

A kritikus szálhossz elemzése bazaltszál-erősítésű kompozitokban
Pölöskei K., Kovács N. K.

Accepted for publication in *Anyagvizsgálók Lapja*
Published in 2006

DOI:

A kritikus szálhossz elemzése bazaltszál-erősítésű kompozitokban¹

Pölöskei Kornél² – Kovács Norbert Krisztián²

Kulcsszavak: bazaltszál, kritikus szálhossz, szálhosszeloszlás, száltartalom függés

Keywords: basalt fibre, critical fibre length, fibre length distribution, dependence on fibre content

Summary

Analysing of the critical fibre length with basalt fibre reinforced polymer. The mechanical properties of short fibre reinforced polymer composites are influenced mostly by the characteristics of the reinforcing material and the matrix, as well as the interfacial connection between them. The most important geometric parameter of reinforcing fibre is its length – besides the diameter. There is a so-called critical fibre length in case of composite structures, meaning that the failure mode of fibres longer than this value is breakage. The fibres shorter than this value slide out during failure, hence they do not exert their theoretically maximal reinforcing impact. Hence, the fibre length distribution of short basalt fibre reinforced polymer composites is introduced in this paper. It was pointed out how the average fibre length of the applied reinforcing fibres changes owing to melt mixing as a function of fibre content. Based on the theoretical model of L. M. Vas, the so-called slipping-out fibre length was determined with the help of scanning electron microscopic images taken of the fracture surfaces formed during tensile tests. The lower limit of the critical fibre length was estimated with Vas model, and the obtained values were compared to the values found in the literature for cases when ideal fibre-matrix connection was supposed. The critical fibre length in our case turned out to be much larger, and this fact refers to structural, fibre discontinuity etc. errors in the composite structure.

Bevezetés

A polimer kompozitok fejlődését az elmúlt években két fő irány jellemezte. Az egyik, a legkézenfekvőbb, a minél nagyobb szilárdságú szerkezeti anyagok előállítása, amelyet az erősítő szál szakítószilárdságának növelésével, a különféle szál-típus-keverékekkel (hibridizálás) [1], illetve a szál és a mátrix anyag közötti jobb határfelületi kötődéssel értek el [2-4]. Emellett a másik, a gazdasági megfontolásokra alapozott főirány – amely egyre nagyobb teret hódít – a felhasználási célnak olcsón megfelelő, alapanyag-takarékos kompozitok előállítása [5-7]. Magyarországon ezen a vonalon évek óta folynak intenzív kutatások, amelyek eredményeként sikerült

előállítani nem folytonos bazaltszál erősítésű polimer kompozitokat. Ezek szilárdságjavulása ugyan csekély, de a bazaltszál olcsóságának köszönhetően (0,40 €/kg) [5] alkalmazásuk mégis indokolt, mivel polipropilén mátrix esetén a merevséget akár meg is háromszorozhatják, a fajlagos ütőmunkát akár több mint a hatszorosára is növelhetik. Ahhoz azonban, hogy pontosan feltárhassuk valamely erősítő-anyagnak a kompozitok mechanikai tulajdonságaira gyakorolt hatásait, tisztában kell lennünk annak geometriai viszonyaival. A rövidszálú kompozitok rendszerekben leginkább a szálhossz a meghatározó. Éppen ezért elengedhetetlen mind a felhasználás előtt, mind pedig a kész kompozit anyagban a szálhossz eloszlásának az ismerete. Erre alapozva számítások végezhetők a szálak erősítő hatásának kihasználhatóságára, továbbá kijelölhetők az anyagfejlesztés további lépései [8-13].

A közlemény célja, hogy bemutassa a Toplan Bazaltgyapot Kft. által gyártott bazaltszálakra a felhasználás előtt jellemző szálhossz eloszlásokat, és ismertesse a belőlük gyártott kompozitokra jellemző szálhossz eloszlásokat az erősítőanyag-tartalom függvényében. Célunk továbbá a kritikus szálhossz becslése, amely a szál erősítő hatására jellemző változó.

