

DOKTORI (Ph.D) ÉRTEKEZÉS

ERDÉLYI JÁNOS

Nyugat-Magyarországi Egyetem
Faipari Mérnöki Kar
Sopron

2004

ERDÉLYI JÁNOS

SZINTETIKUS MAKROMOLEKULÁK
RENDEZŐDÉSE TEXTILIPARI SZÁLAK
GYÁRTÁSAKOR

Doktori (Ph.D) értekezés

Témavezető:
Dr. Erdélyi József D. Sc.
tanszékvezető egyetemi tanár

Nyugat-Magyarországi Egyetem
Faipari Mérnöki Kar
Cziráki József Faanyagtudomány és Technológiák
Doktori Iskola

Sopron, 2004.

SZINTETIKUS MAKROMOLEKULÁK RENDEZŐDÉSE TEXTILIPARI SZÁLAK GYÁRTÁSAKOR

Értekezés doktori (Ph.D) fokozat elnyerése érdekében, a Nyugat-Magyarországi Egyetem Faipari Mérnöki Kar Cziráki József Faanyagtudomány és Technológiák Doktori Iskolája, Fa-és fatechnológiai tudományok doktori program Rosttechnikai tudományok alprogramjához tartozóan.

Írta:
ERDÉLYI JÁNOS

TÉMAVEZETŐ: Dr. ERDÉLYI JÓZSEF D. Sc.

Elfogadásra javaslom (igen/nem)

A jelölt a doktori szigorlaton%-ot ért el,
Sopron,
a Szigorlati Bizottság elnöke

Az értekezést bírálóként elfogadásra javaslom (igen/nem)

Első bíráló (Dr.) igen/nem

Második bíráló (Dr.) igen/nem

(Esetleg harmadik bíráló (Dr.....)
igen/nem

A jelölt az értekezés nyilvános vitáján%-ot ért el

Sopron,
a Bírálóbizottság elnöke

A doktori (Ph.D) oklevél minősítése

.....
Az EDT elnöke

TARTALOMJEGYZÉK

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 1. | BEVEZETÉS | 5 |
| 2. | AZ ÉRTEKEZÉS KIVONATA | 5 |
| 2.1. | A „SZINTETIKUS MAKROMOLEKULÁK RENDEZŐDÉSE TEXTILIPARI SZÁLAK GYÁRTÁSAKOR” TÉMÁJÚ (PH. D) ÉRTEKEZÉS MAGYAR NYELVŰ KIVONATA. | 5 |
| 2.2. | ABSTRACT OF THE (PH.D) THESES: „ARRANGEMENT OF SYNTHETIC MACROMOLECULES IN THE TEXTILE FILAMENT YARN PRODUCTION " | 8 |
| 3. | SZAKIRODALMI ÖSSZEFOGLALÓ | 10 |
| 3.1. | MECHANIKAI TULAJDONSÁGOK HÚZÁSI IGÉNYBEVÉTELNÉL | 10 |
| 3.1.1. | <i>Az elaszticitás jellemzői</i> | 10 |
| 3.1.2. | <i>Az erő-nyúlás jellemző</i> | 14 |
| 3.1.3. | <i>A molekula orientáció befolyása a σ- ε diagramra</i> | 15 |
| 3.1.4. | <i>A σ- ε diagram fizikai értelmezése</i> | 19 |
| 3.2. | A TERMIKUS UTÁNKEZELÉSEK HATÁSA A σ - ε DIAGRAMRA | 23 |
| 3.3. | ALKALMAZÁSTECHNIKAILAG ÉRDEKES HÚZÓERŐ-NYÚLÁSI TULAJDONSÁGOK | 26 |
| 3.4. | IDŐ, HŐMÉRSÉKLET ÉS NEDVESSÉG-TARTALOM HATÁSA | 27 |
| 3.5. | DINAMIKUS IGÉNYBEVÉTEL | 33 |
| 3.6. | A HANG TERJEDÉSI SEBESSÉGE | 36 |
| 3.7. | TERMOMECHANIKAI ANALÍZIS | 40 |
| 3.8. | MECHANIKAI VISELKEDÉS NYOMÓ ÉS HAJLÍTÓ IGÉNYBEVÉTELNÉL..... | 42 |
| 3.8.1. | <i>Nyomási igénybevétel</i> | 43 |
| 3.9. | SZÁLAK ÉS TERJEDELMESÍTETT FONALAK TERJEDELMESSÉGE | 44 |
| 3.10. | A POLIAMID 6 RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLATA | 47 |
| 3.10.1. | <i>A poliamid 6 kristályszerkezete</i> | 47 |
| 3.10.2. | <i>A poliamid 6 röntgenképe és röntgen vizsgálati jellemzői.</i> | 49 |
| 4. | KÍSÉRLETI RÉSZ | 51 |
| 4.1. | KIINDULÁSI ADATOK, HASZNÁLT FOGALMAK, KITŰZÖTT CÉLOK..... | 51 |
| 4.1.1. | <i>A vizsgált minták jellemzése</i> | 52 |
| 4.1.1.1. | <i>A vizsgálatok száma és a feldolgozhatóság értékelése</i> | 54 |
| 4.1.2. | <i>Szakítógörbék felvétele és feldolgozása</i> | 55 |

| | | |
|------------|---|------------|
| 4.2. | A HANG TERJEDÉSI SEBESSÉGÉNEK VIZSGÁLATA | 58 |
| 4.3. | RÖNTGEN DIAGRAM FELVÉTELE ÉS A KIÉRTÉKELÉS MÓDSZERE | 60 |
| 5. | KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉSÜK..... | 61 |
| 5.1. | SZAKÍTÁSI GÖRBÉK ÉRTÉKELÉSE | 61 |
| 5.1.1. | <i>Integrál és derivált görbék értékelése.....</i> | 62 |
| 5.1.2. | <i>A vizsgált minták összesítő, értékelő adatai.....</i> | 62 |
| 5.2. | SZÓNIKUS MODULUSZOK SZÁMÍTÁSA..... | 65 |
| 5.2.1. | <i>Poliamid 6 POY filament fonal nem kristályos része orientációs tényezőjének (f_{am}) meghatározása.....</i> | 65 |
| 5.2.2. | <i>A vizsgált minták összesítő értékelt adatai</i> | 69 |
| 5.3. | A RÖNTGEN DIAGRAMOK ÉRTÉKELŐ ADATAI | 70 |
| 5.4. | ÖSSZESÍTŐ TÁBLÁZAT A MÉRT ÉS/VAGY SZÁMÍTOTT ADATOKRÓL | 73 |
| 5.4.1. | ÖSSZEFÜGGÉSEK A VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK KÖZÖTT | 75 |
| 5.5. | TERJEDELMESÍTETT FONAL JELLEMZŐK | 81 |
| 5.5.1. | <i>Összefüggések a POY filamentek és a terjedelmesített fonalak jellemzői között</i> | 83 |
| 6. | ÖSSZEFOGLALÁS..... | 87 |
| 7. | A FELHASZNÁLT SZAKIRODALOM JEGYZÉKE..... | 89 |
| 8. | TÉZISEK | 97 |
| 8.1. | TÉZISEK MAGYAR NYELVEN..... | 97 |
| 8.2. | TÉZISEK ANGOLUL | 102 |
| 9. | SAJÁT PUBLIKÁCIÓK JEGYZÉKE | 107 |
| 10. | MELLÉKLETEK | 108 |
| 10.1. | A 2-7. MINTÁK SZAKÍTÓ DIAGRAMJA A 4.1.2. FEJEZETHEZ | 108 |
| 10.2. | A 2-7. MINTÁK HANG SEBESSÉG TERJEDÉSI DIAGRAMJA A 4.2. FEJEZETHEZ | 114 |
| 10.3. | A 2-7. MINTÁK POLINOMIÁLIS REGRESSZIÓS ÖSSZESÍTŐ-KIÉRTÉKELŐ LAPJAI AZ 5.1.1. FEJEZETHEZ | 119 |
| 10.4. | A 2-7. MINTÁK RÖNTGENDIFFRAKCIÓS DIAGRAMJA 5.3. FEJEZETHEZ..... | 125 |

1. BEVEZETÉS

Az értekezés a szintetikus makromolekulák rendeződését elsősorban vegyiszál gyártói szempontok szerint vizsgálja, azzal a céllal, hogy a rendezettség mértéke kifogástalan textilipari feldolgozást biztosítson.

A szintetikus vegyiszálak közül a gyorszálképzéssel gyártott poliamid 6 végtelenszálak tulajdonságainak szerkezettől függő változása a kiválasztott téma.

Az irodalmi részben tárgyalásra kerülnek más szintetikus vegyiszálak is, mint a poliamid 6.6, poliészter vagy poliakrilnitril bizonyos típusú tulajdonságok vizsgálatánál. A poliamid 6 multifilamentek gyártása a Zoltek Rt. jogelődjénél a Magyar Viscosagyár, Nyergesújfalu üzemében 1964-ben létesült, a gyártás napjainkban is folyik.

Az értekezés szándéka sok év termelési tapasztalatait tudományos igényű vizsgálatokkal összefüggésbe hozni és a filamentek tulajdonságait, feldolgozhatóságát a makromolekulák szerkezetének rendezettségével megmagyarázni.

2. AZ ÉRTEKEZÉS KIVONATA

2.1. A „Szintetikus makromolekulák rendeződése textilipari szálak gyártásakor” témájú (Ph. D) értekezés magyar nyelvű kivonata.

Az értekezés a szintetikus makromolekulák közül a poliamid 6 POY filament fonalak rendeződését, ill. rendezettségét tárgyalja.

A POY filament fonalak (partially oriented yarn) gyorszálképzéssel készülnek, amely 3300-4200 m/perc közötti felcsévéelési sebességgel történő gyártást jelent. A LOY filament fonalak (low oriented yarn) gyártásánál a sebesség 1300 m/percig terjed. Az 1300-3300 m/perc közötti sebesség tartományban készülnek a MOY filament fonalak (medium oriented yarn).

A LOY filament fonalakat 3,4-3,6-szorosára meg kell nyújtani, hogy kellő szilárdságot kapjunk.

A POY filament fonalak esetén elegendő 1,15-1,25-szörös nyújtási arány a végső szilárdság eléréséhez.

A LOY és MOY filament fonal gyártásokat szinte mindenhol műszakilag átállították POY filament fonal gyártásra. A POY filament fonalak végleges textil szállá történő feldolgozása mintegy 85%-ban terjedelmesítéssel történik.

Olyan POY filament alapfonalakat vizsgáltunk, amelyekből 78 dtexf20 névleges lineáris sűrűségű egyágú, vagy kétágú terjedelmesített fonal készíthető. A vizsgált fonalak között három import fonal és négy saját kísérleti POY filament fonal szerepelt. Az elemi szálak száma 18, 20 vagy 24 volt, a saját mintáknál minden esetben 20 db.

Az értekezés témája nem csak kutatási tervként, hanem megvalósítandó műszaki feladatként is felmerült. A Zoltek Rt. Danamid Selyem Üzletágában POY filament fonalgyártást kellett létesíteni használt olasz gyorsfelcsévéző fejekkel és korábban szőnyegfonal gyártásra használt saját szálképzői berendezésekkel. Ezek az adottságok rengeteg korlátot jelentettek az ismert és másutt alkalmazott korszerű műszaki megoldásokhoz képest.

Esetünkben a POY filament fonalgyártás főbb problémái a következők voltak:

Nagyobb szárított szeletke viszkozításra, $2,50 \pm 0,03$ Ostwald viszkoziméterrel mért kénsavas relatív viszkozitás, volt szükség az extrúderes szálképzéshez. Ez vásárolt szeletkével és saját polimer gyártásával is megoldódott. A polimer gyártása az 1960-as évek technológiai színvonalán történik. A folyékony kaprolaktámot benzoosav, mangánacetát és titándioxid adalékokkal polimerizálják, a képzett polimer huzalt szeletkévé aprítják, az átalakulatlan oligomereket extrahálják, majd szárítás után a szeletke ömledékes szálképzésre alkalmas.

A függőleges tengelyű extrúdereket, olvadék elosztó csöveket, difil fűtőrendszereket, szálképző blokkokat, –szivattyúkat az 1970-es évek műszaki színvonalán tudtuk működtetni.

Sok kísérlet után a POY filament fonal kerámia szálvezető stíftén történő preparálását jól megoldottuk. A stabil szerkezetű félmat, natúr 9 kg-os feltekercselői csévéket sikerült normális üzemmenetben terjedelmesíteni.

A jó eredmények alapján a menedzsment feladatul adta a színes POY filament fonal gyártás megvalósítását – fekete színűt mesterkeverék adagolásával, kék színűt flottában történő színezést követően. Ezek a nagy hulladékképződés miatt eredménytelenek maradtak.

A poliamid 6 makromolekulába a polimerizáció során komonomerként beépített adalékanyag nem segített a feldolgozási meneteken.

A Barmag cégtől kísérletre kapott felcsévélő fejjel egy szálképző helyen 3800-4000-4200 m/perc sebességgel is képeztünk csévétet, de más lényeges paramétert nem tudtunk változtatni.

A saját kísérletek mellett importból POY filament alapfonalakat is vásároltunk terjedelmesítésre, azzal a céllal is, hogy tulajdonságukat, összetételüket, szerkezetüket kiderítsük és elérendő minőségnek tekintsük.

Az üzemmenet legfontosabb és legegyszerűbb ellenőrzési módja a POY filament fonal preparáció és nedvesség tartalmának ellenőrzése és a fajlagos szakítóerő, valamint a szakadási nyúlás mérése.

A saját POY filament fonalaknál a preparáció anyagtartalom jól tartható volt a $0,40 \pm 0,03\%$ közötti előírt értéken, ugyanakkor a nedvességet soha nem sikerült $2,5\%$ fölé vinni. Az import fonalak nedvesség tartalma $3,5-3,7\%$ volt, jóval közelebb a $4,5\%$ -os egyensúlyi értékhez.

Normál esetben a saját natúr POY filament fonalak fajlagos szakítóereje $320-340$ mN/tex, nyúlása $60-65\%$ volt $9,4$ tex feltekercselői szálfínomság mellett. Ezek a POY filament fonalak elfogadhatóan terjedelmesíthetők voltak. A fajlagos szakítóerő $20-40$ mN/tex értékű növekedése mellett $-340-360$ mN/tex határok közé $-28-32\%$ -os szakítónyúlások és megbízható $30-35\%$ közötti HATRA terjedelmességi értékek jellemezték a $7,8$ tex finomságú készáru fonalakat.

A terjedelmesítéshez elegendő volt átlagos és "kímélő" paraméterek alkalmazása, 175 ± 5 C°-os fűtőzóna hőfok, $1,200$ -as nyújtás, $1,900$ -as D/Y érték és a gépek mechanikai állapota miatt a lehetséges maximális $450-500$ m/perc-es terjedelmesítési sebesség.

Az import POY filament fonalak még jobb és sokkal stabilabb paraméterekkel rendelkeztek, feldolgozhatóságuk is lényegesen jobb volt.

A paraméterek a makromolekulák rendezettségével függnek össze. A megfelelően kristályosodott-olvadék állapotból jól hűtött- és orientált POY filament fonal szerkezete biztosíték a jó terjedelmesíthetőséghez.

A rendeződés módját és mértékét az értekezés három módon vizsgálja.

- A szakító görbékhez – húzóerő-nyúlás diagramokból – számítógépes programmal negyedfokú polinomot illeszt és elemzi a polinom integrálját és differenciál görbáját.

Az integrál értéke jellemzi a POY filament fonal belső szerkezeti rendezettségét, amely optimálisan 69 mJoule/tex fajlagos szakítási energiának felel meg.

A derivált görbe helyi minimum és maximum helyének távolsága utal a polimer további szerkezeti rendezésének lehetőségére. Minél nagyobb közöttük a távolság, erre annál kevésbé van lehetőség.

A derivált szakítógörbe maximuma az $\varepsilon=0$ helyen van, ez a kezdeti modulusz, értéke 800-1200 mN/tex közötti kell legyen a jó feldolgozhatóság érdekében.

- A röntgendiffrakciós vizsgálatokkal megállapításra kerül, hogy az optimálisan rendezett POY fonalakban 55% a kristályos és 45 % az amorf anyag tömeghányada. A mérési bizonytalanság a fázisok meghatározásánál $\pm 5\%$.

A krisztallitok mérete optimálisan 6,4 nm nagyságú, az ennél nagyobb, vagy kisebb méretűek nehezítik a terjedelmesítést.

- A hang terjedési sebességével mért szónikus moduluszokból követhető lett a POY filament fonal amorf hányadának orientációs tényezője. Valamennyi minta 3600-4200 m/perc sebességi tartományban készült, ezért az irodalmi adatok alapján a kristályos hányad orientációs tényezőjét 0,97-nek tekintettük. Az amorf hányad orientációs tényezője 0,55-0,934 között mozoghat, de a poliamid 6 POY filament fonal átlagos orientációs tényezője optimális rendezettség esetén 0,80 körüli érték kell legyen.

A POY filament fonalak jó feldolgozhatósága alatt minimális hulladékképződéssel járó és a késztermék fonalakra garantáltan jó mechanikai paramétereket eredményező terjedelmesítést értünk.

2.2. Abstract of the (Ph.D) theses: „Arrangement of synthetic macromolecules in the textile filament yarn production ”.

The type and measurement of arrangement of polyamide 6 POY filament yarns was examined and evaluated with three methods:

- The specific tenacity-elongation diagram was fitted to a quarter-degree polynomial equation and the integral and differential curves were analysed by computer. In optimal case the value of the integral is 69 mJoule/tex showing the internal energy, and corresponding with the breaking energy of POY filament yarns. The interval between the min. and max. places of differentiated curve indicates the further possibility of

structure arrangement. If difference is too large the POY filament yarn is not considered as processable.

- The examination by X-ray diffractometer shows, that the optimal crystalline mass rate is 55 %, the measurement of the crystallites is 6.4 nm. Greater or smaller are not convenient.

The uncertainty of the measuring of the masse rate is $\pm 5\%$.

- The examination of the sonic modules shows, that the orientation factor of amorphous mass rate is between 0.55-0.934 and the average orientation factor of POY filament yarns has to reach the value of 0.80.

3. SZAKIRODALMI ÖSSZEFOGLALÓ

3.1. Mechanikai tulajdonságok húzási igénybevételénél

Elvben egy fonalmintát konstans sebességgel általában szakadásig nyújtunk és közben az ehhez szükséges erőt mérjük. Regisztrálunk egy húzóerő-nyúlás változás görbét, amely a vizsgált anyagot messzemenően jellemzi.

Az információ, amelyet egy ilyen erő-nyúlás jellemző (σ - ε) a vizsgált szálról adhat, a mért görbék vizuális összehasonlítása, vagy a húzás során elért legnagyobb húzóerő és nyúlás mennyiségi meghatározása csak részlegesen elegendő. Ezért szükséges olyan lehetőségeket említeni, hogy a σ - ε diagramot behatóbban analizálhassuk, azért, hogy a nyújtás során végbemenő folyamatokról következtetéseket nyerjünk.

3.1.1. Az elaszticitás jellemzői

A legtöbb szerves eredetű szál szoba és magasabb hőmérsékleten széles deformációsebesség tartományban nem mutat HOOKE-féle rugalmasságot.

Lineáris arányosság a σ feszültség és az ε nyúlás között adott t terhelési időre és csak kis ε értékre állapítható meg. Az $E_{||}$ arányossági faktor – E-modulusz, elaszticitási, rugalmassági vagy Young modulusz a szál hosszirányú igénybevételénél – megfigyelendő időfüggése, mint viszkoelaszticitás írható le, azaz egy lineárisan szuperponált Hooke-féle rúgóból és egy Newton-i csillapító magatartásából vezethető le. Konstans ε esetén (feszültségi-, vagy relaxációs kísérletek) a σ monoton csökken,

$$\sigma(t) = E_{||}(t) \varepsilon = E_{\text{relax}}(t) \varepsilon,$$

azonban szálaknál egy véges értéket nem lép túl, amely egyensúlyi, vagy "statikus" E-moduluszként, azaz E_{∞} -ként adott.

$$\sigma_{\infty}(t) = \lim_{t \rightarrow \infty} \sigma(t) = \varepsilon \lim_{t \rightarrow \infty} E_{\text{relax}}(t) = \varepsilon E_{\infty}, \text{ ahol } t \rightarrow \infty \quad [1], [2]$$

Azt, hogy növekvő ε -ra a szakítási kísérletnél a feszültség a $\sigma(\varepsilon)$ -összefüggésben hogyan szuperponálódik, az [1], [3], [4], [5] irodalomban mutatják be.

A feszültség-relaxáció ε' derivált = konstansnál a $d\sigma/d\varepsilon$ emelkedésének csökkenésében jelentkezik. Tehermentesítéskor hiszterézis figyelhető meg, amely azonban lineáris-viszkoelasztikus viselkedésnél nem vezet visszamaradó deformációhoz a $\sigma = 0$

elérésekor. Ilyen magatartás jellemzésére elegendő lenne a relaxációs modulusz két határértéke, például az E_0 és az E_∞ és a $\varphi(t)$ szerinti relaxációs funkciók :

$$E_{\text{relax}} = E_\infty + E \varphi(t) ; \varphi(0)=1 ; \varphi(\infty) = 0$$

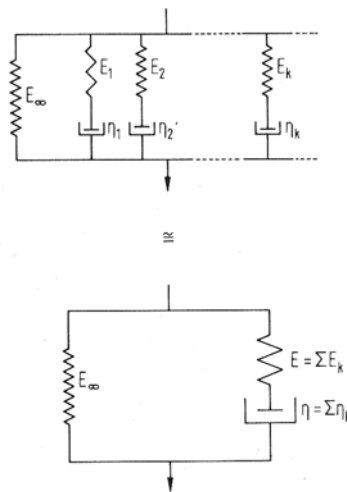
$$E_0 = \lim_{t \rightarrow 0} E_{\text{relax}}(t) = E_\infty + E$$

$$E_\infty = \lim_{t \rightarrow \infty} E_{\text{relax}}(t)$$

Egy szál viszkoelaszticitása szimbólikusan ábrázolható egy reológiai POYNTING-THOMPSON-modellel, megfelelően sok MAXWELL-komponensekkel.

$$E = \sum E_k \quad \eta = \sum \eta_k$$

Az 1. ábra egy szál viszkoelaszticitásának szimbólikus ábrázolását mutatja [6], ahol E egy HOOKE-féle rugó modulusza, η pedig egy NEWTON-i csillapító viszkozitása



1. ábra: Szál viszkoelaszticitásának szimbólikus ábrázolása

Egy szál erősebb igénybevételével a lineáris viszkoelaszticitásra a terheléstől, vagy deformáció nagyságától való függőség szuperponálódik.

