

## Szakmai zárójelentés 2012.01.01.-2015.05.31.

A kutatás munkaterv szerinti célja az elektrosztatikus szálképzési technológia és a nanoszálás termékek elemzése, jellemzőik javítása és optimalizálása, a szerkezeti és mechanikai tulajdonságok közötti összefüggések feltárása, a statisztikus üvegszálpaplan modellre és a szálkötegcella (FBC) modellezési módszerre és a kísérleti eredményekre alapozva módszerek és szoftver kidolgozása a mikro- és nanoszálás anyagok szerkezeti-mechanikai viselkedésének modellezésére.

A kutatáshoz csatlakozottak és a résztvevő doktoranduszok irányításával 36 alap- és mester-, illetve öt éves képzéses hallgató segítette TDK, szakdolgozat (BSc, MSc), vagy diplomatervezési témája kidolgozásával a kutatómunkát.

A kutatási program végrehajtása három munkaszakaszban történt (első: 2012.01.01.-2012.12.31., második: 2013.01.01.-2013.12.31., harmadik: 2014.01.01.-2015.05.31.).

### 1. Nanoszálás szövedék előállításának elektrosztatikus szálképzéssel

#### 1.1. Változtatható paraméterű elektrosztatikus szálképző berendezés tervezése és kivitelezése

- Az első munkaszakasz során egy – az irodalmi megoldásokhoz képest [Pub: 14] – új szerkezeti konstrukciójú gép fejlesztésébe kezdtünk. A berendezés alapvetően moduláris felépítésű, az első ütemben egy olyan készülék készült el, amelynek segítségével folyamatos üzemben állítható elő nanoszálás szövedék szerkezet. Az előállítás során a terméket változtatható sebességgel (1-100 cm/min) lehet elhúzni, vagyis szalagszerű (10-50 cm széles) nanoszálás folyam képezhető. A berendezés, amelyhez egy nagyfeszültségű tápegységet vásároltunk, egy saját fejlesztésű szálképző fej prototípusával lett felszerelve, melyről találmányi bejelentést tettünk [Pub.: 13].

- A második munkaszakaszban az elektro-szálképző berendezés első munkaszakaszban elkészült deszkamodelljével számos kísérletet végeztünk. A munka a saját fejlesztésű, szabadalmaztatott szálképző eljárás lehetőségeinek felmérésére és a technológiai optimalizálására irányult. Ez alapján megterveztünk egy olyan továbbfejlesztett berendezést, amely működési paraméterei széles skálán változtathatók, és megjelenésében illetve kivitelében is professzionális. A korábbi berendezéshez egy infúziós pumpát is vásároltunk, amely lehetővé teszi a szálképzési oldat folyamatos adagolását 0,1-1500 ml/óra tartományon belül.

Az eszköz főbb paraméterei: 600x700 mm alapterületű, asztali berendezés, akár 500 mm széles nanoszál-szövedék is létrehozható folytonos üzemben, az elhúzási sebesség 0-200 mm/perc között szabadon beállítható, a szálgyűjtő elektróda helyzete egyetlen mozdulattal beállítható (0-300 mm között), nagyfeszültségű tápegység: 5-65 kV között állítható, a szálképzés zárt térben történik, a szálképző teret levegőárammal szellőztetjük. Az oldószerben feldúsult levegő egy aktív szén betétes szűrőegységen keresztül jut a környezetbe. A berendezés tervezésénél munkavédelmi szempontokra is figyeltünk, a gép külseje érintésvédelemmel ellátott, valamint az ajtó nyitására a feszültséget biztonsági kapcsolók segítségével lekapcsolja, a berendezés többféle szálképző fej befogadására alkalmas, azok cseréje egyszerű, a forgó szálképző fej 100 mm átmérőjű.

- Az új berendezés tervek szerinti megvalósítása és egyes részletek fejlesztése a harmadik munkaszakaszban történt. A korábbi tapasztalatok és a második munkaszakaszban épült deszkamodell alapján továbbfejlesztettük a konstrukciót, amely tapasztalataink alapján jelentősen módosult. A berendezés főbb paramétereit változatlanul hagytuk, de az új berendezés tervezésénél a könnyű tisztíthatóság, a szálképzési paraméterek beállíthatósága-vizsgálhatósága, munkavédelem, valamint esztétikus megjelenés lettek az elsődleges szempontok. A gép lényegesen jobb helykihasználással bír. A korábbi berendezéshez vásárolt gépelemek nagy részét itt fel tudtuk használni. A nagyfeszültség miatt fellépő, korábbi oldatadagolási problémák miatt perisztaltikus pumpa rendszerű adagolásra tértünk át. Az új berendezés megjelenését és funkcióját tekintve alkalmas arra, hogy konferenciákon bemutassuk és hallgatók dolgozzanak vele. A szabadalmi eljárás alatt álló technológiát **korona-szálképzésnek** neveztük el.

**Publikációk:** 6,7,12,15,41,48,78,82; **Kapcsolódók:** 11,13,14,16,18,19,75

#### 1.2. Nanoszálak és nanoszálás szerkezetek fejlesztése, szerkezeti-geometriai jellemzőinek vizsgálata

- Az első kutatási szakasz során meghatároztuk egy modell anyagból (poliakrilnitril) képzett nanoszálás szövedék szálátmérő eloszlását. Az átlagos szálátmérő 200 nm, a szálátmérő eloszlás pedig lognormális eloszlással írható le. A szén nanocsövekkel töltött nanoszálakból hasonló átmérőeloszlás érhető elő a szálképzési oldat megfelelő hígítása után, melynek meghatározása szintén a munka része volt. A nanoszálás szövedék területi sűrűsége meghatározható egy adott méretű minta kivágásából, majd tömegének megméréséből. A szövedék vastagságának meghatározása azonban nehezebb feladat. Mivel a szövedék könnyen összenyomható, ezért nyomóvizsgálatokat végeztünk és a szövedék vastagságát az erő-elmozdulás görbékből határozzuk meg. A fejlesztett módszernél a vonatkozó szabvánnyal ellentétben nem 1000 Pa-os terhelésnél, hanem a görbe karakterisztikus szakaszaiból határozzuk meg a szövedék vastagságát. Végeztünk SEM vizsgálatokat is a szövedék keresztmetszetéről, ami lehetővé teszi, hogy megbecsüljük, kompozitba ágyazva mennyivel csökken a nanoszálás szövedék eredeti vastagsága. Ennek a nanoszálak erősítőszálakként való felhasználásánál van kitüntetett szerepe. A nanoszálás szövedék vastagsága, amely függ az oldatáramtól, az elhúzási sebességtől, az oldatkonzentrációtól, és az nanoszálak területi eloszlása az új szálképzési eljárás esetében még vizsgálendő.