A felhasznált anyagok és mérési eljárások

A bazaltszálak – kompozit-technológiai felhasználásuk szempontjait figyelembe véve – két csoportra bonthatók. Az egyik a szálgyártás során keletkezett és a szálülepítő kamrában összegyűjtött szálhalmaz közvetlen felhasználása. Ezt alkalmazták, pl. kártolás esetén [14]. A másik felhasználási mód az előzőből indul ki, de a szálhalmazt aprítják. Ennek hatására a szálhossz nyilvánvalóan jelentősen lecsökken, ugyanakkor könnyebben felhasználhatóvá válik. Az egyébként a kócszerű szálhalmaz így egyszerűbben szétválasztható.

A kompozitok előállításához a polipropilén (PP) mátrixot és a bazaltszálakat eltérő technológiákkal egyesítettük. Egy mérési sorozatot végeztünk *nedves ülepítéssel előállított kompozitokon*. Gyártásuk során a bazaltszálakat egy síkszűrő segítségével gyűjtöttük össze egyenletes vastagságban. Ezeket a Temaforg Kft. által H 523 jelű polipropilénből gyártott flíszre ráfordítva kiszárítottunk. Az eljárás lehetővé teszi a flíszben lévő bazaltszálak fajlagos felületi tömegének változtatását, ami elsősorban a vízben lévő

¹ Közlésre elfogadva 2006. május 8-án.

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Polimer-technika Tanszék

Méréstechnika

Measuring techniques

bazaltszálak „koncentrációjától” függ. Az így kapott PP – bazalt rétegekből 160x160 mm nagyságú négyzeteket vágtunk ki, amelyeket szendvicsszerkezet szerűen strukturáltunk. A „szendvics” tiszta PP flisz és bazaltszál PP flisz lapokból épült fel. A száltartalmat ezek arányával, illetve a bazalt rétegek fajlagos felületi tömegével tudtuk előzetesen beállítani.

A többi kompozit mintát olvadékos keveréssel állítottuk elő, mégpedig: a bazaltszálakat és a TVK Rt. által gyártott H 384 F jelű PP mátrixot egyesítettük egy Brabender PL 2100 típusú keverőgépben. A keverő kapacitásából adódóan egyszerre 250 g anyagot dolgoztunk fel. Az eljárás során először a mátrixot töltöttük a keverőbe, ami 5 perc alatt teljesen megolvadt. Ezt követően adagoltuk hozzá a bazaltszálakat, majd a nyomatékállandóság beálltáig járattuk a gépet. Bár a keverés fordulatszáma csak 15 1/perc volt, így is jelentős száltoredezéssel kellett számolnunk a bazaltszál törékenységből és a kamrában fellépő erős mechanikai hatásokból adódóan.

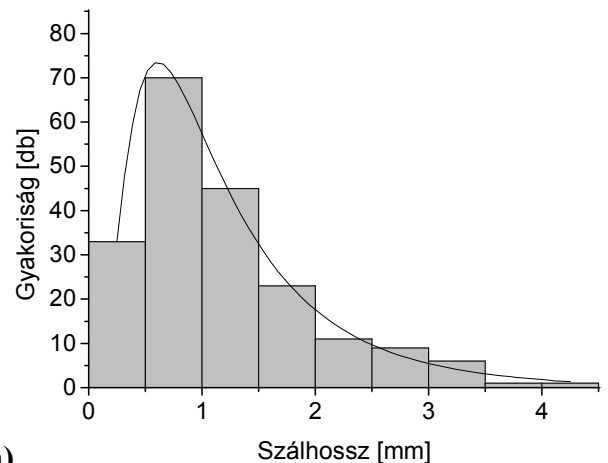
A mindkét eljárással kapott kompozit alapanyagot préseléssel alakítottuk tovább egy Collin P 200 T típusú gépen, 5 MPa nyomáson és 220 °C-on, amelyekből a kivágott 10 g tömegű darabokat 600 °C-on kiegészítettük.

