

## Öntött Poliamid 6 nanokompozitok mechanikai és tribológiai tulajdonságainak kutatása

A cikk a gödöllői Szent István Egyetem 2005. évi Diákköri Konferenciáján első díjat nyert dolgozat alapján készült

Andó Mátyás, IV éves gépészmérnök hallgató, SZIE Gödöllő

Témavezető: Dr. habil. Kalácska Gábor, egyetemi docens, SZIE Gödöllő

### Célkitűzés

Az anyagfejlesztés célja olyan kompozit létrehozása, amelynek tulajdonságai az alapanyag mátrixához képest javulnak, így a műszaki megoldásoknál alternatívát jelentenek. Az alapanyag mintákat a Quattroplast Kft állította elő. Céлом az öntött nanokompozitok tulajdonságainak feltérképezése, így munkám során többfajta mechanikai és tribológiai mérést végeztem el.

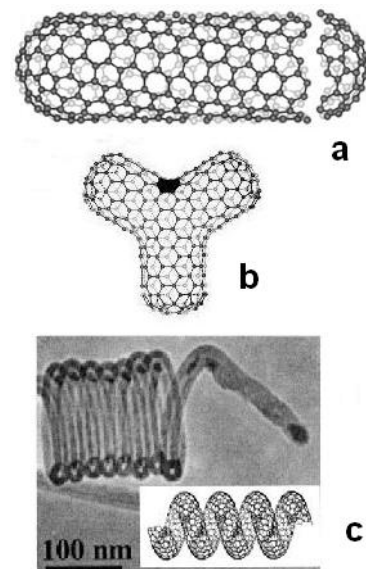
### Vizsgálati minták

A nanokompozit magnézium katalizálású Poliamid 6 alapanyag mátrixába kevert szén nanocsövekből áll. A Poliamid 6 (köznapi nevén a nejlon) igen elterjedt alapanyag, melyet a műszaki életben és a könnyűiparban is felhasználnak. Általánosságban igaz, hogy jó a mechanikai szilárdságuk, a csillapító képességük, nagy a kifáradási szilárdságuk és a kopásállóságuk. A poliamidokat ezért alkalmazzák többek között csapágyperselyeknek, kopóléceknek, szállítógörgőknek, tömítőgyűrűnek, fogaskerekeknek [1].

A szén nanocső tökéletes hengerré tekert egyetlen atomvastagságú grafitréteg (1.a ábra [2]). Többfalú szén nanocsőről akkor beszélünk, hogyha az egyfalú szén nanocsövek koncentrikusan egymás körül helyezkednek el. A szén nanocsövek speciális esetekben nanoszerkezeteket alkothatnak, ilyen például az elágazás (1.b ábra [3]), a könyök vagy a spirál (1.c ábra [3]) többfalú szén nanocső spirál TEM felvétele).

*Miért a szén nanocső a kiválasztott adalékanyag?* Rodney Ruoff és munkatársai a Washingtoni Egyetemen egyfalú szén nanocső kötegeket vizsgáltak, és megállapították, hogy szakítószilárdságuk 30-50 GPa [4]. Ezzel a méréssel bizonyították a korábbi szimulációkat, melyek szerint a szén nanocsövek a legszilárdabb anyagok közé tartoznak. Tehát a szén nanocsövek szakítószilárdsága körülbelül százszorososa a ma használt acéloknak. Másik előnyös tulajdonsága, hogy nagy szakítószilárdsága mellett könnyebb, mint az acél. Ismert tulajdonsága még, hogy a szén nanocső feltekeredésétől függően elektromosan lehet fémes vagy félvezető jellegű.

Az öntéstechnológia alapvető feladata, hogy a szén nanocsöveket az öntés folyamán eloszlassák az alapanyagban; illetve ezt a rendszert a megszilárdu-



1. ábra. Szén nanocsövek

lás alatt fenntartsák. Ezekhez különböző öntési módszereket kell kidolgozni, és megfelelő adalékanyagokat kell használni. Munkám során kétfajta öntési technikával készített nanokompozitot vizsgáltam. Ezekről részleteket egyelőre nem közlök.

