

Fröccsöntéssel feldolgozható önerősítéses polipropilén kompozit fejlesztése.
Kmetty Á, Bárány T

Accepted for publication in MŰANYAG ÉS GUMI

Published in 2011

DOI:

Fröccsöntéssel feldolgozható önerősítéses polipropilén kompozit fejlesztése

Kmetty Ákos* egyetemi tanársegéd, Dr. Bárány Tamás* egyetemi docens

1. Bevezetés

Az 1970-es évek elejétől intenzív kutatómunka indult meg egy ún. önerősítéses rendszert létrehozó szerkezetkialakítása érdekében. A kezdeti kísérletek során egy-, illetve többirányban orientált (egykomponensű) rendszereket fejlesztettek ki (önerősítéses extrúzió, préseléses extrúziós, orientált kristályosítás stb.), amelyben az erősítő hatást az alapanyag (leginkább részben kristályos polimer) láncmolekuláinak orientálásával (nyújtásával) majd e részek rögzítésével érték el [1]. Az önerősített rendszert konvergens profilú extruder szerszámmal, kontrollált nyírást megvalósító fröccsöntéssel (SCORIM, VIM), illetve többlépcsős nyújtási eljárásokkal (pl. orientált nyújtás) hozták létre. A nyomás növekedésével a kristályos részek aránya megnőtt, a hosszirányú áramlási gradiens növekedésének köszönhetően a kristályosodás feltételei javultak és shish-kebab struktúra alakult ki az anyagban [2]. E szerkezetváltozás hatására a mechanikai tulajdonságok intenzív növekedését érték el. A későbbiekben több komponensű (erősítő-, mátrix anyag), hőre lágyuló, eltérő olvadáspontú, egyazon anyagcsaládba tartozó polimer anyagokból hoztak létre önerősített polimer kompozitokat (self-reinforced polymer composite – SRPC). Ezek előnye, hogy nem kell külön figyelmet fordítani az erősítőanyag és a mátrix közötti adhézió biztosításra, garantálható a megfelelő és gazdaságos újrahasznosítás, illetve akár 30%-os tömegcsökkenést is elérhető az üvegszállal erősített kompozitokhoz képest.

Az önerősítéses kompozitok jelenlegi nagy hátránya, hogy mind a kereskedelemben (*Curv*[®], *Armordon*[®], *MFT*[®], *Pure*[®]), mind a szakirodalomban fellelhető más változatok (pl. film-stacking) lemez formátumban lehetségesek. Azonban e kompozit lemezekből előállított termékek köre erősen korlátozott (csak egyenletes falvastagságú, meleg alakítással készíthető termékek, pl. héjak, panelek stb. gyárthatók) [3]. Bonyolult geometriájú 3D-s termékek hagyományos technológiával (pl. fröccsöntés) történő gyártására (önerősítéses kompozit definíciójának megfelelő) eljárás, a szakirodalomban és a szabadalmakban ez idáig nem ismert. A legújabb kísérleti eljárás az SRPC előállítására a szelektív hevítés (Esprit Project) [4]. A mátrixanyagba kevert adalék (pl. vas, magnetit, nikkelt, szén nanocső stb.) külső energiaforrás hatására

felhevül, hatására a mátrix anyag ömledék állapotba kerül az erősítőanyag megömlesztése nélkül. A fűtőhatás lehet mikrohullámú vagy indukciós energia. A hosszúszerű granulatum előállítás történhet a mátrix ömledék állapotba hozásával (pl. pultruzió). Az önerősített termék készülhet fröccsöntéssel vagy préseléssel. Szelektív melegítéses módszerrel a mátrixanyaghoz képest jobb mechanikai tulajdonságokat értek el, azonban újrahasznosíthatósága és önerősítéses polimer-polimer jellege az adalékanyagoknak köszönhetően erősen megkérdőjelezhető.