Újszerű szálhosszeloszlás mérési eljárást fejlesztettünk ki vizsgálatainkhoz. A kiegészített szálakat, nem mechanikai, hanem hidrodinamikai úton választottuk szét, vagyis vízben „elkevertük” azokat. A szálakat is tartalmazó vizet üveglapokra öntöttük, majd azokról a nedvességet egy szárítószekrényben elpárolgattuk. Az így kapott preparátumokat egy Epson Perfection 2400 típusú szkener segítségével 2400 pont/inch felbontással beszkeneltük, majd a felvételeken a szálak hosszát az alySIS Steel Factory szoftver segítségével mértük meg. A mérés pontossága 0,1 mm volt.

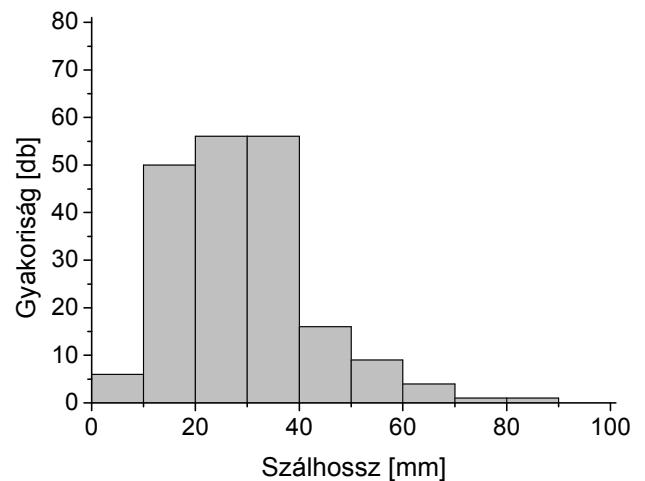
A kritikus szálhossz meghatározását a nedves ülepítéssel előállított kompozitokon végeztük. Ehhez a szakítóvizsgálattal eltört próbatest törési felületére kicsúszott, kihúzódott szálakat vizsgálatuk oly módon, hogy azokról a szakadási keresztmetszet síkjával párhuzamos felvételeket készítettünk egy JEOL JSM-6380LA típusú pásztázó elektronmikroszkóppal és a felvételeken az alySIS Steel Factory szoftver segítségével meghatároztuk a kilógó szálak hosszát, amelyekről – anyag típusonként – eloszlásokat készítettünk.

Szálhossz eloszlások

Az 1.a ábra az aprítatlan (kócszerű), míg az 1.b ábra a mechanikusan aprított bazaltszálak hosszeloszlását mutatja.



a)



b)

1. ábra. Szálhossz eloszlás (a) az aprítatlan szálhalmazból véletlenszerűen kiválogatott szálakon mérve, átlagérték 29,35 mm, szórás 15,56 mm és (b) a mechanikusan aprított bazaltszálakon mérve, átlagérték 1,16 mm, szórás 0,82 mm

Fig. 1: Basalt fibre length distribution measured (a) fibres chosen random like from a uncut fibre mass, average value: 29,35 mm, scattering: 15,56 mm and (b) mechanical cut fibres, average value: 1,16 mm, scattering: 0,82 mm

A 1.a ábrán bemutatott aprítatlan szálhalmaz jellemző szálhosszúságai 10 és 40 mm közé esnek. Az eloszlás jellege nem egyértelmű, ami a Junkers gyártástechnológia sajátosságaira vezethető vissza, így a hosszak egy rögzített átlagérték körül szórnak az egyéb technológiai jellemzők bizonytalansága és az inhomogenitások miatt. Mivel a kísérleteinkhez gyártott kompozitokhoz a mechanikusan aprított bazaltszálakat használtuk fel, ezért az 1.b ábra szerinti hosszeloszlás szolgál kiinduló értéként. A csúcserék kb. 0,75 mm-re

