersanyag lelőhelytől és a változó feldolgozási eljárásoktól függően. Komplex, három-dimenziós anyagokról beszélünk, melyek fő alkotórészei a cellulóz, hemicellulóz, pektinek és lignin. [8] A legnagyobb mennyiségben felhasznált természetes szálak kémiai összetétele az **1. táblázatban** látható. A legtöbb természetes eredetű szál – mivel fő alkotója a cellulóz – sűrűsége 1,5 g/cm<sup>3</sup> körüli maximum értékkel rendelkezik, a szerves ásványi anyag alapú anyagok pedig 2,5 – 4,0 g/cm<sup>3</sup> sűrűséggel is előfordulhatnak. Ez nem kis különbség, feltételezve, hogy egyes műanyag termékek akár 50 – 70 % töltőanyagot is tartalmazhatnak. Továbbá ezeknek az anyagoknak az ára is jóval alacsonyabb, mint a régebb óta használt ásványi anyagoké, melynek oka, hogy szinte korlátlan mennyiségben rendelkezésünkre állnak, folyamatosan megújuló alapanyagok.

**1. táblázat:** *Néhány természetes szál kémiai összetétele [9]*

		Cellulóz (wt%)	Hemicellulóz (wt%)	Lignin (wt%)	Pektin (wt%)
Szár vagy kéreg típusok	Len	71-78	18,6-20,6	2,2	2,3
	Kender	70,2-74,4	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9
	Juta	61-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2
	Csalán	86	4	5,4	0,6
Levél típusok	Szizál	67-78	10-14	8-11	10
	Ananász	80-83	15-20	8-12	2-4
	Abaka	56-63	21,7	12-13	1
Mag típusok	Pamut	85-90	5,7	0,7-1,6	0-1
	Kókusz	36-43	0,15-0,25	41-45	3-4
Fa típusok	Kemény fa	43-47	25-35	16-24	-
	Puhafa	40-44	25-29	25-31	-

Az előnyök mellett nem szabad megfeledkezni a hátrányokról sem. Elsősorban az éghajlattól való függés okozhat problémákat, ugyanis egy szál anyag tulajdonságait nagyban befolyásolja adott termelési terület, adott időszakában esett csapadék mennyisége és a napsütéses órák száma is. Ezen kívül minden természetes szál tartalmaz – ha akár csekély mennyiségben is – további kis molekulatömegű szerves vagy szervesetlen komponenseket. Ezeknek a kisebb mennyisége is nagy hatással lehet olyan tulajdonságra, mint a szín, szag vagy ellenálló képesség (például környezeti hatásokkal szemben), így bizonyos mértékben

korlátozzák a szálak társított rendszerekben történő. [10] A szálerősítésű kompozitok tulajdonságait befolyásoló legfontosabb tényezők a szálak orientációja, a szálak hossza, illetve a szál és a mátrix közötti kölcsönhatás erőssége. A nagyon jó szál és a mátrix közötti adhézió, elengedhetetlen a szálerősítésben rejlő előnyök kihasználásához. A szál és a mátrix közötti tökéletes adhéziót reaktív felületkezeléssel biztosítják. Ennek feltétele olyan rendszer-specifikus kapcsolóanyagok kiválasztása és használata, amelyek mindkét komponenssel reagálnak [11]

A természetes szálakkal erősített kompozitok mechanikai tulajdonságait nagymértékben meghatározza többek között a szál típusa, annak kezelési módszere, a mátrix típusa, az adalékanyagok és a feldolgozási eljárás is. A természetes szálak műanyaghoz való hozzáadása növeli a merevséget a sűrűség vagy az ár növelése nélkül. [12] A **2. táblázatban** feltüntettem néhány természetes és szintetikus eredetű szál mechanikai tulajdonságait.

**2. táblázat:** *Néhány fontosabb természetes és szintetikus szál mechanikai tulajdonsága [5,13]*

Száltípus	Sűrűség (g/cm <sup>3</sup> )	Szilárdság (MPa)	Nyúlás (%)
Üvegszál	2,49	2700	4,5
Kevlar	1,44	2800	2,5
Nylon 6	1,14	503-690	1745
Polipropilén	0,91	170-325	80-100
Poliészter	1,38	270-730	12-55
Pamut	1,21	287-597	2-10
Len	1,38	345-1035	1,2-3,0
Kender	1,35	580-1100	1,6-4,5
Juta	1,23	187-773	1,5-3,1
<b><i>Szizál</i></b>	<b><i>1,20</i></b>	<b><i>507-855</i></b>	<b><i>1,9-3,0</i></b>
Puhafa	1,4	100-170	nincs adat
Keményfa	1,4	90-180	nincs adat

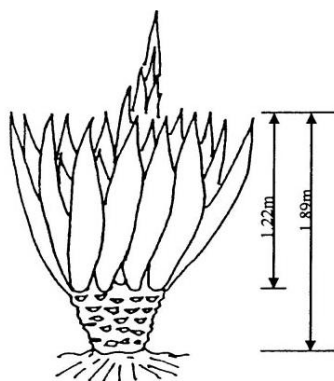
A második táblázatban szereplő adatok alapján megállapítható, hogy a természetes szálak esetében nem kapunk jól definiált szakítószilárdság és szakadási nyúlás értéket. Ennek az okai lehetnek, hogy a mérési körülmények eltérőek lehetnek, a vizsgált szálak más fajta előkezelést kaptak vagy éppen a fentebb említett környezeti hatások, tehát az adott éghajlat időjárása, ahol



a növényt természetették. Az általunk kiválasztott szizál szálak a többi természetes szálhoz képest kis sűrűséggel rendelkeznek, továbbá a szilárdsága és a nyúlása is – bár a táblázat alapján tág tartományban – kielégítő értékekkel rendelkeznek. Azt vártuk, hogy az általunk készített kompozitban a szizál, mint természetes erősítő anyag a jó nyúlási értékei miatt az ütésállóságot növelni fogja.

### 2.3 A szizál, mint természetes erősítőanyag

A szizál szál egy ígéretes kompozit-erősítő anyag, köszönhetően alacsony árának és sűrűségének, magas szilárdságának és modulusának, nem káros az egészségre, ezen kívül könnyen hozzáférhető számos országban és gyorsan megújul. Hagyományosan kötélként, szőnyegként, esetleg dísz tárgyként használták, az utóbbi időben kezdték el alkalmazni, mint erősítőanyagot. [14] A szizál egy agavéfajta – *Agave Sisalana* – ami akár 1,5 – 2 méter magasra is nőhet és kard alakú levelei vannak. A nyugati féltekén őshonos, de Brazília mellett Tanzánia a másik fő kitermelő ország. [15] Élettartama körülbelül 7 – 10 év, a levelek színe sötétől a halványzöldig terjedhet. A levelei hozzávetőlegesen 1 – 2 méter hosszúak, 10 – 15 cm szélesek és 6 mm vastagok lehetnek. [13] Egy növény nagyjából 200 – 250 levéllel rendelkezik, melyek mindegyike 1000 – 1200 szálköteget tartalmaz, ezek összetétele 4 % szál, 0,75 % kutikula, 8% szárazanyag és 87,25 % víz. [16] Az előállítási metódus Chand és társai, valamint Mukherjee és Stayanarayana által lett leírva: áztatják, hántolják, végül bő vízzel mossák, eltávolítva ezzel a felesleges hulladékot, mint a klorofil, levélnedvek és a tapadó anyagokat. [15,16] Az **1. ábrán** egy vázlat és maga a szizál növény látható, amelyből az erősítéshez szükséges szálakat nyerik.



(a)



(b)

**1. ábra:** Vázlat (a) és fénykép (b) a növényről

A szálak kémiai összetételével kapcsolatban számos csoport foglalkozott [17-20], például Wilson azt találta, hogy a szál 78 % cellulózt, 8 % lignint, 10 % hemicellulózt és egyéb anyagokat tartalmaz, ezzel szemben Rowell szerint csak 43 – 56 % a cellulóztartalom, újabban pedig Joseph és társai 85 – 88 % cellulózzal jelentettek. A változó összetételek ugyancsak a különböző forrásokból, korból és mérési körülményekből adódnak. Szerkezet szerint a szálak valójában üreges „al-szálakból” állnak. A sejtfalak spirálisan orientált cellulózzal vannak erősítve, hemicellulóz és lignin mátrixban, mondhatjuk úgy is, hogy mikroszálak cellulóz-erősítésű lignocellulóz kompozitot kapunk. Mivel a cellulóz egy hidrofil polimer a nagyszámú hidroxil csoportok miatt, a szizál szál is hidrofil tulajdonságokkal fog rendelkezni, amely tulajdonság nagyon gyenge határfelületi kölcsönhatásokhoz vezet a szál és a hidrofób polimer mátrix között. Ennek a kedvezőtlen hatásnak a módosításával már régóta foglalkoznak a kutatók, a későbbiekben erre még visszatérek.

Fung és munkatársai tanulmányozták a szizál szállal erősített polipropilén (PP) mátrixú kompozitok feldolgozási módszerét is. [21] A választásuk azért esett a polipropilénre, mert ez az anyag kapja az egyik legnagyobb figyelmet a természetes szálerősítésű társított rendszerek előállításánál. A tömeggyártás során leggyakrabban fröccsöntést alkalmaznak, a szizál erősítésű polipropilén esetében pedig a magas ömledék hőmérséklet következtében a szál termikus degradációt szenvedhet. Ez az oka a szál – ezáltal a legyártott termék – elszíneződésének (sötétebb lesz) és a feldolgozás során tapasztalható szagra. A szálak túl erős termikus degradáció a polimer kompozit tulajdonságromlásához is vezethet.

Természetes szálak alkalmazásakor nem szabad megfeledkeznünk azok méretéről és alakító tényezőjéről sem, mely tulajdonságok az anizotrópiát jellemzik. Az alakító tényező a részecske hosszúságának és átmérőjének hányadosa, egy gömb alakú szemcse alakító tényezője 1, mivel hosszúsága és szélessége megegyezik. A töltőanyag szálak jellege az alakító tényező növekedését okozza, amellyel megfelelő orientáció esetén nagyobb erősítő hatás érhető el. Korábbi tanszéki kutatás már foglalkozott a faliszt jellemzőinek meghatározásával [22], a szizál tulajdonságairól pedig irodalomkutatásom során tájékozódhattam. Mivel a szálak jellemzése módszertől és laboroktól függően nagymértékben változhatnak, ezért a **3. táblázat** csak szemléltető jellegű.

### 3. táblázat: Faliszt és szizál szál alaki tényezője

Szál típusa	Hosszúság ( $\mu\text{m}$ )	Átmérő ( $\mu\text{m}$ )	Alaki tényező
Arbocel CW 630 (faliszt)	93,5	33,3	3,5
Filtracel EFC 1000 (faliszt)	363,4	63,9	6,8
Szizál	~1000	~27	~37

#### 2.4 Elasztomer és ütészállóság

A polimer kompozitok ütészállóságának gyakorlati szempontból is jelentős szerepe van. Töltőanyagot és elasztomert tartalmazó polipropilént használnak napjainkban a gépjárművek lökhárítójának alapanyagaként is, [23] így nem nehéz levonni azt a következtetést, hogy a szerkezeti anyagként használt heterogén polimer rendszerek akkor a legmegfelelőbbek, ha a magas merevség mellett az ütészállóságuk is kitűnő. A gyakorlat azonban azt mutatja, hogy a merevség növekedésével az ütészállóság csökkenni fog, tehát a töltőanyag hozzáadásával a merevséget pozitívan befolyásoljuk, azonban az ütészállóság romlik. [24,25] Mivel a kompozitok ütészállóságát elasztomerek hozzáadásával tudjuk javítani, ezért fontosnak tartom, hogy egyszerre tárgyaljam őket.

A munkám során felhasznált SEBS (sztirol-etilén / butilén-sztirol) egy termoplasztikus, azaz hőre lágyuló elasztomer. A termoplasztikus elasztomerek (TPE) alkalmazásának nagy előnye, hogy a műanyagoknál megszokott egyszerű, gyors és olcsó alakadó eljárásokkal (fröccsöntés, extrudálás) készíthető el a termék. Az SEBS a hőre lágyuló elasztomereknek azon csoportjába tartozik, amelyeket hőre lágyuló polimerek és elasztomerek blokk-kopolimerizálásával állítanak elő. [26] Az SEBS másik fajtája, amikor maleinsav-anhidridet ojtanak a láncra (SEBS-g-MA vagy SEBS-MA, esetleg MASEBS), így elősegítve a mátrixba diszpergált töltőanyag és elasztomer közötti kölcsönhatás kialakulását.

Az utóbbi évtizedekben több kutatás is foglalkozott a SEBS és SEBS-g-MA polimer kompozitokra gyakorolt hatásával. Oksman és Clemons elasztomer és töltőanyag befolyását vizsgálta faliszttal töltött polipropilén mintákban. Méréseik során vizsgálták az EPDM, EPDM-MA és SEBS-MA elasztomerekkel töltött társított rendszerek mechanikai tulajdonságait. Eredményeik szerint a modulus az elasztomerek hozzáadása során csökkent, a szakadási nyúlás azonban minden esetben nőtt, a csak polipropilént tartalmazó mintához képest. A legjelentősebb változást az ütészmechanikai vizsgálatok során tapasztalták. A töréshez

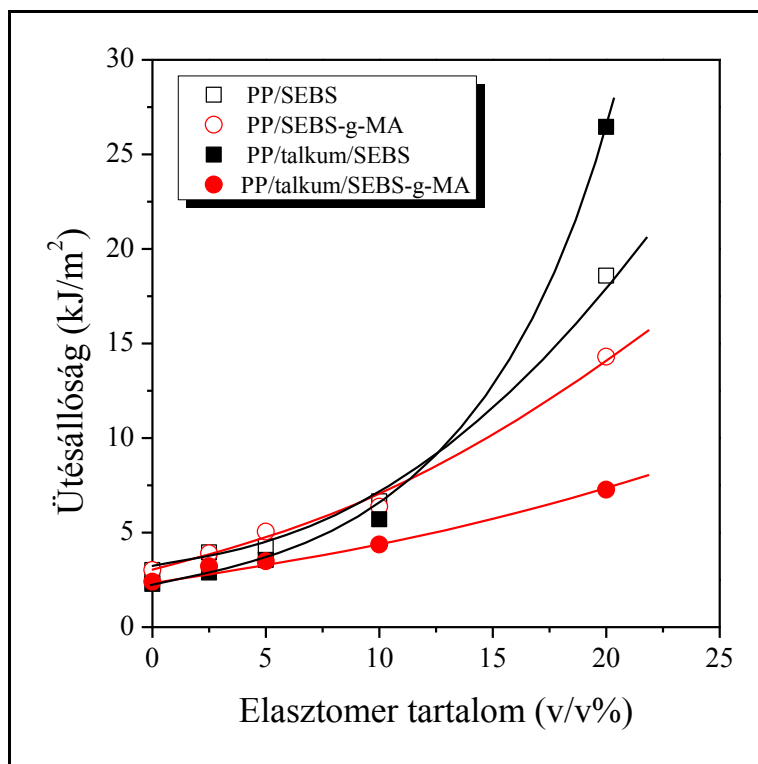
szükséges energia és az ütésállóság minden elasztomer esetében nőtt, a legjobb hatása pedig az SEBS-g-MA elasztomernek volt. Bemetszett próbatestek vizsgálatánál nagyjából kétszer akkora értéket kaptak, mint a tiszta PP minták törési vizsgálatánál. [27]

**4. táblázat:** *Shu-Kai Yeh és társai tanulmányának eredményei*

Mátrix	Faliszt m/m%	Szakítószilárdság (MPa)	Rugalmassági modulus (GPa)	Ütésállóság (J/m)
PP	50	21,76	4,1	80
2 m/m % PP-g-MA	50	41,48	4,18	153,24
2 m/m % PP-g-MA + 1 m/m % SEBS-g-MA	50	40,45	3,99	206,5
2 m/m % PP-g-MA + 2 m/m % SEBS-g-MA	50	38,92	3,77	214,82
2 m/m % PP-g-MA + 5 m/m % SEBS-g-MA	50	37,93	3,72	239,15
3 m/m % SEBS-g-MA	50	33,79	3,44	216,48
3 m/m % PP-g-MA	50	41,76	4,14	160,56

Egy 2011-es tanulmányban valójában a kapcsolóanyag befolyásoló hatását vizsgálták a mechanikai tulajdonságra, azonban a cikkben közölt adatokból is nyilvánvalóan látszik, hogy a munkánk során használt SEBS-g-MA pozitív hatással van a termékek ütésállóságára. Természetesen nem szabad megfélekednünk az elasztomer modulusra gyakorolt hatásáról sem, a jelenléte, bár nem nagymértékben, de rontotta a minták merevségét. Az irodalomban talált adatokat a **4. táblázatban** szemléltetés céljából mutatom be. [28]

A fent említett csoportokon kívül többen is foglalkoztak az elasztomerek, azon belül is az SEBS vagy SEBS-g-MA mechanikai tulajdonságokra gyakorolt hatásával. [29, 30] Az eredmények valamennyi esetben alátámasztották, hogy az általunk választott TPE keverése a társított rendszerhez pozitívan befolyásolja az ütésállóságot. A **2. ábrán** egy olyan kutatás eredményét mutatom be, ahol polipropilén, talkum és SEBS háromkomponensű rendszerét vizsgálták.