- A harmadik munkaszakaszban szén nanoszálak további előállításával foglalkoztunk. Itt elsősorban a hőkezelési program meghatározása és beállítása volt a célunk. A saját fejlesztésű, többlépéses hőkezelési ciklus során a szálak jelentős

zsugorodását tapasztaltuk, ami tömegcsökkenéssel járt. Ennek oka a kémiai reakciók során kilépő melléktermékekben keresendő. Azt tapasztaltuk, hogy a szeszenítés során a szálak átmérője közel 50%-ot is csökkenhet. A kezdeti, átlagosan 200 nm átmérőjű poliakrilnitril nanoszálak a szeszenítés után jelentősen finomodtak, átlagosan 110 nm átmérőjűek voltak. Ez a szálparadoxon elve miatt még hatékonyabb erősítést tesz lehetővé.

**Publikációk:** 6,7,12,15,41,76; **Kapcsolódók:** 16,17,18,75

### 1.3. Folyamat-paraméterek szálképzési folyamatra gyakorolt hatásának vizsgálata

- A kutatás második szakaszában a megépített prototípus berendezés segítségével akár nagyságrendekkel nagyobb termelékenységre érhető el, mint a hagyományos, „egykapillárisos” eljárással. A kutatás második szakaszában az előállítási paramétereket optimalítottuk a további kutatási feladatokhoz kiválasztott polimer alapanyagokra. Ilyen volt pl. poliakrilnitril, poli-e-kaprolakton, polivinil-pirrolidon, polivinil-alkohol stb. Az eljárás során a felvett áramerősség jellemzően 100-200  $\mu$ A, a feszültség pedig 55-65 kV közötti tartományba esik. Az oldatviszkózitást optimalítottuk és arra a következtetésre jutottunk, hogy a hagyományos eljárásnál használt oldatkonzentrációk alkalmasak szálképzésre. A kifejlesztett prototípus berendezés alkalmas a folytonos szálképzésre, akár órákat is képes működni leállás nélkül. A kialakult nanoszálak szövedék vastagsága, függ az oldatáramtól, az elhúzási sebességtől, az oldatkonzentrációtól, ezért vizsgáltuk a területi eloszlást is. A munkaszakaszban vizsgáltuk továbbá hagyományos szálak erősítőszerkezetek, pl. szénszál kelmék nanoszálakkal való bevonásának lehetőségeit is. A technológiai téren elért eredmények felhasználásával nano-mikroszálak hibrid kompozitok előállítására nyílt lehetőség.

- A korábbi munkaszakaszban felmerült, hogy a nanoszálak szövedék területi eloszlása nem egyenletes. Ennek meghatározására a harmadik munkaszakaszban a korona-szálképzővel különböző vastagságú mintákat állítottunk elő és meghatároztuk azok területi eloszlását. Azt tapasztaltuk, hogy a képződött szálak szerkezet vastagsága nem lineárisan függ az időtől, elsősorban a nagyobb vastagságoknál jelentkezik eltérés. A szerkezet (szalag formában) vastagsága a keresztmetszet mentén középtől kifelé nő, majd csökkenni kezd. A maximális vastagság helye (és az eloszlás általánosságban) a szálképző geometriájától, az alkalmazott ventilációtól és az elektrosztatikus erőteremtől függ. Ennek leírása további kutatási terveink közt szerepel. A munkaszakaszban a szálképzés jobb megismerése érdekében végelelemes analízist is végeztünk. Ebből azt kaptuk, hogy a korona-szálképző hatékonysága abból ered, hogy a legnagyobb lokális térerősség pont ott alakul ki, ahol a szálakat képezzük. A végelelemes eredmények alapján terítékképzés, ezáltal a homogenitás valamelyest befolyásolható a szálképző geometriai kialakításával [Pub: OATK Konferencia, 2015. október].

- A harmadik munkaszakasz végére a Tanszéken más forrásból beszerzésre került egy nagysebességű és felbontású videokamera. Ez a berendezés lehetővé teszi a korona-szálképző berendezés vizsgálatát és a kapott végelelemes eredményeink összevetését a kamerás felvételekkel.

- A berendezés továbbfejlesztése során egy olyan mikroszkóppal integrált, nagysebességű és felbontású videokamerás rendszert tervezünk fejleszteni, amellyel a szálképzés mechanizmusa és dinamikája tanulmányozhatóvá válik.

**Publikációk:** 11,30,41,45,46,48,54; **Kapcsolódók:** 52,75

## 2. Nanoszálak és nanoszálak szerkezetek fejlesztése, szerkezeti-geometriai vizsgálata, modellezése

### 2.1. Nanoszálak és nanoszálak szerkezetek fejlesztése, szerkezeti-geometriai jellemzőinek vizsgálata

- Az első munkaszakaszban meghatároztuk egy modell anyagból (poliakrilnitril) képzett nanoszálak szövedék szálátmére eloszlását. Ez alapján az átlagos szálátmére 200 nm, a szálátmére eloszlás pedig lognormális eloszlással írható le. A szén nanocsövekkel töltött nanoszálakból hasonló átmérelaszás érhető elő a szálképzési oldat megfelelő hígítása után, melynek meghatározása szintén a munka része volt.

- A poliakrilnitril nanoszálak szerkezetek elszenesítése során kémiai-szerkezeti változások mennek végbe, amelyet a második munkaszakaszban vizsgáltunk. Bebizonyítottuk, Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia, termogravimetrius analízis és differenciál pásztázó kalorimetrius módszerek segítségével, hogy az első, stabilizációs hőkezelés után hasonlóan a hagyományos szénszál előállításához, a poliakrilnitril nanoszálak esetében is kialakul a ciklizált molekulaszakasz, amely a további szeszenítés során játszik fontos szerepet. Raman spektroszkópius mérésekkel igazoltuk, hogy ebből egy következő, pirolitikus kezeléssel létrehozhatók szén nanoszálak is. A szerkezetben a kötésponok sűrűsége látszólag nem változik meg, azonban a szálátmére jelentős zsugorodása tapasztalható. A kezdeti 200 nm-es szálak elszenesítve már csak átlagosan 110 nm átmérelőek voltak.

