

Adam Gnatowski*, Dariusz Kwiatkowski, Jacek Nabiałek

Politechnika Częstochowska, Instytut Przetwórstwa Polimerów i Zarządzania Produkcją, al. Armii Krajowej 19c, 42-200 Częstochowa, Poland

** Corresponding author. E-mail: gnatowski@kpts.pcz.czyst.pl*

Otrzymano (Received) 02.02.2009

WPŁYW PRZETWÓRSTWA ORAZ WYGRZEWANIA NA WŁAŚCIWOŚCI DYNAMICZNE KOMPOZYTU POLIAMIDU 6,6 Z WŁÓKNEM SZKLANYM

Przedstawiono wyniki badań metodą DMTA modułu zachowawczego i tangensa strat mechanicznych kompozytu poliamidu 6,6 z włóknem szklanym. Badania kompozytu przeprowadzono przed i po wygrzewaniu. Do badań użyto kompozytu poliamidu 6,6 z 25% dodatkiem włókna szklanego o nazwie firmowej Vampamid 66 2526 V0 Naturale 30. Badania wykonano dla próbek z kompozytu wytworzonych metodą wtryskiwania przy różnych parametrach przetwórczych. Uzyskano istotne zmiany wartości modułu zachowawczego i tangensa strat mechanicznych w funkcji temperatury oraz częstotliwości drgań w zależności od temperatury wtryskiwania oraz temperatury formy. Również istotny wpływ na przebieg zmian wartości modułu zachowawczego i tangensa strat mechanicznych w funkcji temperatury zarejestrowano dla kompozytów poddanych wygrzewaniu. W przeprowadzonych badaniach zarejestrowano najwyższe wartości właściwości modułu zachowawczego dla kompozytów uzyskanych przy temperaturze wtryskiwania 280°C i temperaturze formy 80°C. Obniżając wartość temperatury przetwórstwa do 265°C, uzyskano niższe wartości modułu zachowawczego. Odwrotną zależność otrzymano dla próbek poddanych wygrzewaniu. W tym przypadku zarejestrowano znaczny wzrost wartości modułu zachowawczego dla kompozytów poddanych wygrzewaniu, ale uzyskanych przy niższej temperaturze przetwórstwa.

Słowa kluczowe: kompozyty, właściwości dynamiczne, poliamid 6,6, włókno szklane

THE INFLUENCE OF PROCESSING AND SOAKING ON DYNAMICAL PROPERTIES OF POLYAMIDE 6.6 WITH GLASS FIBRE COMPOSITE

In this work the results of investigations of conservative modulus value and mechanical loss coefficient polyamide 6,6 with addition of glass fibre were presented. The main purpose of polymeric composites manufacturing is wish to eliminate or reduce drawbacks which polymers are characterised with and also to strive for reduction of the price of expensive polymers with particular, very precious properties by mixing them with fillers but without significant deterioration of their properties. Next purpose is to combine certain important properties of polymers with reduction their individual disadvantages. The properties of the polymer composites depend significantly on the type of the components and conditions of the injection moulding. That kind of influence manifests especially in the change of the dynamical properties. The investigations for the influence of conditions of the injection moulding on the properties of PA 6.6 composite with glass fibre commercial name of Vampamid 66 2526 V0 Naturale 30 have been conducted. Investigation have been conducted for the composite before as well as after soaking. Mechanical received characterizations as the result of research at the static load measured in the room temperature are inadequate to forecasting of the compoment of the material in given conditions of the use and longs. Fully to characterize properties of investigated composites and to rate material will keep in provided for conditions of the usage, was qualified temperature dependences of the value of dynamic Young modulus and the tangent of mechanical losses and was qualified the influence of the change of the frequency. If the influence of soaking and conditions of the injection moulding was established was, in this and glass fibre on conservative modulus value and mechanical loss coefficient. The highest value of the conservative module for PA 6.6 composite with glass fiber was obtained at injection temperature of 280°C and form temperature of 80°C.

At the temperature of the processing 265°C lower values of the conservative module were registered. The inverse dependence was obtained for samples after soaking. In this case, the significant increase of the conservative module was registered for composites after soaking, but obtained at a lower temperature processing.