A próbatestek kialakítását és a méréseket szabványok ajánlása alapján végeztem. A mechanikai mérésekhez nátrium, a tribológiai mérésekhez nátrium és magnézium katalizálású natúr Poliamid 6-ot használtam kontrollanyagként.

*Tapasztalataim szerint, sem az első, sem a második öntés során nem sikerült elérni, hogy az alapanyag és a szén nanocsövek diszperz rendszert alkotson. A nanokompozitok forgácsain szabad szemmel is látható volt, hogy a szén nanocsövek csoportokba ágyazódtak a Poliamid 6 alapanyag mátrixába.*

## Szakítóvizsgálat

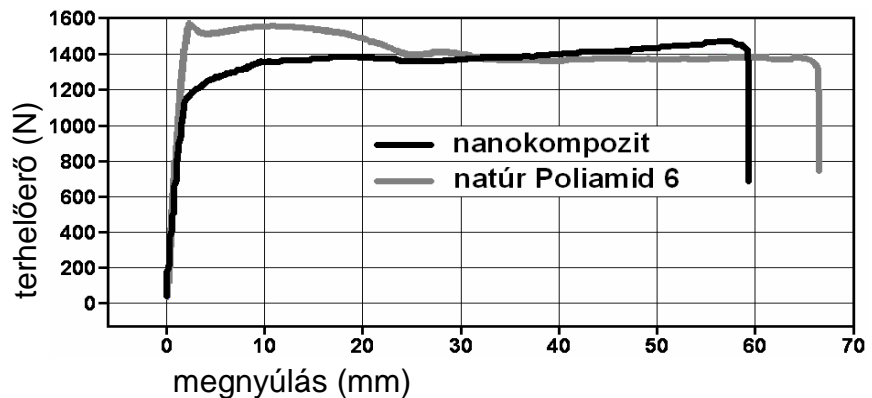
A nanokompozit húzása közben fellépő legnagyobb erő körülbelül 100 N-nal kisebb, mint a magnézium katalizálású Poliamid 6-é. Bár mindkét anyagnál a szakítódiaagram elején meredeken emelkedik a terhelőerő a megnyúlás függvényében, de a Poliamid 6 nagyobb értéken éri el a csúcst, a szakirodalomból jól ismert polimer jellegű görbe szerint. Ellenben a nanokompozit közvetlenül a szakadás előtt éri el a legnagyobb értéket (2. ábra). Túlterhelés elleni védelem szempontjából ez egy előnyös, kívánatos tulajdonság lehet.

A két függvény típus egyértelmű különbséget mutat, a natúr anyag az erőcsúcs után végig csökken, míg a nanokompozit függvénye a törésig emelkedik. Ennek köszönhető, hogy a törésnél fellépő erő kb. 150 N-nal nagyobb a nanokompozit esetében.

A natúr öntött Poliamid 6 erőcsúcsa valószínűleg azért nagyobb, mert a homogén anyagnak nincsen jelentősen eltérő, gyengített keresztmetszete. Miután eléri a kritikus erőt, a polimerláncban adott helyen elkezdődik a folyás, és innen a klasszikus vékonyodás végigfut a próbatest elvékonyított szárán. A folyás fenntartásához viszont kisebb erő is elegendő.

A nanokompozitnál a szerkezet inhomogén, változó teherbírású és alakváltozási képességű keresztmetszetek találhatóak a szén nanocsövek és szénecső agglomerációk miatt. Ez végeredményben anizotróp jelleget kölcsönöz a szakító próbatesteknek. Az anyag már kisebb erő hatására elkezd a leggyengébb keresztmetszetenél folyni, azonban az innen kiinduló alakváltozás fenntartásához egyre nagyobb erőre van szükség.