- Poliakrilnitril nanoszálakat kompozitba is ágyaztunk mind szeszenítés előtt, mind utána. A nanoszálak szerkezet a kézi laminálással és préseléssel előállított kompozit töreftelületén egyértelműen láthatóvá vált a pásztázó elektronmikroszkópius felvételeken. Ez alapján meghatároztuk, hogy a nanoszálak szerkezet jelentős (kb. 40%) tömörödesen, vastagság csökkenésen ment keresztül.

- A tapasztalatokra és a vizsgálati eredményekre alapozva, a harmadik munkaszakaszban folytattuk a szerkezeti vizsgálatokat. A kompozitok előállításánál jelentős probléma volt, hogy a beágyazás során nem volt megfelelő a szálak impregnálása. Ezért kézi laminálást követően különböző nyomásokon végeztünk vákuumpréselést. Később a technológia határai miatt (max. 1 bar nyomáskülönbség) túlnyomással is próbálkoztunk. A pásztázó elektronmikroszkópius vizsgálatok azt mutatták, hogy a gyanta befolyik a szálak közé, de a nanoszál rétegek között feldúsul. Arra az eredményre jutottunk, hogy a túlnyomás segít megteremteni a jobb kapcsolatot a rétegek között (gyantafilm eliminálása). A nanoszálak felületkezelése jelenthet a jövőben további előrelépést ezen a területen.

- További kérdés volt, hogy a nanoszálak társítású hibrid kompozitok és általánosságban a nanoszálak rétegek hogyan viselkednek az előállítás során alkalmazott nyomással szemben. Ennek megválaszólása céljából nyomóvizsgálatokat

végeztünk különböző vastagságú nanoszál rétegeken, valamint hagyományos szénszál rétegeken, amelyeket nanoszálakkal vontunk be. A nanoszálak jelentős mértékben összenyomhatóak, amihez kis nyomás is elegendő. Érdekesebb eredmény, hogy a mikroszálás (szén) és nanoszálás (poliakrilnitril) nanoszálás rétegek váltakozva történő egymásra helyezése esetén a nanoszálak nagyobb mértékben tömörödnek, mint az az egy réteg vizsgálatából várható volt. Ennek az oka, hogy a nanoszálak a szénszálak közé benyomulnak, betüremkednek. Az eredményekre alapozva már kb. 3-5 bar nyomással elérhető, hogy a kompozit tömege és vastagsága ne növekedjen és a mikroszálak közé behelyezkedő nanoszálak a rétegek közötti kapcsolatot javítsák, csökkentve a delaminációt. [Pub: 41,79]

**Publikációk:** 40,41,44,45,46,48,76,79,83,84; **Kapcsolódók:** 52

## 2.2. Nanoszálás szövedékek hálószerkezetének és a hálókötéspontok természetének feltárása

- A hálószerkezet elsődleges feltárása, a kötéspontok részben adhéziós, részben kohéziós kötésű természete az első munkaszakaszban történt optikai- és elektronmikroszkópi felvételek alapján.
- Másfelől, a nanoszálás szövedék húzóvizsgálati viselkedéséhez illesztett statisztikus szállkötegcella-modell becslést adott a szövedék ideális (E-köteg), ferde szálas (ET-köteg), illetve megcsúszó befogású (ES-köteg) szállkötegek párhuzamos kapcsolásával és azok részarányaival jellemezhető szerkezetére [Pub.: 17,41]. Dekompozíció révén meghatározható volt e kötegelemek húzás során mutatott viselkedése, amelynek alapján következtetni lehetett a szállak közötti kohéziós kötések természetére, azok felszakadására, megcsúszására. A kötések felszakadása, megcsúszása hasonlóképpen játszódik le a statisztikus üvegszálpaplanban, valamint a szabályos szerkezetű hálót alkotó szövetminták húzásakor is.

**Publikációk:** 7,12,41,83,84; **Kapcsolódók:** 16, 17,18,19

## 3. Nano- és mikroszálás polimer szerkezetek és mechanikai vizsgálatuk, modellezésük

### 3.1. Újszerű nanoszálás szövedékkel erősített kompozitok kifejlesztése és vizsgálata

- A kutatás első szakaszában olyan kompozitokat hoztunk létre, melyek a hagyományos, szénszál erősítőanyag rétegei között vékony,  $1 \text{ g/m}^2$  felületi tömegű poliakrilnitril nanoszálás szövedéket tartalmaznak. A mechanikai vizsgálatok azt mutatták, hogy a kompozit minták Charpy-féle ütőszilárdsága, a műszerezett ejtődárdás vizsgálatok során a perforációs energia, valamint a hajlítómódulusz egyaránt szignifikánsan növekedett a nanoszálaknak köszönhetően. A nanoszálak javították a szénszálás rétegek közötti tulajdonságokat és részt vettek a repedésterjedés meggátolásában [Pub.: 14,17,41].
- A második munkaszakaszban a vizsgálatok folytatása mellett olyan hibrid kompozitokat állítottunk elő, amelyben a hagyományos, szénszál erősítőrétegek között szén nanoszálás rétegek vannak. Vizsgáltuk a különböző kompozit minták statikus és dinamikus mechanikai, vezetési és éghetőségi tulajdonságait. Arra a következtetésre jutottunk, hogy a nanoszálás alkalmazásával a kompozit anyagok kiterjedése nem növekszik szignifikánsan, ugyanakkor az elektromos vezetőképessége jelentős mértékben javul. Szintén szignifikáns növekedés volt tapasztalható számos mechanikai tulajdonságban (pl. Charpy-féle ütőmunka, szubkritikus ütés esetén elnyelt ütési energia, hajlítómódulusz stb.). A munkaszakaszban kifejlesztettünk olyan kompozitokat is, amelyekben részben kristályos szerkezetű (poli-e-kaprolakton) polimer nanoszálakkal társítottunk epoxi gyantát. Ez a kutatás kapcsolódik és szerves része egy, a tanszékünkön futó másik OTKA kutatásnak (OTKA NK 83421) is. Itt a kompozitok alakemlékező tulajdonságait vizsgáltuk és eredményként azt kaptuk, hogy a grafén adalék hatására előnyösebb morfológia és alakemlékező képesség alakult ki.
- A kompozitok vizsgálatánál a harmadik munkaszakaszban az anyagok gyantafelvételi folyamatát vizsgáltuk. Nanoszálás anyagot merítettünk poliészter gyantába és a felhajtó erő változását regisztráltuk [Pub.: 85]. Ebből meghatározható volt a gyantafelvétel sebessége. Azt tapasztaltuk, hogy a gyanta a nanoszálakat – elsősorban a nagy fajlagos felületnek köszönhetően – igen jól nedvesíti, a szállak tömegének többszörösét képesek felvenni. Ez okozza azt a korábban említett problémát, hogy a nanoszálak kompozitba helyezésekor gyantafilmek alakulnak ki a rétegek között, ami kedvezőtlen a mechanikai tulajdonságok szempontjából.
- Szén nanoszálakkal társított hibrid kompozitok vezetőképességét (elektromos és hő) vizsgálva azt tapasztaltuk, hogy a nanoszálás társítás javítja ezeket a tulajdonságokat. Ezek a kompozitok így később alkalmazhatók lehetnének repülőtechnikai alkalmazásokhoz is, ahol a radar jelek árnyékolása mellett villámcsapás-védelemként is funkcionálhatnának, mivel elvezetik a hőt és áramot egyaránt. Ezeknél az alkalmazásoknál az égésgátlás is fontos szerepet tölt be. A nanoszálás szerkezet ezt a funkciót csak mérsékelten képes betölteni, ezért itt további égésgátló adalék használata indokolt.