Keywords: composites, dynamical properties, polyamide 6.6, glass fibre

WSTĘP

Polimery konstrukcyjne charakteryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz odpornością na wiele czynników fizycznych, chemicznych oraz biologicznych. Właściwości polimerów konstrukcyjnych pozwalają na szerokie zastosowanie w produkcji ele-

mentów konstrukcyjnych wielu maszyn i urządzeń. Poprzez modyfikację metodami chemicznymi lub fizycznymi polimerów uzyskać można poszerzenie zakresu ich zastosowania. Modyfikacja chemiczna polimerów odbywa się na etapie produkcyjnym two-

rzywa, natomiast modyfikacja fizyczna polimerów polega na dodaniu do nich napełniaczy proszkowych lub włóknistych. Rodzaj zastosowanego napełniacza ma wpływ na właściwości gotowego wyrobu [1-6]. Również w przetwórstwie tworzyw polimerowych stosuje się środki pomocnicze, które ułatwiają i pozwalają kontrolować w pewnym stopniu proces przetwórstwa. Wszystkie te składniki dodatkowe powodują zmiany właściwości danego polimeru, co pociąga za sobą konieczność przeprowadzenia badań, aby można było ocenić, w jakim stopniu uległy zmianie właściwości polimeru. W pracy podjęto badania wpływu przetwórstwa oraz dodatkowej obróbki cieplnej na niektóre właściwości określone metodą DMTA kompozytu poliamidu 6,6 z włóknem szklanym. Termiczna analiza dynamicznych właściwości mechanicznych (DMTA) jest jednym ze sposobów oceny przemian zachodzących w materiałach polimerowych w szerokim zakresie temperatury i częstotliwości zmian obciążeń (czasu obciążeń). W wyniku tej analizy otrzymuje się przebieg zmian modułów dynamicznych Younga i tangensa strat mechanicznych. Znajomość przebiegu tych zmian pozwala na ustalenie związku między molekularnymi parametrami i właściwościami mechanicznymi materiałów polimerowych [7-9].

Wprowadzanie zarówno nowych polimerów, jak i ich kompozytów wymusza dokładne i wnikliwe zbadanie właściwości mechanicznych oraz określenie parametrów przetwórstwa, mających decydujący wpływ na właściwości wyrobów uzyskanych z badanych materiałów polimerowych.

Kompozyt, będący przedmiotem niniejszych badań, jest wytworzony z użyciem poliamidu 6,6 oraz włókna szklanego. Połączenie odpowiednich cech wykorzystanych materiałów oraz zastosowanie odpowiednich warunków przetwórstwa prowadzi do uzyskania materiału polimerowego o charakterze kompozytu o korzystnych właściwościach mechanicznych.

MATERIAŁY, APARATURA I METODYKA BADAŃ

Do badań użyto kompozytu poliamidu 6,6 z 25% dodatkiem włókna szklanego o nazwie firmowej Vampamid 66 2526 V0 Naturale 30, charakteryzującego się 0,8% chłonnością wody. Proces suszenia kompozytu przeprowadzono w suszarce ZELMET z komorą cieplną kc-100/200 w temperaturze 90°C przez 3 h. Próbki do badań wykonano metodą wtryskiwania przy stałym ciśnieniu i prędkości wtryskiwania, oraz zmiennej temperaturze wtryskiwania i zmiennej temperaturze formy. Próbki wytworzono z użyciem wtryskarki typu KRAUSS MAFFEI KM65-160C1 przy następujących parametrach: 1 - temperatura wtryskiwania 265°C, temperatura formy 80°C, 2 - temperatura wtryskiwania 265°C, temperatura formy 40°C, 3 - temperatura wtryskiwania 280°C, temperatura formy 40°C, 4 - temperatura wtryskiwania 280°C, temperatura formy 80°C. Pozostałe parametry były następujące: ciśnienie docisku zmienne w zależności od ciśnienia wtryskiwania i wynoszące 60% wartości tego ciśnienia, prędkość wtryskiwania 60

mm/s, czas docisku 20 s, czas chłodzenia 20 s, siła zamykania formy 650 KN.