Egy általánosított POYNTING-THOMPSON modellt alapulvéve a deformáció-függő elemekkel

$$E_\infty(\varepsilon), E(\varepsilon), \eta(\varepsilon); E = \sum E_k; \eta = \sum \eta_k \quad (\text{lásd az 1. ábrát})$$

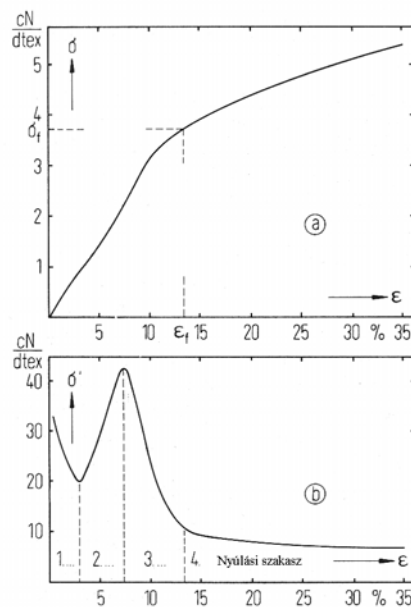
JUILES [7]- [9] mutatott egy utat, hogy az izoterm módon mért σ , ϵ lefutást pótlólagosan mért relaxációs kísérletek kiértékelésével könnyen értelmezhető ismertető paraméterekké leírjuk.

Az ilyen modellek alapulvételének továbbfejlesztéseként vehetők figyelembe W. HOFFMANN és WINKLER valamint munkatársai σ , ϵ viselkedés analízisei [10] és [11].

Egy egyszerű segédeszköz egy σ , ϵ görbe jelentését érthetőbbé tenni, annak a differenciálása [1], [12], [13], [14].

$$\sigma'(\epsilon) = d\sigma(\epsilon) / d\epsilon ; \epsilon' = \text{konst.}$$

A σ' első levezetése, például a 2. ábrán a $\sigma'(\epsilon)$ funkciójaként van ábrázolva és egy "nyúlási modulusz" dimenziója és jelentése van, azaz a nyújtással szemben fellépő ellenállás a további deformáció ellen adott idő alatt. A $\sigma'(\epsilon)$ extrapolációjával kis ϵ -ra kapjuk a "kezdeti moduluszt", $\lim \sigma'(\epsilon), \epsilon \rightarrow 0$, amely elaszticitási, vagy rugalmassági moduluszként adott különböző szálakra.



**2.ábra: a/ Poliamid 6 filamentfonal erő- nyúlás $\sigma(\epsilon)$ diagramja [6], [15], [16]
 b/ $\sigma'(\epsilon) = d\sigma(\epsilon) / d\epsilon$ a modulusz lefutása a nyúlási szakaszokban csökkenő és növekvő σ' modulusz deriváltakkal (ϵ_f , $\sigma_f =$ „folyáspont”)**

A σ , ε - hiszterézis kevés adattal történő jellemzésére vezették be az ún. "elaszticitási fok" adatot. Nem eltűnő hiszterézis esetén az "elasztikus munka aránya" $W_{\text{elaszt.}}/W_{\text{össz.}} < 1$; ennek nagysága jellemzi az igénybevett szál visszaalakulási dinamikáját.

A szál pihenőképességét adott igénybevétel és tehermentesítés után jellemezheti az "elasztikus nyúlási arány" $D = \varepsilon_{\text{elaszt.}} / \varepsilon_{\text{össz.}}$. Mindkét értéket a teljes nyúlás, vagy terhelés, a terhelési idő és a pihentetési idő függvényében lehet meghatározni. (DIN 53835).

BRODY szerint [17] a különböző igénybevételek és relaxációs feltételek hatásait a σ , ε hiszterézisre minden szála egy tipikus "mestergörbében" lehet összefoglalni.

A táblázatokban közölt tulajdonság-összehasonlításokban az elaszticitás fokára a D-értékét a különböző szálakra $\varepsilon_{\text{összes}} = 2\%$ és $\varepsilon_{\text{összes}} = 5\%$ -ra adják meg.

Az elasztikus nyúlási arány növekvő szalterheléssel való csökkenése többé, vagy kevésbé világos "elaszticitási határokat" mutat, amelyek átlépését a nyúlási modulus σ' erős csökkenése, azaz nagyobb utóhajlékonyság kíséri [13], [14], [18].

A szálvizsgálatoknál az általában a kiindulási lineáris sűrűségre – titer – $(Tt)_{\text{kezdeti}}$ vonatkoztatott erő a ténylegesen fellépő nyúlási feszültséggel nem egzaktul arányos. Ahhoz, hogy ezt a "tényleges σ feszültséget" megkapjuk, a mért F erőt a mindenkor A tény keresztmetszetre kell vonatkoztatni.

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{F}{A_{\text{kezdeti}} (1 - \nu\varepsilon)^2} \approx \frac{F}{A_{\text{kezdeti}}} (1 + 2\nu\varepsilon)$$

Az itt belépő keresztirányú kontrakciós számot $\nu = \nu_{\perp} \parallel$, egyes szálakra 0,4-0,5 közöttinek találták [19], [20].

A tényleges feszültség közelítő meghatározásához ezért elegendő a következő képlet:

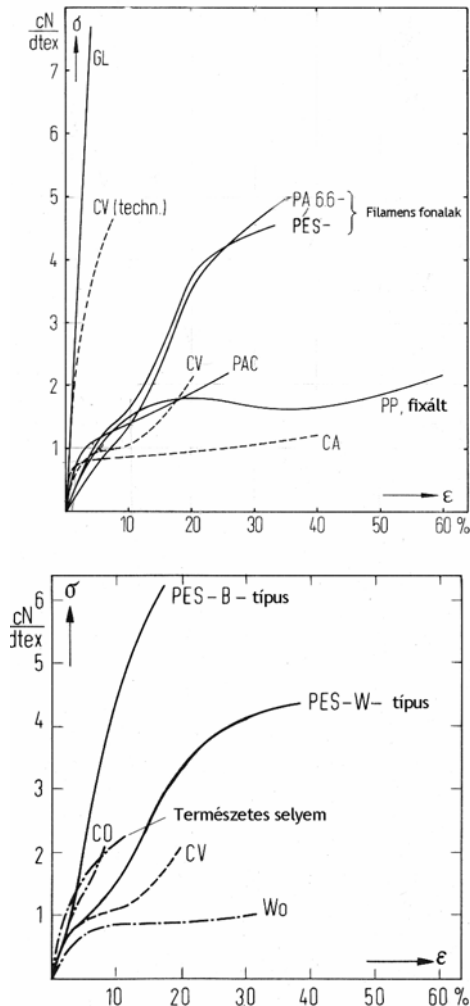
$$\sigma \approx \frac{F}{A_{\text{kezdeti}}} (1 + \varepsilon) = \rho \frac{F}{(Tt)_{\text{kezdeti}}} (1 + \varepsilon)$$

Ahol ρ a szál sűrűsége.

3.1.2. Az erő-nyúlás jellemző

A húzási- szakítási- kísérlet gyakorlatilag a mechanikai száltulajdonságok megítélésének az alapja.

A 3. ábra mutatja a meglévő szálak σ , ϵ -görbéinek sokféleségét [4], [6], [21], [22], [23]



3. ábra: Egyes vegyi- és természetes szálak (filamentek) húzóerő-nyúlás diagramjai.

Ahol σ = szál lineáris sűrűségére vonatkoztatott erő, CA-cellulóz acetát; CV- viszkóz; GL-üvegszál; PA-poliamid; PAC-poliakrilonitril; PES-poliészter; PP-polipropilén; CO-pamut; Wo-gyapjú

A szálak között megkülönböztetünk a pamuttípusúak között viszonylag meredek karakterisztikájúakat, és gyapjútípusúaknál lágyabb tulajdonságúakat.

A vegyiszálak, mint a PA, PES, PAC és cellulóz szálak előállíthatók pamuttípusú valamint gyapjúszerű karakterisztikával is. Lásd a 3. ábrát.

Extrém meredek karakterisztikája van kis nyújthatósággal az üveg és más szervesetlen szálaknak valamint speciálisan kialakított szintetikus nagymodulusú típusoknak, ugyanakkor az elasztomer szálak nagy hajlékonysága és elaszticitása egy másféle extrém lehetőséget képvisel.

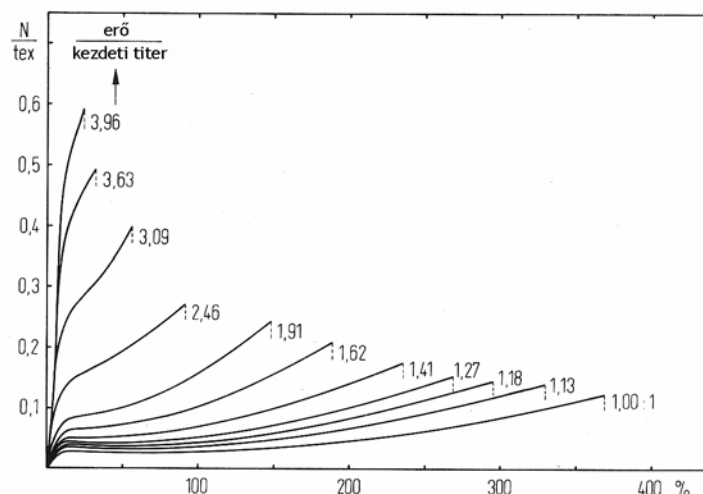
A szálak megítélését és összehasonlítását lehetővé teszi egy erő-nyúlás diagram felvétele, továbbá a gyártási és feldolgozási feltételek hatását a szintetikus szálak mechanikai tulajdonságainak alakulására könnyebb tanulmányozni.

A gyártás folyamatában -szálképzés, nyújtás,....., hőrögzítés- a száltengelyhez történő molekula orientációt és a kristályosságot befolyásoljuk elsősorban. Ezért ezen alapvető összefüggéseket a mechanikai karakterisztikával röviden tárgyalni kell.

3.1.3. A molekula orientáció befolyása a σ - ϵ diagramra

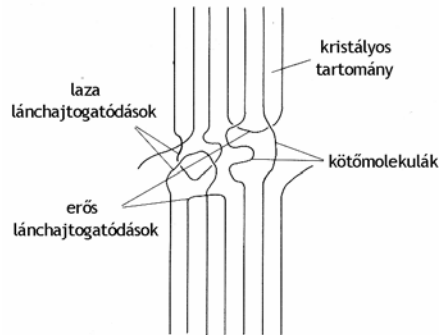
A szálképzésnél a mindenkori dermedési- és elhúzási feltételektől függően, amelyeket a hőmérséklet lefutása, elhúzási sebesség és -feszültség határoz meg, már egy bizonyos előorientáció történik, amely mindig a szálanyag kristályosodási lehetőségeitől függően rögzítődik, többé, vagy kevésbé szilárdan befagy [24], [25].

A legelső erő-nyúlás diagram a 4. ábrában jellemzi például az 500 m/perc sebességgel felcsévélt PA 6 csévét. Az így szálképzett szálak olyan nagy nyúlásúak, hogy gyakorlati felhasználásra alkalmatlanok. Ezért később egy további nyújtási folyamatra kell kerülni, amely során általában 1:3,40-1:3,60 közötti nyújtási arányt kell alkalmazni.



4. ábra. Különböző mértékben nyújtott PA 6 szálak erő-nyúlás diagramja [13]

Az orientáció mértékét a makromolekulák és a száltengely által bezárt szög jellemzi. Minél nagyobb az orientáció, ez a szög annál kisebb és annál kisebb nyújtási arány szükséges a végleges szál szilárdsági és nyúlási paraméterek eléréséhez. POY filamentek esetén elegendő 1,25 körüli nyújtási arány alkalmazása, amely külön nyújtómű nélkül kivitelezhető a terjedelmesítő gépeken.



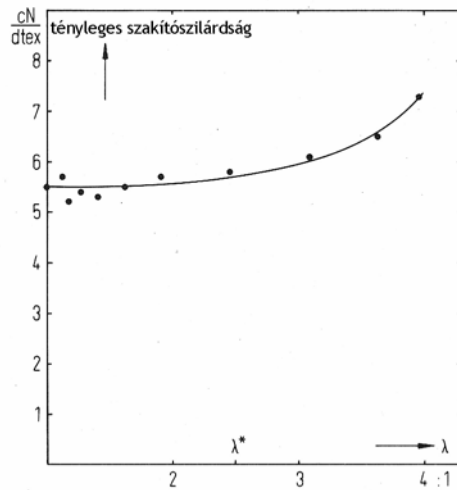
**5. ábra: Az amorf részek elvi felépítése rövid és hosszú tie-kötő molekulákból [6]
A láncvégek nincsenek ábrázolva**

A szálképzett szálak nyújthatósága a láncszegmensek és -egységek (lamellák és fibrillák) csúszási folyamataira épül, amely egy kezdeti ellenállás legyőzésével "feszültséglágyulás" mellett lép folyamatba [26].

Mialatt erősebb molekulák közti kapcsolatok, különösen krisztallitok képződnek, amelyek egy térhálósodási csomóként a csúszási folyamatokat egyre jobban akadályozzák, a növekvő deformálási ellenállás kényszeríti a krisztallitok kiegyenesedése mellett a kristályok közötti szegmensek nyújtását is.

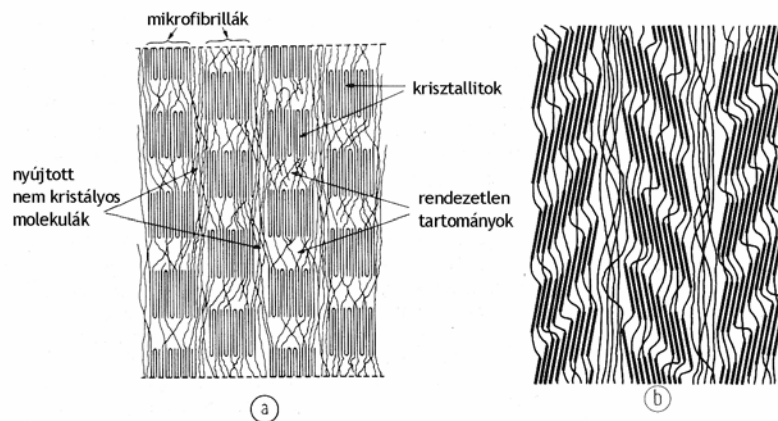
Egy "természetes nyújtási arány" túllépésével a száltermék heterogén kihúzására megerősödik további deformációval egy orientált szerkezet a mechanikailag viszonylag stabil krisztallitokból (általában szegmens aggregátumok erősebb kapcsolattal) és a hibásan rendeződött köztes tartományokból, mialatt az előbbieket különböző számú tie-molekulákkal kapcsolódnak egymáshoz (lásd az 5. ábrát).

Az ebben a nyújtási tartományban létrejövő szerkezet-szilárdulás megnyilvánul úgy a nyújtott anyag σ , ϵ -görbéjének lefutásában, mint a 6. ábrában PA 6 fonalakra [13] a tényleges szakítószilárdságnak (a szakadással szembeni) növekedésében.



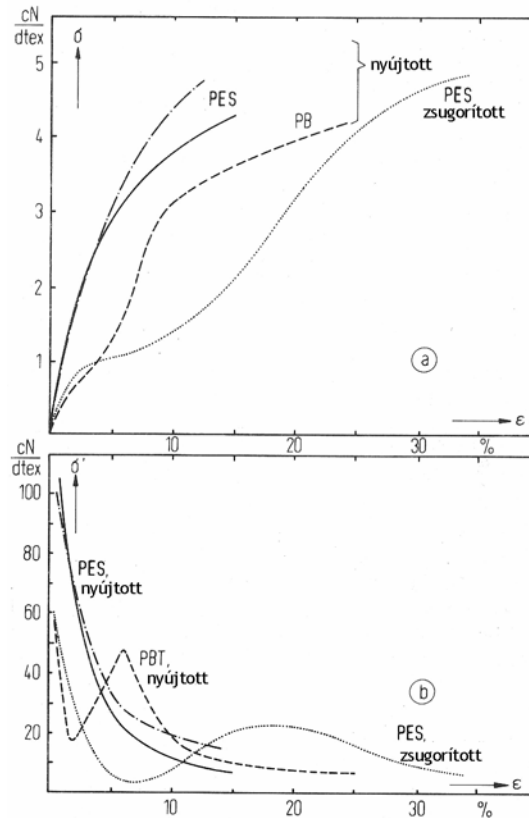
6. ábra: Nyújtott PA 6 szálak tényleges szakítószilárdsága a nyújtási arány λ függvényében [13].

A szálszerkezet növekvő fibrillálódással a nyújtáskor eredményez interfibrilláris tie-molekulákat (kötő-molekulákat) is, lásd a 7. ábrát, amelyek jelentősek a makroszkópikus tulajdonságokra [27].



7. ábra: Fibrillák elrendeződése köztes, teljesen amorf lánckötegekkel [6]
a./ fibrillák kialakulása statisztikusan hexagonális kristallit rendezettséggel
b./ fibrillák kialakulása a hexagonális kristallit rétegek bizonyos síkkal történő elhajlásával. Elhajlás esetén a kristályos szegmensek dezorientáltak.

Ha a magasabb üvegesedési hőmérsékletű polimerekből készült szálakat (PES, PAC, PC polikarbonát...) nyújtásukkor csak a technikai kivitelezéshez szükséges minimális hőmérsékletre melegítjük, akkor ezek a szálak mechanikusan a 8. ábra szerinti σ, ϵ -diagram révén monoton csökkenő $\sigma'(\epsilon)$ nyúlási modulusszal jellemezhetők [18], [28].



8. ábra: a. / Nyújtott és termikusan kezelt poliészter fonalak erő-nyúlás jellemzői
 b. / Előző görbék differenciál görbéi

- PES, nyújtott
- · — PES, nyújtott és konstans hosszúságnál,
- PES, nyújtott és szabad zsugorodás mellett 185 C°-on utánkezelt,
- PBT, polibutiléntereftalát, nyújtott

A makromolekulák relatív csekély mozgékonyágánál a nyújtási folyamat alatt sok szegmens feszített állapotban marad, anélkül, hogy rendeződni tudnának, úgyhogy főképpen kis krisztallitok, keverten még erősen hibásan rendezett tartományokkal, képződnek [29]-[32].

Az így megnyújtott szálak nyúlásakor a nyúlási ellenállás $\sigma'(\epsilon)$ megfigyelendő csökkenését kell alapvetően várni, mivel a nyújtás ideje alatt a terhelt, hibásan rendezett molekula-szegmensek helycserét végeznek, és így a visszaállítási feszültség lecsökken [1].

Mindenkor a polimerek molekuláris mozgékonyasága szerint, különösen feszültségmentes felmelegítéskor, egy szerkezeti diszproporcionálódás léphet fel különböző sűrűségű tartományokban, pl. nyújtott PES szálaknál [18], [28].

A 8. ábra mutatja, hogy termikus zsugorodás után a nyújtott PES σ , ε -görbéje úgynevezett "zsugorodási nyereggel" rendelkezik, [14], [18], [33], [34], azaz nem monoton $\sigma'(\varepsilon)$ lefutást kapunk.

Alacsonyabb, vagy csökkentett üvegesedési hőmérsékletű szálak (pl. polibutilén tereftalát (PBT), poliamid 6 és poliamid 6.6, polikarbonát lágyítószer adalékkal [35] már a nyújtáskor is oly módon rendeződhetnek, hogy egy jobban diszproporcionált kolloidszerkezet képződik a részlegesen szétkeveredett kristályos és nem kristályos tartományokból; ezek a mechanikai tulajdonságaikban a nem monoton nyújtási ellenállással $\sigma'(\varepsilon)$ jellemezhetők, amint a 8. ábra a PBT-re mutatja.

3.1.4. A σ - ε diagram fizikai értelmezése

A "zsugorodási nyereggel" rendelkező σ , ε karakterisztika jelentősége miatt, mint ahogy a nyújtott poliamid szálakra a 2. ábra mutatja, különösen a hőfixálás közben szabadon zsugorodó szálakra, meg kell kísérelni a $\sigma(\varepsilon)$ és a $\sigma'(\varepsilon)$ jelleggörbék lefutását a 2. ábra révén fizikailag a meglévő ismeretek alapján értelmezni.

Mint ahogy más anyagoknál is, a száldeformációknál igénybevett visszaalakulási és folyási mechanizmusok jobb ismerete ösztönző lehet a kívánt mechanikai tulajdonságú szintetikus szálak továbbfejlesztésére és gyártási technikájára.

Az $\sigma'(\varepsilon)$ -jelleggörbe lefutása a 2.b ábrán az σ , ε diagram beosztását magyarázza csökkenő, növekvő, majd ismét csökkenő moduluszú nyújtási szakaszokra [36], [13], [18], [37]. Hasonló módon más szálak σ , ε -jelleggörbéje is analizálható.

A következőkben használt modell elképzelések a szálak mechanikai tulajdonságainak jelentésére a húzási kísérletekben még további korrekciókat és finomításokat kívánnak, azonban mégis egy használható munkahipotézist adnak, amely nemcsak a mechanikai, hanem pl. a színezési tulajdonságok magyarázatára is jó [2], [38].

Egy szilárd test terhelésének kezdetekor a legkevésbé sem lehet kizárni az atomok kötési erejének részvételét a fellépő visszaalakulási feszültségben. Növekvő nyújtási idővel tehermentesítődnek azonban a hibásan rendeződött tartományokban lehetséges molekuláris helycserékben priméren igénybevett kötések, úgyhogy a megmaradó visszaállítási erő – ahogy előzőleg utaltunk rá – lényegében a hibásan rendeződött molekuláris konformációs potenciáljára helyeződik.