Ezek – és a vonatkozó fenti eredmények (1.1., 1.2., 2.1., 2.2. és 3.1. pontok) – alapján készült el Molnár Kolos doktorandusz 2014. április 18-án sikeresen megvédett PhD disszertációja [Pub: 41].

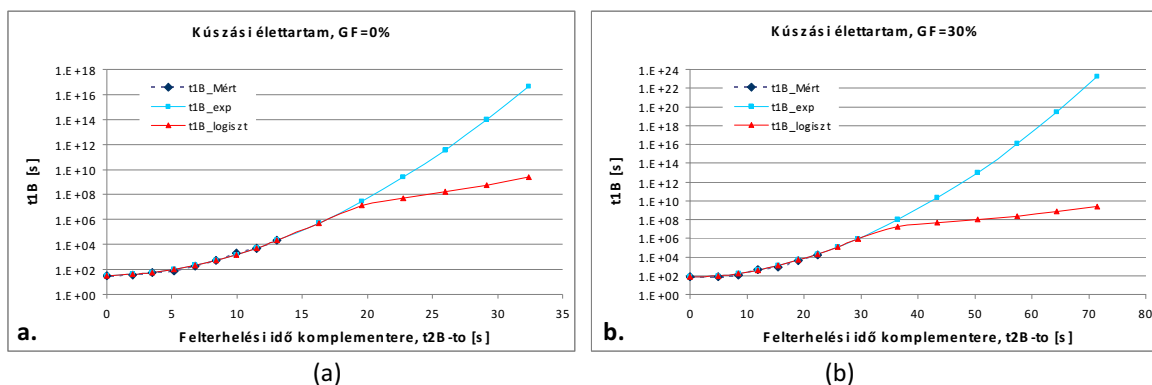
**Publikációk:** 6,12,15,20,21,30,40,41,44,45,46,77,80,81; **Kapcsolódók:** 4,13,16,17,18,52,56

### 3.2. Szálás szerkezetek időfüggő mechanikai tulajdonságai és fenomenológiai modellezése

- A kutatás első szakaszában az elektrosztatikus eljárással előállított nanoszálás szövedékek húzás során mutatott viselkedésének szállkötegcella-modell alapú elemzése [Pub.: 16] kimutatta, hogy az ellenelektróda lapra fektetett szállak között létrejött keresztkapcsolatok a húzás során megfeszült szállak révén megcsúsznak, s így összegeződve kúszásjellegű deformáció jön létre. Ez nehezen választható szét a polimer anyag valódi kúszásától, ezért a szövedék szerkezeti-mechanikai modelljének kidolgozásához szükséges kúszási viselkedés vizsgálatát és elemzését első lépésként lineáris szerkezetű polimer anyagon és annak szállerősített változatain végeztük.
- Az általunk korábban kidolgozott, rövididejű vizsgálatokra alapozott kúszásleírás módszer koncepciója szerint polimer szerkezeti anyagok és szállerősített kompozitok tetszőleges terhelési szintű, hosszútávú kúszási folyamatának

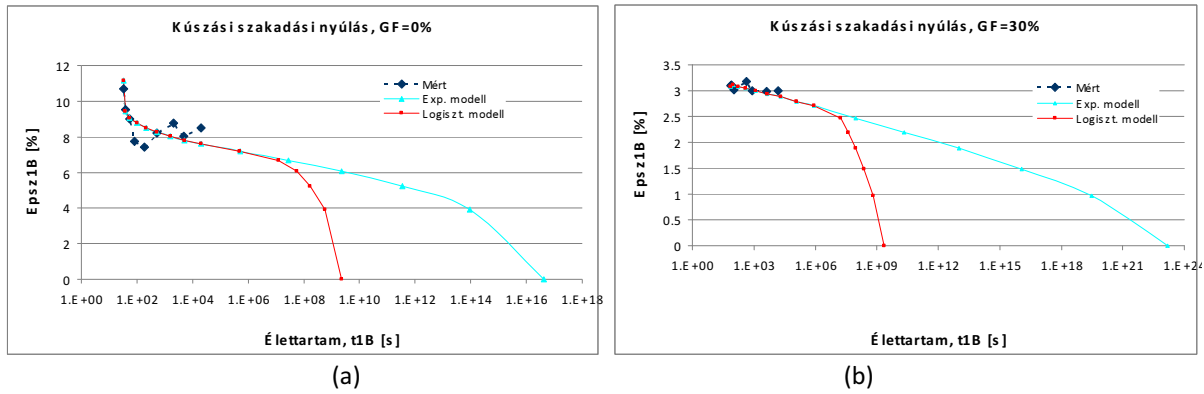
tönkremeneteli jellemzői, illetve időbeli lefolyása megbecsülhetők az erővezérelt szakítógörbe és különböző terhelési szinteken elvégzett rövidtávú kúszásmérések alapján. A kidolgozott becslési módszer alapja az, hogy rögzített hőmérsékleten lineárisan viszkoelasztikus (LVE) anyagviselkedésnél az erővezérelt szakítógörbe és az erővezérelt felterhelésű kúszásgörbe között talált egyszerű, időeltolódásos matematikai összefüggés nemlineáris változó-transzformációkkal ( $T_1, T_2$ ) való – a hőmérséklet-idő szuperpozícióhoz hasonló – módosítása alkalmas a nagyobb terheléseknél, illetve nagyobb terhelési időknél alapvetően nemlineárisan viszkoelasztikus (NLVE) polimerek kúszási folyamatának leírására.