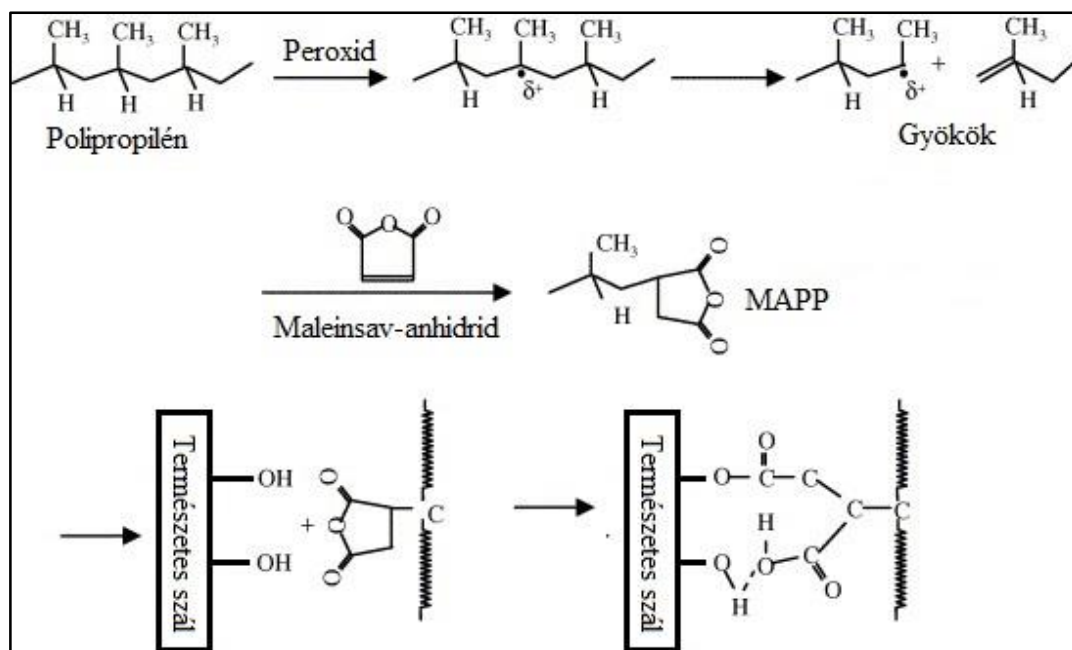
**2. ábra:** Az elasztomertartalom ütésállóságot befolyásoló hatása háromkomponensű PP/talkum/SEBS, illetve PP/talkum/SEBS-g-MA rendszerekben. [30]

## 2.5 Határfelületi kölcsönhatások

A társított rendszerekben kialakuló szerkezet és a bennük lejátszódó mikromechanikai deformációs folyamatok megértéséhez elengedhetetlen megértenünk a részecskék között ható határfelületi kölcsönhatásokat. A természetes töltőanyagokkal erősített kompozitok egyik legnagyobb hátránya, hogy szál és a polimer között gyenge kölcsönhatás alakulhat ki. [31] Ezen kívül kompozitokban nagy töltőanyag-tartalomnál a faliszt szemcsék nagy méretük és kis felületi feszültségük ellenére pusztán geometriai okokból aggregálódhatnak és a mátrixban való diszpergálhatóságuk romlik. Ez a két tényező a termék mechanikai tulajdonságait negatívan befolyásolja. [32] Ennek az az oka, hogy a terhelést általában a mátrixban jól diszpergált szálak viselik, a gyenge kölcsönhatások következtében pedig a szálak egyszerűen kihúzódnak a polimerből. A gyakorlatban a polipropilén az egyik leggyakrabban alkalmazott mátrixanyag, azonban mivel nem rendelkezik funkciós csoportokkal, nem tud kovalens kötést kialakítani a töltőanyaggal. Ennek következtében csak gyenge, másodlagos van der Waals kölcsönhatások alakulnak ki a két komponens között, ami nem elegendő a megfelelő szálerősítés eléréséhez.

A kialakuló kölcsönhatás javítása érdekében már számos megoldás született. A felületi kezeléseket két nagy csoportba lehet osztani, az egyik a fizikai, a másik a kémiai. Fizikai kezeléseik közül korona-kisüléses [33], hidegplazmás [34] vagy hőkezelést [1] alkalmaznak a leggyakrabban, azonban ezek nem hoznak létre kovalens kötéseket a töltőanyag és a mátrix között, csak a szemcsék felületi energiáját változtatják meg. A másik módszer a kémiai a felületmódosítás, amit szintén feloszthatunk két csoportra. A nem-reaktív kezelés során a szemcse felületét vonjuk be valamilyen kis molsúlyú szerves vegyülettel. Erre az olyan molekulák alkalmasak, melyek poláris csoportjai a szemcse felületén kötődnek meg, az apoláris részük pedig csökkentve a felületi energiát, csökkentik a szemcse-szemcse közötti kölcsönhatást segítve ezzel a diszpergálhatóságot. Ilyen vegyületek az amfipatikus molekulák, mint például a sztearinsav, amelyet  $\text{CaCO}_3$  felületkezelésére alkalmaznak. A kezelés után a szemcsék egyenletesebben oszlanak el a kompozitban, viszont a szemcse-mátrix kölcsönhatás erőssége csökken, így mérséklődik az erősítő hatás. [35] Tehát a nem-reaktív felületkezelés célja első sorban az aggregáció csökkentése. A kémiai kezeléseik másik formája a reaktív kezelés. Ezek közül a legelterjedtebbek például a benzilezés, amikor nátrium-hidroxiddal történő reakció után benzil-kloriddal kezelik a felületet. Ennek során étercsoportokat hoznak létre, ami kisebb vízfelvételhez vezet, azonban a gyenge határfelületi kölcsönhatások nem vezetnek megfelelő erősítéshez. [36] Alkáli kezelést gyakran általános lépésként használnak, hogy javítsák ezzel a további kezeléseik hatékonyságát. [37]

A töltőanyag-mátrix közötti kölcsönhatás legnagyobb mértékben kovalens kötések komponensek közötti kialakításával érhető el. A funkcionális polimerekkel történő kezelés átmenetet jelent a kémiai és a fizikai módosítások között, és az egyik legelterjedtebben használt technológia poliolefin mátrixú kompozitok esetében. Amikor a rendszerhez valamilyen funkcionális polimert adunk, amelynek funkcionális csoportjai a természetes szál OH-csoportjával reagál, eközben pedig a polimerlánc a mátrixba diffundál, így kialakítva a kapcsolatot a két komponens között. [27]



**3. ábra:** Lehetséges mechanizmus a kötések kialakulására

A polipropilén esetében többnyire maleinsav-anhidriddel ojtott polipropilént használnak, ami jelentősen növeli a kialakuló kölcsönhatások erősségét, így javítva a kompozitok tulajdonságait. A **3. ábra** egy lehetséges reakciómechanizmust mutat a mátrix és töltőanyag közötti határfelületi kötés kialakulásáról. Az ábrán az látható, hogy peroxid hatására gyökök keletkeznek, amelyek később reagálnak a maleinsav-anhidriddel, létrehozva az MAPP-t. [38]

A kompozitok készítése során felhasznált MAPP mennyiségét nem növelhettük korlátlanul, mivel az alkalmazott mennyiség szakítószilárdságra gyakorolt hatása telítési görbébe hajlik. Korábbi tanszéki kutatás is foglalkozott a különböző felületkezelési eljárások hatásával [39] A kutatás során összehasonlították az MAPP, mint funkcionális polimer, a sztearinsav és cellulóz-palmitát, mint nem-reaktív felületkezelő anyag, valamint benzilés hatását. Azt vizsgálták, hogy a különböző felületkezelések mellett mekkora lesz a határfelületi kölcsönhatások erőssége, a homogenitás, a feldolgozhatóság és a vízfelvétel. Arra a következtetésre jutottak, hogy az MAPP a felületi kölcsönhatásokat, így az erősítő hatást is növeli, azonban a többi vizsgált tulajdonságra nincs befolyással. A nem-reaktív felületkezelő szerek a homogenitást és a feldolgozhatóságot javították, míg a benzilezéssel jelentősen csökkenthető a vízfelvétel. Az eredmények azt bizonyítják, hogy a módszerek megfelelő megválasztása a célzott tulajdonságok jelentős javulásához vezet.

Néhány tanulmány a szizál felületkezelésével is foglalkozott. A többi természetes szálhoz hasonlóan a szizál felülete is hidrofíl jellegű és nagy mennyiségű vízfelvételre képes a

hidroxil-csoportjainak köszönhetően. Yang és csoportja a szizál felületi módosítása és a szilárdsági tulajdonságok közötti kapcsolatot vizsgálta. Számos módszert alkalmaztak, amelyek közül a hőkezelés (4 órán keresztül 150 °C-on) bizonyult a legjobbnak, a szizál szálak kristályosságának növelése miatt, azonban a 200 °C-on történő kezelés következtében a tulajdonságok nagymértékben romlottak a szálak degradációja miatt. [40] Chang és társai a nedvesség megkötésének redukálása érdekében acetilezést alkalmaztak, így a nedvességtartalmat sikerült 11-ről 5,45 %-ra csökkenteni, de közben a szakítószilárdság is jelentősen csökkent, ennek az oka, hogy acetilezés során a szálak hemicellulóz tartalma csökkent.[41] Singh kollégáival azt vizsgálta, hogy különböző kapcsolóanyagok milyen hatással vannak a szálak vízfelvételére. Minden esetben azt tapasztalták, hogy a módosított felületű szizál nedvességtartalma jelentősen csökkent. [42]

Összefoglalva, felületkezelési módszerek sokasága áll rendelkezésünkre a kölcsönhatások javításának érdekében, ugyanakkor a megfelelő effektus elérésre miatt nem árt alaposan tanulmányozni az eljárások hatását. Az is kiderült, hogy a kialakuló szerkezetért nagymértékben felelősek a határfelületi kölcsönhatások, amelyek a későbbiekben alapjaiban meghatározzák a kompozitok tulajdonságait.

## **2.6 Szerkezet**

A társított rendszerek tulajdonságot az összetétel önmagában nem határozza meg, azonos összetétel mellett a termék jellemzői lényegesen eltérhetnek egymástól, ha a szerkezet különbözik. Különösen a három komponenset tartalmazó rendszerek esetében alakulhatnak ki eltérő szerkezetek, mivel figyelembe kell venni a mátrix-elasztomer és a töltőanyag-elasztomer között kialakuló kölcsönhatásokat is.

A töltőanyaggal kapcsolatos jelenségek az aggregáció és az orientáció. A szemcsék összetapadása, azaz a szemcse-szemcse közötti kölcsönhatás kialakulása az aggregáció. A szemcsék között adhéziós ( $F_a$ ) és hidrodinamikai erő ( $F_h$ ) hat, az egyik az összetartásért, a másik a szétválasztásért felel.

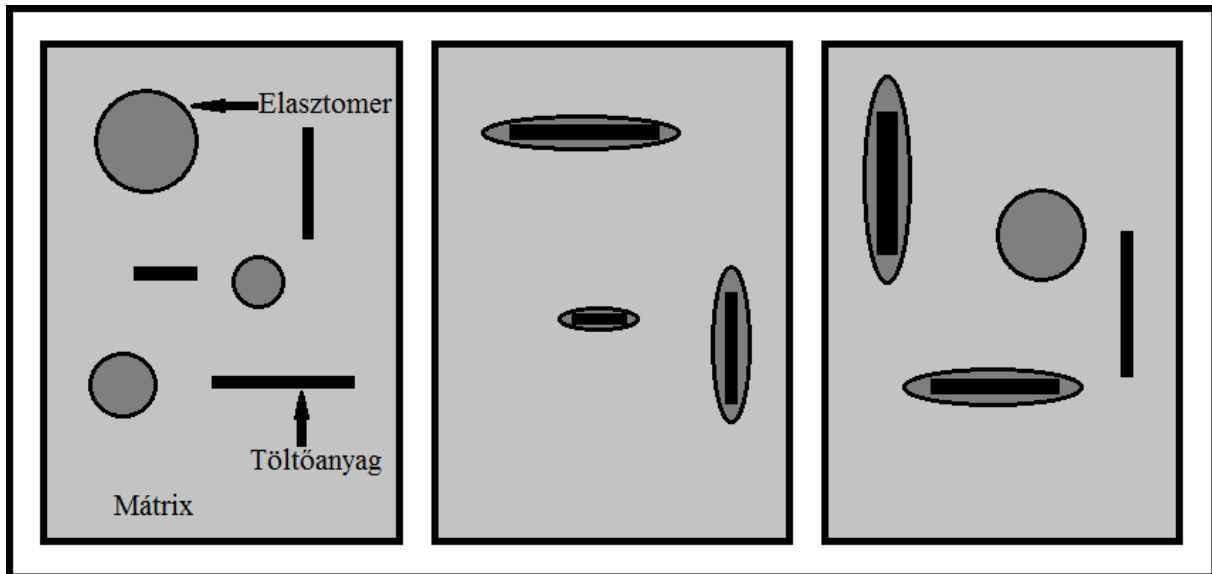
$$\frac{F_a}{F_h} = k \frac{W_{AB}}{\eta_m \dot{\gamma} R_a} \quad (1)$$



Az 1. egyenletben szereplő  $W_{AB}$  az adhéziós munka,  $\eta$  a közeg viszkozitása,  $\dot{\gamma}$  a nyírássebesség,  $R$  a részecskék sugara,  $k$  pedig egy állandó. Az egyenletből látszik, hogy a szemcsék közötti adhézió növelésével az aggregáció valószínűsége nő, azonban a nyírás és a részecskeméret növelése az aggregáció csökkenéséhez vezet. Szálas anyagoknál gyakran előfordul a szálak felhasználás előtti összetapadása, azonban ez a feldolgozás során az extruderben vagy a fröccsöntőgépben fellépő nagy nyírás miatt ezek az aggregátumok szétesnek, így nagyobb homogenitás, a részecskék nagyobb mértékű eloszlása alakulhat ki. Liu és társai megfigyelték, hogy az általuk felhasznált, eredetileg kötegben álló ananászlevélből nyert szálak a feldolgozás során egyedi szálakra estek szét. Ahogy már korábban szó volt róla, a szálak átmérőjének csökkenése az alaki tényező növekedéséhez vezet, ami nagyobb erősítő hatást eredményez. [43] A határfelületi kölcsönhatások tárgyalásánál már láthattuk, hogy az aggregáció elkerülése érdekében már rendelkezésre állnak felületmódosító módszerek.

Ha valamilyen külső erő hatására a részecskék az erő tengelyével párhuzamos irányba állnak be, orientációról beszélünk, iránya és mértéke függ a feldolgozás módjától és a folyási úttól. Zhang és munkatársai azt vizsgálták, hogyan hat az orientáció a tulajdonságokra és arra a következtetésre jutottak, hogy a szálak minél kisebb szöget szárnak be a terhelés tengelyével, annál nagyobb jobban erősítik a polimer mátrixot. [44]

Elasztomer alkalmazása a társított rendszerekben bonyolultabb szerkezetek kialakulásához vezet. A komponensek eloszlására két szélső eset képzelhető el, az egyik esetben a töltőanyag és az elasztomer egymástól függetlenül, szeparáltan helyezkednek el a mátrixban, a másik esetben pedig az elasztomer bekebelezi a töltőanyag részecskéit, beágyazott szerkezetet létrehozva. [45] A kialakuló struktúra függ az adhéziós erők hatásától (termodinamikai okokból a beágyazódásnak kedvez), továbbá függ a nyíróerőktől is (a szemcse felületéről leválasztja az elasztomer réteget, szeparált szerkezetet kialakítva). [46] A valóságban azonban teljesen független diszperzió vagy teljesen beágyazott szerkezet soha nem alakul ki. Az említett szélsőséges eseteket és a valós rendszert a **4. ábrán** szemléltetem.



(a)

(b)

(c)

**4. ábra:** A szerkezet alakulása háromkomponensű társított rendszerekben

(a): szeparált szerkezet, (b): beágyazott szerkezet, (c): valós szerkezet

A szerkezet kialakulása befolyásolható különböző kapcsolóanyag alkalmazásával. Mivel a szerkezettel a határfelületi kölcsönhatások szoros kapcsolatban állnak, beágyazott rendszerek létrehozására is funkcionális polimereket alkalmaznak [47]. Ahogy az MAPP a természetes eredetű töltőanyag és a polipropilén mátrix között hat, úgy fejt ki a hatását a maleinsav-anhidriddel módosított EPDM (etilén-propilén-dién) vagy SEBS elasztomer is.

Long és Shanks munkájuk során a kontrollált feldolgozási eljárással és felületmódosítással különböző szerkezetű kompozitokat állítottak elő. A szeparált mikroszerkezet kialakításához MAPP-t használtak a töltőanyag és a mátrix közötti kölcsönhatás javításának érdekében. A polipropilént az MAPP-val és talkummal extrudálták először, majd a PP/MAPP/talkum keveréket együtt extrudálták az elasztomerrel. Ehhez hasonlóan készítettek beágyazott szerkezetet, először a töltőanyagot dolgozták fel a kapcsolóanyagot tartalmazó elasztomerrel, majd a keveréket együtt extrudálták a PP-vel. Természetesen ilyen feldolgozási körülmények mellett sem várható el a teljesen szeparált vagy teljesen beágyazott szerkezet, azonban a pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) készített felvételek bizonyították az eltérő szerkezetek létrejöttét [48].