Egy szál σ, ε -diagramból kapott kezdeti modulusza $\sigma'(\varepsilon \rightarrow 0)$ így szoros összefüggésben van a nem kristályosan rendezett szerkezeti tartományok üvegesedési hőmérsékletével [39].

A $\sigma'(\varepsilon)$ modulusz csökkenése az első nyúlási szakaszban annál erősebb, minél több szegmens helycsere történhet a nyújtási idő alatt.

A külső erőtér eltorzítja az intermolekuláris kicserélődési kölcsönhatás potenciálját oly módon, hogy a helycsere, amely az orientálatlan láncszegmenseknek a húzás irányába történő formálódásához vezet, kedvező lesz. Ilyen "feszültséglágyulás" [13], [17], [37] lehetővé tesz alakváltozásokat a rugalmassági határon túl, amelyek tehermentesítéskor részben befagynak [17], [40]. Egyébként a nyúlások időbeni pihenőképessége különösen a második szakaszban (2. ábra szerint) főképpen az alacsonyabb üvegesedési hőmérsékletű szálaknál (pl. a PA 6-nál és a PBT-nél) még jobban kifejeződik. Így a nyújtott PA 6 fonalakra – megújulási képességük teljes figyelembe vételénél – egy több, mint 10 %-os reverzibilis nyújthatóság kimutatható [1], [41].

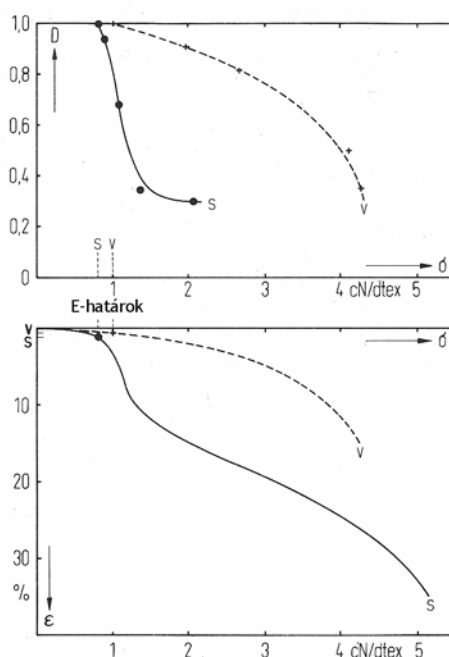
Az orientálatlan meglévő molekula szegmensek formálása kis nyúlási ellenállással szemben a zsugorodási nyereg lefutásánál csak a kerületen folyhat le, ahol a tie-kötő molekula szegmensek elágazási helyek között (krisztallitok vagy erősebb molekulák közötti cserehatás tartományai) még a gubancolt állapotból kiegyenesíthetők. Az ilyen tie-szegmensek mindenkor hosszúság eloszlása szerint a képződő feszültségek a rövidebb szegmensek növekvő ellenállását okozzák további nyúlással szemben, ez felismerhető a modulusz ismételt emelkedéséből [13], [28], [42].

A σ' -maximumának meredeksége a második nyújtási szakaszban ezért lehetővé tesz bizonyos visszakövetkeztetéseket az interkristályos tie-kötő-molekulák szegmens hosszúság eloszlására.

További nyúlással (a harmadik szakaszban) szuperponálódnak a feszültségcsökkentő folyamatok, mint az erősen terhelt tie-molekulák szakadása, vagy azok részleges kihúzódása a (még nem teljesen rendezett) kristallitokból [13], [28], amelyek a moduluszt ismét csökkenni hagyják. Tovább növekvő feszültséggel végül csúsztási folyamatok, pl. PA-nál az α -kristályok (020) hálósíkjánál [13], vagy a fibrillált egységek lépnek működésbe [27], amelyek a negyedik nyújtási szakasz "folyási tartományában" plasztikus formaadást tesznek lehetővé.

Más száltípusoknál ezt a képet speciális szerkezetük figyelembe vételével módosítani kell.

Poliészter szálaknál általában könnyebb kristallit mozgékonyssággal kell számolni, amely már a második nyújtási szakaszban a kis nyúlásoknál a nagy rugalmasságának erős csökkenését teszi megfigyelhetővé [18], [28], lásd 9. ábra.



9. ábra: a. / Nyújtott PES-fonalak elasztikus nyúlási arányai a szakító terhelés függvényében

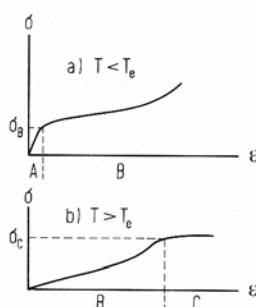
b. / A hozzátartozó erő- nyúlás diagramok

--- +--- v nyújtott

—•— s nyújtott és 135 C°-on zsugorított

----- E- elaszticitási határok

A PAC szálak és filamentek σ , ε karakterisztikája, amelyet egy relatív meredek kezdeti emelkedés jellemez (T üvegesedési hőmérséklet ≈ 90 C°), amelyet a rugalmassági határon túl egy laposabb emelkedés követ (10. ábra), nem mutat fel általában éles σ' - maximumot.



10. ábra: PAC-szálak sematikus erő-nyúlás diagramja [43]

a./ üvegesedési hőmérséklet alatt

b./üvegesedési hőmérséklet felett

Ilyen maximum ugyancsak nem figyelhető meg nyújtott szálak termikusan kiváltott relaxációja után, miközben a σ , ε görbe ugyan laposabb lesz, de minőségi lefutását megtartja.

Ez a felismerés kétségtelenül összefügg a PAC gyenge kristályosodási hajlamával. A PAC kolloid szerkezete kevésbé diszproporcionált, és a mechanikailag stabil krisztallitokkal hiányzanak a tie- kötő- molekulák feszítéséhez szükséges "rögzítések".

A polimerek kémiai módosítása mellett sokféle eljárás-technikai lehetőség van arra, hogy a fizikai szerkezettel a szintetikus szálak erő-nyúlás görbáját befolyásoljuk. Első helyen itt a nyújtás módját és a fokát kell említeni, a továbbiak a különböző hőfixálási folyamatok. Növekvő molekula-orientációval szálképzéskor és nyújtáskor a σ , ε diagram általában meredekebb lesz, a folyási tartományok rövidebbek, és a nyújthatóság lecsökken, mint a 6. ábrában pl. a PA 6 szálakra megfigyelhető. Hasonló összefüggések találhatók az irodalomban poliészterre [4], [44] és PAC-ra [45].

A végső szilárdság növelésére a növekvő nyújtási aránnyal, a 6. ábra mutat példát, erre különösen műszaki célú filamenteknél fektetnek nagy hangsúlyt.

A flexibilis láncmolekulájú szerves polimereknél nyújtással és megfelelő hőkezeléssel kb. 1 GPa szálszilárdság és kb. 15 GPa E-modulusz maximum érhető el.

Azonban ezek a maximális értékek még lényegesen az egyes polimerekre becsült elméleti szilárdsági és modulusz-értékek alatt maradnak [46], [47].

Ezért nem hiányoztak olyan kísérletek, hogy különleges szálképzési- és nyújtási technikával lényegesen nagyobb keresztmetszeti orientációt és kiterjedt lánc-kristályformát érjenek el [48], [49], [50], [51].

A szálszerkezet orientálásával a nyújtási folyamatoknál nemcsak nagy szilárdságot és moduluszt, hanem elasztikus visszaalakulási tulajdonságokat is célul tűznek ki. Azonban figyelembe kell venni, hogy a nyújtással elért száltulajdonságok a termikus utánkezeléseknél, mint a feldolgozási folyamatoknál is, még egyszer megváltoznak.

3.2. A termikus utánkezelések hatása a σ - ϵ diagramra

Mint már a bevezetésben említettük, a feldolgozás lépései és az utánkezelés ismételten beavatkozik a szilárd test szerkezetébe és ezzel befolyásolják a szálak mechanikai tulajdonságait is [4], ahogyan a termikus kezelésnek a σ , ϵ -diagramon meg kell mutatkoznia. A nyújtott szálak a legtöbb esetben távol vannak a termodinamikai egyensúlyuktól, amelyhez egy hőfixáló kezeléssel közelíthetünk, anélkül, hogy azt általában elérnénk.

A hőfixálás műszaki értelme az alak-stabilizálás, legyen az maga a szál, vagy száltermék. A szálterjedelmesítés példája ezen fontos intézkedés fizikai elvére még mélyebben rávilágít.

Egy nyújtott szál felmelegítéskor zsugorodik, és pedig annál erősebben, minél kisebb a külső ható erő és minél gyorsabban, minél nagyobb hőmérsékletre hevítjük.

A zsugorodás nagyságát és az eközben ható zsugorító erőt a szál anyagán kívül az orientációs folyamat során képződött kolloid szerkezet határozza meg elsősorban [52], [53], [54].

Egy nyújtott szál növekvő zsugorodásával laposodik a σ, ε - jelleggörbéje, miközben gyakran egy zsugorodási nyereg ismerhető fel, amelyhez egy σ' - maximum kapcsolódik (8. ábra). Egy már relaxált nyújtott anyag esetében (11. ábra) a σ' -maximum növekvő zsugorodásokkal magasabb nyúlásokhoz helyeződik [13], [55]. Mindig a zsugorodás szerint emelkedik a (maximális) nyújthatóság [33], [34], [55], míg a σ, ε -görbe erősebb laposodásával a maximális szakítóerő visszaesik.

Lényegében emellett mégis marad a szál "munkavégző képessége",

$$W_o = \int_0^{\varepsilon_0} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon$$

ahol ε_0 a legnagyobb húzóerőhöz tartozó nyúlás.

Az így megváltozott mechanikai tulajdonságok okaként mindenekelőtt a hibásan rendezett tartományok fellazulása a dezorientációs folyamatok alapján, mint a termikusan aktivált láncszegmensek gubancolódása, instabil aggregátumok feloldódása és hasonlóképpen tételezhetők fel [28], [52].

A σ' -maximumának szélesedése és csökkenése a termikus zsugorodással a köztes kristályos szegmens hosszúságok eloszlási szélességének növekedésére utalhat, amely csak kisebb előkristályos szegmens-egységek eltűnésével egyeztethető össze [13].

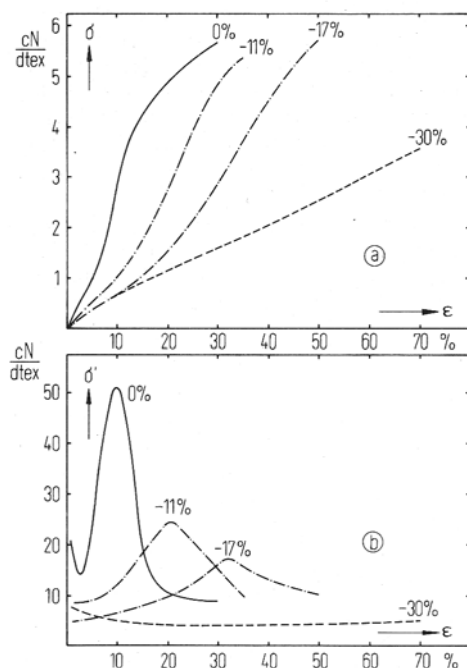
Általánosságban az ilyen szerkezet-lazulások annál kevésbé lesznek akadályoztatva, minél kisebb a kívülről ható feszültség, és minél gyorsabban lehet felhevíteni a szálasanyagot anélkül, hogy az újrakristályosodási folyamatok hatékonyak legyenek [28], [55].

A műszaki hőfixálási folyamatoknál ehhez jönnek még a hőátadási folyamatok feltételei a fűtőközeg és a szál között, amelyek a felhevítési kinetikára és az ezáltal befolyásolt szerkezeti és tulajdonságváltozásokra nagy jelentőségűek.

Így a laza szál elég erős és gyors felhevítése, valamint duzzasztószerek jelenléte biztosítja a kolloid-szerkezet diszproporcionálódását a nem orientált és nem kristályosodóképes molekulaszegmensek nagyobb, jobban rendezett kristallitokká és fellazult tartományokká alakulását [55], [56], [57], [58], [59], [60], [61].

Hőfixálási folyamatoknál ezek a szabad száletalpia csökkenése mellett történő fázis-szétválások jelentősek a szálszerkezet stabilizálására.

A nem kristályosodó molekula szegmensek relaxációjával általában az előzőekben leírt mechanikai lágyulás kapcsolatos (lásd 11. ábrát).



11. ábra: a./ Erő- nyúlás diagramok σ - ϵ [55]

b./A különböző módon és mértékben zsugorított PA 6 fonalak differenciál görbéi

11 % zsugorodás 105 C°-os telített gőzben

17 % zsugorodás 130 C°-os telített gőzben

30 % zsugorodás 185 C°-os szilikon olajban

A fellazult interkristályos szegmensek a termikusan zsugorodott szálak nyúlásával szemben csekély ellenállást fejtenek ki, miközben azok ismét kiegyenesednek és a mindenkori molekulák közti kölcsönhatások alapján lassacskán ki is feszülnek, úgyhogy nagyobb nyúlásoknál ismét modulusz növekedés jöhet [13], [55].

Az előkristályos kooperációs tartományok mindenkori visszaalakulása szerint a gubancolódott szegmensek formálásánál [17], [18] az előzőleg zsugorodott szálak nyúlásai elsősorban befagyva maradnak. A gyengébb visszaállító erők

szobahőmérsékleten is hatnak, úgyhogy a zsugorodott szálak kisebb elaszticitási fokával (9. ábra) egyszerre számolni kell a külső súrlódási erők (mint a fonalakban vagy textilárukban) által a visszaalakító képesség akadályoztatásánál.

Meg kell különböztetni a termofixált szálak általában alacsonyabb rugalmasságát (szobahőfokon) a fixáláskor kifejlesztett "emlékezés-től" a stabilizált formára, amely magasabb hőmérsékleten figyelhető meg.

3.3. Alkalmazástechnikailag érdekes húzóerő-nyúlási tulajdonságok

A szál elaszticitás mellett, amelyet a polimeren kívül a gyártási feltételekkel nagyon erősen befolyásolunk, érdekes a már említett W munkavégzőképesség, amely fajlagos energia tartalom.

Sok feldolgozásnál és különösen műszaki alkalmazásnál nagy súlyt helyeznek a kielégítő szakítószilárdságra és a meghatározott szakító nyúlásra.

Ezen tulajdonságok a σ , ε -görbe végpontjaiként nemcsak annak lefutásától, hanem a szálak hosszirányú egyenletességétől is függenek. Egy szál gyenge helyeinek befolyása a szakítónyúlás nagyságára felismerhető [4].

A szakítás folyamatát nagy gyakorlati jelentősége miatt különböző szempontok szerint vizsgálták, így egyrészt statisztikai alapján [4], [62], másrészt annak okaira és ezáltal sztereoscan felvételek az anyag szakadási helyeiről a szakadási jelenségek osztályozását tették lehetővé a szál típusa és az igénybevétel módja szerint. [56], [4], [63].

Az üveg és a szénszálak merev, rideg törésével szemben a legtöbb textil célra használt szintetikus szálnál a szakadás "csúsztató" módon alakul ki, míg a pamut vagy esetenként az akrilszálak is (gyenge fibrilla kohézióánál vagy széles hibahely-eloszlásnál) szilánkosan, szálkásan szakadnak [63].

A várakozásnak megfelelően a mindenkori igénybevételi feltételek (sebesség, hőmérséklet, halmozódó terhelés, stb.) a szakadást döntően meghatározzák.

Meg kell még említeni, hogy a szakítási értékek megállapítása, mint ahogy a σ , ε -lefutása is, egy egyszerű eszközt ad, hogy a szál károsodását mechanikai vagy termikus kezelésre, öregedési folyamat alapján vagy fény és energia-gazdagabb sugárzásokkal szemben megítéljük.

3.4. Idő, hőmérséklet és nedvesség-tartalom hatása

Egy igénybevétel tiszta időfüggését leírják a már említett relaxációs kísérletek fixen tartott deformáció esetén és a konstans feszültség melletti húzási kísérletek [3], [4], [5], [64], [65], [66], [67].

Utóbbi feltétel a minta keresztmetszetének változása miatt a nyújtásnál kísérletileg csak nehezen teljesíthető; általában ilyen kísérleteknél egy, a kezdeti keresztmetszetre vonatkoztatott "névleges feszültséget" tartanak állandónak.

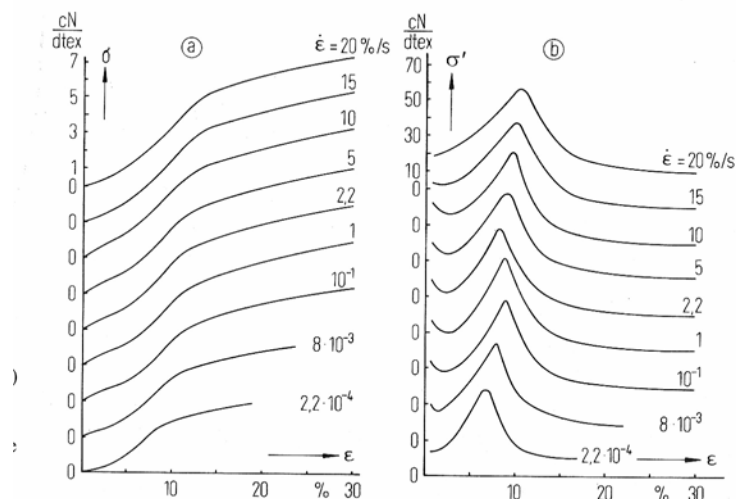
Szálakra az ilyen kísérletek eredményeit Morton és Hearle [4] állította össze. Nagyobb terheléseknél és hőmérsékleteken a húzási kísérlet a hőállóság megítélésére használható [68], [69], [70].

A feszültség relaxációra, mint a "csúszásra" elsősorban a molekuláris helycserét a hibásan rendezett tartományokban kell felelőssé tenni, melynek hatása a hőmérséklettel és az igénybevétel idejével nő.

Ez az általános ok magyarázza a jelenségből levezetett idő- hőmérséklet szuperpozíciós elvet [3], amely lehetővé teszi egy mechanikai tulajdonság hőmérséklet és idő függését egy közös "mester-görbével" ábrázolni.

Amennyiben a megkötött víz mechanikailag lágyítóként hat, amely sok szálra érvényes, (pl. PA, PVA, de a PAC is és PES is), a szuperpozíciós elv az anyag nedvesség hatásával kialakítható [71], [72].

A nyúlási modulusz időfüggése kihat a σ , ε - diagramra a nyújtási sebesség hatásaként, ez megfigyelhető a 12. ábrában [4], [36],

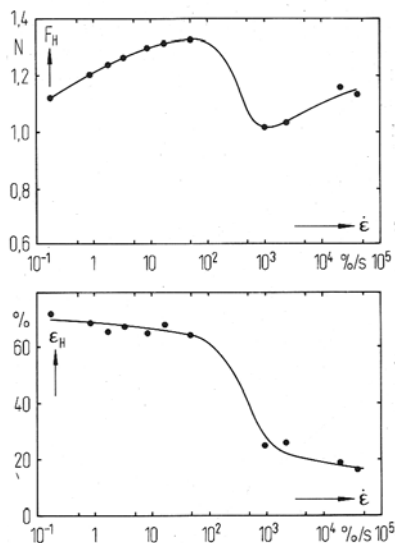


**12. ábra: a./ PA 6 filament fonalak erő-nyúlás görbéi
b./ $\sigma'(\epsilon) = d\sigma(\epsilon) / d\epsilon$ különböző nyújtási sebességekre ϵ' [1]**

ezért a nyújtási idő normálása szükséges a szakítási kísérleteknél, valamint a σ - ϵ - jellemző hiszterézisének tehermentesítéskor.

A σ - ϵ -görbe felvétele növekvő nyújtási sebességeknél nagyobb szilárdsághoz vezet, miközben a szál általában sprődebb lesz, azaz kisebb nyúlásnál szakad [4], [36], [73], [74], [75], [76].

A szál szilárd szerkezetétől és annak adiabatikus felmelegítésétől függően 100 % /sec nyújtási arány felett az ilyen magatartás eltérései is megfigyelhetők. BOBETH és REUMAN [77] a PA filament fonalaknál egy különösen erős szakadási nyúlás csökkenést mutattak ki 100 és 1000 %/sec között, amely azután a szilárdság megfelelő visszaesésére is kihat (13. ábra).

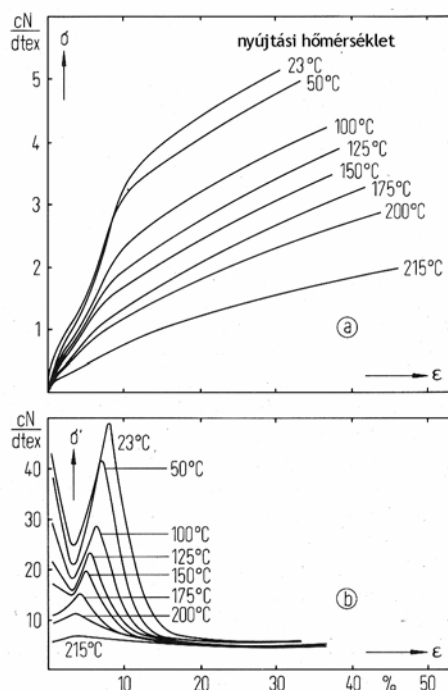


13. ábra: PA 6 filament fonal maximális szakítóerejének F_h és max. szakítónyúlásának függése a nyújtási sebességtől $\dot{\epsilon}$ ' [77] szerint.

Ballisztikai nyújtási kísérletek $\dot{\epsilon}' > 10000$ %/sec-mal feltételeznek egy végső impulzus sebességet a próbában, végülis egy határt, amely határ felett a szakadás előtt nem lehetséges a mintadarab deformációja.