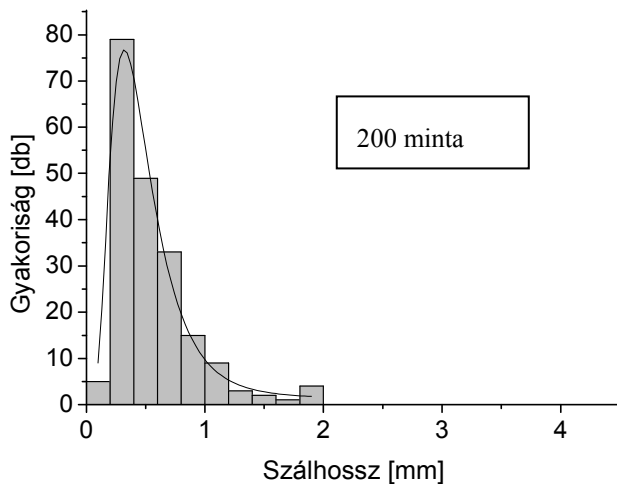
Méréstechnika

Measuring techniques

adódott, amely kevéssel alatta van az irodalomban ismertetett kritikus szálhossznak (1,03 mm) [5]. Így a kompozitok előállítása során a bazaltszál tördelődése számottevően csökkentheti annak erősítő hatását.

A 2. ábrán a nedves ülepitéssel gyártott, 20 tömeg% bazaltszál-tartalmú kompozitok szálhosszeloszlása látható

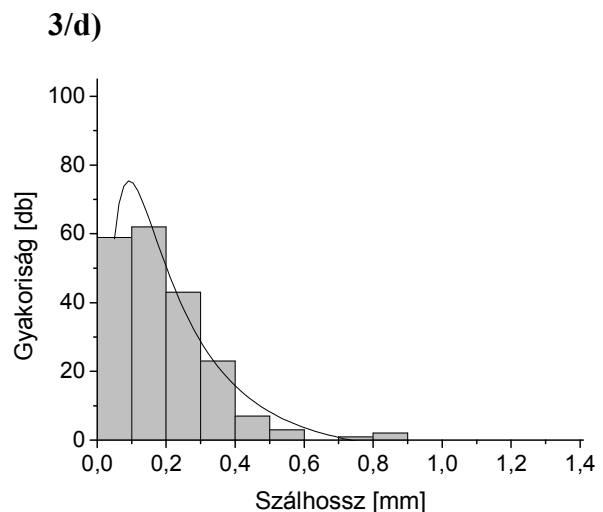
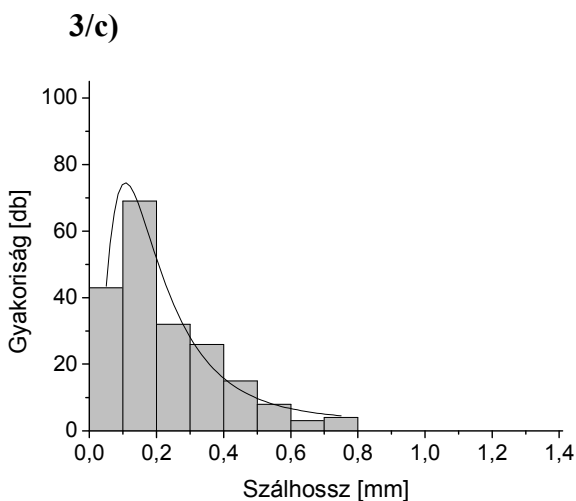
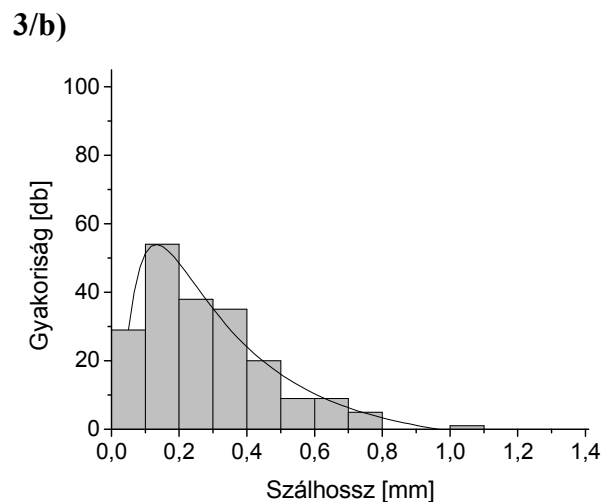
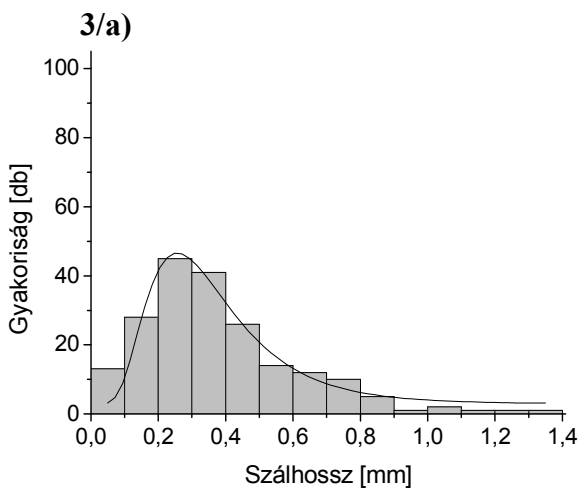
Az 1.b ábrához viszonyítva megállapítható, hogy a nedves ülepitéssel előállított kompozitokban a szálhossz átlag- és csúcsérték is jelentősen csökkent, nem érte el a kiinduló anyag felét sem.