- A kutatás második szakaszában hajtottuk végre a PP és üvegszálás kompozitjain végzett rövidtávú, erőerjesztéses szakító- és hajlítóvizsgálatok és az alacsonytól egészen a szakadást megközelítő terhelési szintek melletti 10 órás kúszásvizsgálatok révén kialakult jelentős adatbázis kiértékelését [Pub: 26,27]. A kísérleti eredmények alapján regressziós összefüggéseket állítottunk fel a terhelési szint és a száltartalom, illetve a szakító-, illetve hajlítóvizsgálati tönkremenetel jellemzői között.
- Kimutattuk, hogy a rövididejű vizsgálatokra alapozott kúszásleírás módszer alkalmazható a – lineáris láncmolekulákból, mint nanoszálakból felépülő modellanyagként vizsgált – tiszta PP és PP/üvegszál kompozitok átlagos kúszási szakadási nyúlásértékének becslésére tetszőleges kúszásterhelés és száltartalom mellett [Pub.:2,3,21,22]. A vizsgálatok húzó- és hajlító-igénybevételre [Pub.: 2,3,9,21,22,27] is kiterjedtek. A kompozitok esetében a kúszást a szál/mátrix adhézió is befolyásolja [Pub.: 26,47], aminek vizsgálata kapcsolódik ehhez a témához.
- A kutatás második és harmadik szakaszában elméleti és kísérleti elemzések alapján kimutattuk, hogy a hosszútávú kúszási szakadás nyúlás terhelési szinttől függő átlagos értéke mellett annak eloszlása, s így tetszőleges kvantilise is becslhető az átlag és az eloszlás Weibull-eloszlás alapú leírásával [Pub: 26]. Ez lehetővé teszi a kúszási szakadási nyúlás, illetve a kúszási élettartam átlagos értéke mellett azok konfidencia intervallumának a meghatározását is.
- Kombinált becslési módszert dolgoztunk ki, amely azon alapult, hogy adott terhelés esetén a fentiek alapján becsült átlagos kúszási szakadási nyúlás szintvonalra és egy pl. DMA mérésekkel meghatározott hőmérséklet-idő mestergörbe metszéspontja becslést ad a kúszási élettartamra. Ezt felhasználva demonstráltuk, hogy az alacsony terhelések esetén szokásosan alkalmazott, általában DMTA készülékkel meghatározott, hőmérséklet-idő szuperpozíció alapú mestergörbék irreálisan nagy kúszási élettartamot jósolnak. Hasonló a helyzet a ritkábban alkalmazott húzóterhelési szint-terhelési idő alapú mestergörbék esetén is [Pub: 8,26].
- A kúszásleírás elvi koncepciójának megfelelően meghatároztuk a szakítóvizsgálati és kúszási folyamat közötti időtranszformáció matematikai alakját, ami tetszőleges terhelés mellett lehetővé tette nem csak a hosszútávú kúszási folyamat, hanem annak lezárását jelentő kúszási szakadási pontokkal adott időtartam-szilárdsági görbe becslését is [Pub: 26].
- Kimutattuk, hogy a kúszási felterhelési idő ( $t_0$ ) komplementere ( $t_{2B}-t_0$ ; azaz a szakadásig történő terhelésnövelés ideje, mint határérték, és az aktuális terhelési szinthez tartozó felterhelési idő különbsége) függvényében a kúszási szakadási idő kezdetben (nagy terheléseknél) exponenciálisan nő, azonban egy bizonyos terhelés alatt – a hosszabb terhelési idő alatt fellépő szerkezeti változások, öregedési jelenségek miatt – ettől elhajlik. A vizsgálatok szerint az elhajlást is magába foglaló folyamat logisztikus görbével írható le (1. ábra) [Pub: 26].



1. ábra. Az átlagos kúszási élettartam mért és becsült értékei a felterhelési idő komplementere függvényében 0% (a) és 30% (b) száltartalmak mellett

Ennek alapján meghatározható volt az átlagos kúszási szakadási nyúlás és kúszási élettartam kapcsolata. Az elemzések és PP mátrixú üvegszálás kompoziton végzett mérések azt mutatták, hogy az igen alacsony terhelés mellett, vagy terheletlen állapotban a polimer öregedés (degradáció) révén bekövetkező tönkremeneteli idejének becslése – a logisztikus modellel szemben – az exponenciális modell alkalmazása a kísérleti eredményeket több, akár 4-9 nagyságrenddel is meghaladó, irreális értékekre vezethet (2. ábra) [Pub: 26]. Ezeket a jelenségeket egy további projektben kívánjuk még részletesebben feltárni, illetve más polimer anyagok esetén is tanulmányozni.

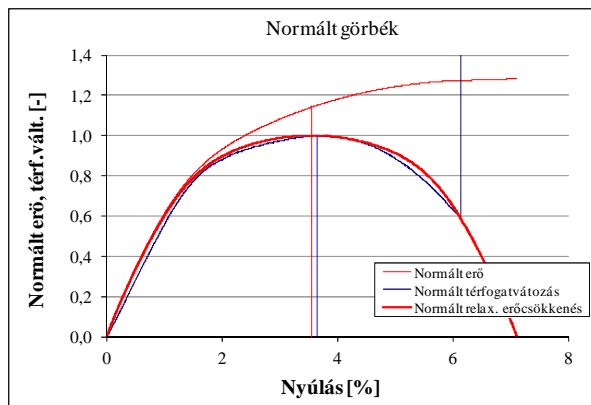


2. ábra. PP átlagos kúszási szakadási nyúlása és átlagos élettartama közötti összefüggés mérés és exponenciális, illetve logisztikus modellel való becslés esetén 0% (a) és 30% (b) üvegszáltartalmak mellett

• A kutatás harmadik szakaszában hajlító vizsgálatok kiértékelése alapján kimutattuk, hogy a húzóterhelésekre kidolgozott módszerek és összefüggések a hajlítógénybevételű kúszás esetén is használhatók [Pub: 26, 27].

