

# A technológiai paraméterek hatása a prepreg szerkezetek tulajdonságaira

## The effect of processing parameters on the properties of prepreg structures

MARTON Gergő Zsolt, Dr. MEZEY Zoltán Tamás

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tanszék,  
H-1111 Budapest, Műgyetem rkp. 3, +36-1-463-2003  
mgzsolt98@gmail.com, mezeyz@pt.bme.hu

### Abstract

*In this study, the effects of process parameters on the properties of prepreg structures were investigated. First, the effect of the heating rate on the matrix viscosity and on the initiation of curing was measured using an advanced rheometer. Samples were made using various process parameters, and their properties were investigated using mechanical test methods. Process parameters others than those suggested by the manufacturer resulted significant changes in material properties.*

**Keywords:** composite, prepreg, curing, viscosity, autoclave

### Kivonat

*Kutatásunk során a technológiai paraméterek prepreg szerkezetek tulajdonságaira gyakorolt hatásait vizsgáltuk. Előbb oszcillációs reométerrel mértük a felfűtési sebesség hatását a mátrix viszkozitásának alakulására, illetve a térhálósodási reakció kezdetére. Eltérő technológiai paraméterekkel gyártottunk próbatesteket, és ezek tulajdonságait vizsgáltuk különböző anyagvizsgálati módszerekkel. A gyártó ajánlásaitól eltérő paraméterek használata jelentős változásokat eredményezett az anyagtulajdonságok tekintetében.*

**Kulcsszavak:** kompozit, prepreg, térhálósodás, viszkozitás, autokláv

## 1. BEVEZETÉS

A polimer kompozitok között a prepregből készült szerkezetek képviselik a legmagasabb minőséget. A prepreg elnevezés a „pre-impregnated” szóból ered, olyan kompozit előgyártmányokat jelent, amelyekben a szálas erősítőanyagot előre átimpregnálják a mátrixanyaggal, a mátrixanyag pedig csekély mértékben előtérhálósított, ún. B állapotban van. A prepregnek számos előnyös tulajdonsággal rendelkezik, kiemelendő ezek közül, hogy száltartalmuk rendkívül pontosan beállítható, az erősítőanyag jól átimpregnált és rendkívül kis mennyiségű légréget tartalmaznak. Előnyös tulajdonságaik realizálhatóságának feltétele azonban a megfelelő feldolgozás. A technológiákkal szembeni magas szintű elvárások miatt feldolgozásuk általában költséges, legjellemzőbb az autoklávos feldolgozástechnológia. [1]

A prepregek térhálósítása szigorúan kontrollált folyamat, a gyártók az adatlapon megadják az ajánlott feldolgozási paramétereket. A technológiai paraméterek alapjaiban határozzák meg a végtermék tulajdonságait, ezért helyes megválasztásuk elengedhetetlen feltétele a gyártás sikerességének. Előfordulhat azonban, hogy el kell térnünk a gyártó által ajánlott paraméterektől, ilyen lehet a vastag, gyenge hővezető-képességű szerszámokkal történő gyártás, de a feldolgozóberendezés korlátai miatt is előfordulhat, hogy nem tarthatók az adatlapi paraméterek. Kérdés, az eltérésnek milyen következményei vannak, és hogyan érhetők el más paraméterek alkalmazásával az adatlapi ciklussal gyártott termékektől elvárt tulajdonságok. [2, 3]

Kutatásunk keretei között a technológiai paraméterek prepreg szerkezetek tulajdonságaira gyakorolt hatásaival foglalkoztunk. A paraméterek közül kiemelkedik a hőmérséklet hatása, ezért a prepregek feldolgozásának kulskérdése a hőciklus helyes kialakítása. A felfűtési sebesség hatással lehet a mátrix viszkozitásának alakulására, amely befolyásolhatja a térhálósítás során eltávolított gyanta mennyiségét, a

légüregek számát és méretét, a kompozit termék tényleges száltartalmát, illetve a felületi minőséget. Ezen tényezők alakulásának függvényében a végtermék tulajdonságai is jelentős mértékű eltérést mutathatnak. A hőciklus másik fontos eleme a felfűtési szakasz közben beiktatott hőtartás, az ún. plató hatása, amely fontos szerepet játszik a mátrix túlzott viszkózitásának ellensúlyozásában, illetve a terméken belüli hőmérséklet-különbségek kiegyenlítésében. Fontos kérdés, hogy ennek használata milyen esetekben indokolt, illetve elhagyása milyen következményekkel jár. [3, 4, 5]