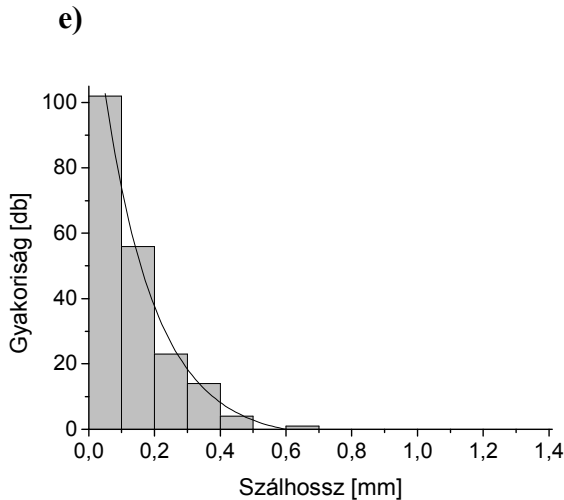


2. ábra. Nedves ülepitéssel előállított, 20 m% bazaltszál tartalmú kompozitok szálhosszeloszlása, átlagérték 0,51 mm, szórás 0,35 mm

Fig. 2: Fibre length distribution of the composite with 20m% basalt fibre content produced by wet sedimentation, average value: 0,51 mm, , scattering: 0,35 mm

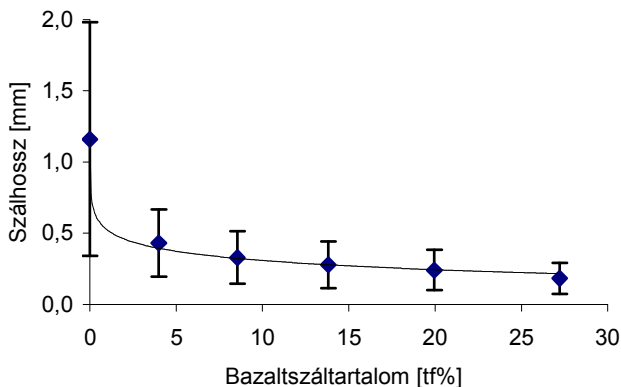
A 3/a – e ábrák mutatja az olvadékos keveréssel gyártott, eltérő száltartalmú kompozitok szálhosszeloszlásait mutatják.





A 3. ábrán is tisztán kivehető az aprításra és a tördelődésre jellemző lognormális eloszlás. A csúcserőterek a száltartalom növekedésével csökkentek, oly mértékig, hogy az 50 tömeg % bazaltszál tartalmú kompozit esetében már az első oszlop volt a legnagyobb, a csúcserőterek mérés határánál jobban megközelítette az origót, így ez az eloszlás – a 3.e) ábra alapján – már inkább exponenciálisnak mondható.