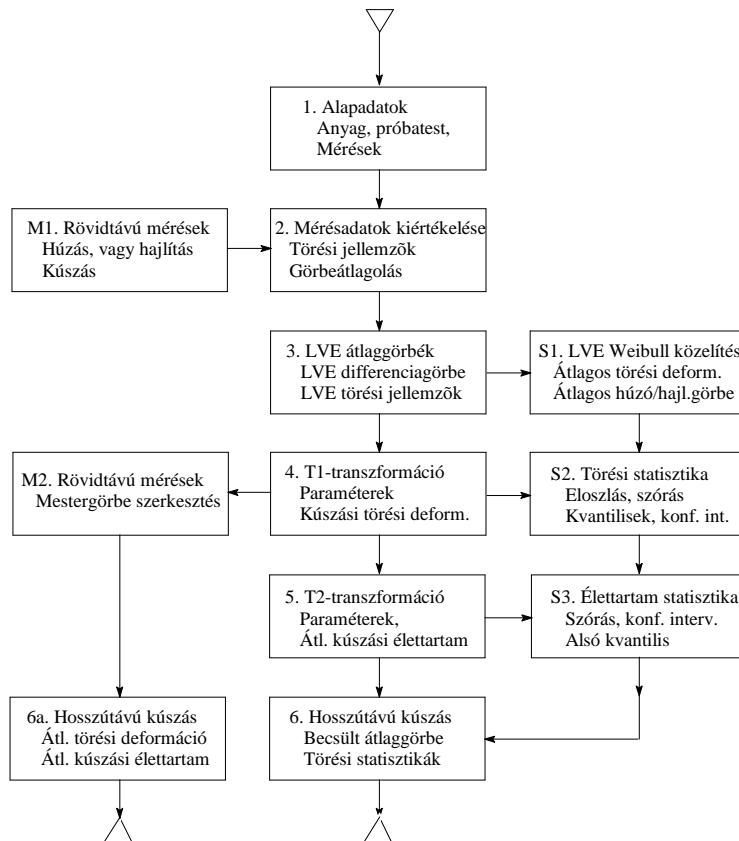
Az utóbbi eredmények részletesebb publikálása ez évben várható.

• Kimutattuk továbbá, hogy a kúszási szakadási deformáció felterhelés utáni növekménye a kúszási felterhelési idő, vagy a kúszási terhelési szint függvényében határozott maximumot mutat, amely meghatározható az erővezérlésű szakítógörbe ún. LVE differenciájának maximumával [Pub: 21,22,26]. Ugyancsak maximumot mutat a deformáció-vezérlésű szakítógörbéből számítható LVE differencia, valamint a próbatest terhelésnövekedés során mérhető térfogatváltozása is [Pub: 26,59,60]. Vizsgálataink alapján azt valószínűsítjük, hogy a hosszútávú tervezés szempontjából fontos jelenség, a hosszútávú kúszási vagy feszültségrelexációs folyamat során az inhomogenitások (polimerlánc-köteg képződés, craze-ek) és mikrorepedések képződésének kezdete összefüggésben van a térfogatváltozás maximumához tartozó deformációval, amelynek értéke előre jelezhető a szakítógörbéből meghatározható LVE differencia segítségével. A 3. ábra például az útgerjesztéssel mért szakítógörbéből származtatott relaxációs erőcsökkenés és a mért relatív térfogatváltozás maximális értékekkel normált görbéit hasonlítja össze. Az ábrán egyrészt a csúcserő értéke közel egybe esik, másrészt a görbealakok is hasonlóak, sőt a relaxációs erőcsökkenés görbéje felülről közelíti, mintegy burkolja a térfogatváltozást. Mindkét maximumot formázó görbe kísérleti háttérű: a relaxációs erőcsökkenés görbéjét a mért útgerjesztésű szakítógörbe LVE differenciagörbéinek végpontjai alkotják, a térfogatváltozást a húzóvizsgálat során végzett kontrakciómérések eredménye, így feltehető, hogy alakulásuk mögött hasonló deformációs és szerkezetváltozási folyamatok állnak [Pub: 26]. Ennek felderítésére és igazolásához szükséges részletesebb kísérleti vizsgálatok folyamatban vannak.



3. ábra. Csúcserő értékekkel normált relaxációs erőcsökkenés és térfogatváltozás

• Algoritmust dolgoztunk ki húzó-, illetve hajlító génybevétel eseteire a rövidtávú mérések feldolgozásához és a hosszútávú kúszási jellemzők fenti módszerekre, eredményekre épülő becslésének a meghatározásához [Pub: 26]. Ennek számítógépes megvalósítását egy következő projektben tervezzük. Az algoritmus összefoglaló blokkvázlatát a 4. ábra szemlélteti.



4. ábra. A hosszútávú kúszási folyamat jellemzőbecslésének blokkvázlata (T1 és T2 változótranszformációk)

A fenti eredmények alapján készült el Bakonyi Péter doktorandusz PhD disszertációja [Pub: 26], amelynek sikeres védése 2014. július 8-án történt.

**Publikációk:** 2,3,6,7,9,20,22,23,26, 27, 31, 35, 53; **Kapcsolódók:** 1,23, 47,70,71,72,73,74

### 3.3. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák húzóvizsgálata és FBC modellezése

#### 3.3.1. Egymással kapcsolatban lévő, rugalmas szálhálóelemek alkotta szálkötegcellák kidolgozása

• A kutatás első szakaszában, a téma egyfajta előkészítéseként, a – független szálakból felépülő szálkötegcellákkal szemben – egymással szoros, bizonyos terhelésnél megcsúszó kontaktusban álló, így nem független szálak alkotta hamissodrott fonal hosszmenti és befogási hosszától függő szilárdságának [Pub.: 5,10,14], valamint az egymásra merőleges, egymásra feszülő fonalak alkotta szövetsávok [Pub.: 24], mint köteglánccok vizsgálatát és modellezését végeztük el, ahol a kontaktuspontok egyfajta csomópontot képeznek. A témához kapcsolódik a szövetet alkotó, egymást keresztező és csúszókontaktusban álló fonalak közötti súrlódásos [Pub.: 23,24,25], valamint a szál/mátrix adhéziós [Pub.: 47] kapcsolat vizsgálata is.