2. Előkísérletek, előgyártmány fejlesztés

Célul tűztük ki, hogy fröccsöntéssel önerősítéses polimer kompozitot állítsunk elő, amelyhez alkalmas „granulátumot” fejlesszünk ki és vizsgáljuk fröccsönthetőségét (granulátum geometria, adagolhatóság, feldolgozási paraméterek stb.). Első esetben vágott polipropilén homopolimer (hPP) szálból álló multifilamentet kevertünk össze random polipropilén kopolimer (rPP) granulátummal. Azt tapasztaltuk, hogy a szálak egymáshoz tapadnak és gömb formában aggregálódnak, szemben egy üvegszálal erősítéssel ellátott rendszer esetében. Megállapítottuk, hogy ebben az esetben az adagolás és az előre beállított száltartalom nem biztosítható. Vizsgálatainkat egy extrúziós bevonatoló sor kifejlesztésével folytattuk. A mátrixanyagot (rPP) ikercsigás extruder segítségével megömlesztettük és folytonos gyártástechnológiával hPP multifilamentet vontunk be vele, majd tekeresztük, végül granuláltuk. Ezzel az eljárással biztosítani tudtuk a fröccsöntő gépbe való adagolhatóságot és fröccsöntött hPP szállal erősített kompozitot állítottunk elő. A próbatetek mechanikai és mikroszkópos vizsgálatai rámutattak arra, hogy egy szűk hőmérséklet tartományban fröccsöntve, a hőre lágyuló mátrixanyag igen, de az erősítőanyag nem kerül ömledék állapotba, és csekély erősítőhatás érhető el a mátrixanyaghoz képest. A száleloszlás és szál-mátrix közötti adhézió vizsgálata viszont azt mutatta, hogy az elemi szálak eloszlása és adhéziós kapcsolata nem megfelelő. Ezt követően vizsgálatainkat egy újfajta „előimpregnált granulátum” kifejlesztésével folytattuk, amit jelen publikációban mutatunk be.

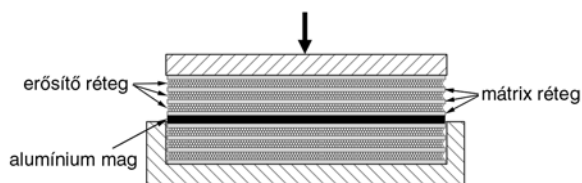
*Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék

3. A felhasznált anyagok és előállításuk

3.1. Tekerceselés, préselés, granulálás

Mátrixanyagként *Tipplen R959A* PP random kopolimerből (TVK, Magyarország) készült 50 µm vastagságú fóliát ($T_m = 150^\circ\text{C}$, MFI (2,16 kg; 230°C) = 45 g/10 perc), míg erősítőanyagként nagy orientáltságú, 3300 dtex lineáris sűrűségű polipropilén multifilamentet ($T_m = 171^\circ\text{C}$) (Stradom Sa., Lengyelország) használtunk fel.

Az alapanyagokból tekerceseléses eljárással 70 m% száltartalmú egyirányban erősített szendvicsszerkezetet állítottunk elő. A tekerceselés során az erősítőanyagot minden egyes esetben előfeszített állapotban tekerceseltük fel alumínium (Al) magra. A tekerceselést követően a réteges (mátrix-erősítőanyag) szerkezetet kétoldali fém szerszámmal rendelkező présben konszolidáltuk (1. ábra).



1. ábra. Tekerceselt hőre lágyuló szendvics szerkezet konszolidálása

A préselés során egységesen 180°C -on 4 perces hűntartást (0 bar-on) és 4 perces (300 bar-on) préselési időt alkalmaztunk. A préselést követően az Al magról leválasztottuk a két préselt lapot és belőlük különböző szálhosszúságú (5, 8 mm) 5 mm széles „előimpregnált granulátumot” állítottunk elő (2. ábra).

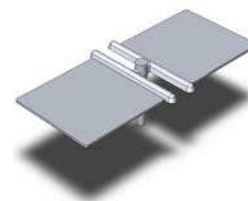


2. ábra. Előimpregnált granulátum

1. táblázat.