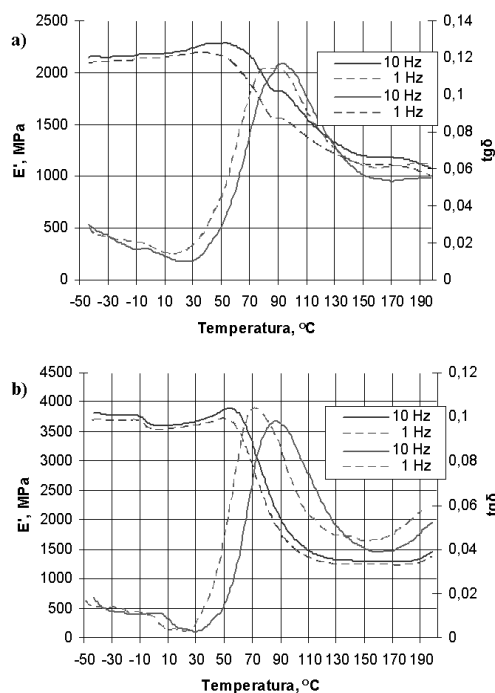
Próbki poddano wygrzewaniu w powietrzu w temperaturze 170°C. Szybkość nagrzewania wynosiła 0,015°C/s, czas wygrzewania 900 s na 1 mm grubości, a szybkość chłodzenia wynosiła 0,010°C/s.

Badania dynamicznych właściwości mechanicznych wykonano z wykorzystaniem urządzenia DMA 242 firmy NETZSCH z uchwytem do trójpunktowego zginania swobodnego próbki w postaci belki.

Na próbkę umieszczoną w uchwycie poprzez trzpień wprowadzono oddziaływanie sinusoidalnie zmiennej siły z częstotliwością 1 i 10 Hz o stałej amplitudzie, przy jednoczesnym ogrzewaniu próbki od temperatury -50 do 200°C. Wyniki przedstawiono w postaci wykresu przebiegu zmian modułu zachowawczego E' oraz kąta stratności $\tan\delta$ w funkcji temperatury (rys. rys. 1-4). Badania przeprowadzono zgodnie z obowiązującymi normami.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Zmiany wartości modułu zachowawczego oraz współczynnika stratności mechanicznej dla kompozytu poliamidu 6,6 z włóknem szklanym w zależności od parametrów wtryskiwania oraz procesu wygrzewania pokazują rysunki 1-4.



Rys. 1. Zależność modułu zachowawczego i współczynnika stratności mechanicznej od temperatury kompozytu PA 6,6 z włóknem szklanym: a) przed wygrzewaniem, b) po wygrzewaniu; parametry przetwórstwa: temperatura wtryskiwania 265°C, temperatura formy 80°C

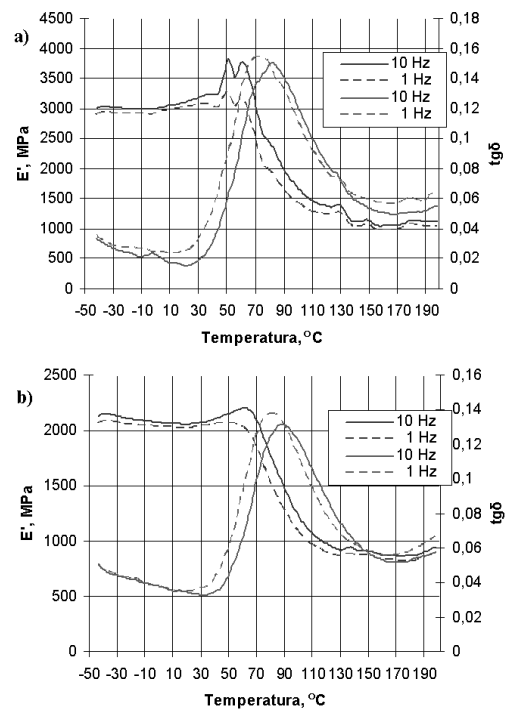
Fig. 1. The dependence of the conservative modulus value and mechanical loss coefficient from the temperature of polyamide 6.6 composite with glass fibre: a) before soaking, b) after soaking; conditions of the injection moulding: injection moulding temperature 265°C, mould temperature 80°C

W obszarze temperatur niższych od temperatury zeszklenia lub w zakresie wysokich częstotliwości odkształceń kompozyt jest w stanie szklistym, jest twardy i kruchy.