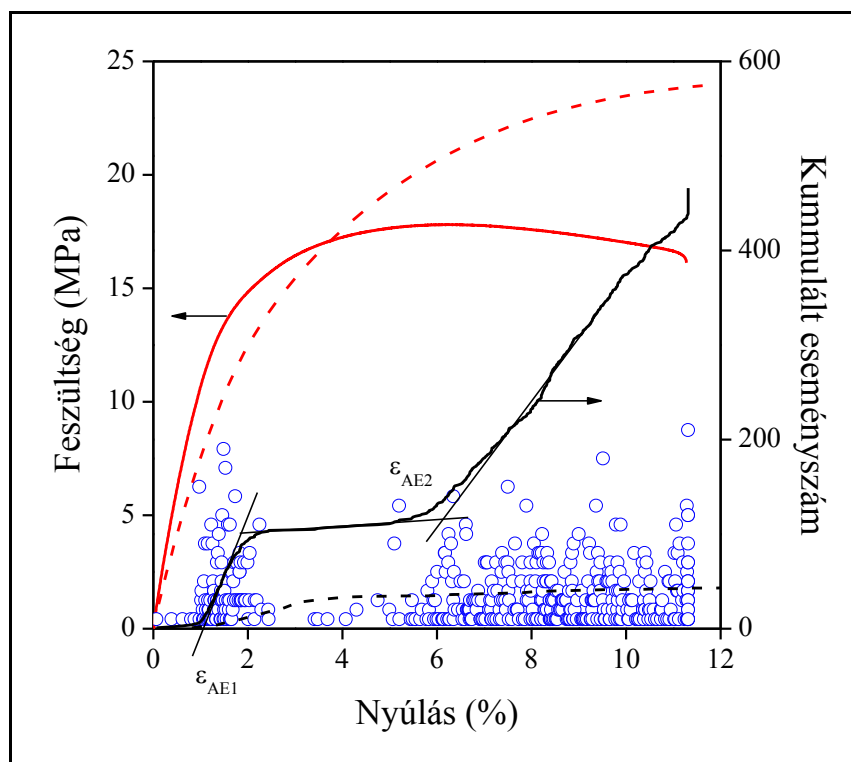
## ***2.7 Mikromechanikai deformációs jelenségek***

Társított polimer rendszerek deformációja során elengedhetetlen, hogy a makroszerkezetet alkotó egyedi részecskék mikromechanikai deformációs folyamatait elemezzük, csak ennek tudatában vonhatunk le pontos következtetéseket. Külső terhelés hatására kialakuló feszültségmaximumok a kompozit kitüntetett helyein deformációs folyamatokat indítanak [49]. A deformációs folyamatok párhuzamosan is lejátszódhatnak, a meghatározó mechanizmus több tényezőtől is függ, mint például az igénybevétel módja, a polimer jellemzői vagy a lokális feszültségeloszlás. Az a folyamat indul meg először, amelynek legelőször teljesülnek a feltételei, egyes folyamatok megindulásához szükséges egy kritikus feszültség vagy deformáció. Nyírási folyás kristályos polimerekben a lamellák, amorf polimerekben molekulakötegek elcsúszása esetén léphet fel, ezen kívül pedig a mikrorepedezés is felléphet homogén polimerekben. Társított heterogén rendszerekben a töltőanyag jelenléte további deformációs folyamatokat eredményez, ilyen például a határfelületek elválása, szálak törése vagy a szálak kihúzódása [22]. A szerkezet korábbi tárgyalása alapján sejthető, hogy elasztomer alkalmazása a kompozitban ezeknek a deformációs jelenségeknek az arányát és az előfordulását jelentősen befolyásolhatják. Elasztomerrel módosított polimerek esetén jellemző deformáció a kavitáció, ilyenkor a polimer és elasztomer közötti kölcsönhatás annyira erős, hogy a határfelületek elválása lehetetlen. Töltőanyagot tartalmazó polimerekben a legjellemzőbb folyamat a határfelületek elválása, ami a töltőanyag és a mátrix közötti gyenge kölcsönhatások következménye. Nagy szemcsék esetén a jelenség még egyszerűbben lejátszódik. Ennek a következménye üregek képződése, amelyek könnyen repedéssé fejlődnek, a kompozit törését okozva. Kisebb szemcseméret, a részecskék egyenletesebb eloszlás és kapcsolóanyagok alkalmazása a határfelületek elválást minimális értékre csökkentheti.

A deformációs folyamatok nyomon követése nehéz feladat a részecskék apró mérete miatt, az azonosításra több módszert is kidolgoztak. Elektronmikroszkópos felvételek készítésével a szakadási vagy törési felületeken jelentkező deformáció fajtájáról csak utólag tájékozódhatunk, arról nem kapunk információt, hogy a deformációs egyes szakaszaiban milyen folyamatok a meghatározóak. A folyamatok meghatározásának egyik módja a térfogati deformáció mérése. A határfelületek elválása, a kavitáció és mikrorepedezések létrejötte mindig térfogatváltozással járó jelenség, amelyek közben üregek képződnek a mátrixban, az üregek pedig a minta nyúlása közben növekednek. [50] Az eljárás egyszerűen kivitelezhető, de nem minden esetben megbízható, újabban optikai extenzométereket használnak. A térfogati

deformáció mérésnek másik nagy hátránya, hogy a határfelületek elválását csak az üregek növekedése után detektálja, amelynek feltétel a mátrix nagymértékű plasztikus deformációja, viszont ez a folyás előtt nem történik meg. [51]

Akusztikus emisszió (AE) vizsgálatával a folyás megindulásától függetlenül detektálhatjuk a határfelületek elválását. A módszert először fémek jellemzésére, nyomástartó edények vizsgálatára használták. [52] Mechanikai vagy termikus igénybevétel során az anyagban fellépő feszültségek hatására anyagra jellemzően hangeffektusok keletkeznek. A kibocsátott hang a fémeknél és a műanyagoknál is az ultrahang tartományába esik, ennek a megfigyelésére használjuk az akusztikus emissziós vizsgálatokat. Minden deformációs folyamat hullámot generál, ezeket jelekként, eseményekként érzékelünk. A hanghullámok energiája, frekvenciája és amplitúdója, valamint az összeseményszám jellemzi a vizsgált kompozitot. A mátrix deformációjából kisebb amplitúdójú jelek származnak, a határfelületek elválását közepes erősségű jelek mutatják, a legintenzívebb jelek pedig szátkihúzódsra, száltördelődésre utalnak. [53]



**5. ábra:** PP/20 v/v% faliszt kompozit AE mérésének eredményei.

Korábbi tanszéki munkák során PP/faliszt összetételű kompozitok deformációs folyamatait vizsgálták, amely során AE mérésekkel detektálták a deformáció során keletkezett

hanghatásokat. Az **5. ábrán** egy 20 tömegszázalék falisztet tartalmazó PP minta akusztikus emissziós vizsgálatának eredményét mutatom be. Mivel az AE méréseket szakítóvizsgálat közben végzik, az eseményeket és a szakítógörbét egy diagramon szokás ábrázolni. A bal oldali tengelyen a feszültséget lehet látni, a jobb oldali tengelyen pedig az összeseményszám látható, mindkét tényező a próbatest megnyúlásának a függvényében. A kompozit mérésnek eredménye folytonos vonallal, egy tiszta polipropiléné pedig szaggatott vonallal van jelölve. Az amplitúdó változása (kék pontok) alapján látszik, hogy két jól elkülöníthető jelcsoportot regisztráltak, amik az összeseményszám-görbén két lépcső formájában jelentkeznek. A tanulmány szerint az első folyamat a határfelületek elválása, amit száلكihúzódás követ. Kapcsolóanyag alkalmazása esetén a töltőanyag-mátrix közötti kölcsönhatás erősebb, így a határfelületek elválása később jelentkezik, a száلكihúzódás helyett pedig inkább a száلتördelődés valószínűbb. [22]

Az irodalmi áttekintésben igyekeztem érinteni a legfontosabb témákat, amelyek a munkámmal kapcsolatosak. A leírtakból kiderül, hogy a komponensek jellemzése (a természetes szizál szál és az SEBS vagy SEBS-g-MA) és ismerete nem elég ahhoz, hogy megértsük a kompozitok viselkedését. Fontos tisztában lennünk a komponensek között kialakuló határfelületi kölcsönhatásokat, amelyek jelentősen meghatározzák a heterogén polimer rendszerek szerkezetét. Ezeken felül az optimális tulajdonságok elérésének érdekében az összetételt a megfelelő arányban kell változtatnunk. Röviden összefoglalva, a célunk a kutatás során egy olyan kompozit előállítása, amely megfelelő modulussal és ütészállósággal rendelkezik, közben arra törekszünk, hogy megértsük a rendszerben lezajló mikromechanikai deformációs folyamatokat, jelenségeket, amelyek az anyag tönkremenetelét okozzák. A deformációs folyamatok jellemzésére segítséget nyújt az akusztikus emisszió mérése, továbbá a hagyományos vizsgálati módszerek, mint a szakító- vagy törési vizsgálat is elengedhetetlen a tulajdonságok megismerésének érdekében. A feltételezett mikromechanikai deformációs jelenségek ellenőrzésére kitűnő eszköz a pásztázó elektronmikroszkóp (SEM), amellyel a törési felületről készített mikroméretű felvételek segítenek az elemzésben.

### 3. Kísérleti rész

#### 3.1 Felhasznált anyagok

A munkám során három-, illetve négy komponensű kompozitokat készítettem, majd vizsgáltam. Mátrixanyagként a Borealis GmbH által gyártott, HJ325MO típusú **polipropilént** (MFI: 50 g/10min, 230 °C, 2,16 kg) használtuk. Töltőanyagként a szizál szálak mellett összehasonlításképpen ThermoFlow 738-as üvegszálát, PANEX 35 vágott szénszálát, és len szálát alkalmaztam. A kompozitokban használt két, különböző típusú elasztomer **SEBS** Kraton G 1650 (sűrűség 0,91 g/cm<sup>3</sup>) és **SEBS-g-MA** Kraton FX 1901 (MA tartalom 1,7 m/m %, MFI 22 g/10 min, 230 °C, 5 kg terhelés) voltak. A határfelületi kölcsönhatások javítása érdekében kapcsolóanyagot használtam, amely **MAPP** Scona TPPP 2112 FA (MA tartalom 1,2 m/m %, MFI 3 g/10 min, 190 °C, 2,16 kg terhelés) volt.

Első körben azt vizsgáltam, hogy a kompozitokhoz különböző mennyiségben adagolt szizál szálak milyen hatással vannak a termékek tulajdonságaira, továbbá összehasonlítottam, hogy az SEBS vagy SEBS-g-MA típusú elasztomerrel érhetünk-e el magasabb elvárásnak megfelelő tulajdonságokat. Mindkét sorozatban állandó mennyiségű elasztomert alkalmaztam (33 m/m %), amelyet a mátrix mennyiségéhez viszonyítottam. A kapcsolóanyagot olyan mennyiségben adtam a rendszerhez, hogy a töltőanyag mennyiségéhez képest 10 % legyen.

#### 5. táblázat: A munkám során készített sorozatok összetétele

	1. sorozat		2. sorozat	3. sorozat
<b>Mátrix</b>	<i>hPP</i>			
<b>Elasztomer</b> (SEBS-g-MA) [m/m %]	33	-	0, 20, 33, 43	33
<b>Elasztomer</b> (SEBS) [m/m %]	-	33	-	-
<b>Kapcsolóanyag</b>	-	<i>MAPP</i> (töltőanyag * 0,1 g)	-	-
<b>Száltípus</b> [m/m %]	<i>Szizál</i> 5, 10, 15, 20, 25, 30	<i>Szizál</i> 5, 10, 15, 20, 25, 30	<i>Szizál</i> 20	<i>Szénszál</i> <i>Üvegszál</i> <i>Len</i> <i>Szizál</i> 20

### **3.2 Mintakészítés**

Az előállításához szükséges alapanyagok nagy része a gyártótól, feldolgozásra készen érkezett, így komolyabb feladatot csak a szizál szálak előkészítése igényelt. A szálak nagyjából 1 méter hosszú kötegekben érkeztek, ezeket a szálakat azonban 4-12 mm hosszúakra kellett vágni, hogy feldolgozható legyen. Több megoldást is kerestünk, végül az ollóval való darabolás tűnt a legmegfelelőbbnek. A 4-12 mm-es mérethatárt igyekeztem tartani, de a feldolgozás során a szálak tovább darabolódtak, kisebb egyedi szálakra estek szét, ezáltal a homogenitás javult.

A komponensek bemérése és összekeverése után a granulátum készítését egy Brabender DSK 42/7 típusú kétszigás extruder segítségével végeztem. A csiga átmérője 7 mm, L/D viszony: 6. A zónák hőmérsékletét az alábbi profil szerint állítottam be (garattól a fej felé haladva): 180 – 190 – 200 – 210 °C. A keverékeket a jobb homogenitás elérése érdekében kétszer extrudáltam, először 70 min<sup>-1</sup> fordulatszámom, majd a sebességet 50 min<sup>-1</sup>-re csökkentettem. Az első, gyorsabb extrudálás megkönnyítette az adagolást, mivel a szizál szálak miatt a nyers keverék nagyon könnyen boltozódott, emiatt lassú, kis mennyiségekben történő etetést kellett alkalmaznom. A boltozódás nehézkessé tette az extrudálást, mivel kis mennyiségekben, szemre kellett kimérnem a komponenseket, ezáltal egyes szakaszokon több szál került az extruderbe, mint mátrixanyag. Ilyenkor a szerszámból kilépő zsinór elszakadt és az anyagunk homogenitása nem minden szakaszon volt egyenletes. Ezután a zsinórt egy granuláló berendezésbe vezettem, ahol megtörtént a darabolás. Az egyszer extrudált granulátumokat zsákban újra összekevertem, az adagolás is egyszerűbb volt, így a második granulálás után már jóval homogénebb rendszert sikerült előállítani. A kész granulátumból Demag IntElect 50/330-100 típusú fröccsöntőgéppel piskóta alakú szabványos próbatesteket készítettem, amiket néhány napig pihentettem, annak érdekében, hogy az utókristályosodás ne okozzon gondot a vizsgálatok elvégzése során.

### **3.3 Vizsgálati módszerek**

A szakítási vizsgálatot Instron 5566 típusú berendezésen végeztem, 5 mm/perc-es keresztfejsebességgel, a befogási távolságot 115 mm-re állítottam. A minták szélességét és vastagságát minden esetben megmértem. Az akusztikus emissziós méréseket egy Sensophone AED 40/4-es készüléken végeztem el, az érzékenységet úgy állítottam be, hogy csak 20 dB feletti eseményeket rögzítsen, a környezeti zajok kiszűrésének érdekében. A szakítási

vizsgálatokat és az AE méréseket egy időben végeztem, így kaptam pontos információt arról, hogy adott megnyúláshoz milyen feszültségértékek és akusztikus jelek tartoznak.

Az ütésállósági vizsgálatot Charpy típusú készüléken, ISO 179 szabványnak megfelelő próbatesteken hajtottam végre. A minták felén 2 mm-es bemetszést készítettem, valamennyit ezek közül 1 J-os kalapáccsal törtem el, a bemetszetlen darabok töréséhez 4 J-os kalapácsot használtam. A törések jellegét fraktoszkópiás mérésekkel vizsgáltam, amire egy Ceast Resil 5.5 típusú készülék állt a rendelkezésemre. Néhány bemetszett próbatestet törés után pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) elemeztem, így megfigyelhető a kialakult szerkezetet és a deformációs jelenségeket. A felvételeket Jeol JSM 6380 LA típusú berendezéssel készítettük.