Konzultálva műanyagipari kutatókkal, a jelenségre két hipotézist állítottam fel:



2. ábra. Szakítódiaagram

a) Az anyag folyása szempontjából a leggyengébbnek ítélt kiindulási keresztmetszethez képest a többi keresztmetszet erősebb, és bár a kialakult kontrakció miatt a folyásnak egyre könnyebben kéne végigfutni a száron, a szénszálak azonban gátolják ezt, és szilárdabbá teszik a soron következő keresztmetszetet.

b) Hasonlóan a fémek felkeményedési jelenségéhez, a fémeknél megismert csúszási síkok szerepét az inhomogén szén csoportok helyzete veszi át a polimereknél. Terhelés nélküli állapotban a szénszálak nem vesznek fel kitüntetett irányt, azonban terhelés hatására a polimer láncok nyúlását a deformálódó szén csoportok akadályozzák, így az erő növekszik. A fémeknél azért növekszik az erő, mert a csúszósík kedvezőtlen helyzetben van, míg a nanokompozitnál a szén csoportok korlátozott deformációja fékezi a nyúlást.

### **Ütővizsgálat**

A kompozit ütőmunka értéke (0,524 J) 87,4%-a a magnézium katalizálású Poliamid 6-hoz képest (0,6). Az első öntésű nanokompozit fajlagos ütőmunka értéke 16,39 KJ/m<sup>2</sup>. Ez a nanokompozit a hirtelen fellépő hajlításra érzékenyebb, mint a natúr Poliamid 6. Ez a jelenség is a nanocsövek nem teljes eloszlásával magyarázható. Legvalószínűbb oka, hogy a dinamikus igénybevétel esetén ezek a szén csoportosulások és az alapanyag könnyebben válik szét, így gyakorlatilag elhasad az anyag ezen csoportok mentén. Így a szén csövek jobb diszpergálása az alapanyag mátrixban az ütőmunka növekedését eredményezné.

### **Behajlási hőmérséklet vizsgálat (hőalaktartóság — HDT)**

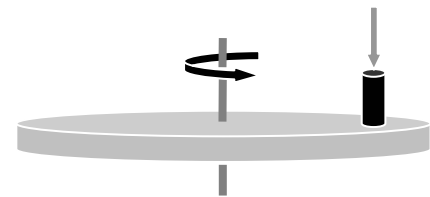
Ez a fajta mérés megmutatja, hogy adott külső terhelés (245 gramm) mellett a próbatest mikor hajlik be 0,34 mm-t, miközben egyenletesen emelkedő hőmérsékletű olaj kering körülötte. Magnézium katalizálású Poliamid 6-nál: 66,75°C-nál, öntött Poliamid 6 nanokompozitnál: 49,65°C-nál éri el ezt az értéket.

A két fajta anyag között 17,1°C-os eltérést tapasztaltam. Ez azt jelenti, hogy a nanokompozit 25,6 %-kal alacsonyabb hőmérsékleten éri el az adott deformációt, tehát hő hatására érzékenyebben viselkedik, mint az alapanyag. A gyengébb hőalaktartóság oka lehet, hogy a szén és a poliamid nem egyformán nyúlnak meg hő hatására, így belső feszültség keletkezik, növelve az eredő feszültséget, és így könnyebben hajlik meg az anyag. A diszperz eloszlású nanocső struktúra kisebb belső feszültséget okozna, ami nagyobb hőalaktartóság értékhez vezetne.