W obszarze szklistym termiczna energia jest niewystarczająca, aby pokonać potencjalną barierę dla przemieszczenia i rotacyjnych ruchów segmentów cząsteczki. Układ znajduje się w stanie nierównowagi termodynamicznej. Wraz z podwyższeniem temperatury lub wydłużeniem czasu odkształcenia następuje dosyć gwałtowne obniżenie modułu, a krzywa tangensa strat przechodzi przez swoje maksimum. Kompozyt znajduje się w obszarze przemiany zeszklenia, w której tangens strat osiąga swoje maksimum, przy zadanej częstotliwości odkształcenia 1 i 10 Hz. Po przejściu przez obszar przemiany zeszklenia zmiany modułu są najpierw względnie niezależne od temperatury, a właściwości materiału są wysokoelastyczne w swoim charakterze (rys. 1). Przy dalszym wzroście temperatury moduł ponownie wykazuje temperaturową zależność i pojawia się składowa lepkiego płynięcia. W ostatnim obszarze moduł jest bardzo niski, kompozyt charakteryzuje się bardzo słabym powrotem poodkształceniowym i jest w stanie ciekłego płynięcia. Największe wartości modułu zachowawczego w przypadku próbek z kompozytu wytworzonego w temperaturze wtryskiwania 265°C i przy temperaturze formy 80°C uzyskano po procesie wygrzewania. Maksimum wartości wynosi 3887 MPa i przypada na początek przejścia w fazę szklistą w temperaturze 52°C, natomiast największa wartość kąta stratności występuje w temperaturze 77°C. W przypadku próbek niewygrzewanych maksimum wartości wynosi 2286 MPa i przypada na początek przejścia w fazę szklistą również w temperaturze 52°C. Największe wartości modułu zachowawczego mieszczą się w zakresie temperatur 25÷52°C. Natomiast największą wartość kąta stratności $\text{tg}\delta$ uzyskano przy temperaturze 92°C. Maksymalne wartości kąta stratności również znajdują się w zakresie fazy szklistej.

W przypadku kompozytu wytworzonego w temperaturze wtryskiwania 265°C i przy temperaturze formy 40°C uzyskano wyższe wartości badanych właściwości dla próbek niewygrzewanych. Największe wartości modułu zachowawczego występują w przedziale temperatury 45÷55°C, w zakresie odkształceń sprężystych (rys. 2a).

Maksymalna wartość modułu zachowawczego wynosiła 3778 MPa przy temperaturze 59°C. Natomiast maksymalną wartość kąta stratności odnotowano w temperaturze 80°C. Przebieg zmian wartości badanych właściwości w przypadku próbek przed i po wygrzewaniu jest bardzo zbliżony. Maksymalną wartość modułu zachowawczego w przypadku kompozytu po wygrzewaniu odnotowano przy temperaturze 60°C i wynosiła ona 2202 MPa. Wartość maksymalną kąta stratności w tym przypadku uzyskano przy temperaturze 87°C.

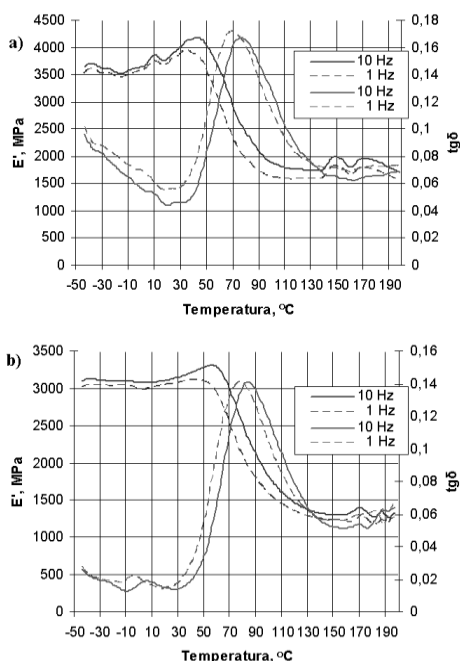


Rys. 2. Zależność modułu zachowawczego i współczynnika stratności mechanicznej od temperatury kompozytu PA 6,6 z włóknem szklanym: a) przed wygrzewaniem, b) po wygrzewaniu; parametry przetwórstwa: temperatura wtryskiwania 265°C, temperatura formy 40°C