A nagyon lassú nyújtás másik extrém esetében csökkentik a nyújtási idővel történő szegmens helycserék a moduluszt oly módon, hogy pl. a PA 6-nál egy magasabb kezdeti modulusz nem figyelhető meg, a σ' - ϵ -görbe tehát egy minimummal kezdődik (12. ábra).

Hasonlót kell várni nagyobb nyújtási hőmérsékleteken, ahogyan azt a 14. ábra PA 6 szálakra igazol.



14. ábra.: a./ (száraz) PA 6 filament fonal $\sigma(\epsilon)$ erő- nyúlás jellemzőinek hőmérséklet függése $\epsilon' = 1 \text{ %/sec}$ esetén [13].

b./ $\sigma'(\epsilon) = d\sigma(\epsilon)/d\epsilon$

A visszaalakító erő hőmérséklet függése, amelyet pl. DART [78] különböző szálakra vizsgált, lehetővé tesz következtetéseket a nyújtáskor résztvevő energia és entrópia mechanizmusokról [4].

A σ' – maximum csökkenése és áthelyeződése kisebb nyúlási értékekhez növekvő hőmérséklettel, vagy nyújtási idővel, valamint nyújtott PA 6 fonalak nedvesség felvétele esetén (lásd a 16. ábrát is) a molekuláris relaxáció, valamint a hálószerűen ható tartományok csökkenő kooperációs fokának következményei [13].

Poliészter szálak σ - ϵ karakterisztikájának hőmérséklet függéséről hasonló megállapítások vezethetők le [18].

Ahogy a nagyobb anyag-hőmérsékletek és -nedvesség részletesen a σ - ϵ diagram laposodására, a modulusz és a szilárdság csökkenésére, valamint a nyújthatóság növekedésére hatnak a Morton és Hearl [4] és a Du Pont [23] vonatkozó összeállításokból vehetők.

A relatív nedves szakítószilárdság (50...100 %) a normál klímához képest és a relatív nedves szakítónyúlás (100 ...200 %) adatai fogalmat adhatnak a nedvesség hatásáról telítettségkor a különböző száltípusok mechanikai tulajdonságaira.

A $\sigma - \varepsilon$ diagram az akril szálra (10.ábra) az üvegesedési hőmérséklet alatt (50 -95°C csökkenő víztartalommal) egy meredek (üvegszerű) kezdeti tartománnyal "A" jellemezhető [79], amelyet a rugalmassági határon túl egy feszültség lágyulás által kiváltott nagyobb hajlíthatóságú "B" zóna követ.

Az üvegesedési hőmérséklet felett az "A" tartomány már nem létezik; a szál a lassan ismét növekvő ellenállással szemben erősebben nyújtható, amíg a folyási feszültséget σ_C -t el nem éri, ahol a szerkezet függő ellenállások a plasztikus csúszási folyamatokkal szemben visszaszorúlnak [79], [80].

A deformáció rugalmassága a "B" tartományban túlnyomórészt kinetikailag blokkolt, úgyhogy elegendő termikus aktiválásnál a befagyott deformációk visszazsugorodnak [79].

A PAC példája érthetően bemutatja, hogy nem elegendő csupán a rugalmas és nem rugalmas alakadás között különbséget tenni.

Legalább egy része a tehermentesítés után visszamaradó nyúlásnak befagyva marad, de az üvegesedési hőmérsékletre visszamelegítve visszazsugorodik.

A szálaknál, úgy mint más polimer anyagoknál ezért általában figyelembe vesszük:

- 1./ Elasztikus (rugalmas) vagy késleltetett elasztikus (visszaalakuló képes) deformációk,
- 2./ Befagyó és csak termikus aktiválásnál (vagy belső lágyítószerrel) visszazsugorodó deformációk,
- 3./ Plasztikus deformációk.

Ahhoz, hogy a különböző szálaknál az ilyen deformáció fajták különböző részarányait megismerjük, szükséges az igénybevett szálak tehermentesítési és visszaalakulási folyamatainak vizsgálata változó hőmérsékleteken (lásd például [40], [81], [91], [92], [93]).

A befagyott deformációk mélyebb megértéséhez vezetnek azok a megfontolások, amelyek a mechanikai igénybevételeknél tárgyalt molekuláris kölcsönhatásokból indultak ki [85].

Mivel a polimer szilárd testek terheléskor és az azt követő tehermentesítéskor általában a termodinamikai egyensúlyt nem éri el, az igénybevett kölcsönhatások egy része egyenlőtlenségben marad és egy úgynevezett "feszültségi rendszert" képez [85]. Ilyen feszültségi rendszerek figyelhetők meg a terhelésnek kitett testek felmelegítésekor. A nyújtás után fellépő hosszirányú zsugorító erőkről már a 3.1.2. fejezetben volt szó.

A szálakon kísérletileg bizonyítható zsugorodási feszültségek egy hőmérséklet eloszlást mutatnak (lásd 3.7.). Ez azt jelenti, hogy a befagyott alakváltozások "felolvadása" különböző aktiválási energiákat igényel.

BONART [85], [86] a PMMA-nál, mint amorf modell anyagnál rámutatott, hogy az alakadásnál fellépő feszültségi rendszerek a különböző hajlíthatóságú és időkonstansú molekuláris mechanizmusokból képződnek.

Az, hogy milyen mechanizmusok kerülnek igénybevételre, nemcsak a deformáció fajtájától és nagyságától, hanem a deformáció hőmérsékletétől is függ. Növekvő hőmérséklettel ugyanis az alacsony energiájú feszültségi rendszerek lebonthatók, másrészt nagyobb energiájú kölcsönhatások igénybevételére is sor kerül.

Ily módon a zsugorodási feszültségek áthelyeződnek a magasabb hőmérsékletekhez. A visszaalakító erők, amelyek az alakadásnál fellépnek, megfelelő felhevítésnél annyira leépíthetők, hogy a deformáció kváziplasztikusan befagyva marad.

Ha termofixált alakadás szükséges, akkor az igénybevett molekuláris kölcsönhatások áthelyeződése egy stabilizált "fixáló rendszerbe" nagyon fontos.

A szakítószilárdság hőmérséklet függéséhez, $\sigma_H(T)$, utalunk ZHURKOV és munkatársai [68] által végzett kísérletileg vizsgált adatokra,

$$\sigma_H = a (b - kT \ln t/c),$$

ahol a, b, c anyagi konstansok,

ahol egy Boltzmann-eloszlásnak engedelmessé válnak a molekuláris helycserék, a t időtartam a szakadásig terjed.

Növekvő helycsere gyakorisággal, növekvő hőmérséklettel csökken a szakítószilárdság. Nagyobb deformáció sebességgel ($\dot{\epsilon}$) szilárdság növekedést kell várni (13. ábra).

Ezen egyszerű törvényhez azonban a deformálásnál anyagváltozások szuperponálódnak, pl. átrendeződési folyamatok, amelyek a szabad térfogat változásához vezetnek, amellyel az előbb bevezetett anyagi konstansok nagyságát már nem lenne szabad állandónak tekinteni.

Ezt nagyobb hőmérséklet tartományokra is figyelembe kell venni, ahol a különböző helycsere mechanizmusok hatékonyak.

3.5. Dinamikus igénybevétel

A frekvencia és a hőmérséklet változtatása nagyon kis deformációs amplitúdónál lehetővé teszi egy szilárd test teljes relaxációs viselkedésének felvételét a viszkoelasztikus tartományban ("relaxációs spektroszkópia").

A feszültség és a deformáció általában fázisban eltoltak (δ), komplex írásmóddal, sinus alakú gerjesztéssel:

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t}; \quad \varepsilon = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \delta)}; \quad E(\omega) = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$$

Az E komplex modulusz valós és képzetes része magukba foglalják ennek a tárolási, vagy dinamikus moduluszát illetve a veszteségi modulusz részét, E' , illetve E'' :

$$E = |E| e^{i\delta} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\delta} = E' + iE''$$

$$E' = |E| \cos \delta; \quad E'' = |E| \sin \delta; \quad \frac{E''}{E'} = \tan \delta$$

A $\tan \delta$ a veszteség faktor.

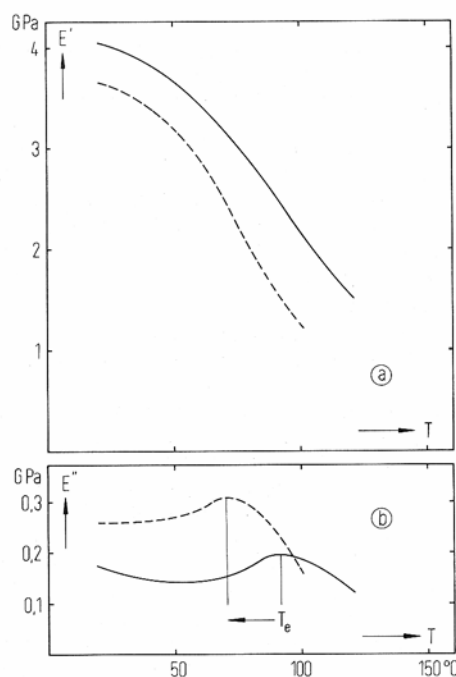
A komplex E- modulusz mérési módszerét MURAYAMA [87] adja meg.

BAUER és WINKLER [88] szisztematikus áttekintései, valamint a műanyagok alkalmazási metodikája [89] szintén megemlítendő. A dinamikus gerjesztés modelljeire [15] részletes matematikai leírásokat ad.

Példaként a 15. ábra az E- modulusz β -diszperzióját mutatja nyújtott, valamint zsugorított PA 6 fonalakra [13]. A β -diszperzió jelensége a termikus zsugorodással járó üvegesedési hőmérséklet csökkenés. A β -diszperziót a nagyobb szegmens mozgásoknak a nem kristályos tartományokba való behatolása okozza.

A hőmérsékleti helyzetet az E'' -maximuma jellemzi, amely az üvegesedési hőmérséklet mértéke a méréshez választott frekvenciára.

A β - diszperzió erősödése és áthelyeződése alacsonyabb hőmérsékletekre termikusan relaxált, nyújtott PA 6-ra a 15. ábra szerint a nem kristályos szegmensek fellazulására és gubancolódására vezethető vissza a gyengébb együttműködési kölcsönhatások aktiválásakor.



15. ábra: Nyújtott poliamid 6 fonal β - diszperziója [32]

a./Tárolási-modulusz E' (T, 110 Hz)

b./ Veszteségi modulusz E'' (T, 110 Hz)

— nyújtott szálra

----- nyújtott és termikusan zsugorított filamentre, T_g az üvegesedési pont helye

A komplex E- modulusz mérésekkel a viszkoelasztikus tartományban vannak további mélyreható következtetések a szál kolloid szerkezetéről és annak lehetséges befolyásolásáról pl. a hőfixálásnál.

A termikus kezelések is a helyesen tartott szál feszültségek mellett természetesen a mindenkori kezelési hőmérsékletek szerint a kolloid szerkezet változásaihoz vezetnek.

Így Schröder [31] az üvegesedési hőmérséklet csökkenését és a $\tan \delta$ mechanikai veszteség-faktor növekedését a feszültség alatti PES- szálak kezelési hőmérsékletének növelésével (160 C° felett 20 sec mellett) a krisztallit növekedésére vezeti vissza, miközben a köztes kristályos tartományok megfelelően megnyúlnak és lazulnak.

A műszaki hőfixálás szabályozásához a választható paraméterekkel, szálfeszültség, hőmérséklet és tartózkodási idő, a fixált termék mechanikai és színezési tulajdonságaira vonatkozóan értékes és pontos betekintést kell kapni a közben lezajló folyamatokról.

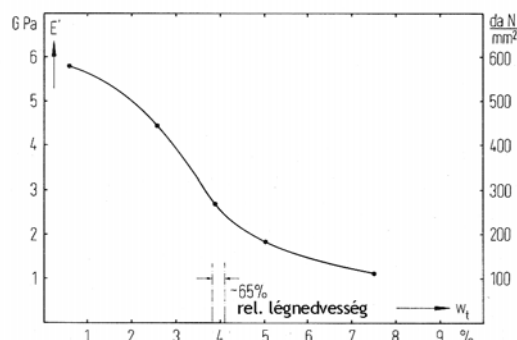
Különböző gyártási és feldolgozási stádiumban a szálak relaxációs spektroszkópiai adatainak magyarázatával az egyébként nehezen érthető viselkedésnek differenciált megítélését tesszük lehetővé [4], [29], [31], [90], [91], [92], [93], [94], [95].

Speciálisan az igénybevételi frekvenciával növelt üvegesedési hőmérséklet (összehasonlítva a statikusan közölt értékkel, lásd TMA, DTA) érdekes összefüggéseket ad a krisztallitok vagy egyéb hálós csomók közötti "feszített" molekula szegmensekre [29], [96], [97], [98], [99], amelyek pl. a színezék diffúziót vagy egyéb a szálban történő anyag cseréjét gátolják.

Nagyon lényegesek a különböző fajtájú szálkomponensek (monomerek, komonomerek, additívek, színhordozók...) duzzasztó és mechanikai hatásairól szóló megállapítások is.

A víz általában lágyító hatása röviden a következőkben mutatható be:

A nedvességnek a komplex moduluszra való hatásának megértéséhez annak mérésénél célszerűen az anyag nedvességét mindig konstans hőmérsékleten változtatjuk. A 16. ábra az E –modulusz nedvességtől való függését mutatja orientált PA 6 esetében.



16. ábra: Tárolási vagy dinamikus modulusz (E') poliamid 6 monofil szálra 21 °C-on víztartalmának függvényében (száraz tömegre vonatkoztatva) [100].

Növekvő víztartalommal csökken a tárolási-modulusz, hasonlóan, mint a hőmérséklettől való függésnél, miközben a két hatás szuperponálhatóságát már bemutattuk (lásd 3.4.). A víz lágyító hatása a nem kristályos száltartományokra az üvegesedési hőmérséklet csökkenéseként adható meg: ez a nedvességfelvétel egész tartományára PA 6-nál és PA 6.6-nál kerekén 80 K [101], [102], [103], [104], PAC-nál 35 K [89], PES-re 20-30 K [31], [105], [106].

A változó húzáson kívül a szálak más dinamikus igénybevételi módja is fontos azok anizotrópiája és a meglévő keresztmetszeti inhomogenitása miatt a viszkoelasztikus tulajdonságaik vizsgálatához (lásd. 3.8.1.).

3.6. A hang terjedési sebessége

A hangterjedés vizsgálata 100 Hz feletti frekvenciáknál ajánlott [4], [5], [90], [107], [108]. A test igénybevételét eközben extrém kis értéken lehet tartani. Ha a hanghullám hossza nagy a továbbító közeg keresztirányú méretéhez képest, amely szálaknál akusztikus frekvenciával elérhető, akkor a nyúlási hullámok úgy terjednek, [1], [109], hogy a mérendő u fázissebessége egyszerűen adja az E –moduluszt:

$$|E(\omega)| = \frac{\rho u^2}{1 + \left(\frac{\beta u}{\omega}\right)^2}$$

ahol β = csillapítás, ρ = sűrűség, ω = körfrekvencia.

Elegendően nagy frekvenciákra $\omega^2 \gg (\beta u)^2$, ebből adódik szónikus E-modulusként az

$$|E| \approx \rho u^2,$$

amely a szálakra gyors információt ad (pótlólagos keresztmetszet- vagy finomsági szám mérés nélkül) a nyújtási folyamatban elért átlagos molekula orientációról [1], [115], [116].

Az u meghatározására alkalmasak az impulzus futásidő mérési módszerek [1], [4], [108], [112], [113] és a szálban történő álló hullámok előállítás is, amelyek csillapítása az E-modulusz veszteségfaktorát adják [108], [114], [115].

Mint már a 3.1.2. fejezetben az erő-nyúlás karakterisztikánál hangsúlyoztuk, a molekula orientáció a száltengelyhez, különösen a nem kristályos szegmenseké, a mechanikai száltulajdonságokat nagy mértékben befolyásolja.

A hang terjedési sebességek mérései az üvegesedési hőmérséklet alatt a nem kristályos szegmensekre lehetővé teszik az E-modulusz meghatározását,

$$E \approx \lim |E| \quad \varepsilon \rightarrow 0 \text{ és } t \rightarrow 0,$$

miközben elegendően rövid t igénybevételi idő alatt orientáció változást okozó helycsere nem fordulhat elő.

Egy ilyen módon mérhető E-modulusz összefügg valamennyi szegmens $\overline{\cos^2 \varphi}$ átlagos orientációjával – a φ a polimerlánc és az orientáció iránya (a szál tengelye) által bezárt szög – a következők szerint:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E_{\perp}} \overline{\sin^4 \varphi} + \left(\frac{1}{G_{\parallel}} - \frac{2\nu_{\perp\parallel}}{E_{\parallel}} \right) \overline{\sin^2 \varphi \cos^2 \varphi} + \frac{1}{E_{\parallel}} \overline{\cos^4 \varphi}$$

Az összefüggés a WARD [90], [110] által javasolt rotációs izotróp struktur-elemek modellen alapszik, rövidebb lánc szegmensek transz- konfigurációban, amelynek elaszticitás tenzorai (E_{\parallel} , E_{\perp} , ...) a teljesen axiálisan orientált testnek megfelelnek és amelynek elrendeződése a szilárd testben egy mindenkori orientációt jellemez.

Adott homogén minta feszültségnél a teljes szerkezeti elemek teljesítései összeadódnak az $1/E$ szilárd test teljesítéssé.

Az elképzeléseket kísérletileg vizsgálták és néhány polimerre bizonyították [90].

Nagyon orientált testekre az E_{\perp} , E_{\parallel} , G_{\parallel} értékei meglévőek, [4], [5], [46], [64], [90].

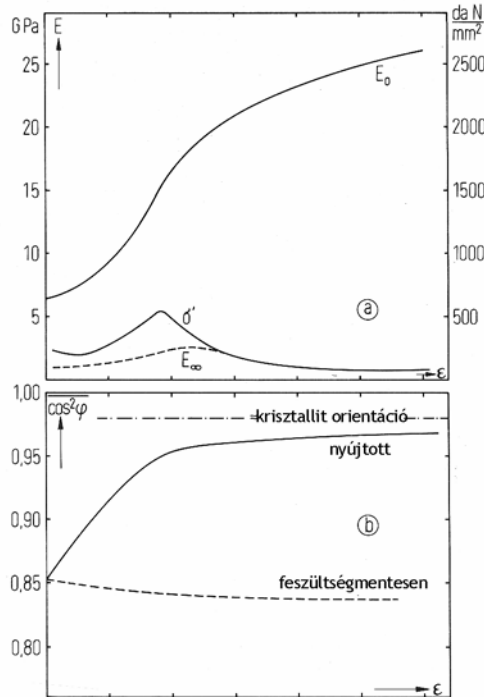
Ha a $G_{\parallel} \approx E_{\perp} \ll E$ összefüggést figyelembe vesszük, akkor az előző képlet a következő közelítő képletté egyszerűsíthető [6]:

$$\frac{1}{E} \approx \frac{1 - \overline{\cos^2 \varphi}}{E_{\perp}} \rightarrow \overline{\cos^2 \varphi} \approx 1 - \frac{E_{\perp}}{E} = 1 - \frac{2E_u}{3E}$$

$$\overline{\cos^2 \varphi} = \frac{1}{3} \text{ esetén } E = E_u$$

A hangterjedés kevésbé orientált polimerekben túlnyomóan az E által jellemzett lánciránnyal keresztbeni kölcsönhatásokon alapszik. Növekvő orientációval a $\overline{\cos^2 \varphi}$ átlag $>0,7$, azonban a keresztirányú hajlékonyság $1/E_{\perp}$ még kevésbé használódik az impulzus továbbadásra, míg végül a nyújtott láncszegmensek ellenállását túl kell szárnyalni. Mivel ez valójában nem merev, a $\lim 1/E$ sem lesz nulla, hanem $\lim 1/E = 1/E_{\parallel}$ -hez tart, ($\overline{\cos^2 \varphi} \rightarrow 1$).

Ha a hangsebességet egy szokásos vizsgálati sebességgel nyújtott szálban figyeljük meg, (17. ábra) akkor pl. PA 6- nál egy 25 GPa E - modulusz nagyságot túl kell lépni [1], hogy a 170 GPa [46] kristályos E -moduluszhoz közel kerüljünk. A szálnyújtás során orientálódnak a nem kristályos molekula szegmensek is a krisztallitok irányába ($\overline{\cos^2 \varphi} \leq 0,95$), úgy hogy a húzóerő megszűntével ismét egy gubancolódott alakba visszatérjenek. Ezen a mechanizmuson alapszik lényegében a textil célokra használt nyúlási és visszaalakulási képesség a szerves szálak esetében (lásd. 3.3.).



17. ábra a. / nyújtott PA 6 fonal nyúlási modulusza a nyúlás függvényében a hang terjedéséből 6,7 kHz-nél a nyújtás közben [1].

$$\sigma' = \frac{d}{d\varepsilon} \sigma(\varepsilon) ; \quad E_{\infty} = \lim_{t \rightarrow \infty} \sigma'(\varepsilon)$$

b. / Az E_0 -ból számolt átlagos molekula orientáció a nyújtáskor és feszültség mentesítéskor

Az átlagos molekula orientáció számításához a hang terjedéséből kapott E-moduluszból az előző egyenlet szerint, szükséges egy nem orientált test megbízható E_u -értékének ismerete. A megfelelően meghatározott E-modulusz, $E_u \sim E_{\perp}$, jellemzi a molekulák közötti kölcsönhatásokat, amelyek kölcsönhatási foka általában a szál gyártása során, főleg pedig a hőfixálásnál változhat [55], [58]. Így a makroszkópikus E-modulusz erős visszaesése ($E \approx E_{\perp} / 1 - \cos^2 \varphi$) orientált szálak gyors felhevítésekor a molekuláris kölcsönhatások drasztikus csökkenésére vezethető vissza (lásd 10. ábra) [55].

A szokásos nyújtási sebességeknél a feszültség-nyúlás görbe emelkedése is bizonyíték a köztes kristályos molekula szegmensek orientációjára, ha azok helycseréjét a nyújtás ideje alatt számításba vesszük.