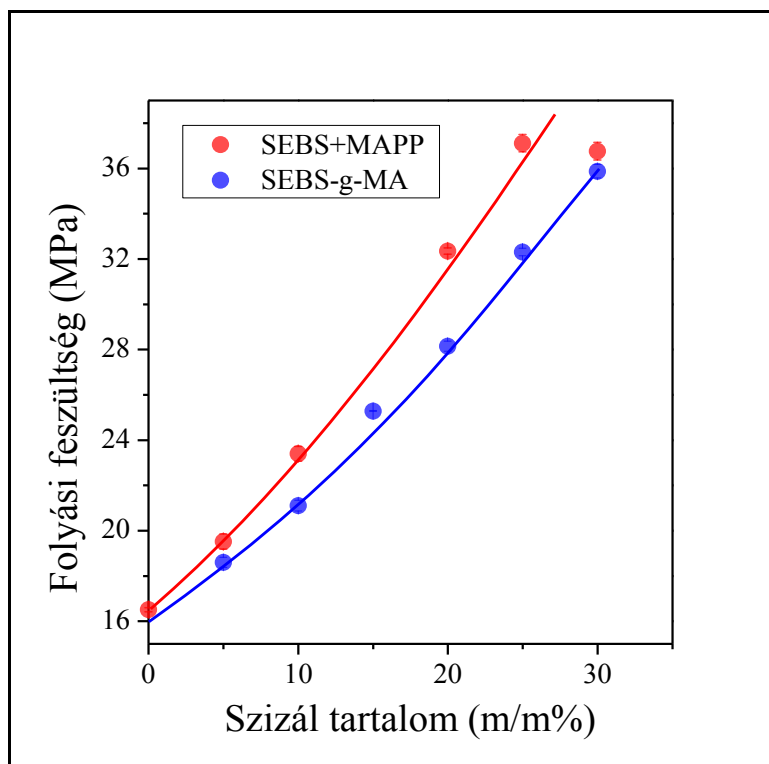


## 4. Eredmények és értékelésük

Mivel a vizsgált mintákat készítésük szerint is 3 csoportra tudtam szétbontani, ezért az eredmények közzétételét és kiértékelését is ilyen módon célszerű bemutatni. A szakaszok végén igyekszem olyan összefüggéseket szemléltetni, ami összefoglalja az összetétel és a kialakult szerkezet mivoltából adódó jelenségeket. Első körben szeretném megmutatni, milyen hatással volt a tulajdonságokra a szizál tartalom növelése. Az ábrákon látható görbéket nem összefüggések, modellek alapján illesztettem, csak a tendenciákat teszik láthatóvá, a szemvezetésére szolgálnak.

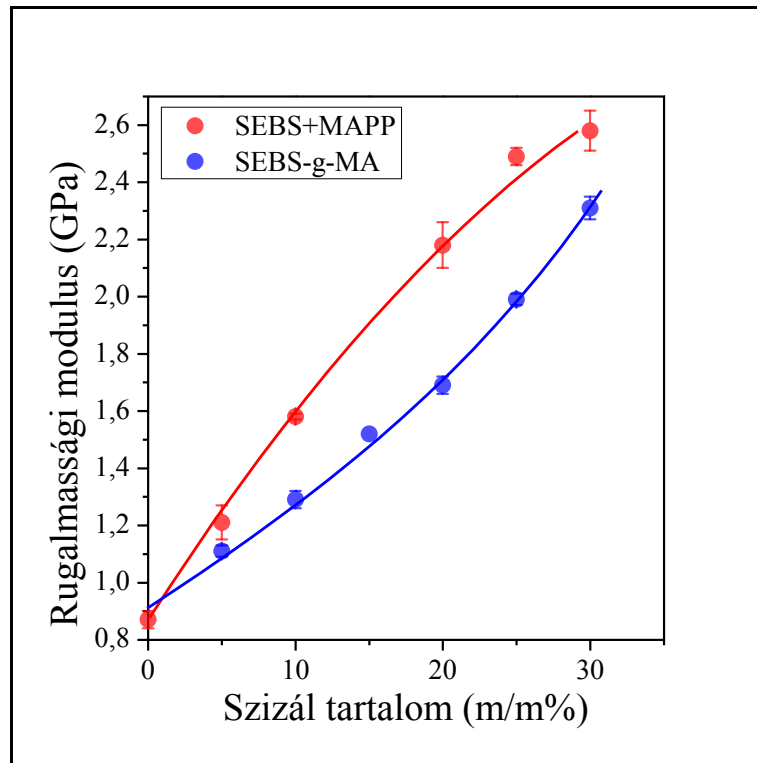
### 4.1 A szizál tartalom hatása a kompozitok tulajdonságaira

Egy anyag teherbíró képességéről a folyási feszültség adhat nekünk információkat, így van ez a műanyagok esetében is. A **6. ábrán** a próbatestek folyási feszültsége látható különböző töltőanyag tartalom mellett. A piros szín az elasztomerrel és MAPP-vel kialakított minták értékeit jelzi, a kék pedig az SEBS-g-MA tartalmú kompozitokat mutatja. Látható, hogy a minták folyási feszültsége a szizál tartalom növelésével meredeken és arányosan nő, 30 %-os töltőanyag tartalom esetén az érték nagyjából a duplája az 5 %-ot tartalmazó minták értékeinek. A másik szembevetendő tulajdonság, hogy az SEBS+MAPP tartalmú minták folyási feszültsége meghaladja az SEBS-g-MA tartalmúakét. Ennek alapján a szerkezetre is következtethetünk. Az első esetben a kapcsolóanyag a mátrix és a szizál szálak között alakít ki erős kölcsönhatást, ami jobbra a szeparált szerkezetnek kedvez. Ebben az esetben a szakítóvizsgálat során kialakult terhelést a feldolgozás során jól orientált töltőanyag szálak viselik. A maleinsav-anhidriddel ojtott SEBS-t tartalmazó mintáknál az alacsonyabb érték a beágyazottabb szerkezetnek köszönhető. Ilyenkor a szálak funkciós csoportjai az elasztomert funkciós csoportjával képesek erős kölcsönhatásba lépni, ez kedvez a beágyazottságnak. Az így kialakult struktúra miatt a szálak környezetében lévő feszültségeloszlás megváltozik, ezáltal a mátrix kevésbé tudja közvetíteni a terhelést a töltőanyagának. Mivel a terhelés viselésében már kevésbé játszik szerepet a szizál, a kompozitok folyási feszültsége alacsonyabb lesz.



**6. ábra:** A folyási feszültség változása a szizál tartalom növelésével

A szerkezeti anyagok körében a másik fontos tulajdonság a merevség, ami az anyag deformációval szembeni ellenállását mutatja meg. Ennek a jellemzőnek a szemléltetésére a **7. ábrán** a rugalmassági modulust ábrázoltam a kompozitok szizál tartalmának függvényében. A modulust felhasználva szintén kaphatunk a szerkezetről is valamilyen információt. Azt láthatjuk, hogy az elasztomer fajtájától függetlenül mind a két esetben nőtt az anyag merevsége, ha növeltük a töltőanyag tartalmát, ez a szálak nagyobb merevségére vezethető vissza. Minél több szálat alkalmazunk a kompozitban, annál jobban tudjuk kifejteni a hatásukat, így a kompozit modulusa is nő. Az is szembetűnő, hogy az SEBS-g-MA elasztomert tartalmazó minták esetén a modulus kisebb. 25 %-os töltőanyag tartalomnál nagyjából 20 %-kal alacsonyabb az érték, mint az SEBS+MAPP-t tartalmazó próbatesteken mértek. Ez a jelenség is a már korábban említett beágyazott szerkezetre vezethető vissza, minél jobban bevonja az elasztomer a szizál szálakat, annál kevésbé tudjuk kifejteni az erősítő hatásukat. Mivel a töltőanyag tartalom függvényében a rugalmassági modulus folyamatosan növekszik, az is bebizonyosodik, hogy a beágyazottság közel sem teljes mértékű és jelentős mennyiségű szeparált szizál szál oszlik el a mátrixban, ami tovább növeli az erősítés mértékét.



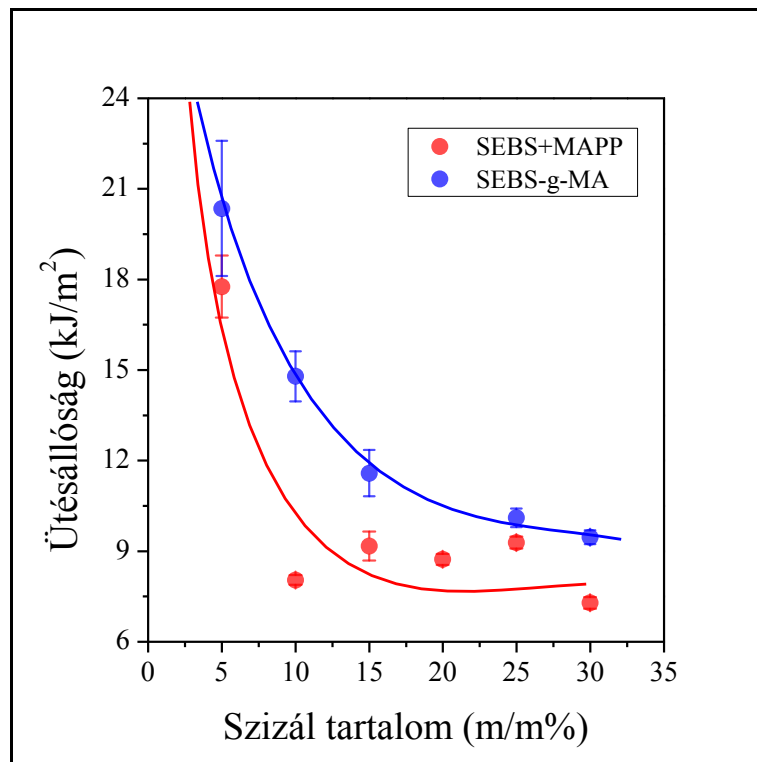
7. ábra: A rugalmassági modulus változása a szizál tartalom függvényében

A 8. ábrán a minták ütészállóságát ábrázoltam a töltőanyag tömegszázalékos összetételének függvényében. A töréssel szembeni ellenállás a mechanikai tulajdonságok mellett a kompozitok másik fontos jellemzője. A vizsgálat során mérjük a minta töréséhez szükséges energiát, amit elosztunk a próbatestek keresztmetszetével. A (2) képlet mutatja a kiértékelés során meghatározott ütészállóság kiszámításához szükséges összefüggést.

$$a_n = \frac{U - U_{veszt}}{B(D - a)} \quad (2)$$

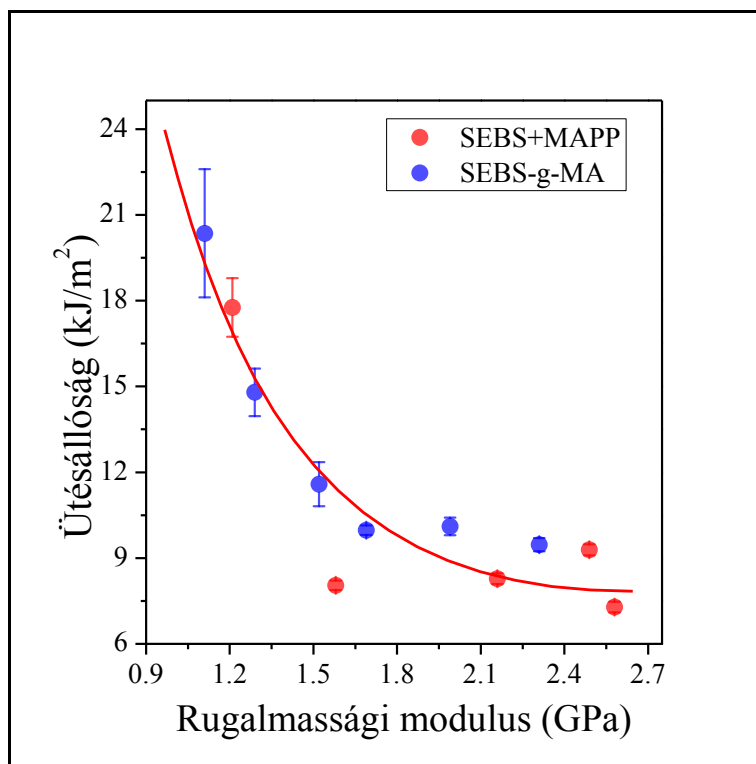
A képletben szereplő  $a_n$  az ütészállóság ( $kJ/m^2$ ),  $U$  a törési energia ( $kJ$ ),  $U_{veszt}$  a törés előtt lengetéssel meghatározott súrlódási veszteség ( $kJ$ ),  $B$ ,  $D$  és  $a$  pedig a próbatest geometriai paraméterei ( $m$ ). A mérés hátránya, hogy a meghatározott értékek függenek a minta geometriájától, azonban szabványos vizsgálat lévén elterjedten használják a gyakorlatban a könnyű összehasonlíthatóság miatt. Mint tudjuk, a kompozitok ütészállósága a töltőanyag mennyiségének növelésével csökken. A diagramon láthatjuk, hogy az SEBS+MAPP-t tartalmazó minták értékei rosszabbak, továbbá 5 %-os szizál tartalom felett nagy ütészállóság csökkenés figyelhető meg, ellentétben az SEBS-g-MA-t tartalmazó kompozitokkal, ahol

viszonylag egyenletes csökkenés tapasztalható. A jelenség oka ugyancsak a rendszerben kialakuló szerkezetnek tulajdonítható.



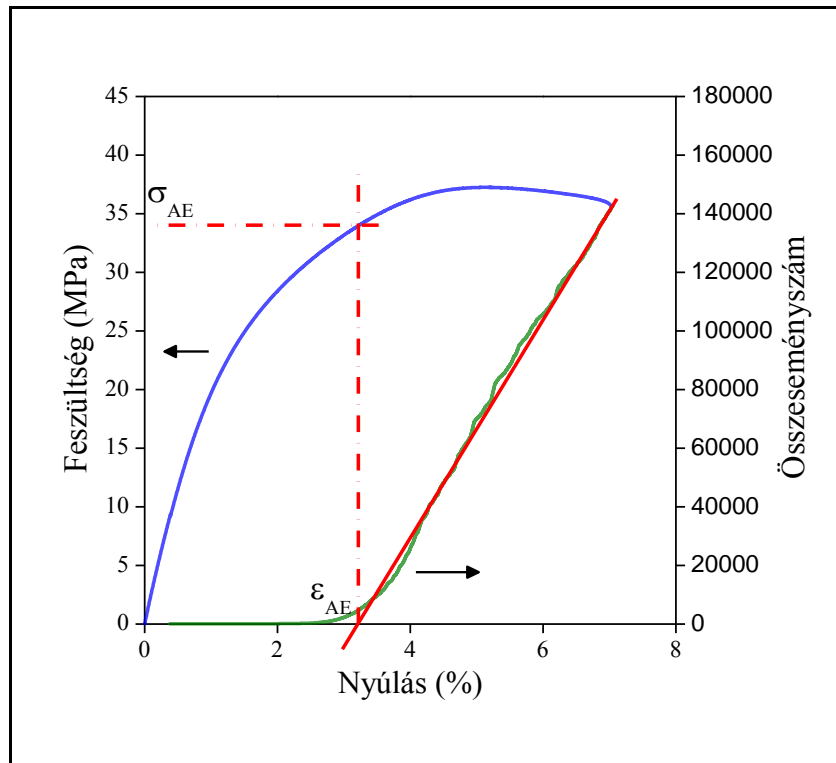
**8. ábra:** A kompozitok ütésállósága a szizál tartalom függvényében

A gyakorlat szempontjából talán a legfontosabb jellemző a rugalmassági modulus és az ütésállóság közötti összefüggés. A szerkezeti anyagokkal szembeni elvárások folyamatosan növekednek. Bár a merevség növelésével az ütésállóság csökken és ugyanez igaz fordítva is, a kompozitokkal kapcsolatos kutatások célja, hogy mind a két értéket egyszerre növeljék. A tendencia az általunk vizsgált társított rendszerekben sem alakul másképp, mint az várható volt, azonban az SEBS-g-MA-val töltött minták valamelyest jobb tulajdonsággal rendelkeznek. Az általam meghatározott értékeket a **9. ábrán** szemléltetem.



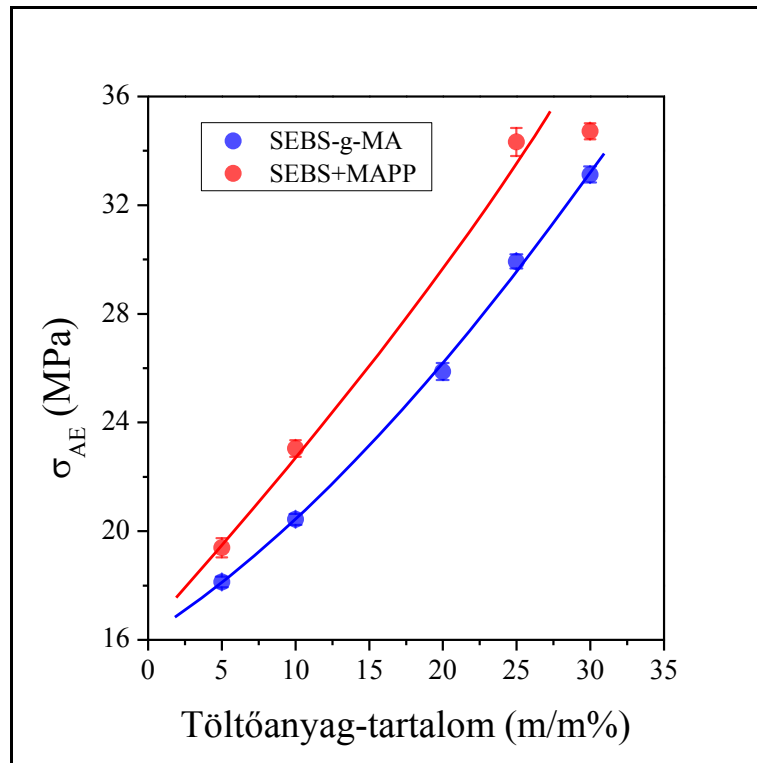
9. ábra: Összefüggés az ütésállóság és a modulus között

Akusztikus emissziós mérések során a próbatetek szakítása és az akusztikus jelek regisztrálása párhuzamosan, egy időben történik. A berendezés egy-egy mikromechanikai deformációs jelenséget egy-egy eseményként dolgoz fel, ezekből a jelekből adódik egy összeseményszám, amely a kompozit vizsgálata során detektált jelek összegét adja meg. A mérés során kapott értékeket célszerű egy diagramon ábrázolni, ahogy az a **10. ábrán** is látható. Az y tengelyen ábrázoltam a próbatest nyúlását, amelynek függvényében követhető a minta deformációjához szükséges feszültség görbe és az AE mérésekből származó jelek összesemény görbéje. Az ábrának gyakorlati haszna is van. Az összesemény görbe meredeken emelkedő szakaszára egyenest húzunk, amely elmetszi az x tengelyt. Ezzel a módszerrel leolvasható az  $\epsilon_{AE}$ , azaz a karakterisztikus deformáció érték, ami azt mutatja meg, hogy ennél a nyúlás értéknél indul meg az adott folyamat. Az ábrán látható módon leolvasható a karakterisztikus feszültség érték is ( $\sigma_{AE}$ ), amely a mikromechanikai deformációs folyamatok megindulásához szükséges feszültség értéket adja meg. A szemléltető ábrán 25 % szizált, 33 % SEBS-t és MAPP-t tartalmazó kompozit görbéi láthatóak. A nyilak azt mutatják, hogy melyik görbe, melyik tengelyhez tartozik.