Eredményeinket az átláthatóság és az értékelhetőség érdekében összesítettük. A szál-hosszak átlagértékét és szórását egy diagramon mutatjuk be a száltartalom függvényében (4. ábra).



4. ábra. A szálhosszeloszlás jellemzői a száltartalom függvényében olvadékos keveréssel előállított kompozitokban

Fig. 4: Parameters of fibre length distribution vs. basalt fibre content concerning to the composites produced with melt mixing

3. ábra. Olvadékos keveréssel gyártott kompozitok szálhosszeloszlása a bazaltszál-tartalom függvényében:

- (a) 10 m%, átlagérték 0,431 mm, szórás 0,236 mm,
- (b) 20 m%, átlagérték 0,329 mm, szórás 0,185 mm,
- (c) 30 m%, átlagérték 0,278 mm, szórás 0,164 mm,
- (d) 40 m%, átlagérték 0,241 mm, szórás 0,142 mm,
- (e) 50 m%, átlagérték 0,183 mm, szórás 0,108 mm

Fig. 3: Fibre length distribution of the composites having different basalt fibre content produced with melt mixing:

- (a) 10 m%, average value: 0,431 mm, scattering: 0,236 mm,
- (b) 20 m%, average value: 0,329 mm, scattering: 0,185 mm,
- (c) 30 m%, average value: 0,278 mm, scattering: 0,164 mm,
- (d) 40 m%, average value: 0,241 mm, scattering: 0,142 mm,
- (e) 50 m%, average value: 0,183 mm, scattering: 0,108 mm

A 4. ábra alapján megállapítható, hogy olvadékos keveréssel előállított kompozitokban a szálhosszeloszlás átlagértékének változása a száltartalom függvényében exponenciális jellegű, amely az (1) általános összefüggéssel jellemezhető:

$$\bar{l}_{szál} = \bar{l}_{szál0} + A_1 \exp\left(-\frac{B_t}{t_1}\right) + A_2 \exp\left(-\frac{B_t}{t_2}\right) \quad (1)$$

R=0,987 korrelációs együttható mellett, ahol:

$\bar{l}_{szál}$ az átlagos bazaltszálhossz, B_t a bazaltszál-tartalom, $\bar{l}_{szál0} = 0,188$, $A_1 = 0,532$, $t_1 = 0,018$, $A_2 = 0,427$, $t_2 = 8,043$.

A kritikus szálhossz vizsgálata

A kritikus szálhossz meghatározására a töretfelületekről készített mikroszkopikus felvételeket választottuk. Elve, hogy anyagvizsgálatok során keletkező törési felületekből kicsúszott, kihúzódott szálak összefüggésbe hozhatók a szál-matrix közötti adhézióval, illetve a szál szilárdságával. Vas a szálkötegcella modelljét [8, 9] az egy irányba rendezett, azonos hosszúságú szálakkal erősített polimer kompozitokra alkalmazva megállapította, hogy egy feltételezett szakadási keresztmetszetből kicsúszott szálak hosszának eloszlása úgynevezett szakáldiagramot képez. Esetünkben a helyzet lényegesen bonyolultabb, mivel a szálhosszak eloszlása lognormális, és a kompozit szálszerkezete orientálatlan. Éppen ezért mértük meg a bemutatott módon a szálak hosszát, hogy értékelhető információkat kapjunk. A Vas-modell alapján a kicsúszott szál megmért hossza a kritikus szálhosszal hozható összefüggésbe:

Méréstechnika

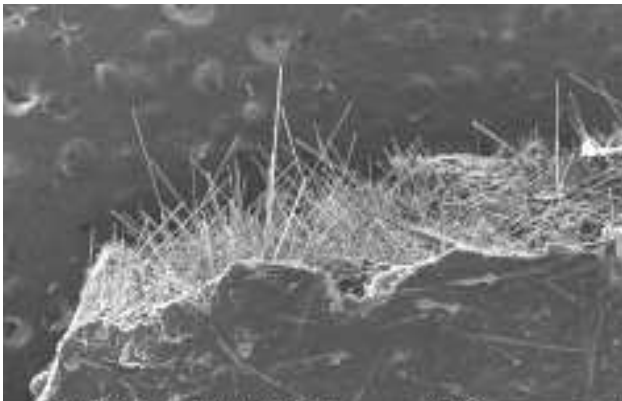
Measuring techniques

$$l_{p,max} \leq \frac{l_c}{2} \quad (2)$$

ahol: $l_{p,max}$ a kicsúszott szál hossza, l_c a kritikus szálhossz.