A feszültség relaxáció szerint meghatározott E-modulusz (lásd 3.1.1.fejezet) korlátozza érvényességét a relaxált tie-szegmensekre (a krisztallitok és a fibrillák között) [2], míg a hőmérséklet variálása még egy differenciálódást lehetővé tesz.

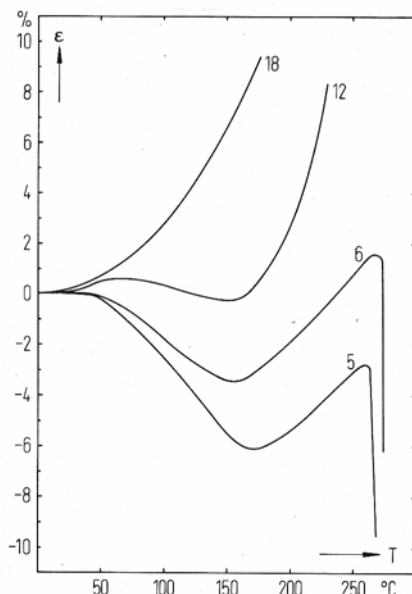
Műszaki használathoz, pl. gumiabroncshoz kordfonalként, fontos a szálak kifáradási ellenállása tartósan változó igénybevétellel szemben. Megfelelő vizsgálatokat végeztek húzó és hajlító igénybevételekkel is [41], [116], [117], [118].

Az igénybevétel módja pl. egy mindenkor feszültségmentesítés is az egymást követő terhelési löketek között, befolyásolja a szál fáradását és a végül fellépő szakadást [63]. Megpróbálták a fáradást a hordozó tie- molekulák fokozatos lebontódására visszavezetni [41], az egyedi szakadási ismertető jeleket specifikus szálszerkezettel magyarázni [4], [56], [63], [119], [120], [121].

3.7. Termomechanikai analízis

A szálak hajlékonyságáról a hőközlés közben vizsgált hosszváltozással (zsugorodás) is felvilágosítást kaphatunk (TMA). A hőközlés jellemzője, hogy időegység alatt azonos a hőmérsékletnövelés mértéke.

Egy orientált szál alacsony előfeszültségénél a nyúlásra egy zsugorodás szuperponálódhat (18. ábra).



18. ábra: TMA egy PAC szálra [122] szerint, paraméter: előterhelés mN/tex-ben

A teljes analízisek példái a feszültség variálásával PES-re a [34], [122], PAC-ra a [123], PA 6.6-ra a [124] irodalmi hivatkozásokban találhatóak.

A termikusan kiváltott szakadások, mint zsugorodás ("szakítási pihenés") a nem kristályosodó polimereknél különösen egyszerűen visszavezethetők az intermolekuláris kölcsönhatásokra, mint ahogy azt BONART [95] és HENNIG [130] a PMMA modelljén bemutatták. A TMA segítségével a makroszkópikus hatások bizonyos megértése is lehetséges az előidézendő elemi mechanizmusokban.

A kristályosodó szálaknál pótlólagosan figyelembe kell venni a kristallitok kristályosodási kinetikáját és stabilitását, továbbá a zsugorodás függését a külső paramétereiktől, T , T' , w , σ (lásd 3.4.).

Elvileg bármely mechanikai tulajdonság tárgya lehet a TMA vizsgálat. Így érdekes az az erő, amely az azonos mértékű felhevítéskor fellép. A befagyott alakváltozások azután "zsugorodó erőkként" [86] alakulnak ki, amelyek a T , T' és pl. az anyagnedvesség w függvényében megfigyelhetők. Mivel a zsugorodás nagysága nem enged következtetni az előidéző erő nagyságára ezért a zsugorító erő nagysága egy pótlólagos információ.

Ugyanakkor a zsugorodási erő változása a hőmérséklettel megfelel a "zsugorodás-hőmérséklet-koefficiens", azaz a $-dl/dT$ hőmérséklettől való függésének [86].

Filamenteken és szálakon végzett zsugorodási erő mérések lehetővé tesznek visszakövetkeztetéseket a lezajlott nyújtási folyamatokra, különösen a termikus lebontódásra, a közben fellépő visszaalakító feszültségekre [130], [131]; ezek szolgálnak továbbá a gyakorlati, pl. a súrlódási erők által akadályozott zsugorodás megítélésére a feldolgozott szálaknál.

Az alacsonyan terhelt szálak megfigyelendő hosszúság változásai mutatják a termofixálás fokát termikus utánkezeléseknél [130]. A terheletlen szálak szabad zsugorodása is ad egy ilyen mértéket. Egy szálszugorodás forró vizes adatánál, az ún. főzési zsugorodás a tulajdonságok összehasonlítását adja és a fixálatlan szálakra magasabb értékek adódnak, mint a fixált szálak alacsonyabb értékei.

A pontosabb termoanalitikus vizsgálatoknál az irreverzibilis hatásokat a reverzibilisektől el kell választani. Néhány szál negatív nyúlási koefficiense [4], [78] a reverzibilis zsugorodási erőkben figyelhető meg, amelyek az irreverzibilis részt túllépik [18].

Azt, hogy bizonyos terhelésnél magasabb hőmérséklet elérésekor plasztikus nyúlás fellép-e, csak a vizsgált minta feszültség mentesítése és pihentetése után a mindenkori analízis hőmérsékletén állapíthatjuk meg biztosan.

A szálak duzzasztó szerrel való kezelése a hőmérséklet növelésével ekvivalens. Ezt a TMA módszerrel analóg HEIDEMANN és BERNDT [132] féle "Turgomechanikus analízis, TGA" – duzzadás okozta feszültség mechanikai analízise – veszi számításba.

3.8. Mechanikai viselkedés nyomó és hajlító igénybevételnél

A hajlítás nem elemi deformáció. A hajlított szál a konvex oldalán egy neutrális (igénybevétel nélküli) zónájú, ettől növekvő távolsággal jobban és jobban megnyújtva, a konkáv oldalán pedig megfelelően összetömörítve. A szálak anizotrópiája miatt az erő-nyúlási tulajdonságokból nem lehet minden további nélkül a kompressziónál lezajló magatartásra következtetni. Ezért fontos a tulajdonságokat közvetlenül a nyomási igénybevételeknél megismerni.

3.8.1. Nyomási igénybevétel

A szálak anizotrópiája alapján két elvi út van nyomást kifejteni, a szál irányában és arra merőlegesen. A keresztirányú komprimálhatóság vizsgálataira [19], [133], [134], [135], [136], [137], [138] támaszkodnak az E_{\perp} - modulusz és a $\nu_{\perp\perp}$ keresztirányú kontrakciós számok ismeretei. Az így meghatározott E_{\perp} értékek (lásd 1. táblázat) a várakozásnak megfelelően jóval a hozzátartozó E_{\parallel} érték alatt maradnak; az $E_{\parallel} / E_{\perp}$ arány >1 érték a nagyon változó szál anizotrópia mértékeként szolgálhat [47]; előfordulnak 2,5 és 171 közötti arányszámok.

| Szál | E_{\perp} daN/ mm ² | E_{\parallel} daN /mm ² | Anizotrópia faktor $E_{\parallel} / E_{\perp}$ | Irodalom |
|----------------------------|-------------------------------------|---|--|----------|
| PA 6.6 | 137 | 345 | 2,5 | [4] |
| PA 6.6 | 91 | 250 | 2,75 | [134] |
| PA 6.6 | 40 | 360 | 9 | [133] |
| PES közepesen orientált | 112 | 909 | 8,1 | [4] |
| | 62 | 1408 | 23 | [4] |
| PES erősen orientált | 24 | 1340 | 56 | [133] |
| PAC | 21 | 280 | 13 | [134] |
| Kevlar 49 | 76 | 13000 | 171 | [133] |
| Kevlar | 77 | 6700 | 87 | [133] |
| Grafit | 600 | 45000 | 75 | [133] |

1. táblázat: E-moduluszok, E_{\perp} , E_{\parallel} és anizotrópia faktorok.

Gyakorlati jelentősége van a keresztirányú összenyomhatóság vizsgálatának a szálak nyomóellenállásának megítéléséhez a feldolgozási folyamatokban (terjedelmesítés, színezés, mosás, ...), valamint erősítő szálak használatára kötőanyagokban. Az orientált szálak ellenállását is vizsgálták az axiális nyomási igénybevétellel szemben, főleg vastagabb mintákon (kb. 1 mm átmérőjűek), ez általában kisebb, mint azok nyúlási ellenállása. Az axiális és a radiális összeszorításnál már kis terhelések után egy

elaszticitási határt túllépünk, amelyen túl a tömörítési ellenállás erősebben csökken és nagyobb alakváltozások lépnek fel.

A hajlékonyság axiális nyomás alatt a nyújtott monofelek termikus zsugorításával csökkenthető [139], [140], ahol ezen nyomási hajlékonyság függősége az orientációs paraméterekből kifejeződik.

Halmazódó tömörítő változó terhelésekkel DUNLOP és BARKER [141] 30 μm -es szálakra kifáradási töréseket bizonyítottak.

Kívánatosak lennének pontosabb ismeretek a mértékadó szerkezeti mechanizmusokról a tömörítési igénybevételeknél, amelyekről ezideig csak adalékok vannak (lásd pl. [142], [143]).

3.9. Szálak és terjedelmesített fonalak terjedelmessége

Egy szál-terjedelmesség alakját pontosan leírni jelentős ráfordítást igényel. A szálminták optikai letapogatásával lehetséges azok térbeli koordinátáit adatfeldolgozáshoz rendelkezésre bocsátani [144], [145].

Általában mindig vannak egyszerűbb módszerek, mint a hullám- gyűrődések száma egy definiált szálhosszúságon belül, a terjedelmesség mechanikus "kihúzása" vagy egy terjedelmesség mechanikus fejlődése ("terjedelmesség visszaalakulása"), a kisegítő paraméter értékek megállapítására (lásd 2. táblázat).

| ...sima szál/ filament fonal | ...göndörített szálak | ...terjedelmesített fonalak |
|------------------------------|--|---------------------------------------|
| | Hullámszám/ szálhossz | |
| Termikus zsugorodás | | Terjedelmesség visszaalakulás |
| Zsugorodási erő | | Terjedelmesség visszaalakítási erő |
| Nyúlás | Hullám megszüntető nyúlás ε | |
| Elasztikus visszaalakulás | Göndörítettség, e $e = 1/ 1+\varepsilon$ teljes visszaalakulásra | Terjedelmesség |

| | | |
|--|---|--|
| Elasztikus nyúlási arány (elaszticitási fok) | Göndörség tartósság | Terjedelmesség tartósság |
| Nyújtási erő | Hullám megszüntetési erő | Névleges terjedelmesség Terjedelmesség megszüntetési erő |
| Nyúlási modulusz | Terjedelmességi ellenállás | Terjedelmességi ellenállás |
| Az alakváltozás fixálási foka [40], [81], [82], [83], [84] | Termikus hullámosság stabilitás pl. főzésnél [146] | |

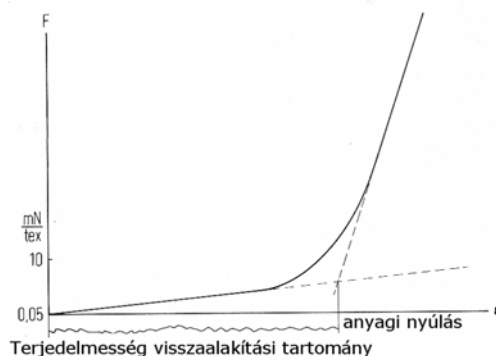
2. táblázat: Termikus- mechanikus tulajdonságok hasonló igénybevételnél

Egy ilyen terjedelmességi forma integrált felfogásánál egy idealizált helyettesítő alakot egyetlen paraméterrel jellemzünk mennyiségileg ("fűrészfog sor", " fonalkontrakció", ...), amelynek használatát a következtetés célja határozza meg.

A terjedelmesség részleteinek visszaadását (gyűrődési sugár, hajlítási szög, ...) ekkor el kell hagyni, vagy minőségi megfigyeléseket kell végezni (pl. a szál nagyított képén).

A terjedelmesített fonalak a gyártási módjuk alapján többé, vagy kevésbé terjedelmesítetlen alakban vannak, a látens terjedelmesség kinetikailag gátolt. Alkalmas termikus kezelési feltételeknél a terjedelmesítetttségi képességet a terjedelmesség visszaalakulásával (hiányzó vagy csekély előfeszültség mellett) vagy terjedelmesség visszaalakító erőként (fixen tartott fonalhosszúságnál) mérjük. A terjedelmesség kialakulásának "dinamikája" a súrlódási erők leküzdése révén jön létre, amellyel a gyakorlati esetekben számolni kell. Egyébként a még fellépő zsugorodási erőknel a viszonylag alacsony terjedelmesség visszaalakító erők mérés technikai elkülönítéséhez egy gondos termikus analízis szükséges [147].

Egy kialakított terjedelmesség "rúgóerejét" egy konstans nyújtási sebességgel felvett $\sigma - \epsilon$ diagram révén a terjedelmesség megszüntetési tartományban megítélhetjük. Lásd 19. ábra.



19. ábra. Terjedelmesített szál nyúlási karakterisztikája

A terjedelmesség megszűnés jellegét elvileg a hajlításnak és csavarásnak kitett elemi szálak mechanikai tulajdonságai határozzák meg. A terjedelmesség és a belépő anyagi nyúlás kihúzásával áttevődik annak erősen növekvő ellenállása, úgyhogy az emelkedési különbség alapján ebben az átmeneti tartományban a terjedelmesség megszűnési nyúlás könnyen azonosítható. A terhelési és a tehermentesítési ciklusokból az erő relaxációjára és a terjedelmességi elaszticitásra lehet következtetni. Egyszerűbben megállapítható értékek (lásd 2. táblázat) szolgálnak a terjedelmességi erő ill. a terjedelmességi elaszticitás testszerű megítéléséhez. Nem túl nagy vizsgálati terhelésnél (kisebb, mint 0,1 N/tex) mindig csak a terjedelmesség egy része húzódik ki irreverzibilisen; a reverzibilis rész feszültségmentesítéskor és melegítéskor részben visszarugózan és retardálóan képződik, részben a befagyott alakváltozások lokális zsugorodása alapján ismét visszaalakul.

Mivel a szálterjedelmesség terhelései az előző nagyságrendűek a továbbfeldolgozási folyamatokban, pl. fonal fonásakor, ezért a terjedelmesség ismételt visszaalakuló képessége, mint egy színező fürdőben, gyakorlati jelentőségű. Ehhez a szálnak egy "emlékezetre" van szüksége, amelyre a terjedelmesség formáját megfelelő hőfixálással kialakították.

Az ilyen hőfixálás lehetősége a szál alakításához feltételez áthelyeződő képes kölcsönhatásokat az alakadáskor érintett molekula szegmensek között.

Amint a [85] mélyebben megmagyarázza, a belső molekulák közötti kölcsönhatások, amelyek termikusan eléggé aktíválhatók, a deformációkor egy új egyensúlyi helyzetet vesznek fel, lehütéskor egy F_1 "fixálási rendszert", miközben a deformációkor nem egyensúlyban maradó kölcsönhatások egy S_1 feszültségi rendszert alakítanak, amely a tehermentesítéskor visszaállító és ezen felül a zsugorodási feszültségekben

megfigyelhető. A deformáció annál jobban stabilizálható, minél gyengébben alakul ki az S_1 , és minél erősebben az F_1 . A megkövetelt szálforma hőfixálása ezért egy szerkezeti átalakulás az S_1 mélyreható lebontódásával és az F_1 megerősödésével.

Különösen kristályosodó képes szálnál egy terjedelmesség fixáló rendszerre az újrakristályosodása erősségében és egy morfológiai kapcsolat kialakításában a kristályos és a kristályok közötti tartományok egy alacsonyabb szabad entalpiát eredményeznek.

Az F_1 nagyságának jelentősége megmutatkozik a terjedelmesség igénybevételénél, mint ahogy az a hamissodrásos terjedelmesítésnél már a sodratadó után, göndörített szálképzői szálnál a fonál fonásánál fellép. Az F_1 ismételt igénybevételnél egy másodlagos S_2 feszültségi rendszerre és egy új F_2 fixáló rendszerre hasad.

Az F_2 -nek csak gyengének kell lennie, hogy a következő feszültségmentes melegítésnél az először befagyott és most ismét hatékonyra váló S_2 feszültségi rendszer érvényesüljön és a beépült szálforma újra alakulását, mint pl. a színező fürdőben való látens terjedelmességénél, biztosítsa.

Az alakadásnál és termofixálásnál elért terjedelmesség stabilitás vizsgálata termikus feltételek mellett történik. Egy nem tökéletesen leépült S_1 feszültségi rendszer, pl. forró vízben, nem stabil terjedelmes részeket, [146] bizonyíthat.

Az F_1 fixáló rendszer nagyságának megítélése a terjedelmesség igénybevételénél a hőmérséklet függő kontrakciós erők mérésével történik ($\sim S_2$).

Természetesen az egyéb szálformák stabilizálása is, mint amely sokféle textil cikkhez kívánatos, az alkalmas molekuláris fixáló rendszer kialakításával kapcsolatos. Gondoljunk a bevezetésnél említett gyűrődés ellenállóképességre, vagy a gyakran megkövetelt vasalás állóságra az egyes ruhadaraboknál.

3.10. A poliamid 6 röntgendiffrakciós vizsgálata

3.10.1. A poliamid 6 kristályszerkezete

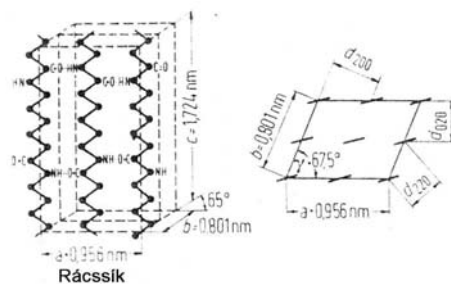
A poliamid 6 és a poliamid 6.6 láncai teljesen nyújtott állapotban azonos geometriai periódusúak, amely a poliamid 6.6-nál a kémiai periódusnak, a poliamid 6-nál két monomer egységnek felel meg [6], [148].

A poliamid 6 azonos módon kristályosodik, mint a monoklin rácsú cellulóz, ugyanakkor a poliamid 6.6 triklin rácsokat képez.

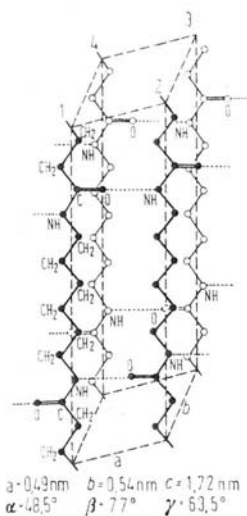
A poliamid 6 ráccsellájára nyolc monomer egység, míg a poliamid 6.6-nál csak egy-egy

monomer egység jut.

A 20. és 21. ábrák a rácscellák szerkezetét és az elemi cellák méretét mutatják [6].

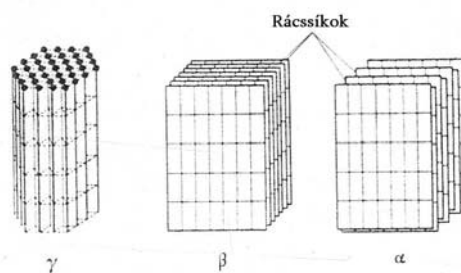


20. ábra: A poliamid 6 rácscellája. Az a, c-síkok rácscsíkok.



21. ábra: A poliamid 6.6 rácscellája és a rácscsik szerkezete.

A 22. ábra mutatja a poliamid 6 kristály módosulatait.



22. ábra: A poliamid 6 kristály módosulatai:

- a./ statisztikusan hexagonális γ - módosulat, rácscsíkok nélkül
- b./ monoklin β - módosulat, azonos magasságban lévő rácscsíkokkal,
- c./ monoklin α - módosulat, egymással váltakozóan eltolódó rácscsíkokkal

A γ és β - módosulatnál az ...NH/CO...csoportok között kialakuló H-kötések a makromolekula láncoknál azonos vízszintes síkokban alakulnak ki.

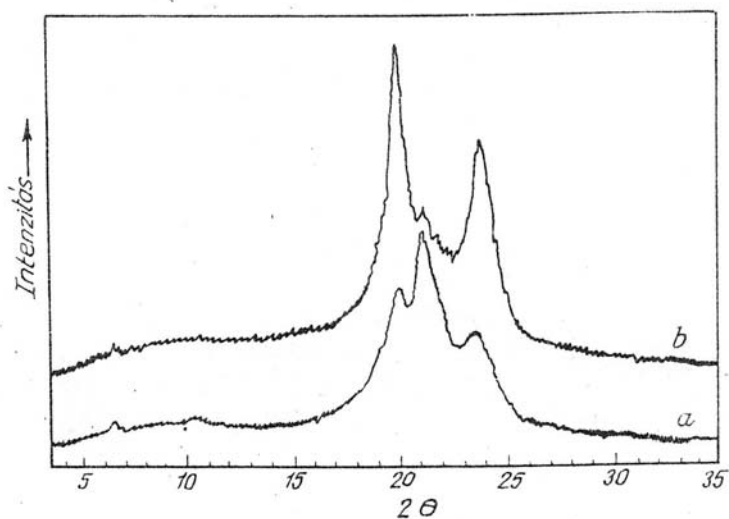
Az α - módosulatnál a rácscik eltolódások váltakozóan $3/14 c$ ($c = 1,724\text{nm}$) értékkel jelentkeznek, amely a poliamid 6.6 szerkezetére jellemző.

A γ szerkezet az úgynevezett alacsony hőmérsékletű módosulat, amely kb. $100\text{-}150\text{ }^\circ\text{C}$ -nál képződik. $150\text{-}200\text{ }^\circ\text{C}$ közötti kristályosodási hőmérsékleteken az α - és β -szerkezetű monoklin rács a jellemző és uralkodó.