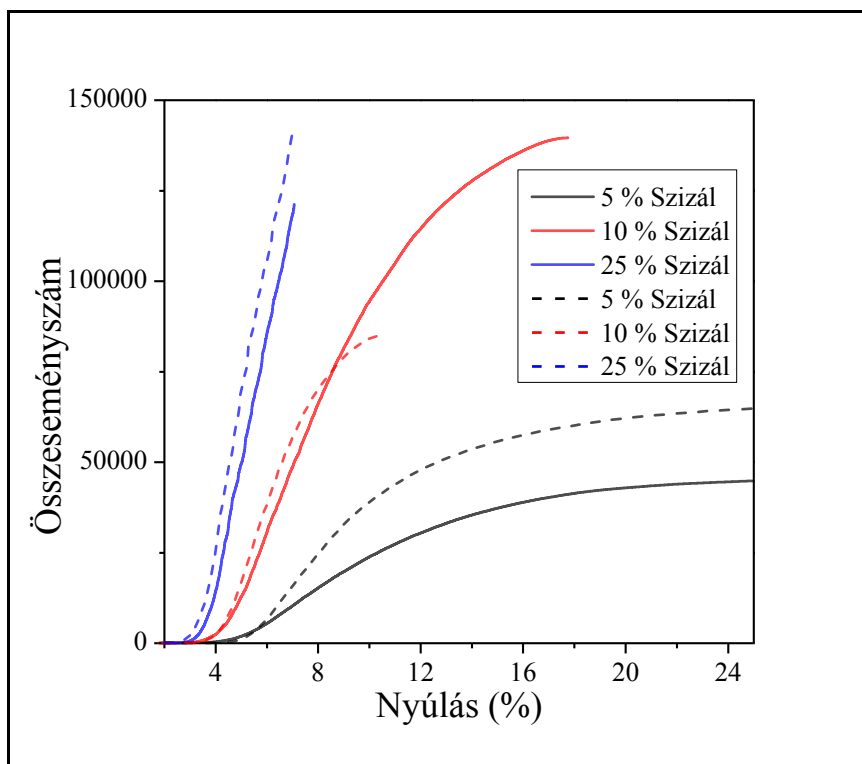
**10. ábra:**  $\sigma_{AE}$  és  $\epsilon_{AE}$  meghatározásának módja akusztikus emissziós mérésekből

A leírás alapján meghatároztam a különböző összetételű próbatestek karakterisztikus feszültségét, amit a **11. ábrán** szemléltetek. Ebben az esetben is láthatjuk, hogy az SEBS+MAPP-val töltött rendszerekhez magasabb feszültség érték tartozik. A töltőanyag tartalom növekedésével az értékekben itt is növekvő tendencia tapasztalható.



**11. ábra:** A karakterisztikus feszültség növekszik a száltartalom függvényében

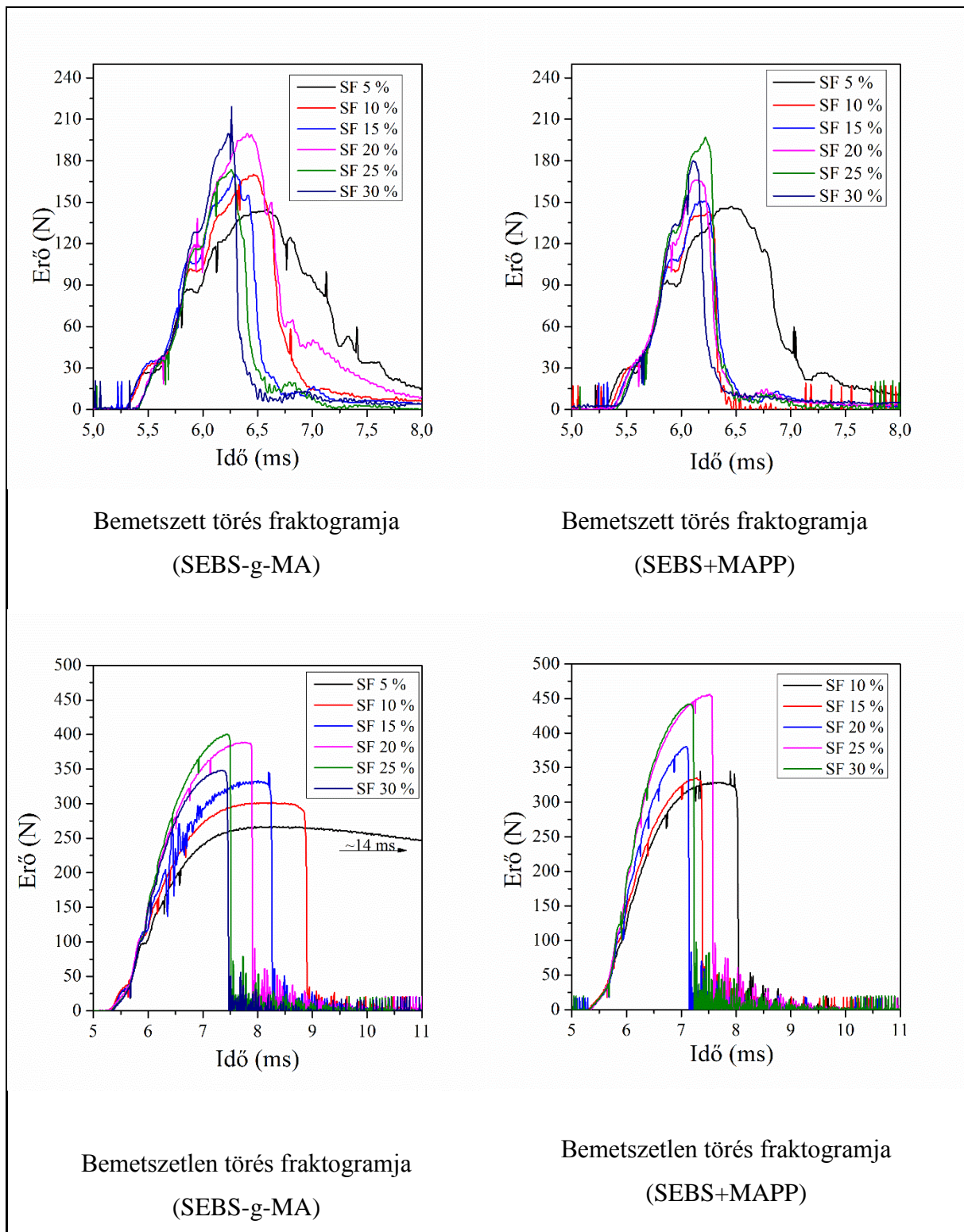
Az akusztikus emissziós mérések során meghatározott összeseményszám görbék is információ tartalommal rendelkeznek. A **12. ábrán** a nyúlás függvényében ábrázoltam a mintákon mért kumulatív eseményszámot. A könnyebb áttekinthetőség érdekében csak az 5, 10, illetve a 25 % szizál tartalmú kompozitok eredményeit tüntetem fel. Látható, hogy mind a 3 esetben különböző karakterisztikájú görbét kapunk. 5 %-os száltartalom esetén egy laposabb, nagyobb nyúláshoz tartozó, a többihez képest jelentősen kisebb jelszámot mutató görbét láthatunk. Az ilyen jellegű elhajló görbe a szálak kihúzóására utal. Láthatjuk, hogy ha növeljük a töltőanyag tartalmát, akkor a jelek száma megnő és egy kisebb nyúláshoz tartozó görbét kapunk. Az elhajlás ebben az esetben is a szálkihúzóásra utal, azonban a görbe alapján már kisebb mértékben dominál ez a folyamat. A 25 % szizált tartalmazó minták görbéjének a jellege merőben más, az előző kettőhöz képest, a teljes deformáció alatt egy meredeken növekvő, egyenest láthatunk. Az ilyen jelleg már arra utal, hogy a szálak törése a domináló a folyamat. Az ábrán látható szaggatott vonalak az SEBS-g-MA tartalmú kompozitokhoz, a folytonos vonalak pedig az SEBS+MAPP-t tartalmazó mintákhoz tartozik.



**12. ábra:** Összeseményszám a minták nyúlásának függvényében 5, 10 és 25 % szizál tartalom esetén (magyarázat: a szaggatott vonal az SEBS+MAPP-vel töltött, a folytonos vonal pedig az SEBS-g-MA-val töltött kompozitokat jelöli)

A törés jellegéről műszerezett törésvizsgálattal (fraktoszkópia) tudunk információt szerezni. A mérés hasonló a szabványos ütészállósági vizsgálathoz, azonban ebben az esetben a kalapácson egy piezoelektromos érzékelő méri a töréshez szükséges erőt. Ezt az erőt az idő függvényében ábrázolva fraktogramot kapunk, amelynek segítségével következtethetünk a törés részfolyamataira, a repedésterjedésre és repedésiniciálásra. A görbe alatti terület megmutatja nekünk a töréshez szükséges energia nagyságát is. A vizsgálatot bemetszett és bemetszetlen próbatesteken is elvégeztem. A **13. ábrán** SEBS-g-MA-t és SEBS+MAPP-t tartalmazó bemetszett és bemetszetlen próbatestek fraktogramjait külön-külön mutatom be. Az SF (*sisal fiber*) a szizál szálakra utal. A könnyebb áttekinthetőség érdekében igyekeztem az egymással összefüggő méréseket azonos skálán ábrázolni. Az SEBS-g-MA-val töltött bemetszetlen próbatestek esetében 5 %-os szizál tartalomnál nyíllal jelöltem, hogy hozzávetőlegesen 14 ms-ig tart a törés. Az ábrákon látható, háromszögekhez hasonló fraktogramok a rideg törésre jellemzőek, az emelkedő szakasz elhajlása szívós tulajdonságokra utal, a lassú repedésterjedés pedig a lökhárítók töréséhez vagy PE zacskó szakadásához hasonló képlékeny alakváltozást mutat.



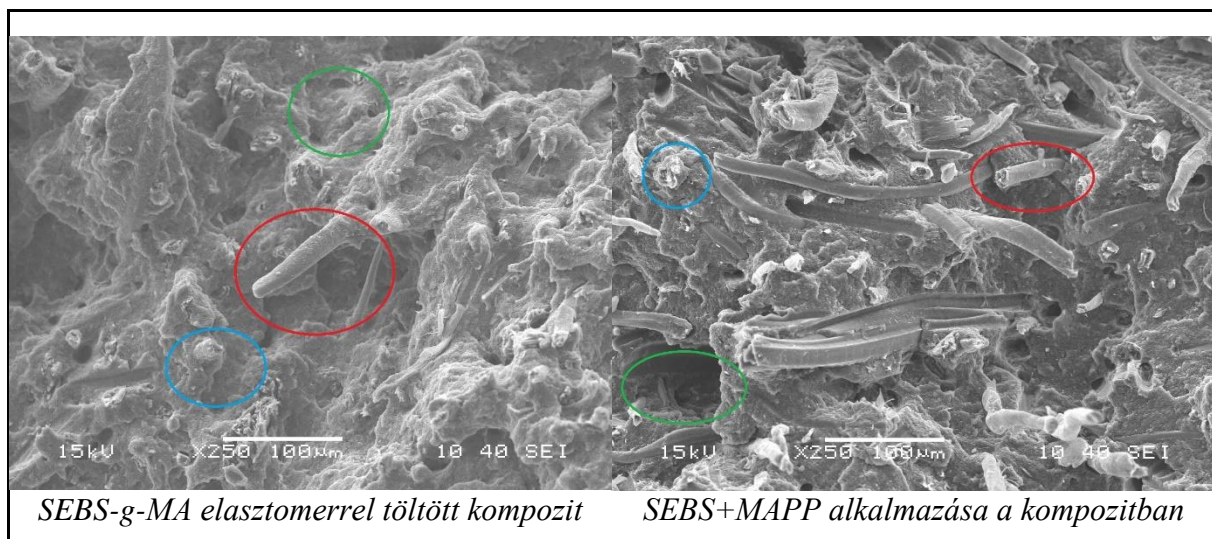


**13. ábra:** *A bemetszett és bemetszetlen mintákról készült fraktogramok*

Mindegyik törés esetében elmondható, hogy a repedésiniciálás egy bizonyos pontig együtt halad, majd 5,5 és 6 ms között a töltőanyag tartalomtól függően a görbék szétválnak. A bemetszett próbatestek fraktogramján látható, hogy 5 %-os szizál tartalom esetén a törés

lefutása a két különböző elasztomerrel töltött kompozitban hasonló, azonban a szálak mennyiségének növelésével SEBS+MAPP mellett szinte egy vonalban mutatkozik a repedés továbbterjedése. A másik vizsgált elasztomer a beágyazottabb szerkezetnek kedvez, így a töltőanyag tartalom függvényében más-más mértékben terjed tovább a repedés. Mivel a bemetszéssel már előre hibahelyet hoztam létre, amelynek hatására a repedés terjedése könnyebben megindul, nyilvánvaló, hogy a bemetszetlen próbatetek repedésiniciálási szakasza hosszabb, azonban a maximális erőt elérve hirtelen zuhan az érték.

A bemetszett próbatetek törését követően pásztázó elektronmikroszkópos felvételek segítségével lehet ellenőrizni, hogy milyen mikromechanikai deformációs folyamatok történnek a testek igénybevétele közben. A **14. ábrán** néhány SEM felvételt mutatok be.



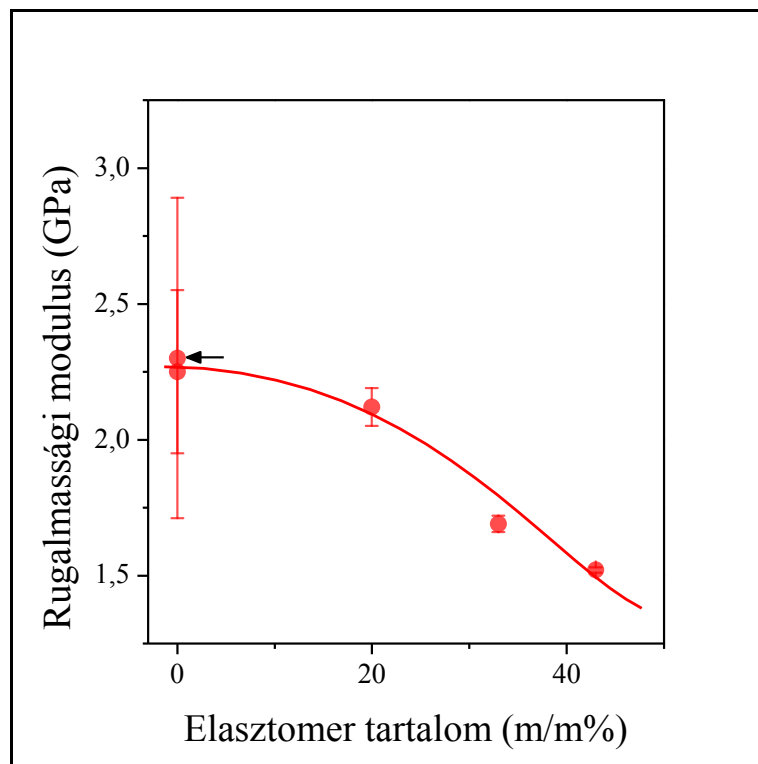
**14. ábra:** SEM felvételek 20 % szizált tartalmazó kompozitok törési felületéről

Az ábrákon a szemléltetés érdekében piros karikával egy-egy kihúzódt szálát, késsel egy-egy törött szálát, zölddel pedig szálak kihúzóadásának a helyét jelöltem. Látható a beágyazottabb szerkezet az SEBS-g-MA esetében, itt leginkább a szálak tördelődése dominál. A jobb oldali felvételen több kihúzódt szálát láthatunk, amely a határfelületek elválása miatt következett be. Az is megállapítható, hogy az elvártaknak megfelelően nem beszélhetünk csak szeparált vagy csak beágyazott szerkezetről, ugyanis mind a két struktúra megfigyelhető a két képen. Az SEBS-g-MA-val töltött kompozitok ütésállóság diagramját és fraktogramját elemezve látható, hogy ütésállóság szempontjából ezek a minták jobb tulajdonságokkal rendelkeznek, mint az SEBS+MAPP-val töltött rendszerek. A SEM felvételek segítségével arra

következtetésre juthatunk, hogy a törés közben fellépő energiaelnyelő folyamatok közül a szálak tördelődése pozitívabb hatást tud kifejteni, mint a szálak kihúzóda a mátrixból és az is megfigyelhető, hogy a szálak tördelődését a beágyazottabb szerkezet elősegíti.