**Publikációk:** 44; **Kapcsolódók:** 5,10,17,23,24,25,47

#### 3.3.2. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák húzóvizsgálata és E-köteges modellezése

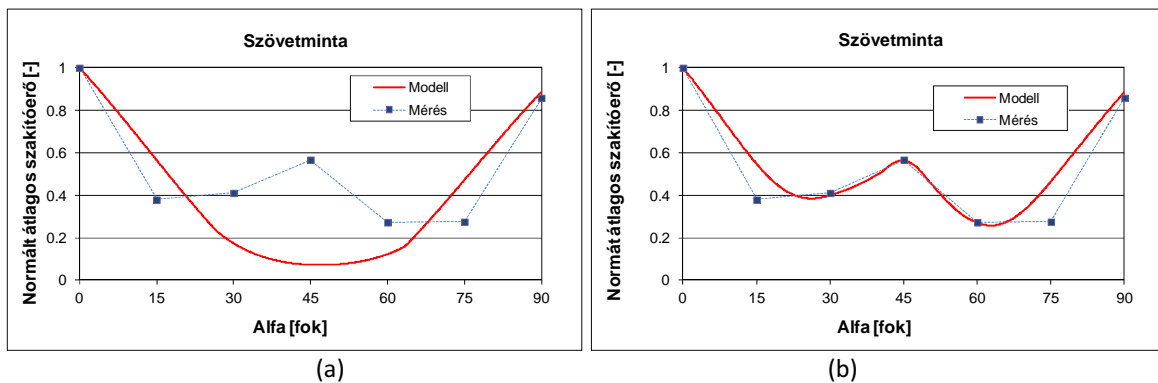
• A kutatás második szakaszában szőtt struktúrákat vizsgáltunk, ugyanis a szövet egymásra merőleges fonalrendszerből felépülő hálószerkezet, amelynek cellaelemeit egymásra feszülő fonalak alkotta, terhelésnél megcsúszó kötések határolják, és e tekintetben hasonló a szintén megcsúszó kötések tartalmazó nanoszövedékháléhoz, így alkalmas a szálkötegcella (FBC) modellezés tesztelésére. Ennek megfelelően, speciális, hamissodrott filament poliészterfonal, belőle készült szövet [Pub: 33, 34,55], illetve habosított poliészterrel bevont szövet [Pub: 34] húzóvizsgálatai folyamatát tanulmányoztuk, és kimutattuk, hogy az egyébként kombinált kötegekkel (EHT, EST, ESHT), illetve párhuzamos kapcsolt kötegekkel leírható komplex deformációs és tönkremeneteli folyamat jól modellezhető nemlineáris E-köteggel is, amelynek segítségével egyszerűen elemezhető a hálóstruktúra irányfüggő és a bevonat viselkedést módosító hatása.

**Publikációk:** 33, 34; **Kapcsolódók:** 47,55

#### 3.3.3. Nemlineáris szálkötegek kidolgozása és alkalmazása szálháló struktúrákhoz

• A kutatás harmadik szakaszában kidolgoztuk a szálháló szerkezetek modellezéséhez szükséges nemlineáris alap- (EH, ET, ES), illetve kombinált kötegek (EST, EHT, EHS, EHST), illetve a szövet, illetve speciális nemlineáris (ES1, ES2, ES1T, ES2T) kötegek matematikai formuláit, amelyeket numerikus formában a FiberSpace programban valósítottunk meg. A nemlineáris szálkötegek alkalmazhatók a statisztikus szerkezetű szálpaplanból, illetve nanoszövedékből kivágott sávminták szakítófolyamatának a szálpaplan szerkezeti modelljére épülő, egyszerűsített mechanikai modellezésére is.

- Konceptiót és megvalósításához módszereket dolgoztunk ki a tetszőleges irányban kivágott szövetsáv minták húzóvizsgálati folyamatának kötegmodelljezése céljából. E koncepció szerint a ferdén kivágott, lánc- és vetülékfonalak alkotta szövetsáv nemlineáris fonalkötegek keresztmetszeti fonalszámokkal súlyozott párhuzamos kapcsolásával modellezhető [Pub: 23,34,55].
- A kötegsúlyok és a kötegeken belüli (vágott végű) fonalszakaszok hosszeloszlásának meghatározását az – általunk korábban kifejlesztett – statisztikus üvegszálaplan modellben kidolgozott módszerekkel végeztük [Pub: 61].
- A nemlineáris modellfonal karakterisztikák meghatározása a szövet lánc- és vetülékirányokban kivágott szövetminták húzóvizsgálatának független elemekből álló, nemlineáris E-kötéggel való leírásával történik. E karakterisztikák tartalmazzák a fonalak hullámosságának és a keresztirányú fonalak hatását is. E modellfonalokból építjük fel a ferdén kivágott szövetmintát alkotó, különböző befogású fonalakat modellező, a kicsúszást is figyelembe vevő kötegmodelleket [Pub: 55,61,63,69].
- A modellfonalak környezeti adhéziós tapadásának, illetve kicsúszásának jellemzőit a korábban kifejlesztett és megvalósított, szakítógépre szerelhető fonalkihúzó készülékkel mért erő-deformációs karakterisztikából határozzuk meg [Pub: 29,61,62].
- Kidolgoztunk egy egyszerűsített szövetmodellt, amely a fonalelemek terheletlen állapotában érvényes kezdeti orientációjával és egyidejű tönkremenetekkel (szakadások és kicsúszások) számol, de hosszmenti orientáció- és tapadáseloszlás korrekciót alkalmaz [Pub: 61]. Ennek segítségével kimutattuk, hogy a 45°-os kivágási szög környezetében a kísérleti vizsgálatok révén tapasztalható szakítószilárdság növekedés nem magyarázható (mint szokásosan) a tönkremenetel során – a fonalkicsúszások mellett – egy bizonyos mintaszélesség felett megjelenő fonalszakadásokkal, hanem ennek oka alapvetően a hossz- és keresztirányú deformációk miatt kialakuló fonal-orientációs szög csökkenése, valamint a kontrakciós tömörödés miatti tapadásnövekedés (5. ábra). A kritikus mintaszélesség a fonalak kritikus tapadási hosszával áll kapcsolatban.



5. ábra. Poliészter szövetminta normált átlagos szakítóereje és a kivágási szög ( $\alpha$ ) összefüggése mérések, valamint korrekció nélkül (a) és az orientáció- és tapadásváltozás korrekciójával (b) számolt modell esetén

- A tetszőleges irányban kivágott szövetminta húzóvizsgálati folyamatának a teljes tönkremenetelt, mint az időben egymást követő kicsúszások és szakadások folyamatát, is magába foglaló leírásához kidolgozott kötegmodell lánc- és vetülékfonalanként 4-4 párhuzamosan kapcsolt, kivágási iránytól függő súlyozású, nemlineáris kötegből (minkét végén befogott fonalak: E-kötég; balról vagy jobbról befogottak, illetve befogatlanok: különböző EST2-kötegek) áll [Pub.: 61]. A húzódeformáció növekedésével változó fonalorientációt és adhéziós tapadást a kötegek a mérések és az egyszerűsített szövetmodell tapasztalatai alapján paraméterezett kontrakciós függvény segítségével veszik figyelembe. A kötegmodell programjának a FiberSpace keretében történő megvalósítása és részenkénti tesztelése folyamatban van. A kötegmodell alkalmazása az egyszerűsített modellhez képest várhatóan jelentősen növeli a becslés pontosságát. Az eredmények publikálása ez évben várható.