A poliamid 6 hexagonális módosulatának, fajtérfogatának és kristályosságának változását a hőkezelés függvényében jól érzékelteti [193]. A hűtött mintánál a kristályos területből 100 % jut a hexagonális módosulatra, $90\text{ }^\circ\text{C}$ -os hőkezelés után 65%, $140\text{ }^\circ\text{C}$ -os után 47 %, $170\text{ }^\circ\text{C}$ -os után 36,4%, $190\text{ }^\circ\text{C}$ -os után 21,8 %, $210\text{ }^\circ\text{C}$ -os kezelés után 3,4%. A hőkezelés során a fajtérfogat csökken, azaz a sűrűség nő, amely változást a hexagonális-monoklin átmenet indokol, ugyanakkor az összes kristályosság gyakorlatilag változatlan, az induló 41,3 %-kal szemben 40,2 % (BODOR G., 1967).

3.10.2. A poliamid 6 röntgenképe és röntgen vizsgálati jellemzői.

A 23. ábra mutatja [193] szerint a poliamid 6 röntgen képét



**23. ábra: a./ túlnyomóan hexagonális módosulat poliamid röntgen képe
b./ ugyanazon minta hőkezelés után, túlnyomóan monoklin módosulattal**

A röntgen diagramok értékelésénél és az értekezés számításainál figyelembe vett poliamid 6 jellemző röntgen- és sűrűség adatok a 3. táblázatban találhatóak.

| Módosulat | Jellemző röntgen interferencia sávok | Sűrűség |
|-------------------------|--|------------------------|
| hexagonális(γ) | $d = 0,410 \text{ nm}$ | $1,150 \text{ g/cm}^3$ |
| monoklin(α) | $d = 0,440 \text{ nm}$ és $0,370 \text{ nm}$ | $1,230 \text{ g/cm}^3$ |
| amorf | $d = 0,420 \text{ nm}$ (elmosódott) | $1,097 \text{ g/cm}^3$ |

3. táblázat: A poliamid 6 jellemző röntgen- és sűrűség adatai.

4. KÍSÉRLETI RÉSZ

A kísérletek, ill. mérések a következő cégeknél, intézményeknél kerültek lebonyolításra: Zoltek Rt, Nyergesújfalú Danamid Selyem Üzletág szálképző-, feltekerceselő-, terjedelmesítő üzemrészek, valamint vegyi és textil laboratórium; Budapesti Műszaki Főiskola, Rejtő Sándor Könnyűipari Mérnöki Kar Bőr-, Textil- és Ruhatechnológiai Intézet, Textiltechnológiai Tanszék; Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Polimertechnika és Textiltechnológia Tanszék- hang terjedési sebesség mérése; Bay Zoltán Anyagtudományi és Technológiai Intézet, Budapest- röntgendiffrakciós vizsgálatok; MTA Központi Kémiai Kutató, Budapest- a röntgen felvételek kiértékelése.

4.1. Kiindulási adatok, használt fogalmak, kitűzött célok.

Az értekezés POY filament fonalakat vizsgál. A filament, vagy filamens fonalak több elemiszálból álló végtelen szálak, a köznyelvben szintetikus selymek elnevezés alatt ismertek. A filament fonal kifejezés végtelen elemi szálak szálkötegét jelenti, akár sima, sodrott vagy terjedelmesített formáról van szó. A fonal szó alatt általában vágottszálból font fonalat szokás érteni. Ugyanakkor a POY, a filament, vagy a selyem megnevezés bármelyike önmagában egyértelművé teszi a végtelenszál jelleget.

A textilipari filamentek szokásos finomsága 17 dtexf3, 22 dtexf5, 44 dtexf12, 78 dtexf20, 100 dtexf24, 160 dtexf40, egy vagy két ágban.

A végtelen szálak finomságát finomsági számban (Nm), vagy lineáris sűrűségét tex-ben adják meg, amely 1000m hosszú szál tömege g-ban kifejezve. A dtex kifejezés ugyanilyen elterjedt.

A szálak szilárdsága alatt vegyesen érthetünk húzószilárdságot, vagy szakítószilárdságot, vagy ezek fajlagos értékét. A diagramokban szerepelnek GPa, daN/mm² azaz területre fajlagosított erő vagy N/tex lineáris sűrűségre fajlagosított erő, illetve ezek prefixumos mértékegységei is. Poliamid 6 filamentekre $\rho = 1140 \text{ kg/m}^3$, ezt figyelembe véve $1\text{GPa} = 877 \text{ mN/tex}$.

Az értekezés célja, hogy a legegyszerűbb POY- alapfonal vizsgálatokból – gyakorlatilag a szakítógörbe felvételéből és elemzéséből – kiderítsük, hogy a

szálszerkezet mennyire rendezett ahhoz, hogy a terjedelmesítés gond nélkül végrehajtható legyen, avagy milyen technológiai nehézségekre kell számítani.

A terjedelmesítéssel az értekezés a megszabott terjedelem miatt nem tud foglalkozni. Ugyanakkor többször történik rá hivatkozás, ezért az alapelveket röviden be kell mutatni. A terjedelmesítés a hamissodrás elvén frikciós kerámia tárcsákkal történt, 1-5-1 tárcsa kombinációval. A fűtőzóna hőfoka általában 170-180 C° közötti, a beállított átlagos hőfokra $\pm 1\text{C}^\circ$ pontossággal szabályozható. A fonalnyújtást lényegileg a POY filament bemenő finomsága és a végső finomság aránya szabja meg, így az értéke normál esetekben 1,15-1,25 közötti.

Lényeges paraméter a D/Y arány, a disk-tárcsa kerületi sebessége és a fonalsebesség hányadosa. A tárcsák átmérője 45 mm volt, a fonalsebesség 450-500 m/perc, a D/Y arány pedig 1,750-2,000 közötti.

4.1.1. A vizsgált minták jellemzése

Az 1. minta Radici natúr, 9,8 texf18 finomságú névlegesen. Tényleges finomság 9,89 tex. A szokásos 20 elemiszál helyett csak 18, a vastagabb elemiszál önmagában kedvezőbb feldolgozhatóságot ígér.

Az 1. minta terjedelmesítése problémamentesen történt, 1% alatti hulladékmennyiség mellett.

A 2. minta Yulon natúr, tényleges finomsága 9,16 texf24. Alacsony titer, nagy szálszám, a vékonyabb elemiszálak több gondot jelenthetnek a terjedelmesítéskor, hacsak nem kiváló az alapfonal.

A 2. minta terjedelmesítése is problémamentes volt, szintén 1% alatti hulladékkal.

Ez a tény jelzi, hogy valóban nagyon jó az alapfonal, pedig az elemi szálak finomsága $91,6 \text{ dtex} : 24 = 3,82 \text{ dtex}$, szemben az 1. minta 5,44 dtex-es vastagabb elemi szálaival.

Az 1. és 2. minta értékeléséhez összehasonlításul a saját gyártású natúr POY fonalak jellemzése a következő: jó gyártási menet esetén a tekerceselői hulladék 2-3%, a terjedelmesítésnél 5-6%. Menetromláskor ezek a számok 3-5%-ra, illetve 6-10%-ra módosultak.

A 3. minta Radici fekete, névleges finomság 10,2 texf18, tényleges titer 10,38 tex. Mesterkeverék adagolással színezték, a szál koromtartalmú. Nem lehetett véletlen, hogy a titert a névleges felett tartották, ez könnyebbé tette a gyártást.

A 3. minta terjedelmesítése jó üzemmenettel történt, 2% átlagos hulladék mellett.

A 4. és 5. minták saját gyártású POY szeletkéből készültek. A polimerizációnál Nylostab-SEED adalékanyagot használtunk 0,15% mennyiségben a kaprolaktámra számítva. Egyúttal a benzoosav molekulásúly stabilizátor mennyiségét csökkentettük. A márkanév 1,3-benzéndikarboxamid-N, N'-bisz (2,2,6,6 tetrametil-4-piperidin) kémiai összetételt takart. A vegyület a polimer láncba is beépülhet és lánczáróként is reagálhat. Az ajánlás szerint javítja a szálképzői menetet (kevesebb szálszakadás, ritkább szálképzőlap cserék), és színezés esetén kevesebb színezékre van szükség.

Az előbbiekkal jellemzett polimerből a 4. minta SEED-fekete megjelöléssel saját mesterkeverék adagolóval készített fekete POY fonal, finomsága 10,00 texf20 volt.

A 4. minta szálképzése, feltekeresése sok problémával járt. Sok volt a rövid cséve, a hulladék 5-10% között mozgott. A terjedelmesítés még több gonddal és 15-20% hulladékkal történt.

Az 5. mintát flottában a szokásos receptúra összetétellel színeztük, majd szárítás után került a POY szálképzőre.

Az 5. mintánál a cséveképzés hasonló gondokkal járt, mint a 4. mintánál. A hulladék 5-10% között volt. Ugyanakkor a terjedelmesítést üzemszerűen nem tudtuk lebonyolítani, csupán különböző gépbeállításokkal mintákat készítettünk. Végül az eredménytelenséget tapasztalva a SEED-kék szeletkét LOY szálképzőn hasznosítottuk.

A 6. és 7. minták a Barmag cégtől kipróbálásra kapott gyorsfelcsévélő fejjel készültek 4200 és 3800 m/perc felcsévélési sebességgel. Az ömledék adagoló szivattyúk fordulatszámát nem lehetett növelni –mivel nyolc pozíció egy közös meghajtással rendelkezik– ezért a 6. minta szálfinomsága 7,93 texf20, a 7. mintáé pedig 8,77 texf20 volt.

A 6. és 7. minták 2-3 órás üzemmenettel készült mintacsévék voltak. Hosszabb idejű üzemeléshez nem lehetett megfelelő gyártási paramétereket beállítani (pl. szálhűtés, preparálás, szálfeszesség). A mintacsévék könnyen terjedelmesíthetők voltak.

Valamennyi mintára elvégeztük a szokásos vegyi- és textillaboratóriumi vizsgálatokat. A szálképző, tekereselő és a terjedelmesítés technológia paraméterei a művezetői naplókban és kísérleti engedélyekben kerültek rögzítésre, így minden mintához azonosíthatóan visszakereshetők.

Az 1-2-3-as minták 5 tonnás tétel nagyságok vizsgálati és gyártási tapasztalatait jellemzik.

A 4-es mintához tartozó POY filament alapfonal mintegy 1,5 tonna, az 5-ös mintához 0,5 tonna gyártása történt.

A 6. és 7. mintákhoz mintegy 50-50 kg-nyi kísérleti filament tartozott.

A saját gyártású natúr POY alapfonal 1000 tonnás nagyságrendű volt.

4.1.1.1. A vizsgálatok száma és a feldolgozhatóság értékelése

Az 1-2-3-as minták 5-5 tonnás tétel nagyságot jellemeztek. A terjedelmesítési paraméterek beállításához és a tételek minőségének első ellenőrzéséhez 4 db 9 kg-os vagy 12 kg-os POY fonal cséve vegyi- és textillaboratóriumi vizsgálata történt. Az előírások szerint 1 db csévéből $n=20$ szakítást kell végezni. A szakítógép a maximális erő és a maximális nyúlás értékeket vonal diagramként rajzolja és ezek átlagát adja meg.

Az 5 tonnás tételek feldolgozása 5 nap alatt fejeződött be. Az első 2 napon ismét 4-4 db POY fonal cséve szakítása történt. Így 12 db csévéből összesen $n=240$ adat erő és nyúlásátlagának ismeretében 1 db cséve kiválasztásával abból $n=5$ szakítógörbe felvételére került sor, amelyeket az értékelés feldolgoz. Ugyanezen cséve anyaga került röntgendiffrakciós és ultrahang terjedési sebesség vizsgálatra.

A 4-5-6-7 minták anyagából 4-4 db csévéből $n=80$ szakítás történt. Az átlagok, szórások és a variancia koefficiens ismeretében 1-1 db cséve kiválasztásával szintén $n=5$ szakítógörbe felvételére került sor.

A feldolgozhatóság értékelésénél figyelembe vettük, hogy a terjedelmesítés használt, korszerűtlen terjedelmesítőgépeken történt, ezért a fonalsebesség csak 400-500m/perc közötti lehetett.

A normál üzemi termelési kapacitások is erre vonatkoznak.

A feldolgozhatóságot valamivel biztosan javítja a sebesség csökkentése, de értelmetlen 250-300 m/perc alkalmazása, mivel a jó PA 6 POY alapfonal korszerű gépeken 600-800 m/perc sebességgel terjedelmesíthető.

Ezek figyelembevételével a feldolgozhatóságot akkor ítéltük jónak, amikor szinte csak a fonal befűzésekor és a kész terjedelmesített bikónuszok váltásakor képződött technológiai hulladék. Közben gyakorlatilag nincs szálszakadás, illetve nem a fonal minőségi hibájából következik be. Az erre jellemző hulladék mennyisége 1-2%.

Egy 9 kg-os POY csévéből 3 db 3 kg-os bikónusz gyártható, mintegy 36 óra üzemidő alatt. A váltási idő tehát 12 óra. A jó alapfonal iránti követelmény, hogy műszakonként alig legyen szakadás.

A másik véglet a „feldolgozhatatlan” POY cséve kategória, amelynél nem lehet olyan terjedelmesítő gépbeállítást találni, amelynél néhány perces menet után szálszakadás ne következne be.

Az értekezés a jól feldolgozható POY fonal minősítéshez optimális anyagszerkezetet, azaz makromolekula rendezettséget feltételez.

4.1.2. Szakítógörbék felvétele és feldolgozása

A szakítóvizsgálatokat egy Zwick 1504 típusú (üzembehelyezése 1972-ben) szakítógépen végeztük. Ezen a gépen van olyan mérési mód is, amelynél a szakítás ideje alatt a nyúlás és az erő változását rajzolja az írszerkezet a diagram papírra. Egyébként a szokásos üzemi vizsgálatoknál egy szakítás egy-egy vízszintes vonalat rögzít, amely a maximális erőnek, ill. a maximális nyúlásnak felel meg. Ebből a szakítás időbeli lefolyására nem lehet következtetni.

A vizsgálat elve: A fonalat a szakítógép két, egymástól előírt távolságra levő befogójába befogjuk. A befogók közötti távolságot folyamatosan, egyenletes sebességgel a próbadarab elszakadásáig illetve meghatározott húzóerő csökkenéséig növeljük és megállapítjuk a legnagyobb húzóerőt és az ehhez tartozó hosszváltozást.

A befogási hossz 500 ± 1 mm.

Előterhelő erő a névleges lineáris sűrűségre vonatkoztatva 5 ± 1 mN/tex.

Átlagos szakítási időtartam 20 ± 2 s.

Szakítás vége 2 % húzóerő csökkenéskor.

Mérési tartományok: nyúlásra 100 %, szakítóerő v. húzóerő 4,4-9,9 tex tartományra 0,5 kp, azaz $500 \text{ g} \cdot 9,81 \text{ m/s}^2 = 4905 \text{ mN}$ 100 % kitérés esetén.

A diagram-író szerkezet bal oldalán a nyúlás, jobb oldalán a szakítóerő értékek olvashatók le. A diagram 10 mm-es beosztású és 100 mm-ig tart.

A mérés során tehát a gép lerajzolta a nyúlás %- idő és az erő %- idő jelleggörbéket.

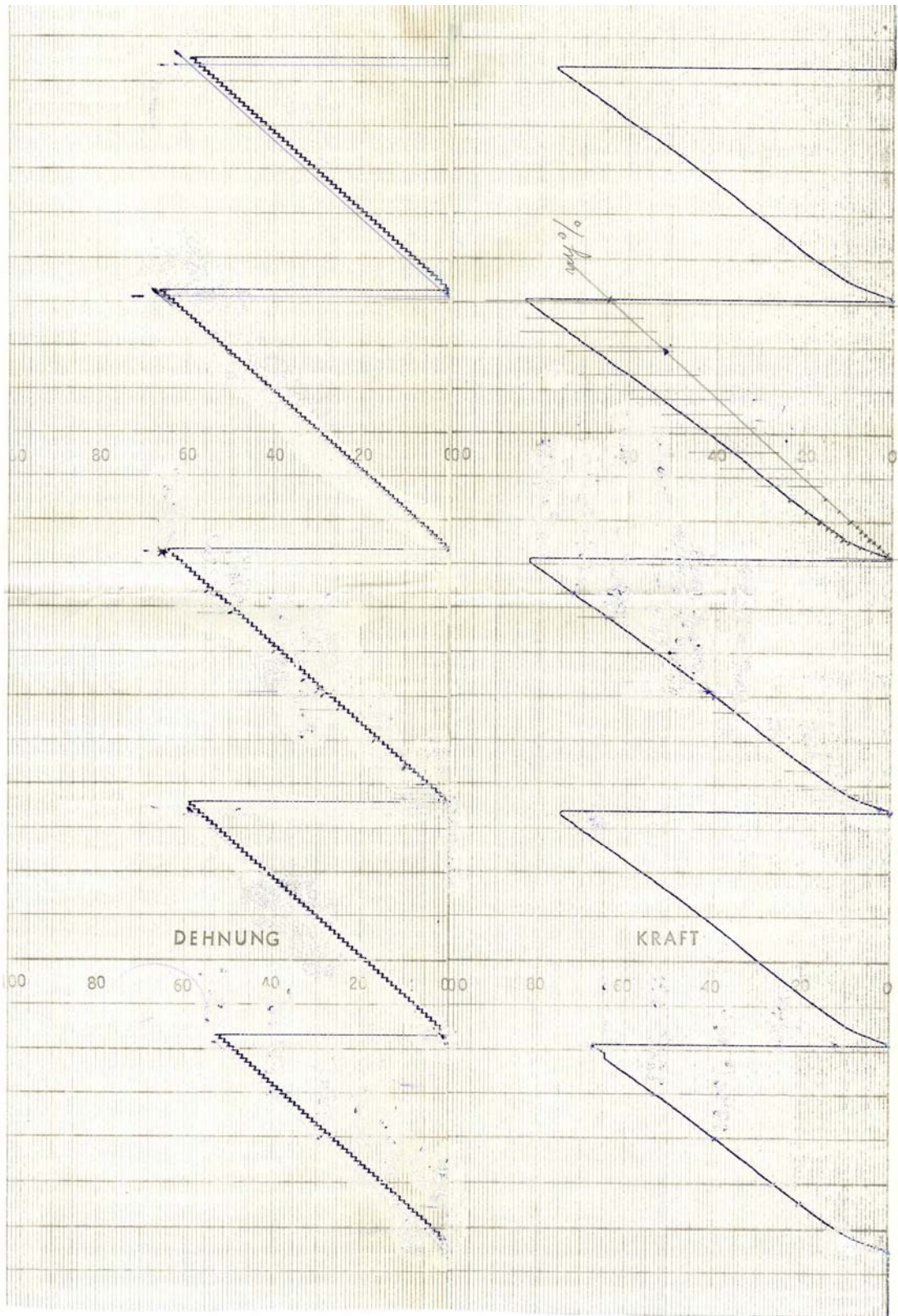
Manuálisan bejelölésre kerültek az összetartozó nyúlás % - erő % diagram pontok, ezzel az időtényező kiküszöbölésre került. Az erő % átszámításra került fajlagos húzóerő

értékre az $F = 4905 \text{ mN} \cdot \text{erő \%} / \text{tex}$ összefüggés szerint és ennek alapján $F [\text{mN/tex}]$ - $\varepsilon [\%]$ szakítógörbéké alakítottuk át a szakítógép által rajzolt diagramokat.

Az ily módon párosított pontpárokra negyedfokú polinomot illesztettünk. A polinomokat integráltuk, majd differenciáltuk a szerkezeti összefüggések vizsgálata céljából.

A 24. ábra mutatja be az 1. minta eredeti szakítódiagramját, a 2-7. minták szakítódiagramjai a 10.1 alatti 25-30. ábrákon láthatók.

A szakítási görbék értékelését az 5.1.1. és 5.1.2. fejezetek tartalmazzák.



24. ábra: 1. minta Radici natúr szakítódiagramja

4.2. A hang terjedési sebességének vizsgálata

A hang terjedési sebességének vizsgálatára használt berendezés és a szónikus modulusok, valamint az orientációs tényezők számításához szükséges elméleti összefüggések, továbbá a konkrét számítások a 3.6.1., a 4.2. és az 5.2.1. fejezetekben kerültek leírásra, illetve feldolgozásra.

A mérések elvégzéséhez a vizsgált POY-csévék külső felületéről kellő mennyiségű fonalréteget lefejtettünk. A „friss” fonalág (nem kiszáradt, nem sérült) egyik végét a berendezés megfelelő helyén rögzítettük. A fonalat a két érzékelő fejen - álló és mozgó - átvezettük és a másik fonalvégre 5g súlyt csíptettünk, amely biztosította a mérés alatt a fonal konstans feszességét. Mivel a fonalak lineáris sűrűsége 8-10 tex volt, így 5-6 mN/tex terhelési tartomány mellett mértünk. A berendezés 400 μ s idejű tartományban üzemelt.

A készüléket H.M. MORGAN. CO. INC. Cambridge, MASS., U.S.A. cég gyártotta.

A 31. ábra mutatja be az 1. minta eredeti vizsgálati diagramját.