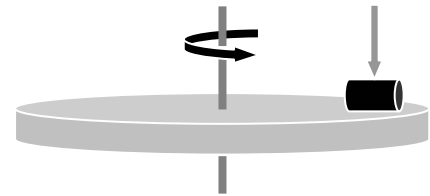
### **Keménységmérés**

A próbatestek keménységét HRM<sub>w</sub> (Rockwell), illetve Shore D skálán mértem. Az első mérési sorozatnál a nanokompozit 29%-kal keményebbnek mutatkozott. A második mérési sorozatban viszont 19%-kal kisebb volt a keménysége. A két mérési sorozatot között 2 hónap telt el. Az eltérés fő oka a poliamid vízmegkötő képességében keresendő. A poliamid 6 felületéről induló diffúziós folyamat eredménye a levegőből felvett és megkötött pára, amely je-

lentősen megváltoztatja az anyag tulajdonságait a diffúziós zónában. Az első mérésnél 1 éves magnézium katalizálású poliamid 6-on, illetve 1 hetes nanokompoziton mértem. Második mérésnél 1 hónapos magnézium katalizálású Poliamid 6-on és 2 hónapos nanokompoziton mértem. *Mindig a fiatalabb próbatest volt a keményebb, tehát a vízfelvétellel kimutathatóan változik a keménység.* Az időpontok és az abszolút értékek figyelembe vételével megállapítható, hogy a nanoöntés a poliamid keménységét növeli, de ez változik a környezeti nedvességtartalom függvényében, akár a natúr poliamidnál.



a, elrendezés álló próbatestnél



b, elrendezés fekvő próbatesteknél

3. ábra. Mérési elrendezések

A Shore D keménységmérés eredményei alátámasztják a Rockwell keménységmérésnél kapott értéket. Ezek a mérések rámutatnak a poliamidok páratartalom függő mechanikai jellemzőire. A későbbiekben az öntéstől számított azonos idő után kell a próbatesteken a méréseket elvégezni, hogy a különböző szerkezetek hatását egyértelműen elkülöníthessük a vízfelvétel okozta változásoktól.

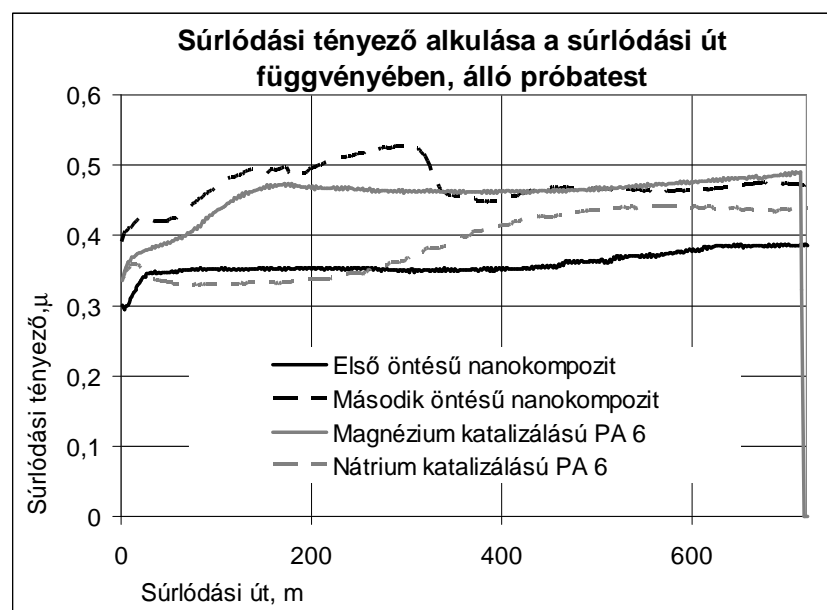
### Tribológiai mérések

A 3. ábrán látható a kétféle mérési elrendezés, ahol a piros nyilak az álló és a fekvő próbatestekre ható terhelőerőt jelképezik. A próbatestek közvetlenül érintkeznek az acél tárcsával, amelynek a szögsebessége állandó a mérés alatt. A mérés során folyamatosan mérem a terhelő és súrlódási erőt, a kopást és elmozdulást és a hőmérsékletet.

### Súrlódási tényező vizsgálata

A súrlódási tényező számolt adat, a súrlódási erő és a terhelő erő hányadosa. Mivel a terhelő erőt állandónak vehetjük, ezért a súrlódási tényező függvényei azonos alakúak a súrlódási erő függvényeivel.