Önerősítéses PP kompozit fröccsöntési paraméterei

Adagsúly, cm ³	50					
Fröccssebesség, cm ³ /s	50					
Fröccsnyomás, bar	800 (5 mm), 1100 (8 mm)					
Utónyomás nagysága, bar]	500					
Utónyomás ideje, s]	10					
Csiga fordulatszám, m/perc	15					
Fúvóka típus	lapos, fűtött fúvóka					
Hőmérséklet, °C	1. zóna	2. zóna	3. zóna	4. zóna	5. zóna	Szerszám
	165	160	160	155	155	40



3.2. Fröccsöntés

Az előimpregnált granulátumot ARBURG 370 S 700-290 típusú fröccsöntő gépbe ($d = 30$ mm) adagoltuk és $80 \times 80 \times 2$ mm-es lapka próbatesteket fröccsöntöttünk az 1. táblázatban szereplő paraméterekkel. Referenciaként a mátrixanyagból is fröccsöntöttünk próbatesteket.

4. Vizsgálati módszerek

4.1. Mikroszkópos vizsgálat

A préselt lapokból és a fröccsöntött lapka próbatestekből (folyásirányban és arra merőlegesen) 10×20 mm-es mintákat vágunk ki, majd ezt követően epoxi gyantába ágyaztuk és több lépcsőben *Struers* automata polírozó berendezéssel políroztuk. Az elemi szálak mátrixszal történő átitatottságát és a fröccsöntést követő szál-eloszlást, szálmegmaradást OLYMPUS BX 51M típusú optikai mikroszkóp segítségével tanulmányoztuk.

4.2. Szakítóvizsgálat

A szakítóvizsgálatokhoz a préseléssel előállított lapokból 20×150 mm-es (erősítéssel párhuzamosan) míg a fröccsöntött lapka próbatestekből szabványos ütveszákító piskóta próbatesteket (MSZ EN ISO 8256) munkáltunk ki folyásirányban és arra merőlegesen. A szakítóvizsgálatokat az MSZ EN ISO 527-1 szabvány betartása mellett szobahőmérsékleten, 5 mm/perc keresztfejsebesség alkalmazásával végeztük, min. 5-5 darab próbatest felhasználásával.

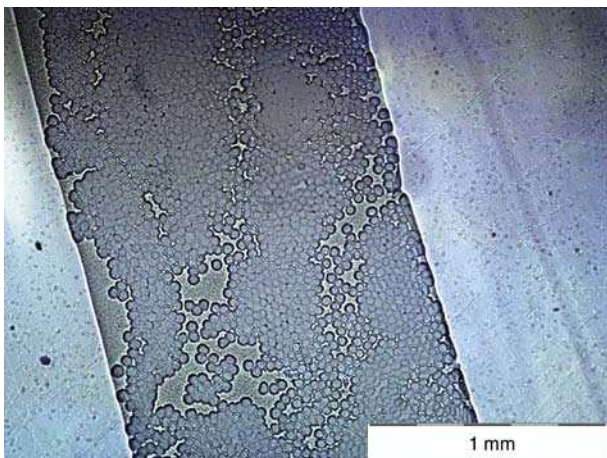
5. Kísérleti eredmények és értékelésük

A préselt lapok mikroszkópos felvételekből megállapítható, hogy a préselés során a mátrixanyag egyenletesen átitatta az elemi szálak között lévő üregeket és delaminációra utaló jeleket nem tapasztaltunk, a préselt lap rétegesen nem vált szét (3. ábra).

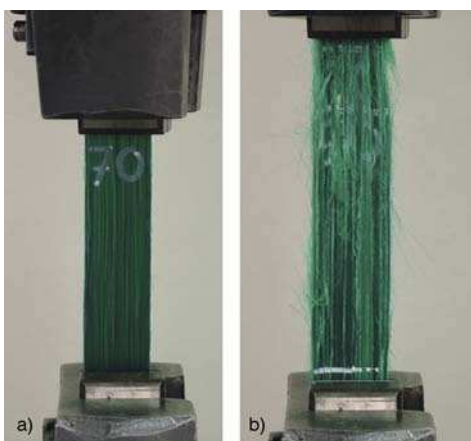
A szakítóvizsgálatokból megállapítottuk, hogy a mátrixanyagra vonatkozó értékekhez (a gyártó adatlapja szerint: $\sigma_Y = 25,0$ MPa, $E = 950$ MPa) képest a 70 m%-os egyirányban erősített kompozit lapok esetében húzószilárdságban több, mint 900%-os ($\sigma_Y = 254,0 \pm 22,8$ MPa) míg rugalmassági modulusz esetében közel 200%-os

($E = 2635 \pm 131$ MPa) növekedés értünk el. A 4. ábra a tönkremeneteli folyamatot szemlélteti.