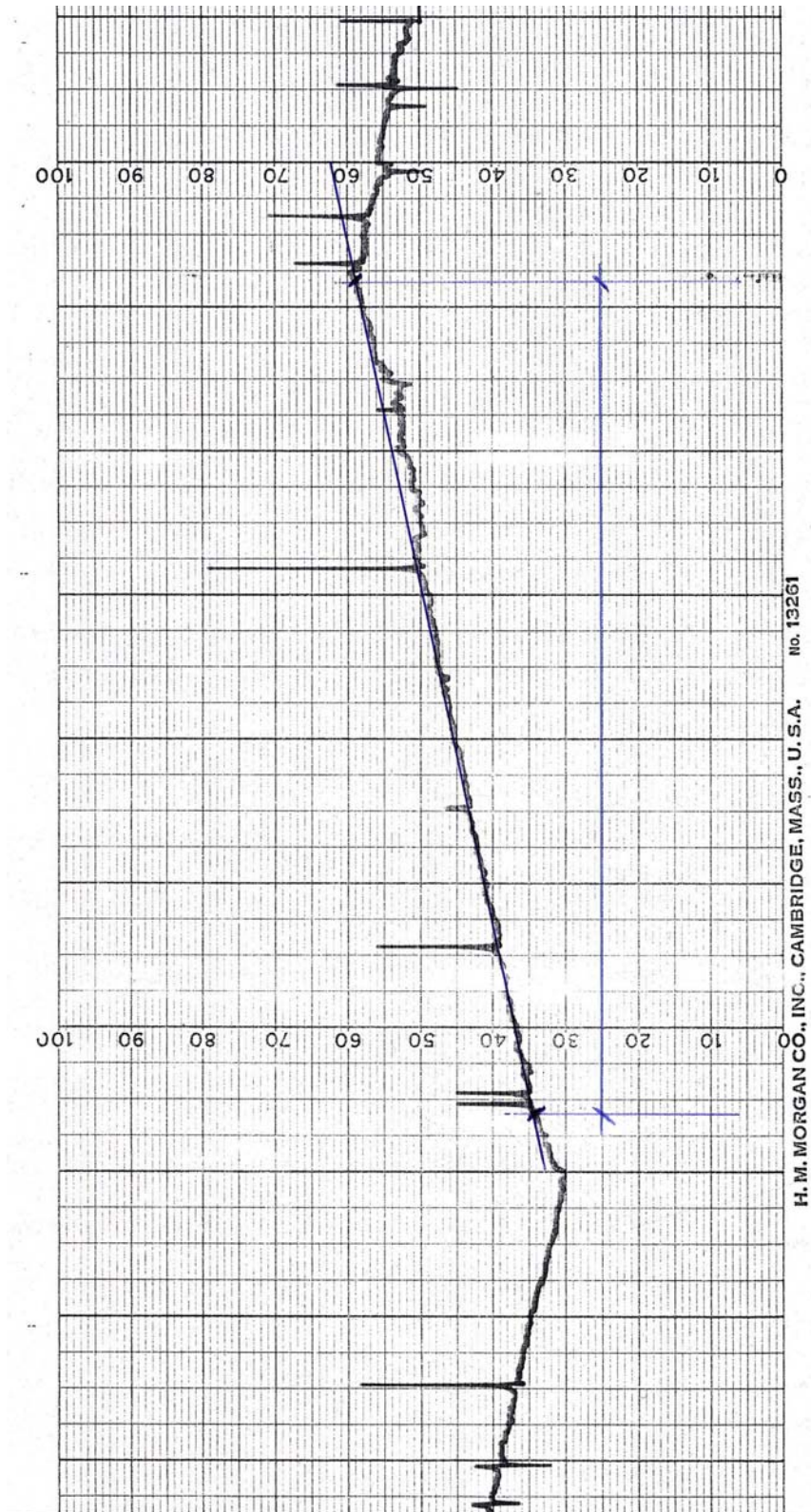
A 2-7. minták diagramja a 10.2. alatti 32-37. ábrákon láthatók.

A hang terjedési sebessége, C km/s, a diagramból a következők szerint számítandó:

$$C = \frac{\text{út}}{\text{idő}} \left(\frac{\text{mm}}{\mu\text{s}} \right)$$

100 skálarész függőleges elmozdulás 400 μ s-nak felel meg, a vízszintes elmozdulás mm-ben mérendő.

Az 1. mintára $C = 146 \text{ mm} / 100 \mu\text{s} = 1,46 \text{ km/s}$. A vizsgált minták értékelését az 5.2.1. és 5.2.2. fejezetek tartalmazzák.



31. ábra: 1. minta Radici natúr hang terjedési sebesség vizsgálati diagramja

4.3. Röntgen diagram felvétele és a kiértékelés módszere

A röntgendiffrakciós vizsgálatokhoz a fonalmintákat a berendezés minta-tartójával azonos méretű műanyag lapra motolláltuk. A fonalágak gyakorlatilag párhuzamosak voltak és a minták vastagsága a műanyag lapot egyértelműen elfedte.

Az így előkészített mintákat a diffraktométer minta tartója helyére rögzítettük.

A mérés, illetve a felvételek számítógéppel vezérelt Philips röntgen pordiffraktométeren készültek (generátor: PW1730, goniométer: PW1840, vezérlő: PW1710), Cu $K\alpha$ sugárzással ($\lambda = 0.15418$ nm), grafit monokromátorral és proporcionális számlálóval.

A kiértékelés módszere:

A digitálisan rögzített és tárolt felvételeket a mennyiségi fázisösszetétel meghatározását lehetővé tevő *teljes profil-illesztéses módszerrel* értékeltük ki. Ennek lényege az, hogy a polikristályos minta diffrakciós tulajdonságait leíró modellből kiszámítjuk, hogy ehhez milyen diffraktogram tartozna és ezt vetjük egybe a minta mért diffraktogramjával. A modell paramétereit addig finomítjuk, míg a mért és a számított diffraktogram különbsége az elérhető legkisebb lesz. (chi négyzet minimuma). Több kristályos fázisból álló minta esetében az egyes fázisok mennyisége (mennyiségi fázisösszetétel) is a finomított paraméterek közé tartozik.

Finomított paraméterek:

SHAPE: a csúcsalakot leíró függvény kitevője, értéke 1 – 100 között változik,

1 = Lorenz –profil

100 = Gauss – profil

FWHM: (Full width at half maximum= félértékszélesség), a reflexiók kiszélesedése az adott fázis kristallitméretének meghatározását teszi lehetővé.

xSize: kristallitméret, a koherensen szóró domének átmérője, nm-ben. Nem illesztett paraméter, a reflexiók félértékszélességéből számítjuk a Scherer képlettel:

$$D_{av} = K\lambda/\beta\cos\Theta$$

ahol $\lambda = 0.15418$ nm a $\text{CuK}\alpha$ sugárzás hullámhossza, K a Scherrer állandó (0.9) és β a figyelembe vett reflexió félértékszélessége, D_{av} az átlagos kristallitméret

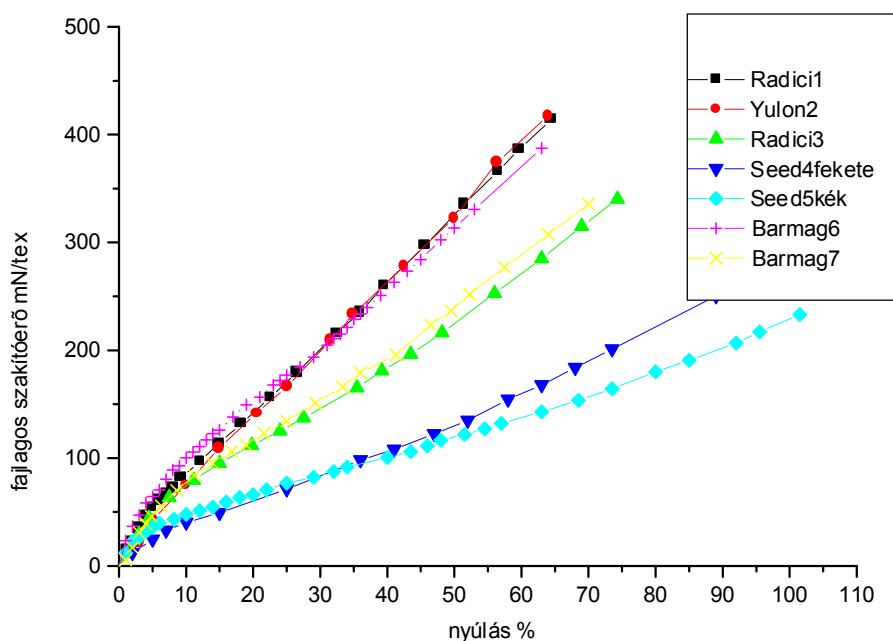
MAC: (Mass absorption coefficient, tömegabszorpciós tényező): az anyag kémiai összetételétől és a hullámhossztól függő tényező, számított, nem finomított adat. Ebben a modellben hatása elhanyagolható

5. KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉSÜK

A mérések, vizsgálatok eredményét diagram papírok, felvételek rögzítik, amelyekből az 1. minták eredménye került beépítésre az értekezés fő anyagába, a 2-7. mintákra vonatkozókat a mellékletekben találhatók.

5.1. Szakítási görbék értékelése

A hét minta egy ábrában történő megjelenítése érzékelteti a fajlagos húzóerő és nyúlás %-ok nagymérvű eltérését, különbözőségét.



39. ábra: A vizsgált minták fajlagos szakítóerő-nyúlás diagramjai.

5.1.1. Integrál és derivált görbék értékelése

Minden egyes mintánál a következők elvégzésére került sor: Az ábrázolt, összetartozó adatpontokra negyedfokú polinomot illesztettünk. Ennél az R^2 regresszió meghatározottsági együttható már olyan nagy pontosságot mutatott, hogy ötöd vagy hatodfokú polinom alkalmazása felesleges lett volna. Polinomiális regresszió esetén az I^2 korrelációs együttható értéke azonos R^2 -tel, azaz $R^2=I^2$.

A polinomos illesztés ugyanakkor egy elvi hibát vitt az értékelésbe. A görbék induló koordinátája a (0 ; 0) pont kellene legyen, így az $A = 0$ minden esetben fenn kellene álljon. Értéke ugyanakkor zömében 0-10 mN/tex között mozog, de még negatív érték is előfordul. Ez az erő nagyságrendileg nem több, mint pl. egy előterhelés, úgyhogy elhanyagolható. Ráadásul a differenciálásnál a konstans értéke nulla, amely ugyancsak indokolja a hiba elhanyagolhatóságát.

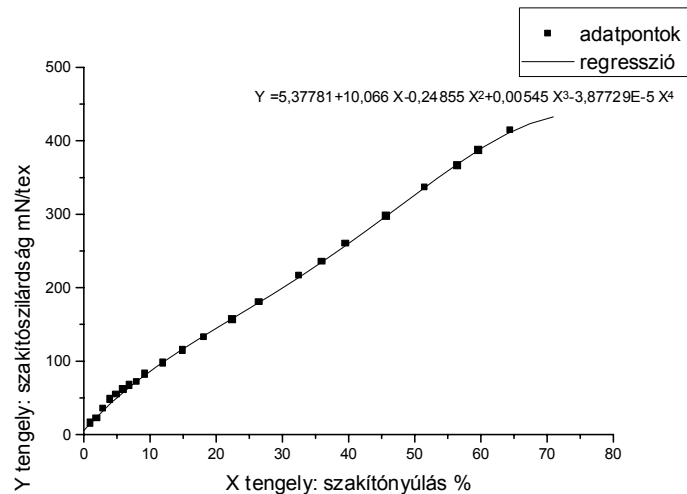
Az integrál értéke a polinom alatti területet adja. Dimenziója mN/tex* %. Figyelembevéve, hogy a nyúlás % 500 mm-re vonatkozik, ezért 1 %-ot 5 mm-nek kell venni, azaz a görbe alatti területet $0,005 * \text{mNm/tex}$ értékkel számolva mJoule/tex fajlagos energiának tekinthetjük. Ez a számítási mód szerepel minden mintánál.

A polinom differenciál görbét is számítógép rajzolta. Feltűnő, hogy az Y-tengely $-F'$ vagy σ' – 0-15 mN/tex nagyságrendet mutat, két nagyságrenddel kisebbet, mint az irodalmi adatok [6], [15], [16]. Az eltérés oka, hogy az Y-tengely dimenziója helyesen mN/tex/%, vagy mN/tex/m lenne. Ezt figyelembevéve és alkalmazva az $1\% = 0,01 \Delta l/l_0$ dimenzió nélküli nyúlás összefüggést, $\text{mN/tex}/0,01 = 100 * \text{mN/tex}$ kell legyen az Y-tengely beosztása, amennyiben az X-tengely jelentése nyúlás= ϵ marad. Ezzel a számítással a derivált görbe lefutása adja a nyúlási modulusz görbét.

5.1.2. A vizsgált minták összesítő, értékelő adatai

A 40. ábra mutatja be az 1. minta polinomiális regressziós összesítő kiértékelő lapját. A 2-7. minták összesítő lapja a 10.3. alatti 41-46. ábrákon láthatók.

Radici 1-es minta



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1 * X + B2 * X^2 + B3 * X^3 + B4 * X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 5,37781 | 1,72663 |
| B1 | 10,066 | 0,46217 |
| B2 | -0,24855 | 0,03215 |
| B3 | 0,00545 | 7,91361E-4 |
| B4 | -3,87729E-5 | 6,27154E-6 |

R-Square(COD) SD N P

0,99961 2,82426 23 <0.0001

Integ of Data1_B from zero

i = 1 --> 23

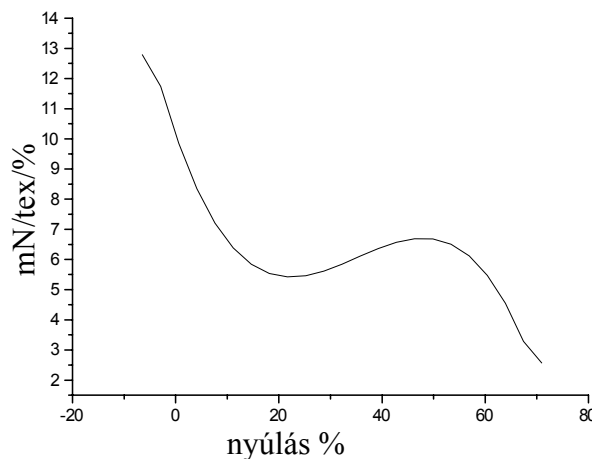
x = 0 --> 64,5

Area Peak at Width Height

13969,319 64,5 32 414,12 $13969,3 \times 0,005 = 69,85 \text{ mJoule/tex}$

A derivált görbe értékeléséhez: $Y'(\mathbf{O}) = 10,1 \text{ mN/tex/\%} = 10,1/0,01 = 1010 \text{ mN/tex} =$

$1,01 \text{ N/tex}$. Az Y' tengely tehát 10^{-2} -al szorozva van, ezért a tényleges értékhez 10^{-2} -al osztani kell az ordinátán leolvasott értéket.



40. ábra: Az 1. minta polinomiális regressziós összesítő kiértékelő lapja

A vizsgált minták összesítő, értékelő adatait a 4. táblázat tartalmazza.

| Paraméter/Minta | Fajl. erő mN/tex | Nyúlás % | Integrál mJoule /tex | Y'(0) derivált mN/tex/m | Y'(0) derivált mN/tex |
|-----------------------------------|---------------------|-------------|----------------------------|-------------------------------|-----------------------------|
| PA 6 Radici natur 1.minta | 414 | 64,5 | 69,85 | 2020 | 1010 |
| PA 6 Yulon 2. minta | 418 | 64 | 68,22 | 1746 | 873 |
| PA 6 Radici fekete 3. minta | 340 | 74,3 | 65,94 | 1850 | 925 |
| SEED fekete 4. minta | 250 | 89 | 54,75 | 866 | 433 |
| SEED kék 5. minta | 233 | 101,5 | 62,60 | 804 | 402 |
| Zoltek 6. minta fehér 4200 m/p | 387 | 63 | 66,65 | 2384 | 1192 |
| Zoltek 7. minta fehér 3800m/p | 336 | 70 | 62,09 | 2042 | 1021 |

4. táblázat: A szakítógörbék és a polinomjaikból számított adatok összesítése.

A paraméterek közül az integrál számszerű értékére és az $Y'(0)$ értékére PA 6 POY filamentekre vonatkozóan csak más megközelítéssel lehet következtetni.

Az értékelés módszerének leírásánál utalás történt arra, hogy az alkalmazott dimenziókra nagyon kell figyelni. A táblázatban közölt értékeket a számítógép végeredményként azonnal megadja, ha a regressziós polinomot $F(\text{mN/tex}) - \Delta l[\text{m}] Y - X$ pontpárokkal számíttatjuk ki. Ekkor az 1. mintára az integrál értéke $69,8 [\text{mN/tex} * \text{m}]$, a B_1 értéke pedig, azaz $Y'(0)=2013 [\text{mN/tex/m}]$. Utóbbi dimenziót az irodalom nem alkalmazza, hanem az $Y [\text{mN/tex}]$ és Y' is $[\text{mN/tex}]$ dimenziójú, csupán az Y' tengelye „átskálázódik”.

Ez akkor lehet igaz, ha az $X = \epsilon = \Delta l/l_0 [\text{m}]/[\text{m}]$ érték van a vízszintes tengelyen feltüntetve.

A harmadik esetben az $\epsilon \% = \Delta l/l_0 * 100$ érték vihető fel az X tengelyre.

Az összesítő adatok alapján az 1. és 2. minta a mechanikai tulajdonságokat illetően nagyon jó, a 4. és 5. minta nagyon rossz, a 3., 6. és 7. minta megfelelő kategóriába sorolható.

A 400mN/tex feletti fajlagos szakítóerő és a 65% alatti szakítónyúlás olyan nagymérvű szerkezeti rendezettségre utal, amely 69 mJoule/tex \pm 1,5% szakítási energiát és 873 illetve 1010 mN/tex kezdeti modulusz értéket eredményezett.

Feltűnően alacsony a 4-5 minták 433-402 mN/tex kezdeti modulusz értéke, csupán fele, harmada a többi mintáénak. A kezdeti modulusz optimális értéke 800-1200 mN/tex tartományra valószínűsíthető.

5.2. Szónikus moduluszok számítása

A szónikus moduluszok számításánál a sűrűség értékét minden mintánál 1,14 g/cm³ – nek tekintetem. A 45-55 % közötti kristályos hányadok és a poliamid 6-ra közölt irodalmi adatok [6] ezt megengedhetővé teszik, a számítások pontosságát nem rontják.

5.2.1. Poliamid 6 POY filament fonal nem kristályos része orientációs tényezőjének (f_{am}) meghatározása.

A poliamid szálak, mint általában a kristályos polimerek, két fázisból állnak. Egy kristályos és egy nem kristályos (amorf) részből, amelyek a gyártáskor fellépő, vagy alkalmazott nyújtási műveletben különböző mértékben orientálódnak.

A szál finom szerkezeti állapotát tehát három fontos jellemző határoolja be:

A kristályos és amorf hányad, amit β ill. $(1 - \beta)$ -val szokás jelölni, továbbá a kristályos rész, ill. a nem kristályos, amorf rész orientációs tényezője: f_{kr} ill. f_{am} . Ezek aránya, egymáshoz való viszonya, termikus és mechanikai behatásokra történő változása jellemzi a szál mikro-szerkezetét és egyszersmind meghatározza annak fizikai-mechanikai tulajdonságait is.

f_{am} meghatározása hanghullámmal mért modulusz alapján [15] a következő elméleti alapokra épül:

A Hermans- féle orientációs összefüggés [125]:

$$f_x = \frac{3 \cos^2 \theta - 1}{2}$$

mind a kristályos részre (f_{kr}), mind a nem kristályos részre (f_{am}) érvényes [126].
Az θ a polimer lánc és az orientáció iránya (a szál tengelye) által bezárt szög.

Száltengely irányú teljes orientáció esetén $\theta = 0^\circ$ és $f = +1$

Rendezetlenség esetén $f = 0$, így $\cos^2 \theta = 1/3$

Száltengelyre merőleges teljes orientációkor $\theta = 90^\circ$ és $f = -0,5$

Az orientációs tényező tehát -0,5 és +1 értékek közé esik. A két fázis orientációja egy átlagértéket ad, amelyet a két fázis (kristályos és nem kristályos) megoszlásának aránya súlyoz.

$$f_{\text{átl}} = \beta f_{kr} + (1 - \beta) f_{am} \quad [126]$$

Az 1960-as évek elején Ward [127], [128] és Moseley [129] kimutatták, hogy a hang hullámmal mért modulusz (továbbiakban szónikus modulusz) az anizotrop szálban is a kristályos és amorf fázisok orientációjától függ.

A gyakorlatban a szónikus moduluszt a szálon mért hangterjedési sebességből számítják:

$E = \rho C^2$ alapján, ahol ρ = sűrűség, C = hangsebesség

A hang a szálaban levő molekula-láncok elhelyezkedésétől függően három-féleképpen haladhat: az orientált molekula egységekre merőlegesen, párhuzamosan, vagy a molekula-szimmetria tengellyel egy bizonyos θ szöget bezárva.

Ward kimutatta, hogy a szónikus modulusz (E) és a tökéletesen orientált szál szónikus – modulusza (E°), valamint a hang terjedésének iránya és a vizsgált szál szimmetria tengelye közti átlag szög között az alábbi összefüggés van:

$$\frac{1}{E} = \frac{(1 - \cos^2 \theta)}{E^\circ}$$

Míthogy ez mindkét fázisra érvényes, számba véve a kristályos és nem kristályos hányadokat, az orientált szálakon mért szónikus modulusz (E_{or}) az alábbiak szerint alakul:

$$\frac{1}{E_{or}} = \frac{\beta(1 - \overline{\cos^2 \theta_{kr}})}{E_{tkr}^\circ} + \frac{(1 - \beta)(1 - \overline{\cos^2 \theta_{am}})}{E_{tam}^\circ}$$

Ahol E_{tkr}° a tökéletesen orientált szál kristályos részének szónikus modulusza.

E_{tam}° pedig a tökéletesen orientált szál amorf részének szónikus modulusza. A nem orientált (unoriented, gyakorlatilag nyújthatlan) anyagnál a $\overline{\cos^2 \theta} = 1/3$ és ezért az összefüggés a következőre egyszerűsíthető:

$$\frac{3}{2E_{nemor}} = \frac{\beta}{E_{tkr}^\circ} + \frac{(1 - \beta)}{E_{tam}^\circ}$$

A második egyenletből kivonva az elsőt, bevezetve az f_{kr} és f_{am} orientációs tényezőket, egyszerűsítésekkel az alábbi összefüggés következik:

$$\frac{3}{2} \left(\frac{1}{E_{nemor}} - \frac{1}{E_{or}} \right) = \frac{\beta f_{kr}}{E_{tkr}^\circ} + \frac{(1 - \beta) f_{am}}{E_{tam}^\circ}$$

A gyakorlatban a hangsebességet olyan készülékkel mérik, amely rögzíti azt az időt, amely alatt az ultrahang a vizsgálandó mintában adott távolságra eljut. A távolság és a mért idő diagram iránytangense a $C = \text{út/idő}$ összefüggés alapján a hangsebességet adja.