A legváltozatosabb függvényeket mindkét fajta mérésnél a második öntésű nanokompozit mutatja (4. ábra). Ennek az



4. ábra. Súrlódási tényező függvényei

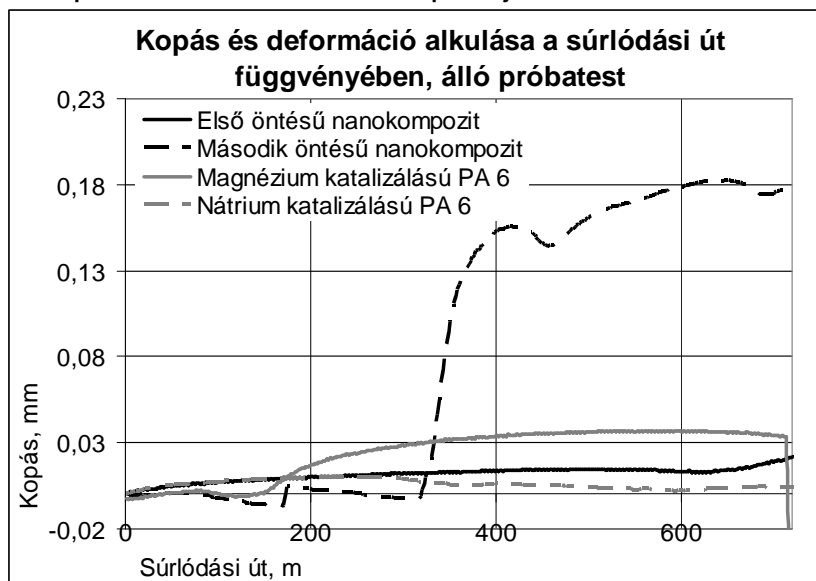
anyagoknak a súrlódási tényező értéke 0,4 és 0,55 között van; ez elég nagy számítás, hiszen a súrlódó tengelykapcsolóknál használt anyagpárok súrlódási tényező értéke is e körüli értéken van. Ennek a magas értéknek az egyik oka, hogy a tárcsának kicsi a felületi érdessége, ami előtérbe helyezi az adhéziós jelenségeket az abrazív jelenségekkel szemben. Másik oka, hogy a tárcsa felülete és a műanyag felülete is frissen megmunkált, vagyis vegyileg tiszta volt. Ezeknek hatására jelentkezett ez a viszonylag nagy súrlódási tényező. Poliamidnál már mértek 1,5 körüli súrlódási tényezőt is, amely a tribológiai szakirodalom szerint már nem csak a súrlódás eredménye. Ennél a mérési rendszernél az adhéziós jelenség volt a mérvadó, ami kenőréteg hatására megszűnhet, így a súrlódási tényező jelentősen csökkenhet.

Az álló és fekvő próbatetek súrlódási tényezőinek alakulása és értékeinek eltérése az aktív súrlódó felület nagyságára és minőségére vezethető vissza. Minél nagyobb, és minél tisztább a felület annál jobban érvényesül az adhézió. Bizonyos idő elteltével a súrlódási pályán megjelenik egy átkopott felületű transzfer film, amely szintén befolyásolja a súrlódási tényezőt.

A poliamidok víztartalma is befolyásolja a súrlódási viszonyokat. A nedveséghelyfelvétel az eltelt idővel arányosan növekedhet a telítődési egyensúlyig, ezért a korábbi öntésű nanokompozitnak nagyobb lehet a nedvességtartalma. Azt tapasztaltam, hogy a korábbi öntésűnél egytizeddel mindig kisebb a súrlódási tényező.