#### 4.2 Az elasztomer tartalom hatása a tulajdonságokra

Ebben a szakaszban az elasztomer tartalom tulajdonságokra gyakorolt hatását mutatom be. A munkám során 20 (m/m %) szizállal dolgoztam, SEBS-g-MA-t 0, 20, 33 és 43 (m/m %)-os mennyiségekben adtam a rendszerhez. Az elasztomert nem tartalmazó minták egyik feléhez a töltőanyag mennyiségéhez képest 10 (m/m %) MAPP-t adtam, ezeket a pontokat az ábrákon egy nyíllal fogom jelölni.

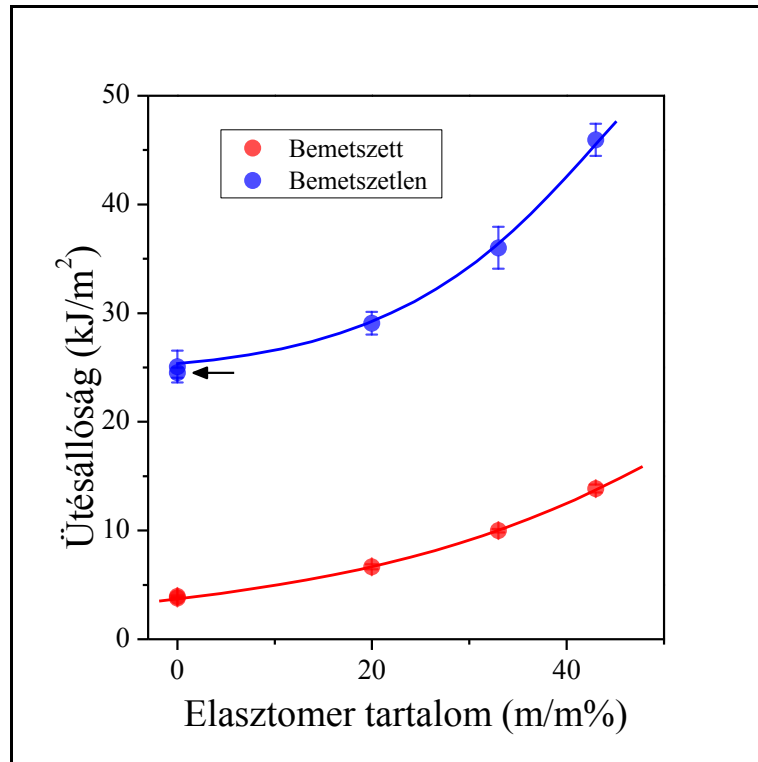


**15. ábra:** Rugalmassági modulus alakulás az elasztomer tartalom függvényében

A **15. ábrán** a rugalmassági modulus változását mutatom be az elasztomer tartalom függvényében. Látható, hogy minél több elasztomert adunk a rendszerhez, a próbatest merevsége annál kisebb lesz. 20 %-os elasztomer tartalomnál a merevség csökkentő hatás még kevésbé jelentkezik, azonban tovább növelve az SEBS-g-MA mennyiségét jelentősebb romlást tapasztalhatunk. Ennek oka az lehet, hogy 20 % elasztomer tartalom mellett a 20 % töltőanyag még nagyobb mértékben tudja kifejteni az erősítő hatását, viszont a nagyobb mennyiségű

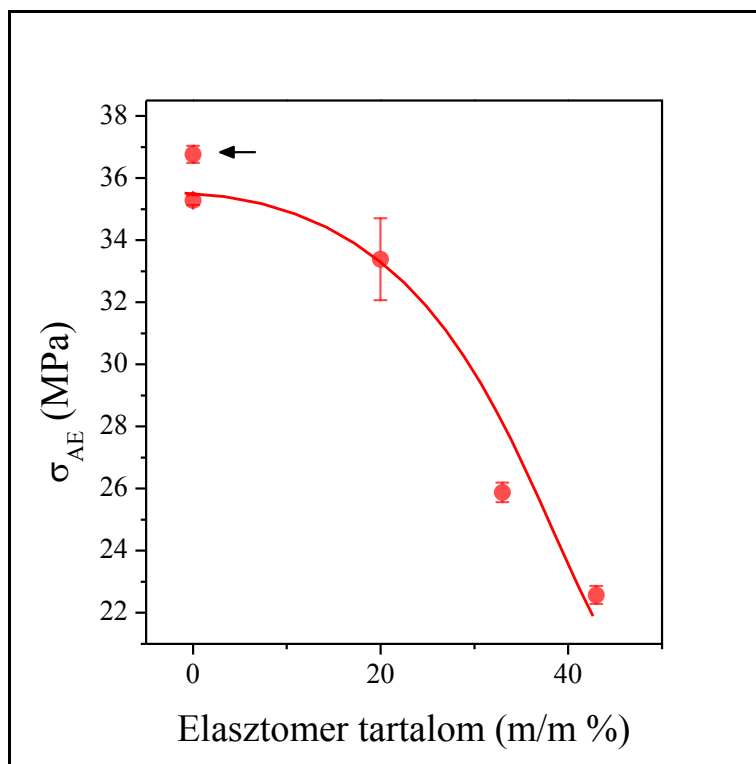
elasztomerbe nagyobb valószínűséggel ágyazódik be a szizál, ezáltal kevésbé tudja növelni a modulust. A csak töltőanyagot tartalmazó rendszerhez adott MAPP bár kis mértékben, de növeli a merevséget, ami az erősebb határfelületi kölcsönhatások kialakulásának köszönhető.

A **16. ábrán** a bemetszett és bemetszetlen próbatestek ütésállóságát ábrázoltam.

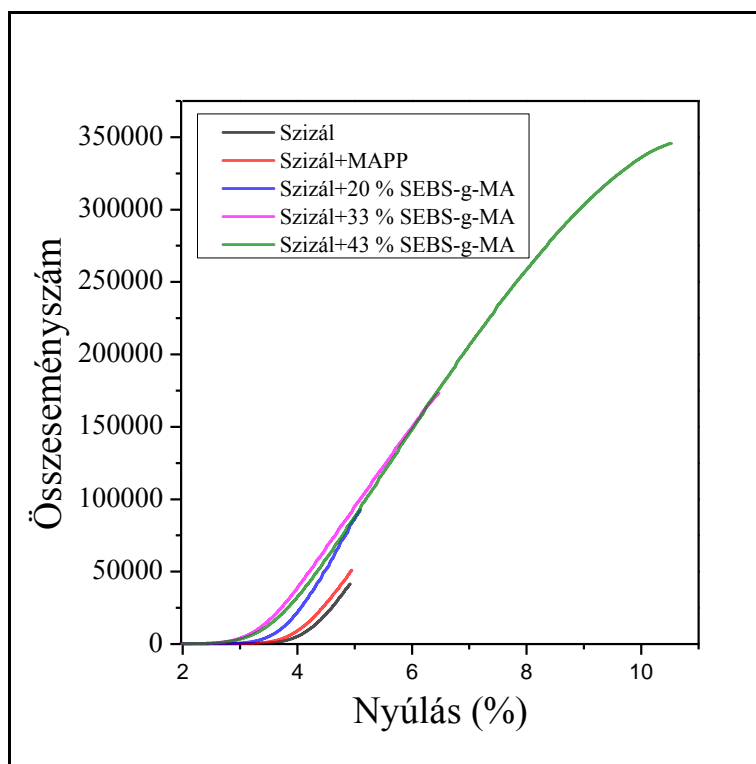


**16. ábra:** Bemetszett és bemetszetlen testek ütésállóságának változása

Az ütésállóság alakulása is az elvártaknak megfelelően változott, tehát növekvő elasztomertartalom az ütésállóság javulásának kedvez. 43 % SEBS-g-MA-t tartalmazó kompozitok esetén az ütésállóság háromszorosa a csak töltőanyagot tartalmazó rendszerek ütésállóságának. Az MAPP-t igen, de elasztomert nem tartalmazó minták ütésállósága között bemetszett próbatestek esetén nem lehetett különbséget tenni, bemetszett testek esetén minimális változás tapasztalható. A SEM felvételek elemzésénél erre a jelenségre magyarázatot kaphatunk. A **17. ábrán** a karakterisztikus feszültséget ábrázoltam az elasztomer tartalom függvényében, amely alapján elmondható, hogy nagyobb SEBS-g-MA tartalmú kompozitban a mikromechanikai deformációs folyamatok megindításához kisebb feszültség alkalmazása is elég. Az MAPP-t tartalmazó kompozit deformációs folyamatainak megindulása nagyobb feszültséget igényel, mivel a szál és a mátrix közötti kapcsolóanyag erősebb kölcsönhatást biztosít.



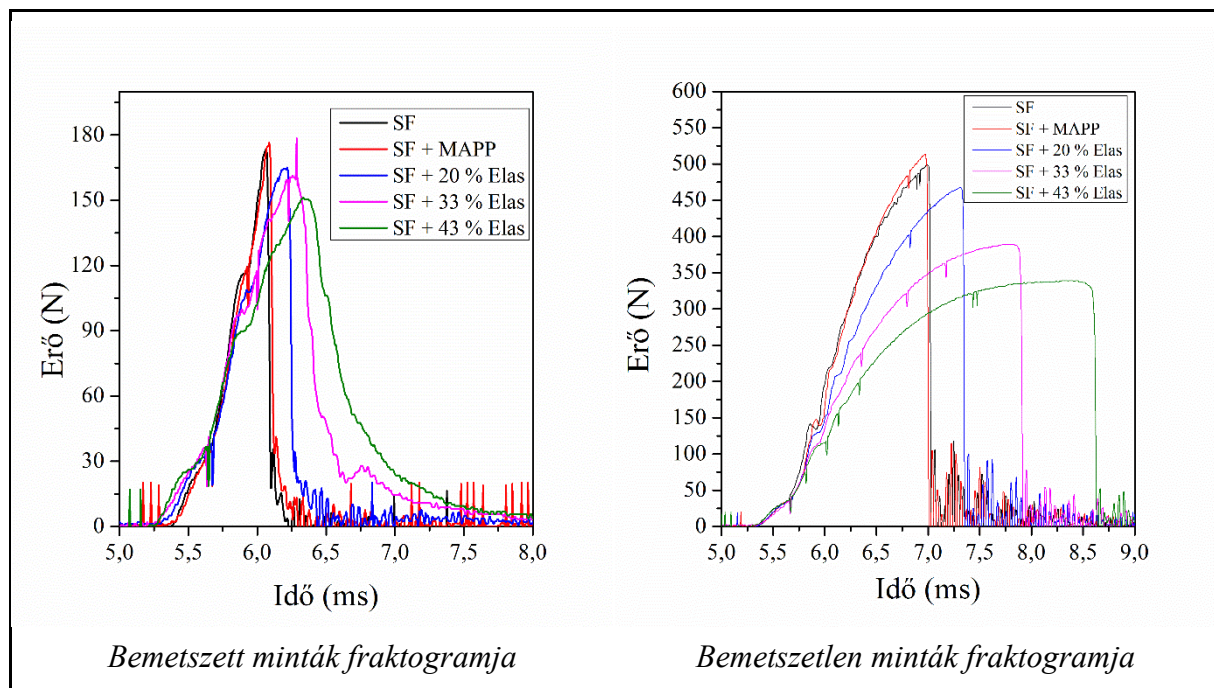
17. ábra: Karakterisztikus feszültség az elastomer tartalom függvényében



18. ábra: Különböző minták kumulatív eseményszáma a nyúlás függvényében

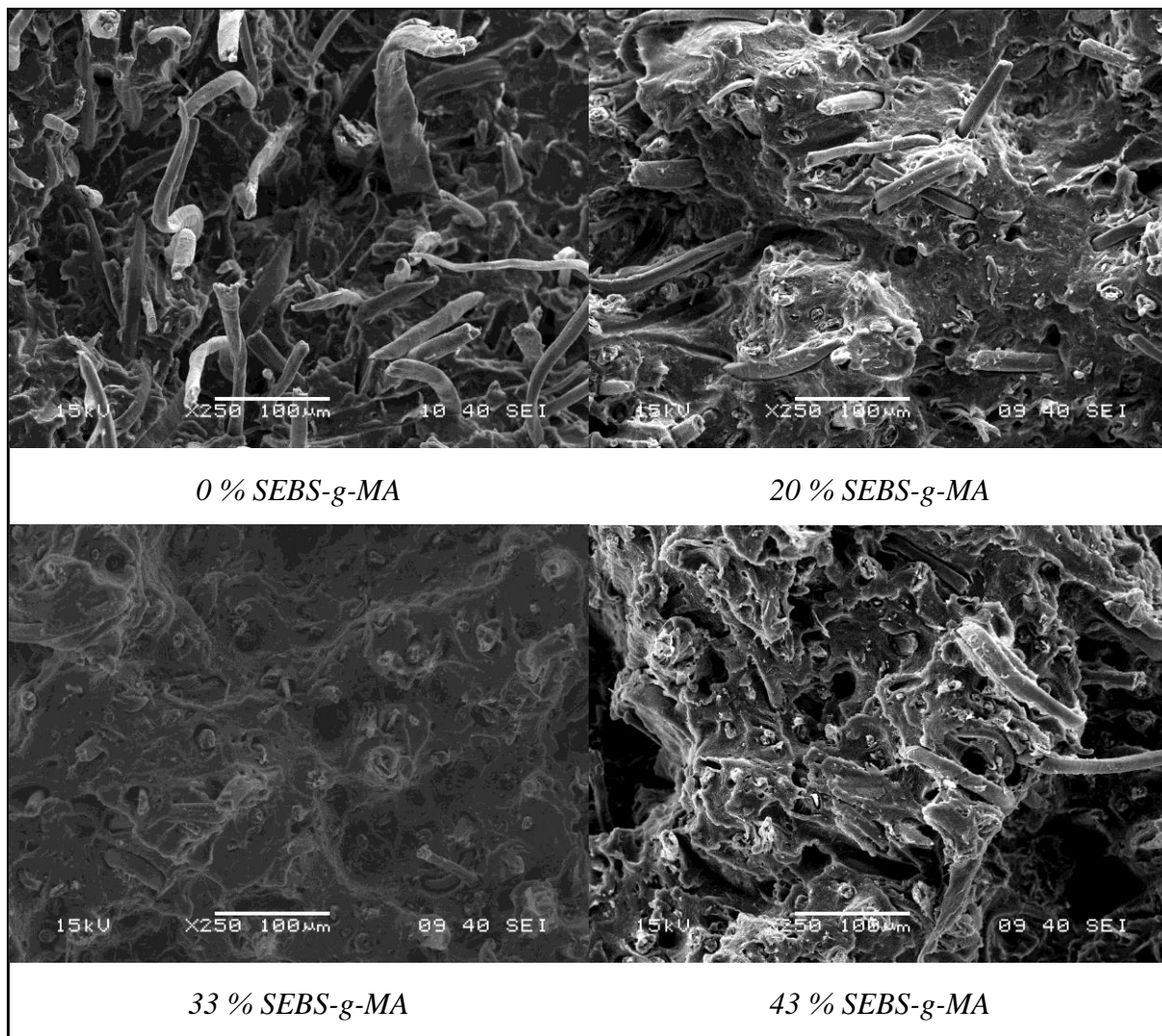
A minták AE mérését követően elkészítettem az összeseményszám-nyúlás görbéket, amelyet a **18. ábrán** szemléltetek. Látható, hogy az MAPP-t tartalmazó minta, ha egy kicsit is, de több regisztrált eseményt mutat, az elasztomer tartalom növelése pedig jelentősen megnöveli a jelek számát. A 43 % SEBS-g-MA-t tartalmazó minták nagyjából 350 ezres eseményszáma jelentős növekedés a korábban mért mintákhoz képest.

Az alábbi **ábrán (19.)** a vizsgált bemetszett és bemetszetlen minták fraktogramjait mutatom be.



**19. ábra:** Bemetszett és bemetszetlen minták fraktogramja

A mérési módszer különbözősége miatt (bemetszett és bemetszett próbatetek vizsgálata) a diagramok skálázásának egyesítése nehezítette volna a szemléltetést, azonban könnyen leolvasható a bemetszetlen minták eltöréséhez szükséges jelentősen nagyobb erő. Ha a bemetszett kompozitok görbéit megnézzük, láthatjuk, hogy az elasztomert nem tartalmazó próbatetek eltöréséhez nagyobb erő szükséges, azonban a háromszög alakú fraktogram ebben az esetben is utal a minták ridegségére. Megfigyelhető az is, hogy az elasztomer tartalom növelése növeli az anyag szívósságát. Mint a két diagramról elmondható, hogy a maximális erő, ami a töréshez szükséges az SEBS-g-MA mennyiségének növelésével fokozatosan csökken. A törés során bekövetkezett jelenségek megértéséhez ebben az esetben is a SEM felvételek elemzése, amit a **20. ábrán** mutatok be.