Fig. 2. The dependence of the conservative modulus value and mechanical loss coefficient from the temperature of polyamide 6.6 composite with glass fibre: a) before soaking, b) after soaking; conditions of the injection moulding: injection moulding temperature 265°C, mould temperature 40°C

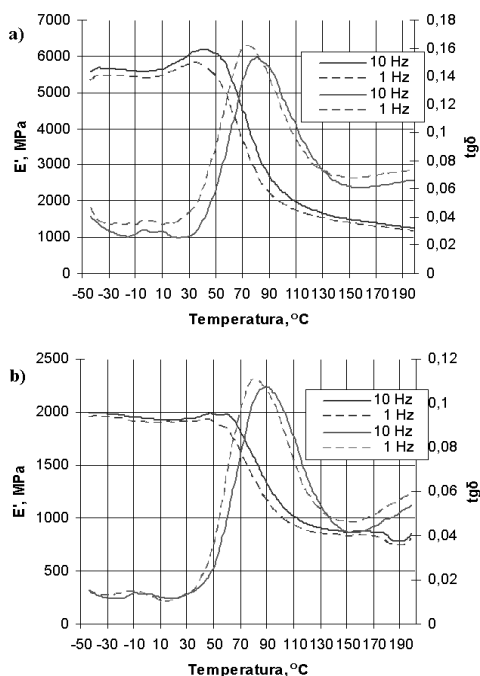
Dla kompozytu wytworzonego w temperaturze wtryskiwania 280°C i przy temperaturze formy 40°C uzyskano również wyższe wartości badanych właściwości dla próbek niewygrzewanych (rys. 3a). Największe wartości modułu zachowawczego występują w zakresie temperatur 29÷49°C. Maksymalną wartość modułu zachowawczego uzyskano w temperaturze 42°C i wynosiła ona 4179 MPa. Maksymalną wartość kąta stratności uzyskano w temperaturze 75°C.

Przebieg wartości badanych właściwości jest zbliżony do przebiegu krzywych próbek kompozytu po wygrzewaniu, jednak w przypadku próbek wygrzewanych maksymalna wartość modułu zachowawczego uzyskana w temperaturze 55°C wynosiła 3310 MPa. Największe wartości modułu zachowawczego możemy zaobserwować w zakresie temperatur 45÷55°C. Natomiast maksymalną wartość kąta stratności zarejestrowano przy temperaturze 83°C. W przypadku kompozytu wytworzonego w temperaturze wtryskiwania 280°C i w temperaturze formy 80°C uzyskano również wyższe wartości badanych właściwości dla próbek niewygrzewanych (rys. 4). Maksymalne wartości modułu zachowawczego mieszczą się w zakresie temperatur 30÷50°C. Maksimum wartości 6184 MPa odnotowano w temperaturze 41°C. Natomiast maksymalną wartość kąta stratności uzyskano w temperaturze 73°C.



Rys. 3. Zależność modułu zachowawczego i współczynnika stratności mechanicznej od temperatury kompozytu PA 6,6 z włóknem szklanym: a) przed wygrzewaniem, b) po wygrzewaniu; parametry przetwórstwa: temperatura wtryskiwania 280°C, temperatura formy 40°C

Fig. 3. The dependence of the conservative modulus value and mechanical loss coefficient from the temperature of polyamide 6.6 composite with glass fibre: a) before soaking, b) after soaking; conditions of the injection moulding: injection moulding temperature 280°C, mould temperature 40°C



Rys. 4. Zależność modułu zachowawczego i współczynnika stratności mechanicznej od temperatury kompozytu PA 6,6 z włóknem szklanym: a) przed wygrzewaniem, b) po wygrzewaniu; parametry przetwórstwa: temperatura wtryskiwania 280°C, temperatura formy 80°C

Fig. 4. The dependence of the conservative modulus value and mechanical loss coefficient from the temperature of polyamide 6.6 composite with glass fibre: a) before soaking, b) after soaking; conditions of the injection moulding: injection moulding temperature 280°C, mould temperature 80°C

Przebieg zmian wartości w funkcji temperatury badanych właściwości w przypadku próbek kompozytu po obróbce cieplnej jest zbliżony do przebiegu krzywych próbek niewygrzewanych, jednak maksymalna wartość modułu zachowawczego wynosi 1985 MPa w temperaturze 46°C. Maksymalne wartości modułu zachowawczego mieszczą się w zakresie temperatur 40÷50°C, natomiast maksimum wartości kąta stratności występuje przy temperaturze 80°C.