## 2. ALAPANYAGOK, VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

### 2.1. REOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

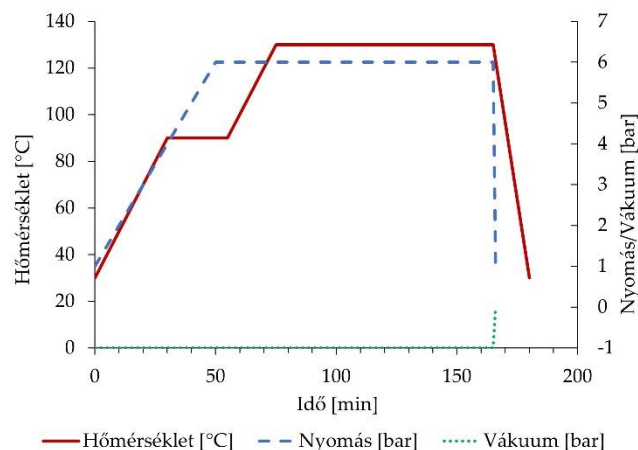
A reológiai vizsgálatokhoz a Huntsman Corporation által forgalmazott Araldite LY 1556/ Aradur 1571/ Accelerator 1573/ Hardener XB 3403 négykomponensű epoxi prepreg gyantát alkalmaztuk. A gyanta B állapotba kerüléséhez szükséges idő elteltét követően TA AR2000 típusú reométerrel végeztünk viszkozitásmérést oszcillációs módban, sík-sík elrendezésben.

A gyantát a technikai adatlapján előírt térhálósítási ciklusnak megfelelően 120 °C-ra fűtöttük fel, majd ott hőtartottuk, közben mértük a gyanta viszkozitását. Ennek megfelelően a vizsgálat a gyanta feldolgozás közbeni viselkedéséről szolgáltat információkkal. Az egyes kísérletek a beállított felfűtési sebesség tekintetében különböztek: 0,625, 1,25, 5 és 20 °C/min felfűtési sebességeket alkalmaztunk. A mérés elsődleges célja nem egzakt viszkozitásértékek meghatározása volt, hanem a felfűtési sebesség hatásának megismerése a gyanta viszkozitásának változására, illetve a térhálósodási reakció kezdetére, emellett az elért legalacsonyabb viszkozitással foglalkoztunk részletesebben, hiszen ennek jelentős hatása lehet a gyanta viselkedésére a feldolgozás során. Az egyes mérések végét az jelentette, amikor a viszkozitás elérte a kezdeti, B állapotban mért értéket.

### 2.2. KOMPOZIT PRÓBATESTEK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS VIZSGÁLATAI

A próbatestek gyártásához a Microtex Composites X2-120 elnevezésű prepregjét használtuk fel. Ez egy epoxi mátrixú, 0/90°-os, vászon szövési struktúrájú szénszövettel erősített prepreg, amelyben az erősítőanyag felületi sűrűsége 160 g/m<sup>2</sup>, míg a mátrix sűrűsége kiterhálósodott állapotban 1,2 g/cm<sup>3</sup>. A kísérletekhez 10 rétegből álló lemezeket gyártottunk egy Olmar ATC 1100/2000 típusú autoklávban. Háromféle autokláv ciklussal állítottunk elő lemezeket, az egyes gyártások kizárólag a hőciklus tekintetében különböztek, a túlnyomás és a vákuum minden esetben azonosan alakult.