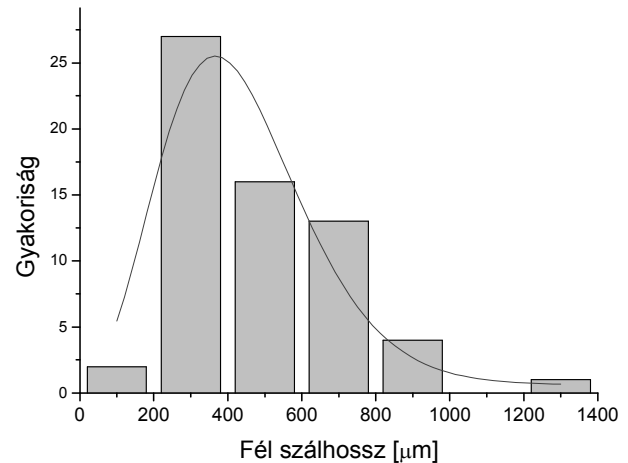
Ezek szerint a kicsúszási hossz maximuma adja a kritikus szálhossz felét. Mivel a szálak hosszának a szórása jelentős, a helyes mérés szükséges feltétele, hogy a kompozit szerkezet erősítő száalai jelentős hányadának a hossza haladjon meg a kritikus szálhosszt.

A kritikus szálhosszakat a töretfelületekről kicsúszott szálakról készített SEM (pásztázó elektronmikroszkópos) felvételekről határoztuk meg. Példaként a nedves ülepítéssel előállított polipropilén mátrixú bazaltszállal erősített kompozit töretfelületét az 5. ábra mutatja. A merőleges irányból készített felvételeken látható szálakat a felvételek síkjával párhuzamosnak tekintettük, és számítógépes képfeldolgozás segítségével készítettük el a kicsúszott szálak hosszeloszlás diagramját (6. ábra).



5. ábra. Rövid bazaltszállal erősített PP töretfelületének pásztázó elektronmikroszkópos felvétele

Fig. 5: Scanning electron microscopic photo of fracture surface of a PP reinforced with short basalt fibres



6. ábra. Rövid szálfelmentes bazaltszál erősítésű PP szálhossz eloszlása

Fig. 6: Fibre length distribution of a PP reinforced with short basalt fibres without head

A kicsúszott szálak hosszeloszlása lognormális jelleget mutat, amely az irodalmak alapján helytálló [15], így valóban alkalmas további statisztikai elemzésekre. A kicsúszott szálak hosszeloszlásának csúcserkéből – amely esetünkben $l_{p,max} = 1250 \mu\text{m}$ -re adódott – az elméleti Vas-modell alapján számolt kritikus szálhossz $l_c > 2500 \mu\text{m}$.

Szabó fragmentációs eljárással [5] és Czigány cseppelhúzással [16] mért kritikus szálhosszakat, amelyek szinte egyezők, de az általunk mért értékek mindössze a 40%-át teszik ki. Ennek oka, hogy méréseik ideális szál–mátrix határfelületi kapcsolat esetén érvényesek, míg a kicsúszott szálhosszakból meghatározott értékek a kompozit szerkezetre jellemzők. Eredményeink így közvetlenül felhasználhatók, mivel tartalmazzák a jellemző mátrix folytonossági hibák, a gyengébb nedvesítés és a keresztteffektusok – pl. szálak kereszteződése – okozta hatásokat is.