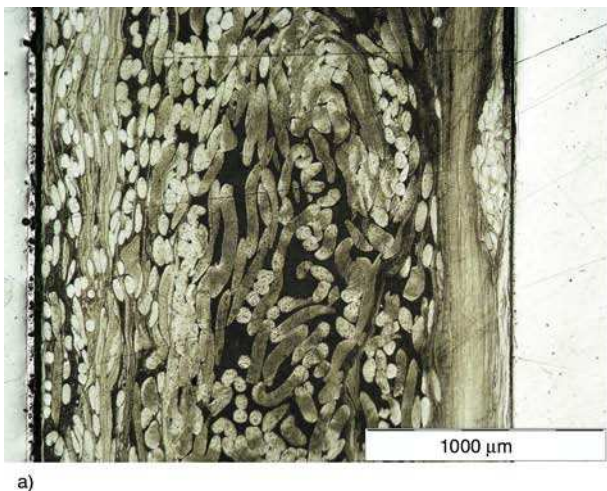
Az előimpregnált granulátumok fröccsöntésekor azt



3. ábra. 70 m%-os préseléssel előállított önerősítéses polipropilén lap csiszolati képe

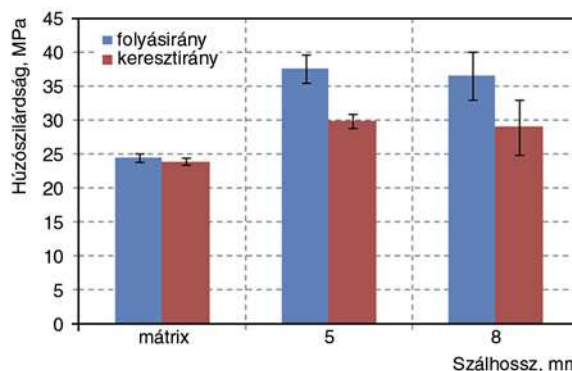


4. ábra. Préselt egyirányban erősített lapok szakítóvizsgálata (szakítás előtt (a) és után (b))

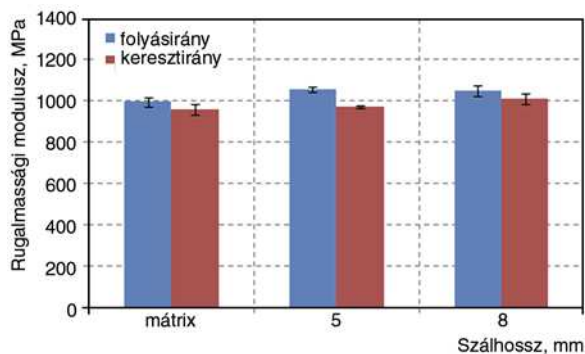


7. ábra. Fröccsöntött önerősítéses polipropilén próbatestek (5 mm szálhosszúsággal) szál-eloszlása folyásirányban (a) és arra merőlegesen (b)