A gyártó által ajánlott ciklust az 1. ábra szemlélteti. A termék a ciklus során végig vákuum alatt van, míg az autokláv belsejében 6 bar nyomás épül fel. Az adatlap percenkénti 2 °C-os felfűtést ír elő a 130 °C-os térhálósítási hőmérsékletig. A felfűtést megszakítja egy 90 °C-on beiktatott hőtartási szakasz, egy ún. plató. A 2. gyártást az előzővel megegyező felfűtési sebességgel, de plató nélkül végeztük, míg a 3. gyártásnál a korábbi felfűtési sebesség negyedét állítottuk be, és szintén elhagytuk a platót.



1. ábra: A gyártó által ajánlott autokláv ciklus

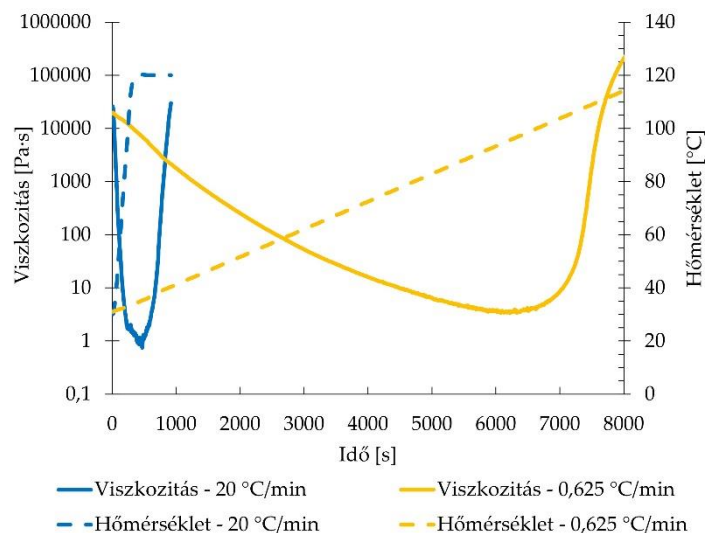
Ezt követően az előállított kompozit lemezeket különböző vizsgálatoknak vetettük alá. Elsőként a lemezek sűrűségét határoztuk meg, levegőben és ismert sűrűségű mérőközegben, desztillált vízben történő tömegméréssel. Ezután a száltartalom vizsgálata következett, amelyet előbb a sűrűség ismeretében keverékszabállyal becsültünk, majd kiégetéssel határoztunk meg. A próbatestek kiégetését 6 órán keresztül, 400 °C hőmérsékleten, levegőn végeztük.

Meghatároztuk továbbá a lemezek egyes mechanikai jellemzőit. Először a kb. 2 mm vastagságú próbatesteken MSZ EN ISO 14125 szabvány szerinti hárompontos hajlítóvizsgálatot végeztünk, amelyhez egy Zwick Z020 típusú univerzális szakítógépet került felhasználásra. A hajlítóvizsgálatot 32 mm-es támaszköz mellett, 2 mm/min mérési sebességgel hajtottuk végre. Emellett az ASTM D3039 szabvány előírásait követve szakítóvizsgálatot is végeztünk. A kísérletekhez 250 mm hosszú, 25 mm széles próbatesteket alkalmaztunk. A szakítóvizsgálat elvégzéséhez a kompozit próbatestek keresztmetszetét a befogás mentén meg kell vastagítani, ezt nevezik tabolásnak, amelynek szerepe a befogásnál jelentkező feszültségkoncentráció csökkentése. Ennek megfelelően a próbatesteket végeiken 50 mm hosszan tabokkal láttuk el. A szakítóvizsgálatot Zwick Z250-es univerzális szakítógépen, 100 kN-os ékpályás befogókkal hajtottuk végre, a próbatestek deformációjának méréséhez pedig egy Mercury Monet DIC optikai nyúlásmérő berendezés került felhasználásra.