### **Kopás és elmozdulás vizsgálata**

A kopás és elmozdulás mértéke mért adat. Az 5. ábrán álló próbatesten mért kopás-súrlódási út függvény látható. Legszembetűnőbb függvény a második öntésű nanokompozit 310 és 400 méter súrlódási úthossz közötti meredek függvényszakasza. Ennek oka az akadozó csúszás (stick-slip), ennek lényege, hogy a próbatest egy-egy pillanatra letapad a tárcsára, aminek a következtében a mozgásbeli súrlódási tényező helyett a nyugvásbeli súrlódási tényező érvényesül. A befogószerkezet és a próbatest elmozdulása miatt az álló próbatest nem a körlap teljes felületén súrlódik, tehát a súrlódó felület



5. ábra. Kopás és elmozdulás függvényei

nagysága dinamikusan változik a mérés során. A kis súrlódási felületen az akadozó csúszás fokozódó kopási folyamatban nyilvánult meg. Az akadozó csúszás zavaró magas és erős hanghatással is jár. Ez a hanghatás, jelentkezett az első öntésű nanokompozitnál a mérés vége felé is (630 méter). Bár ennél

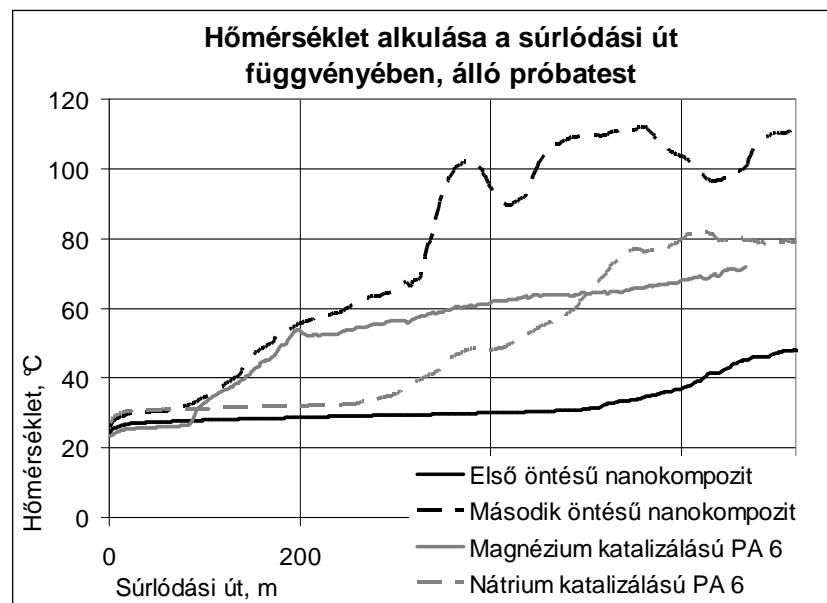
a vizsgálatnál a hang erőssége elmaradt a második öntésű nanokompozitétól. Ennek oka lehet részben a vélhetően eltérő nedvességtartalom. Így ezeket az anyagokat csak kenés mellett célszerű súrlódásnak kitenni, mert rendkívül gyorsan kopnak. Az álló próbatestnél fél óra alatt 0,2 mm-t kopott a nanokompozit, a fekvő próbatestnél a függvény képe progresszív kopást mutat. A fekvő próbatesteknél a stick-slip kevésbé jelentkezett, így a hanghatás sem volt jelentős.

A natúr Poliamid 6-ok kopási képe nagyjából egységes, egyenesekkel jól közelíthető. Itt az akadó csúszás nem jelenik meg, így a kopás lefolyását sem befolyásolhatja.

A fekvő próbatesteknél nem jelentkeznek az elmozdulások okozta súrlódási felület csökkenés. Így itt a felületi nyomás értéke kiszámíthatóbban változik, és a kopás mérése is egyszerűbb függvényképet eredményezett.