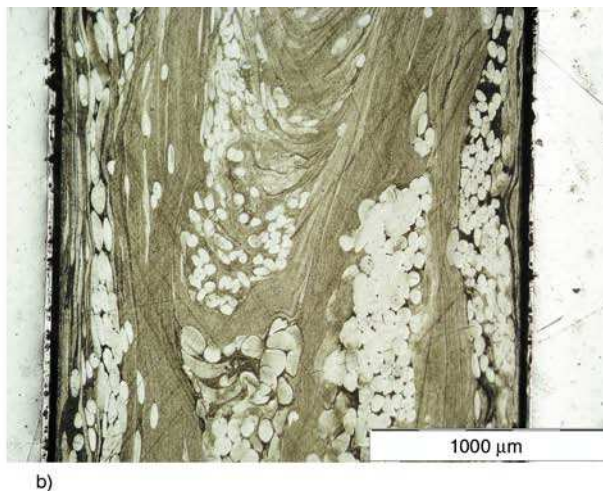
tapasztaltuk, hogy a fröccsöntő gép aggregálja az adagsúlyt 5×5 mm-es „granulátumok” esetén problémamentesen, míg az 5×8 mm-es méret esetén csak külső rásegítéssel vette fel. A próbatestekben lévő elemi szálakat és azok elhelyezkedését (irányát) szemrevételezés útján is ki lehetett mutatni. A fröccsöntött próbatestek mechanikai tulajdonságaira vonatkozó eredményeket az 5. és a 6. ábrán foglaltuk össze.



5. ábra. Húzószilárdság különböző erősítőszálhossz esetén folyásirányban és arra merőlegesen



6. ábra. Rugalmassági modulusz különböző erősítőszálhossz esetén folyásirányban és arra merőlegesen



A mátrixanyaghoz képest az elért növekedés folyási-
rányban 54%-os ($37,7 \pm 2,1$ MPa) a húzószilárdság és
6%-os ($E = 1055,5 \pm 13,7$ MPa) a rugalmassági modulusz
esetén, míg keresztirányban 25% ($30,0 \pm 1,1$ MPa) a hú-
zószilárdságé és 5% ($E = 1009,9 \pm 26,4$ MPa) a rugalmas-
sági moduluszé az 5 mm-es szálhosszúságú előimpreg-
nált granulátum esetén.

8 mm-es szálhossz esetén a mechanikai tulajdonságok
megközelítették, az 5 mm-re vonatkozókat, de az adag-
súly felvételi (nagyobb hőntartás) problémák követke-
ztében a szórásértékek növekedtek.

A fröccsöntött próbatestek mikroszkópos felvételeiből
megállapítottuk, hogy a hőre lágyuló szálak nem kerül-
tek ömledék állapotba a fröccsöntés során, továbbá a
multifilamentben lévő elemi szálak eloszlottak a mátrix-
ban, köztük üregek nem figyelhetők meg (7. ábra).

6. Összefoglalás

Önerősítéses polipropilén kompozitot fröccsöntöttünk
megfelelő előgyártmányból, nevezetesen impregnált gra-
nulátumból. Az előgyártmányhoz első lépésben jól kon-
szolidált önerősítéses PP kompozit lapokat (70 m% foly-
tonos PP szál, unidirekcionális elrendezés) állítottunk elő
rétegeléses (film-stacking) módszerrel.

A kompozit lapokat 5 mm széles és 5, illetve 8 mm
hosszú (szálirányban) „granulátumokra” daraboltuk fel,
majd ezek felhasználásával lapka próbatesteket fröccs-
öntöttünk. A fröccsöntés során az erősítőszálak nem ke-
rültek ömledék állapotba, hatásukra a próbatest húzószil-
árdsága jelentősen, míg rugalmassági modulusza kis
mértékben növekedett.

*Ezúton mondunk köszönetet az Arburg Hungária Kft.-
nek a 370 S 700-290 típusú fröccsöntő gép rendelkezésre
bocsátásáért, továbbá köszönjük az Országos Tudomá-
nyos Kutatási Alap (OTKA K75117) és a Magyar Tudos-
mányos Akadémia, Bolyai János Kutatási Ösztöndíjának
támogatását.*

Irodalomjegyzék

- [1] Kmetty Á., Bárány, T.; Karger-Kocsis, J.: Self-reinforced
polymeric materials: A review. *Progress in Polymer
Science*, 35, 1288–1310 (2010).
- [2] Ehrenstein, G., W.: *Polimeric Materials*. Hanser, Munich
(2001).
- [3] Izer, A.; Kmetty, Á.; Bárány, T.: Környezetbarát önerősí-
tési polimer kompozitok. *Műanyag és Gumi*, 45, 463–
467 (2008).
- [4] www.espritproject.eu (2011.09.05)