**Publikációk:** 29,33,34,61,62,63,69; **Kapcsolódók:** 5,10,23,38,55

### 3.4. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák makrodeformációs viselkedésének vizsgálata, modellezése

A kutatás második és harmadik szakaszában mikroszálás szerkezetek deformációs viselkedését vizsgáltuk. A szálás szerkezetek egyik nagy előnye a hajlékonyságból adódó deformációs alkalmazkodó képesség, így nagy deformációk kialakulásával jelentősen csökkenhetnek a rugalmas feszültségek a szerkezetben és ez a viselkedés a rendelkezésre álló eszközöket tekintve könnyebben tanulmányozható mikroszálás, mint nanoszálás szerkezetek esetében, továbbá az eredmények részben értelmezhetők a nanoszálás rendszer esetére is. [Pub.: 14,24,32]

#### 3.4.1. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák viselkedése egy- és többtengelyű húzásra

- A húzóvizsgálat alapvető információkat szolgáltat a vizsgált anyag mechanikai viselkedéséről. A szálás szerkezetű lapok esetében a kéttengelyű húzóvizsgálat jobban közelíti a gyakorlatban előforduló igénybevételeket. Ehhez egy korábbi OTKA projektben (K68438) egy szakítógépre szerelhető, videokamerás biaxiális húzókészüléket terveztünk és viteleztünk ki. E készülékkel vizsgáltuk a rugalmas szálháló szerkezetek kéttengelyű húzó-igénybevételre mutatott viselkedését.

**Publikációk:** 33,34,39,65; **Kapcsolódók:** 23,24,25,28,36,37,38,56

### **3.4.2. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák hajlásdeformációja és kontinuum modellezése**

• A lapszerű szálak szerkezetek az igénybevétel hatására az adott kényszerektől függő 3D-s felületet alkotnak, amelynek lézeres letapintása után numerikusan kezelhető, számítógépes virtuális modellje állítható elő. E virtuális felület a vizsgálati feltételeknek megfelelő differenciálegyenlet numerikus közelítésként ismert megoldásfüggvénye, amelynek behelyettesítésével a szálak szerkezet anyagjellemzői algebrai egyenletek megoldásaként kaphatók. Ezen elvet alkalmaztuk sávminták hajlításakor [Pub: 39,50,51], kihajlításakor [Pub: 49], illetve ráncképződésekor [Pub: 24,25,38], valamint golyónyomáskor [Pub.: 56], illetve erre épült a koncentrált paraméterű hálózattal (rugó, tömeg, csillapítás) történő modellezés is [Pub: 36,37].

**Publikációk:** 39,49,51,64; **Kapcsolódók:** 24,25,36,37,38,50,56

### **3.4.3. Rugalmas szálháló-szerkezetű struktúrák nyíróvizsgálata**

• Egy korábbi OTKA projekt (K68438) keretében kifejlesztettünk egy, a különféle textíliák nyírótulajdonságainak vizsgálatára alkalmas eszközt. A készülék segítségével vizsgáltuk különböző textíliák: üvegszövet, poliészter szövet stb. nyírási tulajdonságait szimmetrikus elrendezésben és különféle kivágási irányokban. Arra a következtetésre jutottunk, hogy az eszköz segítségével könnyen és pontosan meghatározhatók a szövetszerkezetek nyírási tulajdonságai, ugyanakkor a hagyományos módszereknél az eljárás könnyebben kivitelezhető, illetve költséghatékonyabb. A vizsgált anyagok esetében meghatároztuk a deformáció karakterisztikát, amit a modellezés során használtunk fel a következő munkaszakaszban. A hagyományos textíliákon végzett kísérletek információt adhatnak a nano-szövedékekben lejátszódó hasonló mechanizmusokról is.

**Publikációk:** 29,42,43,61,62,66,67; **Kapcsolódók:** 24,25,28,32,38,56,68

### **3.4.4. Csúszókötés, tapadás vizsgálata rugalmas szálhálóban szál-, illetve fonalkihúzásal**

• A fentiekben leírt nyírókészülék alkalmas fonalkihúzási vizsgálatokra is, amelynek során a szövetminta középrésze helyett egy középen elhelyezkedő fonalat húzunk a mozgó befogóval. E fonal kihúzható a keresztirányú fonalak, mint csúszó kötések alkotta befogásból, ha a befogott hossz kisebb a kritikus tapadási hosszánál, amelynél már szakad. A kihúzás során mérhető a fonal kihúzási ellenállásának változása az idő, illetve a kihúzott fonalhossz függvényében. Ennek kiértékelésével határoztuk meg a szövet szálköteg-modelljéhez szükséges fajlagos adhéziós tapadási jellemzőket is.

**Publikációk:** 43; **Kapcsolódók:** 24,25

A kutatás eredményeit az OTKA támogatás (OT) feltűntetésével összesen 52 publikációban tettük közzé, amelyek között 10 szakcikk (ezekből 8 impakt faktoros, összegzett impakt faktor érték: 17.350), 16 konferencia kiadvány, valamint a kutatás keretében elkészült és sikeresen védett két PhD dolgozat található. Ezek mellett egy külföldön megjelent könyv fejezete, 10 (OT: 6) TDK dolgozat, 17 (OT: 7) BSc szakdolgozat, illetve 14 (OT: 8) MSc diplomaterv készült, továbbá egy találmányi bejelentést tettünk. A kidolgozott és általában egy bizonyos anyag(kombináció)n tesztelt módszerek további, más anyagok bevonásával történő alkalmazhatóságának ellenőrzését TDK, BSc, MSc, illetve diplomaterv dolgozatok keretében végeztük. A kapcsolódók (33 tétel) között számos olyan publikációt található, amelyek ugyan teljes egészében e kutatás keretében készültek (főleg hallgatói munkák), azonban bennük az OTKA támogatás megjelölése lemaradt.