### 3. A VIZSGÁLATOK EREDMÉNYEI, KÖVETKEZTETÉSEK

#### 3.1. REOLÓGIAI VIZSGÁLATOK EREDMÉNYEI

A viszkozitásmérés során felvett görbéket – hőmérséklet és viszkozitás az idő függvényében – a 2. ábra szemlélteti. A tapasztalt jelenségek magyarázata a viszkozitás hőmérsékletfüggésében és a térhálósodási reakció időigényében keresendő. Látható, hogy a hőmérséklet növelésével párhuzamosan a gyanta viszkozitása csökken, nagyobb felfűtési sebesség esetén a gyanta rövidebb idő alatt ér el magasabb hőmérsékletértékeket, ezáltal hamarabb esik le a viszkozitása. A térhálósodás viszont nem képes „lépést tartani” ezzel a gyors viszkozitáscsökkenéssel, a reakció a ciklus időtartama alatt csak magasabb hőmérsékleteken indul be, és ér olyan előrehaladott állapotba, ahol a térhálókötések kialakulása ellensúlyozni tudja a viszkozitás csökkenését, és annak növekedéséhez vezet. Lassú felfűtés esetén azonban a térhálósodás már alacsonyabb hőmérsékleten megkezdődik, és így előbb megállítja a viszkozitáscsökkenést.



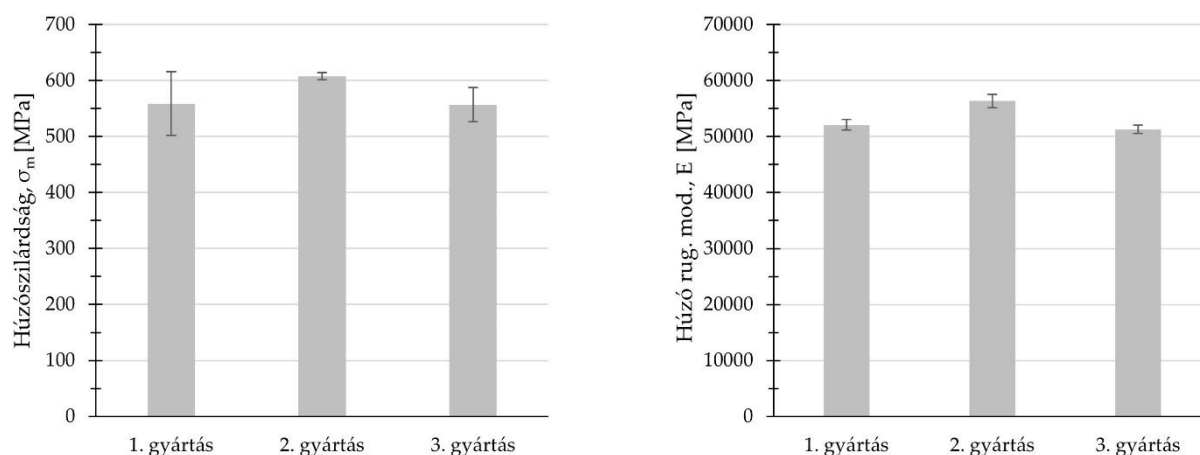
2. ábra: A viszkozitás és a hőmérséklet alakulása az idő függvényében

A viszkozitásminimumok értékeit és a hozzájuk tartozó hőmérsékletértékeket az 1. táblázat tartalmazza. Látható, hogy a felfűtési sebesség növelésének hatására nagyobb mértékű viszkozitáscsökkenés következik be. Míg 0,625 °C/min esetén 3 Pa·s fölé a viszkozitásminimum, addig a két leggyorsabb felfűtés esetén a gyanta viszkozitása 0,8 Pa·s alá csökkent. A két leggyorsabb felfűtés között nem tapasztaltunk különbséget, ez alapján feltételezhető, hogy a felfűtési sebességnek van egy olyan felső határa, amelyet meghaladva a felfűtés gyorsasága nem befolyásolja érdemben a gyanta viszkozitáscsökkenésének mértékét. Az eredményekből az is látható, hogy magasabb felfűtési sebesség mellett magasabb hőmérsékleten tapasztalható a viszkozitásminimum. A viszkozitásminimumok között tapasztalt különbség jelentős eltérést eredményezhet az anyag feldolgozás közbeni viselkedésében.