Összefoglalás

A közleményben bemutatjuk a bazaltszálak és a belőlük készített kompozitok jellemző szálhosszeloszlásait. Bebizonyítottuk, hogy a bazaltszál erősítésű, olvadékos keveréssel gyártott kompozitokban az átlagos szálhossz és a térfogat%-ban mért erősítőanyag-tartalom között másodrendű exponenciális összefüggés van. Szakítóvizsgálat során keletkezett töretfelületekről készített pásztázó elektronmikroszkópos felvételek segítségével meghatároztuk a kicsúszott szálak hosszát, amelyből kritikus szálhosszt becsültünk. A kapott érték jóval meghaladta az ideális esetre vonatkozó irodalmi adatokat, amely a szerkezet viszonylag gyenge szál–mátrix határfelületi kölcsönhatására utal.

Irodalomjegyzék

- [1] Czigány T.: Hibrid-szál erősítésű polimer kompozitok. *Anyagvizsgálók Lapja* 14 (2004) 59-62
- [2] Fejes-Kozma Zs., Karger-Kocsis J.: Fracture Mechanical Characterization of a Glass Fibre Mat-Reinforced Polypropylene by Instrumented Impact Bending, *Journal of reinforced Plastics and Composites* 13 (1994) 822-833
- [3] Czikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimer-technika alapjai. Műegyetemi Kiadó, Budapest, 2000
- [4] Gaál J.: Hőre lágyuló műanyagok tulajdonság-módosítása hosszú erősítőszálakkal, *Műanyag és Gumi* 31 (1994) 209-213

Méréstechnika

Measuring techniques

- [5] Szabó J. S., Czigány T.: Static Fracture and Failure Behavior of Aligned Discontinuous Mineral Fiber Reinforced Polypropylene Composites, *Polymer Testing* 22 (2003) 711-719
- [6] Thomason J. L., Groenewoud M. W.: The Influence of Fibre Length and Concentration on the Properties of Glass Fibre Reinforced Polypropylene: 2. Thermal Properties, *Composites* 27 (1996) 666-665
- [7] Lee N. J., Jang J.: The Effect of Fiber Content on the Mechanical Properties of Glass Fiber Mat/Polypropylene Composites, *Composites* 30 (1999) 815-822
- [8] Vas L. M.: Strength of Unidirectional Short Fibre Structures as a Function of Fibre Length, *Journal of Composite Materials*, elfogadva, megjelenés alatt (2005)
- [9] Vas L. M.: Statistical Modelling of Uniaxially Oriented Fibrous Structures, 8th International Symposium on Polymers for Advanced Technologies 2005 (2005) 79
- [10] Ageorges C., Friedrich K., Schüller T., Lauke B.: Single-fiber Broutman Test: Fiber-matrix Interface Transverse Debonding, *Composites* 30 (1999) 1423-1434
- [11] Ageorges C., Friedrich K., Ye L.: Experiment to Relate Carbon-fiber Surface Treatment to Composite Mechanical Properties, *Composites Science and Technology* 59 (1999) 2101-2113
- [12] Kocsis Z.: Bazaltszál erősítésű biokompozit előállítás és tulajdonságainak meghatározása. Diplomamunka, BME, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tsz., Budapest, 2004
- [13] Czigány T.: Basalt fiber reinforced hybrid polymer composites. *Materials Science Forum* 473-474 (2005) 59-66
- [14] Pölöskei K., Czigány T.: Kártolt előgyártmányból melegpréselt bazaltszál erősítésű polipropilén mátrixú kompozitok vizsgálata, *Műanyag és Gumi* 42 (2005) 449-453
- [15] Fu S. Y., Mai Y. W., Ching E. C. Y., Li R. K. Y.: Correction of the Measurement of Fiber Length of Short Fiber Reinforced Thermoplastics, *Composites* 33 (2002) 1549-1555
- [16] Czigány T.: Bazaltszál-erősítésű hibridkompozitok, MTA Doktori Értekezés, Budapest, 2004

Köszönetnyilvánítás

A cikkben közölt eredmények megszületését a Magyar–Ukrán Tudományos és Technológiai Program TÉT UKR-9/04 pályázata támogatta.