### Felmelegedés, hőképződés vizsgálata

Álló és fekvő próbatesteknél a második öntésű nanokompozit igen magas hőmérsékletre melegedett (6. ábra). Fekvő próbatesteknél a másik három próbatest (első öntésű nanokompozit, nátrium és magnézium katalizálású PA6) hőmérséklete alig változik, hőmérséklete állandónak vehető. A hőmérséklet változása mindig bizonyos jelenségekre (pl. akadozó csúszás), állandósultsága pedig a tribológiai folyamatok egyensúlyára utal. Az álló próbatesteknél is megfigyelhető, hogy egyre nagyobb súrlódási út megtételével a hőmérséklet függvények is egyre kevésbé ingadoznak, egy értéket közelítenek, kialakul a hőegyensúly. A legnagyobb hőmérsékletet álló próbatestek mérése során először a második öntésű nanokompozit, utána a magnézium katalizálású PA 6, majd az első öntésű nanokompozit, végül a nátrium katalizálású PA 6 éri el.



6. ábra. Hőmérséklet függvényei

csúszás), állandósultsága pedig a tribológiai folyamatok egyensúlyára utal. Az álló próbatesteknél is megfigyelhető, hogy egyre nagyobb súrlódási út megtételével a hőmérséklet függvények is egyre kevésbé ingadoznak, egy értéket közelítenek, kialakul a hőegyensúly. A legnagyobb hőmérsékletet álló próbatestek mérése során először a második öntésű nanokompozit, utána a magnézium katalizálású PA 6, majd az első öntésű nanokompozit, végül a nátrium katalizálású PA 6 éri el.

### Mért értékek közötti összefüggések

Elméletileg a kopás és a súrlódási tényező között nincs közvetlen összefüggés. Azonban álló próbatesteknél a súrlódási tényező növekedésével növekszik az elmozdulás mértéke, ami a súrlódó felület csökkenését okozza. A kisebb súrlódó felület pedig gyorsabban kopik, így áttételesen a súrlódási té-

nyező növekedése ideiglenesen a kopás növekedését okozza. A súrlódási tényező állandósága nem jelenti a kopás megszűntét.

A hőmérséklet emelkedését az átalakult súrlódási energia okozza. Az így értelmezhető hőveszteség nem közvetlenül arányos a súrlódási tényezővel, de hatással van rá. A súrlódás során bekövetkező alakváltozások is hatással vannak a súrlódási tényezőre, de ez nincs közvetlen hatással a hőmérsékletre. Továbbá a próbatest hőmérsékletét meghatározza a tárcsa hővezetési tényezője, illetve a környező közeg hőmérséklete, hővezetése is.

## **Összefoglalás**

A mechanikai tulajdonságokat alapvetően befolyásolja a szén nanocsövek eloszlása az alapanyag mátrixban. Diszperz rendszer esetén számíthatunk arra, hogy a szén nanocsövek igen figyelemreméltó tulajdonságai jobban érvényesülnek a nanokompozitban. Már a mechanikai méréseknél is megfigyelhető volt, hogy az alapanyag nedvességmegkötő hatása miatt a felvett nedvesség befolyásolja az anyag tulajdonságait. Ez a hatás a tribológiai méréseknél is érzékelhető volt. Tribológiai méréseknél tapasztaltam, hogy a nanokompozitok hajlamosak az akadozó csúszásra, ezért elmozduló anyagpárosításnál a nanokompozitos szerkezet kenés nélküli használata egyértelműen hátrányt jelent.

Javaslom, hogy az öntési rendszert fejlesszék tovább, hogy kialakuljon a nanokompozit diszperz szerkezete.

[1] Kalácska G. (szerk.): Műszaki műanyagok gépészeti alapjai = Minerva-Sop Bt., Sopron, 1997. p.13.

[2] Kicsi a nanocső, de erős = Élet és Tudomány 1997., LII. évf. 45 szám.

[3] Biró L.: Újszerű szén nanocső architektúrák = Magyar Tudomány 2003. 9 sz.

[4] Nanocsövek szakítópróbája = Élet és Tudomány 2000., LV. évf. 28 szám.