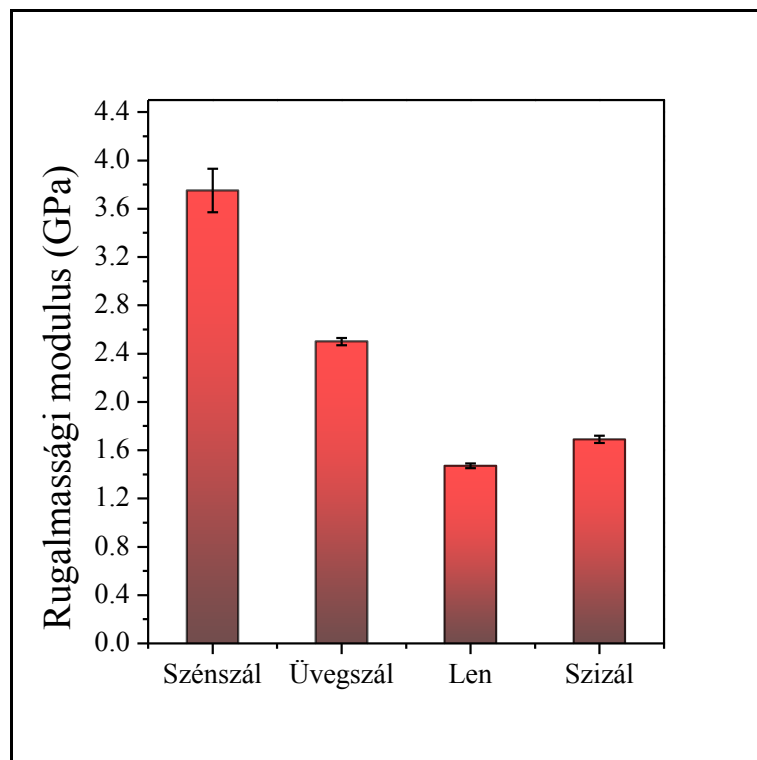
**20. ábra:** SEM felvételek a különböző elasztomer tartalmú kompozitok törési felületéről

A felvételeken látszik, hogy az elasztomer tartalom, hogy alakítja ki a beágyazott szerkezetet. 0 % elasztomer tartalomnál a nagymértékű száلكihúzóadás figyelhető meg, 20 %-os elasztomer tartalom esetén pedig látszik, hogy egyre nagyobb valószínűséggel fordul elő száltördelődés. 33 és 43 % SEBS-g-MA-t tartalmazó minták esetén ugyancsak megfigyelhető az a jelenség, hogy teljes mértékben szeparált vagy beágyazódott szerkezet nem jön létre, ugyanis mind a két esetben látható elszórtan kihúzódtott szál is.

### 4.3 Különböző száltípusok alkalmazása a kompozitokban

Az összehasonlítás érdekében a szizál szálak mellett szénszálat, üvegszálat és len szálakat kevertem a kompozitokba, majd megvizsgáltam fröccsöntött próbatestek tulajdonságait. Azért kevertem ezeket a szálakat a polimer rendszerhez, mert ipari gyakorlatban a szénszálnak és üvegszálnak fontos szerepe van, a len pedig egy Magyarországon is könnyen hozzáférhető természetes szál, ami az irodalom szerint a szizálhoz hasonló szilárdsággal és nyúlással rendelkezik. Minden esetben 20 % erősítőanyagot és 33 % elasztomert (SEBS-g-MA) használtam, így az összetétel nem változott. Ebből az okból kifolyólag úgy gondoltam, hogy oszlopdiagramokkal tudom a legjobban szemléltetni a kompozitok közötti különbségeket.

A **21. ábrán** a különböző minták rugalmassági modulusát mutatom be. Látható, hogy a szénszállal erősített polimerek rendelkeznek a legnagyobb merevséggel. Ez a tulajdonság a szénszál nagy modulusának köszönhető. Azt is megfigyelhetjük, hogy az általunk választott szizállal töltött kompozitok jobb eredményeket értek el rugalmassági modulus tekintve, mint a másik természetes szállal, a lennel erősített rendszerek.

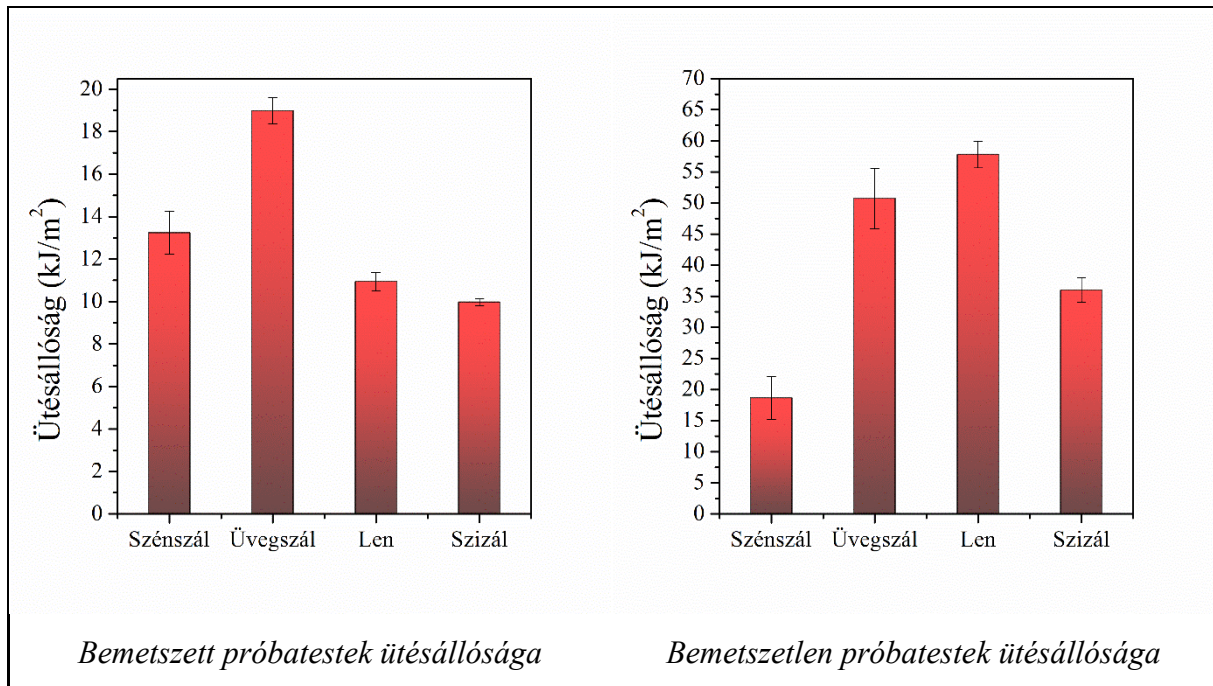


**21. ábra:** Különböző szállal erősített kompozitok merevsége

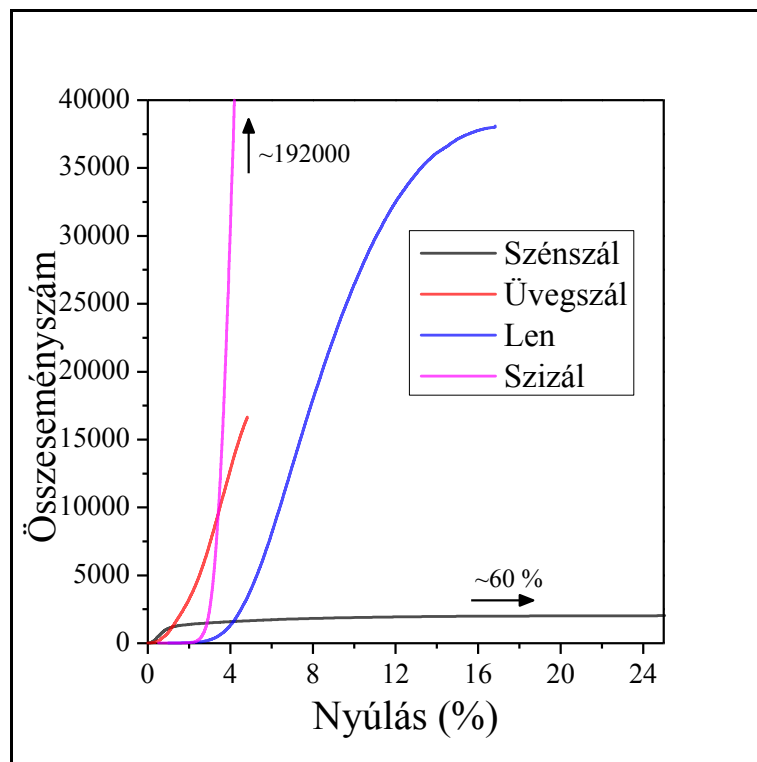
A **22. ábrán** a bemetszett és bemetszetlen próbatestek ütésállósága látható. Ütésállóságot vizsgálva a szénszállal töltött polimerek kevésbé mutattak jó tulajdonságokat, viszont az



üvegszállal erősített anyagok a bemetszetlen minták vizsgálatánál is kiemelkedőek. A bemetszett és bemetszetlen minták között jelentős különbségeket tapasztalhatunk.

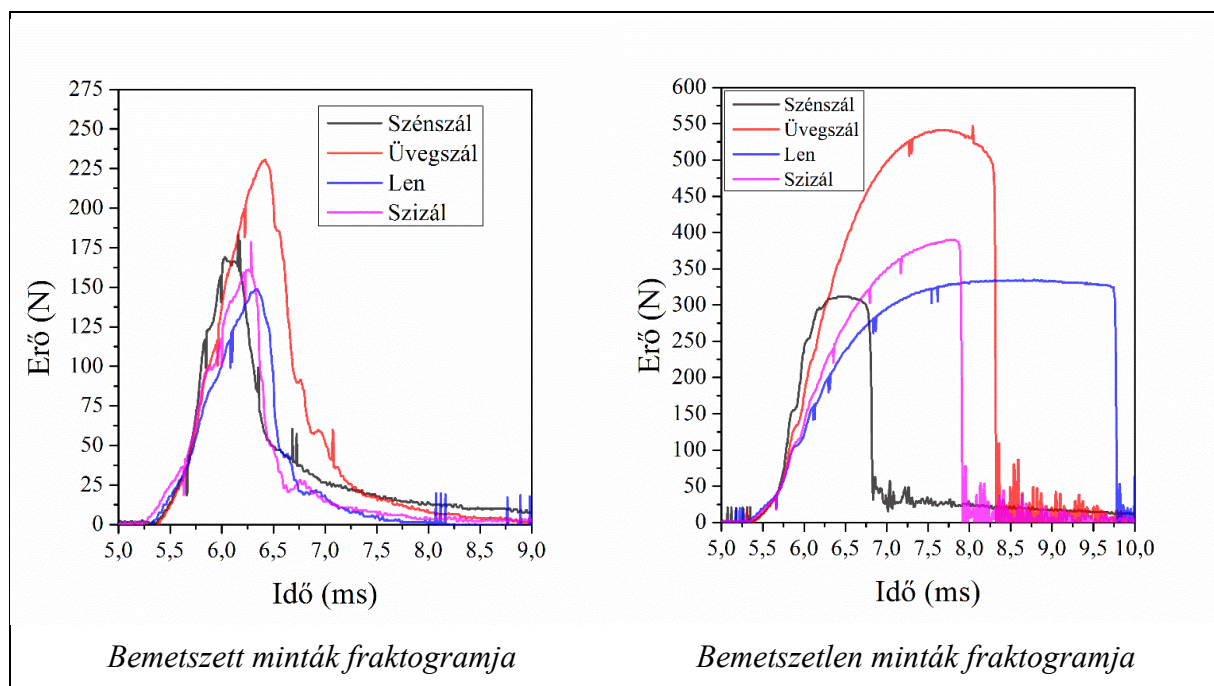


22. ábra: Bemetszett és bemetszetlen próbatetek ütésállósága



23. ábra: Összeseményszám-nyúlás összefüggés a különböző kompozitokra

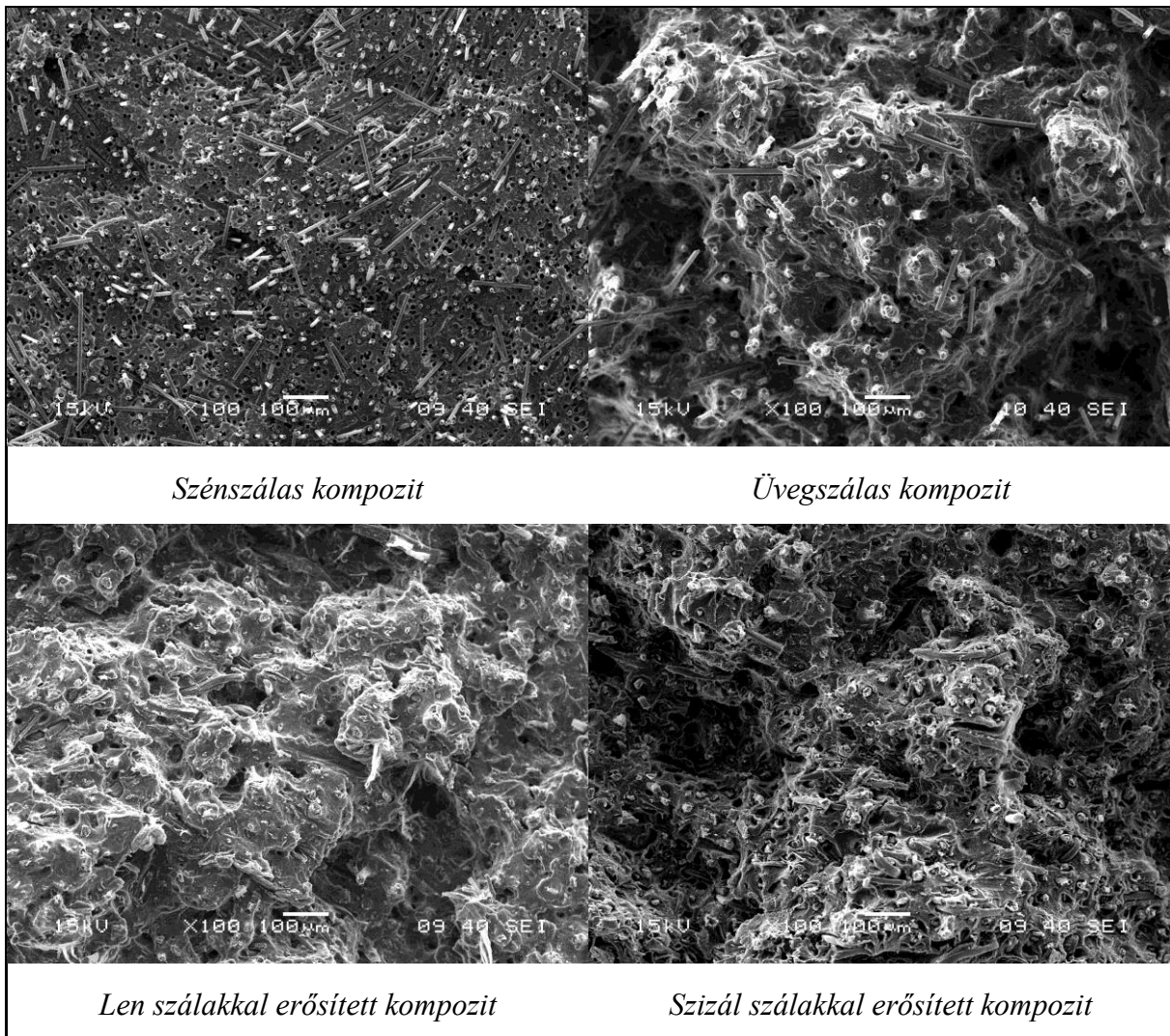
Az ütésállósági értékek alakulására és a bemetszett, valamint bemetszetlen próbatestek ütésállósága közötti nagymértékű változásokra az összeseményszám-nyúlás görbe (23. ábra), a fraktogramok (24. ábra), továbbá a SEM felvételek (25. ábra) együttesen nyújthatnak magyarázatot. A 23. ábrán a görbék alakját megnézve arra következtethetünk, hogy a szizál és len szálak esetében a domináló folyamat a szálak tördelődése, szénzál és üvegszál esetében viszont jelentős a szálak kihúzóódása, illetve a határfelületek elválása. A szénzálás kompozit nyúlását és a szizál szálak rendszer összeseményszámát végig ábrázolva a minták közötti különbség átláthatatlan lenne, ezért ezek végpontját az ábrán nyilakkal és számokkal jelöltem.