Felfűtési sebesség [°C/min]	Viszkozitás [Pa·s]	Hőmérséklet [°C]
0,625	3,34	95,6
1,25	1,81	102,1
5	0,73	120,4
20	0,74	120,1

### 3.2. A KOMPOZIT PRÓBATESTEK VIZSGÁLATAINAK EREDMÉNYEI

A vizsgálatok során azt tapasztaltuk, hogy a plató nélkül, gyors felfűtéssel végzett 2. gyártás magasabb száltartalmat és sűrűséget eredményezett, ez az alacsonyabb gyantaviszkozításra vezethető vissza, aminek eredményeként több gyanta távozott el, így magasabb lett a kompozit termék száltartalma. Sűrűség, száltartalom, húzó és hajlító rugalmassági modulusz, illetve húzó- és hajlítószilárdság tekintetében az 1. – adatlapi – és a 3. – lassú felfűtés, plató nélkül – ciklusban gyártott próbatetek között nem mutatkozott szignifikáns eltérés. A három ciklusban gyártott próbatetek húzószilárdságát és húzó rugalmassági moduluszát a 3. ábra szemlélteti.



3. ábra: A mért húzószilárdság, illetve húzó rugalmassági modulusz értékei és szórásuk

## 4. ÖSSZEFOGLALÁS

Az eredményeket összefoglalva kijelenthető, hogy a térhálósítási ciklus során a nagyobb felfűtési sebesség alacsonyabb viszkozitásértékeket eredményez, az egyes felfűtési sebességek mellett jelentkező viszkozitásminimumok közti különbségek pedig technológiai szempontból is jelentősek lehetnek. Gyorsabb felfűtéssel és a plató elhagyásával jobb mechanikai tulajdonságok érhetők el, a képet azonban árnyalja, hogy a tulajdonságok javulása részben a száltartalom növekedésére vezethető vissza. A prepregek fontos előnye a pontosan beállított száltartalom, így ennek jelentős befolyásolása általában nem célja a feldolgozásuknak.

A vizsgálatok során a lassú felfűtéssel, plató nélkül és a nagyobb felfűtési sebességgel, platóval gyártott termékek tulajdonságai között nem jelentkeztek szignifikáns különbségek. Ennek fontos gyakorlati jelentősége lehet olyan esetekben, amikor nem tarthatók az adatlapi paraméterek, hiszen lassabb felfűtés mellett a plató elhagyásával is elérhetők az adatlapi ciklustól várható mechanikai tulajdonságok. Emellett az eredmények igazolják azt is, hogy a plató alkalmazásával ellensúlyozható a gyorsabb felfűtés által okozott viszkozitásésés, továbbá arra engednek következtetni, hogy a plató alkalmazása, illetve elhagyása már vékony, kis méretű termékek esetén is nagy mértékben befolyásolja a termék tulajdonságait.

## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A szerző konferencia részvételét a BME Gépészmérnöki Kar NTP-HHTDK-21-0051 pályázata támogatta. A kutatást az NKFI Hivatal (2019-1.1.1-PIACI-KFI-2019-00139) támogatta.

## IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] AVK – Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e. V: *Handbuch Faserverbundkunststoffe/Composites*, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2013.
- [2] Dong A., Zhao Y., Zhao X., Yu Q.: *Cure Cycle Optimization of Rapidly Cured Out-Of-Autoclave Composites*, *Materials*, 2018, 11(3), 421.
- [3] Costa M.L., Botelho E.C., Rezende M.C.: *Monitoring of cure kinetic prepreg and cure cycle modeling*, *Journal of Materials Science*, 2006, 41(13), 4349-4356.
- [4] Kim D., Nutt S.R.: *Effective cure cycle development via flow optimization and advanced cure environments*, *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, 2020, 6(3), 164-172.
- [5] Vermes B., Czigány T.: *Alakváltó kompozitok tervezése és gyártása autoklávval*, *Polimerek*, 2020, 6, 895-899.