WNIOSKI

Aby w pełni scharakteryzować właściwości badanego kompozytu i ocenić, jak będzie się on zachowywał w przewidzianych dla niej warunkach stosowania, określono zależności temperaturowe modułu zachowawczego i tangensa strat mechanicznych. Badany kompozyt polimerowy charakteryzuje się właściwościami lepkosprężystymi, zatem wszystkie wskaźniki właściwości fizykomechanicznych zależą bardzo silnie nie tylko od czasu, ale i od temperatury. Metoda badania DMTA uwzględnia te zależności.

Na właściwości dynamiczne badanego kompozytu istotny wpływ mają parametry przetwórstwa oraz proces wygrzewania.

Największą wartość modułu zachowawczego uzyskano dla próbek z kompozytu wykonanych metodą wtryskiwania w temperaturze wtryskiwania 280°C i temperaturze formy 80°C. Maksymalne wartości modułu E' określono w zakresie temperatury 30÷70°C. W przypadku próbek kompozytów, które poddano wygrzewaniu, stwierdzono największą wartość modułu zachowawczego przy następujących parametrach przetwórstwa: temperatura wtryskiwania 265°C, temperatura formy 80°C. Maksymalne wartości modułu zachowawczego zarejestrowano w zakresie temperatur 30÷70°C.

Analizując zależności kąta stratności $tg\delta$ w funkcji temperatury od parametrów przetwórstwa, możemy stwierdzić, że maksymalne wartości mieszczą się w zakresie temperatur 60÷90°C. Największą wartość kąta stratności $tg\delta$ możemy odczytać z przebiegu krzywej dla próbki, którą wykonano przy parametrach: temperatura wtryskiwania 280°C, temperatura formy 40°C. Dla próbek kompozytów, które poddano wygrzewaniu, maksymalne wartości są niższe od maksymalnych wartości kąta stratności $tg\delta$ próbek niepoddanych wygrzewaniu. Maksymalne wartości kąta stratności $tg\delta$ mieszczą się również w zakresie 60÷90°C.

Stwierdzono, że przebiegi wykresów modułu zachowawczego są do siebie zbliżone, ale ich wartości maksymalne różnią się między sobą. Największą wartość modułu zachowawczego (6184 MPa) uzyskano dla próbek z kompozytu wytworzonych przy temperaturze wtryskiwania 280°C, temperaturze formy 80°C i niepoddanych wygrzewaniu. Również największą wartość kąta stratności uzyskano dla próbek kompozy-

tów wykonanych przy tych parametrach przetworzonych.

LITERATURA

- [1] Żuchowska D., Polimery konstrukcyjne, wyd. II, WNT, Warszawa 2000.
- [2] Łączyński B., Tworzywa wielkocząsteczkowe, Rodzaje i własności, WNT, Warszawa 1982.
- [3] Kellar K., Modyfikacja polimerów, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 1992.
- [4] Sikora R., Tworzywa wielkocząsteczkowe, Rodzaje, własności i struktura, Politechnika Lubelska, Lublin 1991.
- [5] Gnatowski A., Koszkuł J., Investigations of the influence of compatibilizer and filler type on the properties of chosen polymer blends, *Journal Materials Processing Technology* 2005, 162-163, 52-58.
- [6] Pielichowski J., Puszyński A., *Technologia tworzyw sztucznych*, WNT, Warszawa 1994.
- [7] Wetton, R.E., De Blok R., Corish P.J., Badania mieszanin polimerów i oddziaływań między składnikami tych mieszanin metodą analizy termicznej dynamicznych właściwości mechanicznych (DMTA), *Polimery* 1990, 163-166.
- [8] Ferry J.D., *Lepkosprężystość polimerów*, WNT, Warszawa 1965.
- [9] Zawadzki J., *Problemy wyteżenia i zużycia polimerów jako tworzyw konstrukcyjnych*, PWN, Warszawa 1978.