**24. ábra:** Különböző szálakkal erősített próbatestek fraktogramjai

A bemetszett minták fraktogramján látható, ami a szabványos ütésállósági vizsgálat során kiderült, az üvegszál töréséhez van szükség a legnagyobb erőre, és a görbe alatti terület is ebben az esetben a legnagyobb. A minták esetében a maximális erő után nem történt hirtelen zuhanás, így látható mértékű repedésterjedés is lezajlott a törés során. A SEM felvételek (25. ábra) igazolják a 23. ábrán bemutatott jelenségeket, hogy a szénzál és üvegszál esetén száلكihúzóódás dominál, len- és szizál szálak erősítés esetén pedig a szálak tördelődése. Ennek egyik oka az lehet, hogy az SEBS-g-MA funkciós csoportja a természetes szálakon lévő OH-csoportokkal különösen erős kovalens kötést tudnak kialakítani. A szénzálak és üvegszálak felületkezelése több módszerrel is történhet, azonban ha a felület nem tartalmaz olyan funkciós

csoportot, amely kapcsolatba léphetne az elasztomeren lévő maleinsav-anhidriddel, akkor nem fog kialakulni a megfelelő erősségű kölcsönhatás töltőanyag és mátrix között.

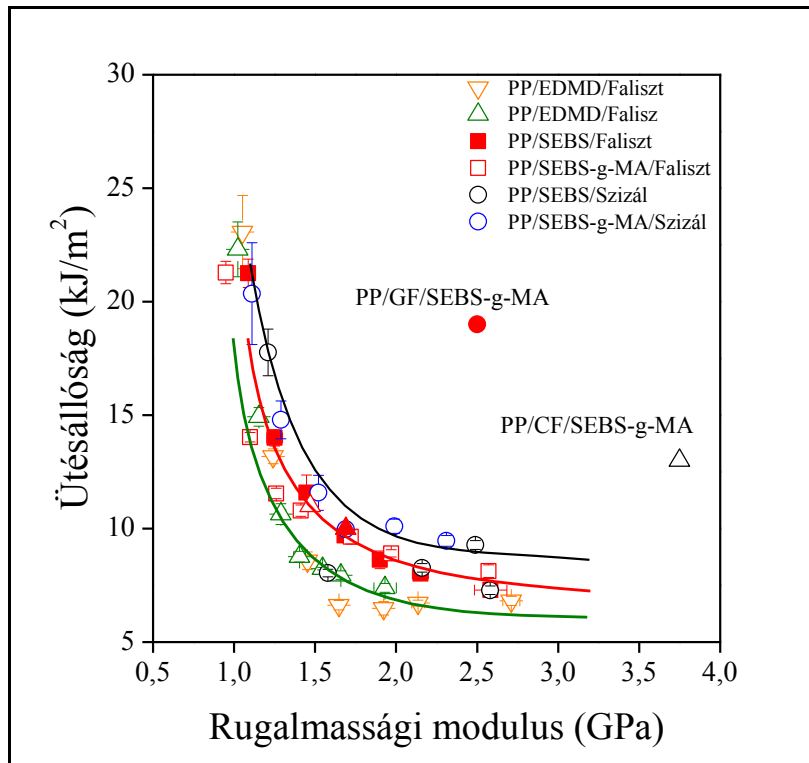


**25. ábra:** A különböző töltőanyagot tartalmazó kompozitok törési felületéről készült SEM felvételek

## 5. Összefoglalás

A munkám során különböző összetételű kompozitokat állítottam elő, a szizál, mint természetes szál hatását vizsgáltam heterogén polimer rendszerekben. A cél a kompozit ütésállóságának a javítása volt, továbbá vizsgáltam a minták tönkremenetele során lezajló mikromechanikai deformációs folyamatokat. A szizál szálak nagyobb szilárdsággal, nyúlással és alaki tényezővel rendelkeznek, mint a széles körben alkalmazott faliszt. Azt szerettem volna gyakorlatban is kideríteni, hogy az ütésállóság javulni fog-e, ha a faliszt helyett szizált keverünk a kompozitba. Összehasonlítottam azt is, hogy az SEBS-g-MA és az SEBS (+MAPP) által kialakított szerkezet milyen hatással van a tulajdonságokra. Több sorozatot is mértem, változtattam a töltőanyag tartalmát, az elasztomer tartalmát, valamint különböző szálak alkalmazását is kipróbáltam. A klasszikus mechanikai vizsgálatok mellett szabványos ütésállósági vizsgálatokat és műszerezett törést is elvégeztem, akusztikus emissziós mérési módszerrel mértem a minták szakadása során lezajló mikromechanikai deformációs folyamatokat, SEM felvételek segítségével pedig megvizsgáltam a törési felületeket.

A vizsgálatokat elvégezve arra jutottam, hogy az SEBS-g-MA-val módosított kompozitok ütésállósága jobb lett, mint az SEBS-el módosított rendszereké, ugyanis segít a beágyazottabb szerkezet kialakulásának. Az erősebb kölcsönhatások miatt a PP/szizál/SEBS-g-MA rendszerekben a száltördelődés lett a domináló folyamat, amely nagyobb energiát képes elnyelni a törés során. A növekvő elasztomer tartalom ugyan növelte a kompozitok ütésállóságát, viszont a gyakorlat szempontjából ugyanolyan fontos rugalmassági modulus csökkent. A **26. ábrán** egy összesített diagram látható az általam vizsgált anyagok és a korábban vizsgált faliszttal töltött kompozitok rugalmassági modulusa és ütésállósága közötti kapcsolatáról. A kék és fekete karikák jelölik az SEBS-g-MA, valamint az SEBS elasztomert tartalmazó kompozitok értékeit.



**26. ábra:** Összesített ütésállóság-rugalmassági modulus értékek

A különböző száltípusokkal töltött polimereket vizsgálva a szénszállal, de főleg az üvegszállal töltött polimerek tulajdonságai jobbak voltak, mint a PP/SEBS-g-MA/szizál kompozitok, azonban a környezettudatosság és az alacsony ár miatt a szizál szállal erősített rendszerek előnyt élvezhetnek. Másik természetes szálként len szálat kevertem a mátrixba, amelynek az ütésállósága jobb értékeket mutatott, mint a szizálé, tehát a továbbiakban érdemes lehet foglalkozni a len szákkal erősített kompozitok tulajdonságainak kutatásával is.

## **6. Köszönetnyilvánítás**

Szeretném megköszönni a témavezetőmnek, Móczó Jánosnak a segítséget és a sok hasznos tanácsot, amit a munkám elvégzése és a dolgozat megírása során nyújtott. Külön köszönöm a dolgozat ellenőrzését és a megfelelő iránymutatást.

Köszönet illeti Cseke Lászlót az extrudálás és fröccsöntés közben nyújtott segítségért, valamint Kun Dávidot a SEM felvételek készítéséért. Hálás vagyok a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Műanyag- és Gumiipari Laboratóriumában dolgozóknak, hogy problémáimmal bármikor fordulhattam hozzájuk.

Végül, de nem utolsó sorban köszönöm a családomnak és a barátaimnak a dolgozat megírásához szükséges támogatást és biztatást.

## 7. Irodalomjegyzék

- [1] D. Nabi Saheb, J. P. Jog: *Natural Fiber Polymer Composites: A review*, *Advances in Polymer Technology*, vol. 18, no. 4, 351-363, 1999.
- [2] B. Pukánszky, J. Móczó: *Műanyagok*, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Fizikai Kémiai és Anyagtudományi Tanszék, 2011.
- [3] L. Buzási: *Műanyag-feldolgozás Magyarországon 2013-ban*, *Műanyag és Gumi* 51, 245-253, 2014.
- [4] A. Bourmaud, S. Pimbert: *Investigations on mechanical properties of poly(propylene) and poly(lactic acid) reinforced by miscanthus fibers*, *Composites: Part A* 39, 1444-1454, 2008.
- [5] C. M. Clemons, *Natural Fibers, Functional Fillers for Plastics: Second updated and enlarged edition*, (szerkesztette: M. Xanthos), 213-223, 2010.
- [6] Joshi, S. V., Drzal, L.T., Mohanty, A.K., Arora, S.: *Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?*, *Composites A* 35, 371-376 2004.
- [7] T. Corbière-Nicollier, B. Gfeller Laban, L. Lundquist, Y. Leterrier, J.-A. E. Manson, O. Jolliet: *Life Cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics*, *Resources, Conservation and Recycling* 33, 267-287, 2001.
- [8] R. M. Rowell: *Opportunities for lignocellulosic materials and composites*, *Emerging Technologies for Materials and Chemicals from Biomass Chapter 2*, (szerkesztette: R. M. Rowell, T. P. Schultz, R. Narayan), 1992.
- [9] T. Gurunathan, Smita Mohanty, Sanjay K. Nayak: *A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives*, *Composites: Part A* 77, 1-25, 2015.
- [10] R. C. Pettersen: *The Chemical composition of wood*, *The Chemistry of Solid Wood Chapter 2*, (szerkesztette: R. M. Rowell), 76-81, 1984.
- [11] J. Z. Lu *et al.*: *Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: a review of coupling agents and treatments*, *Wood Fiber Sci.* 32 (1), 88-104, 2000.
- [12] R. Jacobson *et al.*: *Low temperature processing of ultra-pure cellulose fibers into nylon 6 and other thermoplastics*. *Proceedings of the 6th International Conference on Woodfiber-Plastic Composites*, Forest Products Society, Madison, WI, 127-133, 2001.
- [13] Kim L. Pickring: *Natural fibres: types and properties*, *Properties and performance of natural-fibre composites*, Woodhead publishing limited, 3-66, 2008.
- [14] Yan Li, Yiu-Wing Mai, Lin Ye: *Sisal fibre and its composites: a review of recent developments*, *Composites Science and Technology* 60, 2037-2055, 2000.
- [15] N. Chand, R. K. Tiwary, P. K. Rohatgi: *Bibliography resource structure properties of natural cellulosic fibres – an annotated bibliography*, *Journal of Materials Science* 23, 381-387, 1988.
- [16] P. S. Murherjee, K. G. Satyanarayana: *Structure and properties of some vegetable fibres, part 1. Sisal Fibre*, *Journal of Materials Science* 19, 3925-3934, 1984.

- [17] P. I. Wilson: *Sisal vol. II. in Hard fibres research series*, no. 8, Rome: FAO, 1971.
- [18] R. M. Rowell: *Emerging technologies for materials & chemicals for biomass*, ACS Symposium Ser, 476, 1992.
- [19] K. Joseph, S. Thomas, C. Pavithran: *Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites*, Polymer 37, 5139-5149, 1996.
- [20] N. Chand, S. A. R. Hashmi: *Effect of plant age of structure and strenght of sisal fibre* Metals, Materials and Processes 5, 51, 1993.
- [21] K. L. Fung, X. S. Xing, R. K. Y. Li, S. C. Tjong, Y.-W. Mai: *An investigation on the processing of sisal fibre reinforced polypropylene composites*, Composites Science and Technologies 63, 1255-1258, 2003.
- [22] K. Renner, Cs. Kenyó, J. Móczó, B. Pukánszky: *Micromechanical deformation processes in PP/Wood composites: Particle characteristics, adhesion, mechanism*, Composites Part A 41, 1653-1661, 2010.
- [23] A. Sudár, K. Renner, J. Móczó, B. Pukánszky: *Környezetbarát technológiák autóipari hulladékok hasznosítására*, Műanyag és Gumi 47, 197-200, 2010.
- [24] M. Hiljanen-Vainio, M. Heino, J. V. Seppala: *Reinforcement of biodegradable poly(ester-urethane) with fillers*, Polymer 39, 865-872, 1998.
- [25] M. Morreale, R. Scaffaro, A. Maio, F. P. La Mantia: *Effect of adding wood flour to the physical properties of a biodegradable polymer*, Composites Part A 39, 503-513, 2008.
- [26] *Hőre lágyuló elasztomerek minden mennyiségben és (majdnem) minden minőségben. 1. rész*, Műanyagipari Szemle, 2010. 1. szám
- [27] K. Oksman, C. Clemons: *Effects of elastomers and coupling agent on impact performance of wood flour-filled polypropylene*, 4th International Conference on Woodfiber-Plastic Composites, 1997
- [28] S.-K. Yeh, K.-J. Kim, R. K. Gupta: *Synergistic effect of coupling agents on polypropylene-based wood-plastic composites*, Journal of Applied Polymer Science, 1047-1053, 2012.
- [29] X. L. Xie, K. L. Fung, R. K. Y. Li, S. C. Tjong, Y.-W. Mai: *Structural and mechanical behavior of polypropylene/maleated styrene-(ethylene-co-butylene)-styrene/sisal fiber composites prepared by injection molding*, Journal of Polymer Science 40, 1214-1222, 2002.
- [30] M. Denac, V. Musil, I. Smit: *Polypropylene/talc/SEBS (SEBS-g-MA) composites, Part 2. Mechanical properties*, Composites Part A 36, 1282-1290, 2005.
- [31] H. S. Yang, H. J. Kim, H. J. Park, B. J. Lee, T. S. Hwang: *Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites* Comp Struct 77, 45-55, 2007.
- [32] B. A. Acha, M. I. Aranguren, N. E. Marcovich, M. M. Reboredo *Composites from PMMA modified thermosets and chemically treated woodflour* Polym Eng Sci 43, 999–1010 2003.
- [33] X. Yuan, K. Jayaraman, D. Bhattacharyya: *Effects of plasma treatment in enhancing the performance of woodfibre-polypropylene composites*, Composites Part A 35, 1363-1374, 2004.
- [34] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, A. Merlin: *Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites*, Ind. Crops. Prod. 31, 344-349, 2010.



- [35] A. Kiss, E. Fekete, B. Pukánszky: *Aggregation of CaCO<sub>3</sub> particles in PP composites: Effect of surface coating*, Composites Science and Technology 67, 1574-1583, 2007.
- [36] Z. Dominkovics, L. Dányádi, B. Pukánszky, *Műanyag és Gumi* 43, 517-523, 2006.
- [37] A. El-Sabbagh: *Effect of coupling agent on natural fibre in natural fibre/polypropylene composites on mechanical and thermal behaviour*, Composites Part B 57, 126-135, 2014.
- [38] J.-M. Park, S. T. Quang, B.-S. Hwang, K. Lawrence DeVries: *Interfacial evaluation of modified Jute and Hemp fibers/polypropylene (PP)-maleic anhydride polypropylene copolymers (PP-MAPP) composites using micromechanical technique and nondestructive acoustic emission*, Composites Science and Technology 66, 2686-2699, 2006.
- [39] L. Dányádi, J. Móczó, B. Pukánszky: *Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites*, Composites Part A 41, 199-206, 2010.
- [40] G. C. Yang, H. M. Zeng, J. J. Li, N. B. Jian, W. B. Zhang: *Relation of modification and tensile properties of sisal fibre*, Acta Scientiarum Naturalium Universitatis Sunyatseni 35, 53-57, 1996.
- [41] N. Chand, S. Verma, A. C. Khazanchi: *SEM and strength characteristics of acetylated sisal fibre*, Journal of Materials Science Letters 8 1307-1309. 1989.
- [42] B. Singh, M. Gupta, A. Verma: *Influence of fibre surface treatment on the properties of sisal-polyester composites*, Polymer Composites 17, 910-918, 1996.
- [43] W. Liu, M. Misra, P. Askeland, L. T. Drzal, A. K. Mohanty: *'Green' composites from soy based plastic and pineapple leaf fiber: fabrication and properties evaluation*, Polymer 46, 2710-2721, 2005.
- [44] G. Zhang, Z. Rasheva, A. K. Schlarb: *Friction and wear variations of short carbon fiber (SCF)/PTFE/graphite (10 vol.%) filled PEEK: Effects of fiber orientation and nominal contact pressure*, Wear 268, 893-899, 2010.
- [45] B. Pukánszky, B. Turcsányi, F. Tüdös, J. Kolarik, F. Lednický: *Magyar Kémiai folyóirat* 94, 109-115, 1988.
- [46] B. Pukánszky, F. Tüdös, J. Kolárik, F. Lednický: *Polym. Compos.* 11, 98-104, 1990.
- [47] B. Pukánszky: *Particulate filled polypropylene: structure and properties*, in *Polypropylene: Structure, Blends and Composites, Vol. 3*, Krager-Kocsis, J. (szerk.), Chapman and Hall, London, 1-70 1995.
- [48] Y. Long, R. A. Shanks: *PP-elastomer-filler hybrids. I. Processing, microstructure and mechanical properties*, Journal of Applied Polymer Science 61, 1877-1885, 1996.
- [49] C. B. Bucknall: *Toughened Plastics*, Applied Science Publishers, London, 1977.
- [50] B. Pukánszky, M. Es, F. H. J. Maurer, G. Vörös: *Journal of Material Science* 29, 2350-2358, 1994.
- [51] K. Renner, M. S. Yang, J. Móczó, H. J. Choi, B. Pukánszky: *Analysis of the debonding process in polypropylene model composites*, Eur. Polymer Journal 41, 2520-2529, 2005.
- [52] P. Szűcs: *Az akusztikus emisszió, mint szilárdtestfizikai jelenség, és mint roncsolásmentes anyagvizsgálati módszer*, Tribológiai Szakmérnök képzés, Veszprém, 1993. november 3.

[53] W. Haselbach, B. Lauke: *Acoustic emission of debonding between fibre and matrix to evaluate local adhesion*, Composites Science and Technology 63, 2155-2162, 2003.