Szálaknál a szónikus moduluszt általában GPa-ban adják meg, de szokásosak a daN/mm² és a mN/tex mértékegységek is. Poliamid 6 esetében, amelyre $\rho = 1,14 \text{ g/cm}^3$, a mértékegységek között az alábbi az összefüggés:

$$1 \text{ GPa} = 100 \text{ da N/mm}^2 = 877 \text{ mN/tex}$$

A szálak vizsgálatára olyan berendezések vannak forgalomban, amelyeknél a szálát két érzékelő fejen átvezetik, az érzékelő fejek egyike a másiktól távolodik, majd ismét közeledik hozzá. Az érzékelő fejek közti távolság periodikus változásával az áthidaláshoz szükséges idő is periodikusan változik, így az iránytangens az oda-, vagy visszaútból is számítható.

Az alkalmazott hang frekvencia általában 5-10 kHz közötti.

A konkrét számítások elvégzéséhez három adat is szükséges a mért E_0 - orientált minta szónikus moduluszán kívül.

Az irodalmi adatokból [6] ismert, hogy a nyújtott poliamid 6- ban a hang terjedési sebessége 2,4 km/s, a nyújtatlanban 1,25 km/s. Normál hőmérsékleteken a nyújtott poliamid 6 fonal teljesen orientálnak tekinthető, amelynek a teljesen kristályos részének és a teljesen amorf részének szónikus moduluszára van szükség.

A kristályos részre $\rho = 1,15 \text{ g/cm}^3$, az amorf részre pedig $1,097 \text{ g/cm}^3$.

Ezekkel az adatokkal $E_{t \text{ kr}}^\circ = 6,624 \text{ GPa}$ és $E_{t \text{ amorf}}^\circ = 1,714 \text{ GPa}$

Szükséges még az $E_{u \text{ (nem orientált)}} = 1,14 * 1,25^2 = 1,781 \text{ GPa}$

Az $f_{\text{krist.}} = 0,97$ kristályos rész orientációs tényezőt minden mintára azonosnak tekintettük. A 17. ábrából látható, hogy nyújtott PA 6 fonalra a krisztallitok orientációja $\varepsilon=0$ esetén 0,98-nak vehető. Ebből a Hermans-féle összefüggéssel

$f_{\text{kr}} = (3 * 0,98 - 1) * 2 = 0,97$ következik.

A számítás menete az 1. Radici mintára a következő:

$$\frac{3}{2} \left(\frac{1}{1,781} - \frac{1}{2,430} \right) = \frac{0,55 f_{\text{kr} 1.}}{6,624} + \frac{0,45 f_{\text{am} 1.}}{1,714}$$

Ebből $f_{\text{am} 1.} = -0,316 f_{\text{kr} 1.} + 0,857$ $f_{\text{kr} 1.} = 0,97$ behelyettesítésével

$f_{\text{am} 1.} = 0,550$

Az **$f_{\text{átlag} 1.} = 0,55 * 0,97 + 0,45 * 0,550 = 0,781$**

A számításban tehát alkalmazni kell a mintára vonatkozó szónikus modulusz értékét az 5. táblázatból és a kristályos, valamint amorf hányad értékét a 6. táblázatból.

A többi mintára az amorf orientáció egyenesének egyenletei a következők:

$$f_{\text{am} 2.} = -0,316 * f_{\text{kr}} + 1,196$$

$$f_{\text{am} 3.} = -0,259 * f_{\text{kr}} + 0,899$$

$$f_{\text{am} 4.} = -0,212 * f_{\text{kr}} + 0,852$$

$$f_{am\ 5.} = -0,212 * f_{kr} + 1,001$$

$$f_{am\ 6.} = -0,259 * f_{kr} + 1,185$$

$$f_{am\ 7.} = -0,259 * f_{kr} + 1,026$$

Egyenlő kristályos rész hányad esetén az egyenesek iránytangensei értelemszerűen egyenlőek. Az egyenletekből számolt f_{am} értékek az 5. táblázatban találhatók.

5.2.2. A vizsgált minták összesítő értékelt adatai

A szónikus moduluszok és az azonos módon számolt amorf és átlagos orientációs tényezők az 5. táblázatban találhatók.

| Paraméter/Minta | C km/s | E = ρC^2 GPa | f átlagos orientáció | f orientáció | |
|--------------------------------|--------|-----------------------|----------------------|--------------|-------|
| | | | | krist. | amorf |
| PA 6 Radici natúr 1.minta | 1,460 | 2,430 | 0,781 | 0,97 | 0,550 |
| PA 6 Yulon 2. minta | 1,578 | 2,839 | 0,934 | 0,97 | 0,889 |
| PA 6 Radici fekete 3. Minta | 1,506 | 2,586 | 0,809 | 0,97 | 0,648 |
| SEED fekete 4. minta | 1,521 | 2,637 | 0,792 | 0,97 | 0,646 |
| SEED kék 5. minta | 1,510 | 2,599 | 0,874 | 0,97 | 0,795 |
| Zoltek 6. Minta fehér 4200 m/p | 1,628 | 3,021 | 0,952 | 0,97 | 0,934 |
| Zoltek 7. Minta fehér 3800m/p | 1,557 | 2,763 | 0,873 | 0,97 | 0,775 |

5. táblázat: Szónikus moduluszok és orientációs tényezők összesítése.

A paraméterek értékelése:

A nyújtott PA 6 filamentek átlagos orientációs foka 0,85 (17. ábra). A késztermékekben is a kristályos hányad 55%-ra, az amorf hányad 45%-ra tehető. Ezekből az adatokból egy kész PA 6 filamentre az amorf hányad orientációs tényezője számítható:

$$0,85 = 0,55 * 0,97 + f_{amorf} * 0,45, \text{ amelyből } f_{amorf} = 0,703$$

A 2. és 6. minta szónikus modulusza, átlagos orientációs foka és az amorf rész orientációs foka a legnagyobb. Elemiszál finomságuk is közel azonos 3,82dtex, illetve

3,97. Az ilyen filamentek gyártása nehezebb. A 2. minta jól terjedelmesíthető volt, a 6. minta a nagyobb gyártási sebesség szerkezetre gyakorolt lényeges hatását jellemezte.

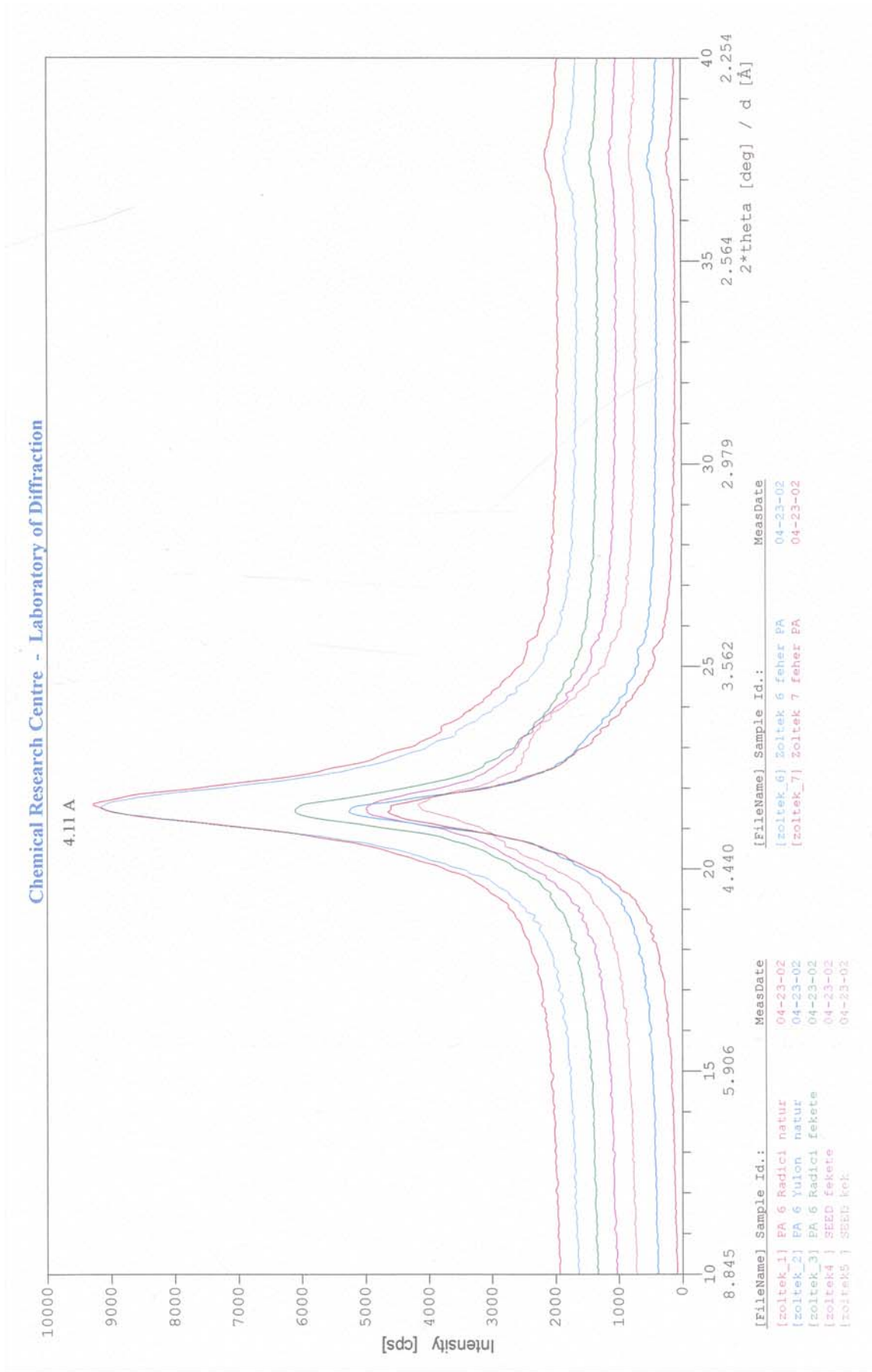
A 4. és 5. minták 2,637 és 2,599 GPa szónikus modulusszal, 0,792 és 0,874-es átlagos orientációs fokkal és 0,646 – 0,795-ös amorf hányad orientációs fokkal rendelkeztek, amelyekhez rendkívül gyenge szakítószilárdság és nagyon nagy szakítónyúlás tartozott. Ezek összességében javíthatatlan, rossz szerkezetet jellemeztek, a minták feldolgozhatatlanok voltak.

Megállapítható tehát, hogy amennyiben kellően nagy az amorf hányad orientációs tényezője és ezzel az átlagos orientációs tényező is, de mégis nagyon alacsony a POY filament fonal szilárdsága és nagyon nagy a szakítónyúlása, az egyértelműen jelzi, hogy a makromolekulák nem rendeződtek kellő mértékben kristályos fázissá és a kristallitok mérete sem kedvező. Az ilyen szerkezeten műszakilag ésszerűen nem lehet, illetve nem érdemes módosítani, hanem a szerkezet kialakulását kell elkerülni. Ilyen esetben biztosan nagy hulladék mennyiséggel járó feldolgozhatóságra kell számítani.

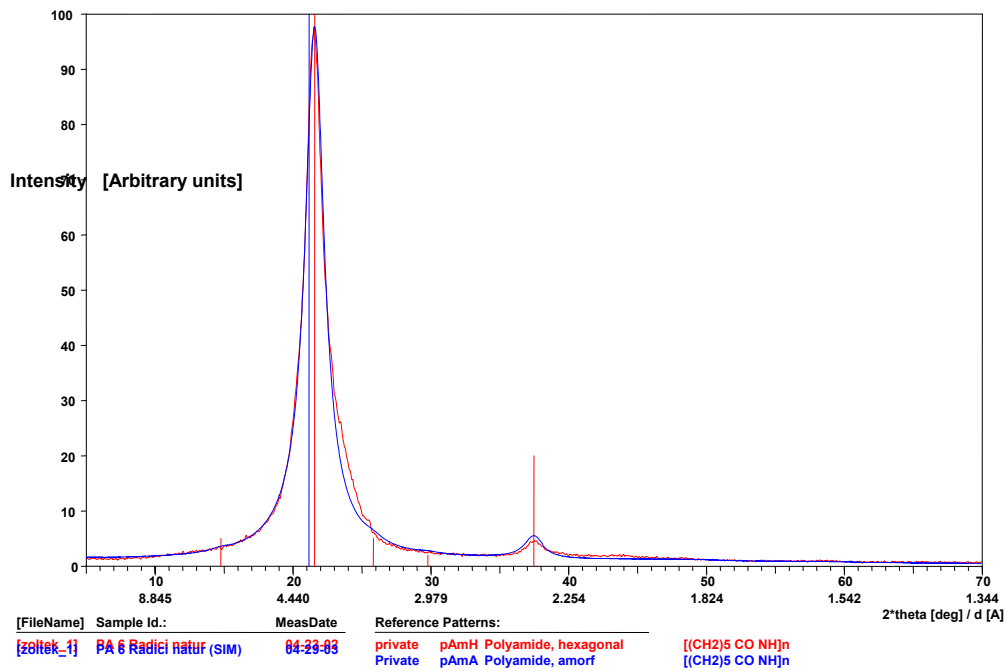
Az 1., 3. és 7. minták átlagos és amorf orientációs fokaihoz olyan szakítószilárdság és nyúlás értékek tartoztak, amelyek meglétével a terjedelmesíthetőség jó volt.

5.3. A röntgen diagramok értékelő adatai

A 44. ábra tartalmazza az 1-7. mintákról készített röntgendiffrakciós felvételeket, amelyek érzékeltetik a mintákhoz tartozó intenzitáskülönbségeket.



44. ábra: A röntgendiffrakciós diagramok összesítő, szemléltető adatai



ZOLTEK_1 - PA 6 Radici natúr

| | SUM | PAmH | pAmA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 55.00 | 45.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.65 | 6.00 |
| XSize | [nm] | 6.4 | 1.7 |
| PSize | [um] | | |
| MAC | (CuKa) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.082
 Chi square = 2.437
 Full scale(obs) = 7494 counts
 Full scale(calc) = 7494 counts
 2theta offset = -0.04 deg

45. ábra: Az 1. minta röntgendiffrakciós felvétele és kiértékelő lapja

A 2-7. minták röntgendiffrakciós felvétele és kiértékelő lapja a 10.3. alatti 46-51. ábrákon látható.

A 6. táblázat a röntgendiffrakciós vizsgálatok eredményeit összesíti.

| Paraméter/Minta | Krist.hexagonális % és méret | Amorf % és méret | Max. Intenzitás Counts/s | FWHM | |
|--------------------------------|------------------------------|------------------|--------------------------|--------|-------|
| | | | | Krist. | Amorf |
| PA 6 Radici natúr 1.minta | 55 % 6,4 nm | 45 % 1,7 nm | 7494 | 1,65 | 6,00 |
| PA 6 Yulon 2. minta | 55 % 6,4 nm | 45 % 1,7 nm | 7658 | 1,65 | 6,00 |
| PA 6 Radici fekete 3. Minta | 50 % 6,4 nm | 50 % 1,7 nm | 4909 | 1,65 | 6,00 |
| SEED fekete 4. minta | 45 % 6,4 nm | 55 % 1,7 nm | 4091 | 1,90 | 6,00 |
| SEED kék 5. minta | 45 % 5,0 nm | 55 % 1,7 nm | 3561 | 2,10 | 6,00 |
| Zoltek 6. Minta Fehér 4200 m/p | 50 % 7,4 nm | 50 % 1,7 nm | 4962 | 1,45 | 6,00 |
| Zoltek 7. Minta Fehér 3800m/p | 50 % 6,6 nm | 50 % 1,7 nm | 4635 | 1,60 | 6,00 |

6. táblázat: A röntgendiffrakciós vizsgálatok eredményeinek összesítése.

A PA 6 filament hexagonális kristályos hányada 45-50-55% volt az egyes minták esetében. A krisztallitok mérete 5,0-6,4-6,6-7,4 nm között változott.

Meg kell jegyezni, hogy a mennyiségi fázisösszetétel meghatározási módszerének mérési bizonytalansága $\pm 5\%$.

Az optimális szerkezetet az 1. és 2. minta tükrözte, 55%-os kristályos hányaddal, 6,4nm krisztallit mérettel és 7494-7658 Counts/s intenzitással. Ilyen makromolekula rendezettséghez járultak az elérhető legjobb mechanikai paraméterek és a terjedelmesítés 1% alatti hulladékkal történt.

A 4-5 minták 45%-os kristályos hányada alacsony érték.

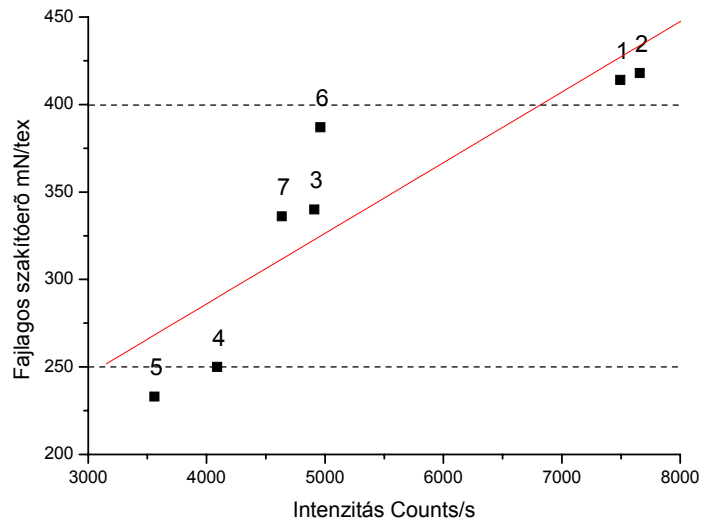
5.4. Összesítő táblázat a mért és/vagy számított adatokról

Összesítő táblázat egyes mért, vagy számított adatokról lehetséges függvény kapcsolatokhoz.

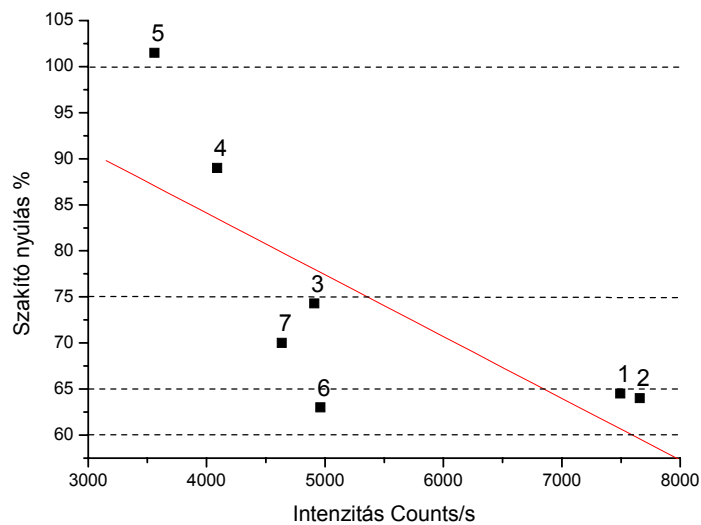
| Paraméter/Minta | Filament lineáris sűr. tex | Elemiszál lineáris sűr. dtex | Fajl. erő mN/tex | Nyúlás % | Hulladék % | Max. Intenzitás Counts/s | σ' min. helye % | σ' max. helye % | $\Delta\varepsilon=\Delta(\sigma' \text{ max}-\sigma' \text{ min})$ % | Integrál mJoule/tex | C km/s | $E = \rho C^2$ GPa | f átlagos orientáció | f orientáció krist. | f orientáció amorf | Krist.hexagonális % | Kristz. hexagonális méret [nm] | Amorf hányad % | Amorf méret [nm] | FWHM Kristályos | FWHM amorf |
|-------------------------------|----------------------------|------------------------------|------------------|----------|------------|--------------------------|------------------------|------------------------|---|---------------------|--------|--------------------|----------------------|---------------------|--------------------|---------------------|--------------------------------|----------------|------------------|-----------------|------------|
| PA 6 Radici natúr 1.minta | 9,89 | 5,49 | 414 | 64,5 | 1 | 7494 | 22 | 50 | 28 | 69,85 | 1,460 | 2,430 | 0,781 | 0,97 | 0,550 | 55 | 6,4 | 45% | 1,7 | 1,65 | 6 |
| PA 6 Yulon 2. minta | 9,16 | 3,82 | 418 | 64,0 | 1 | 7658 | 25 | 50 | 25 | 68,22 | 1,578 | 2,839 | 0,934 | 0,97 | 0,889 | 55 | 6,4 | 45% | 1,7 | 1,65 | 6 |
| PA 6 Radici fekete 3. minta | 10,38 | 5,77 | 340 | 74,3 | 2 | 4909 | 27 | 60 | 33 | 65,94 | 1,506 | 2,586 | 0,809 | 0,97 | 0,648 | 50 | 6,4 | 50% | 1,7 | 1,65 | 6 |
| SEED fekete 4. minta | 10,00 | 5,00 | 250 | 89,0 | 25 | 4091 | 27 | 71 | 44 | 54,75 | 1,521 | 2,637 | 0,792 | 0,97 | 0,646 | 45 | 6,4 | 55% | 1,7 | 1,90 | 6 |
| SEED kék 5. minta | 9,26 | 4,63 | 233 | 101,5 | 100 | 3561 | 36 | 85 | 49 | 62,60 | 1,510 | 2,599 | 0,874 | 0,97 | 0,795 | 45 | 5,0 | 55% | 1,7 | 2,10 | 6 |
| Zoltek 6. minta fehér 4200m/p | 7,93 | 3,97 | 387 | 63,0 | 4 becs. | 4962 | 22 | 48 | 26 | 66,65 | 1,628 | 3,021 | 0,952 | 0,97 | 0,934 | 50 | 7,4 | 50% | 1,7 | 1,45 | 6 |
| Zoltek 7. minta fehér 3800m/p | 8,78 | 4,39 | 336 | 70,0 | 2 becs. | 4635 | 30 | 54 | 24 | 62,09 | 1,557 | 2,763 | 0,873 | 0,97 | 0,775 | 50 | 6,6 | 50% | 1,7 | 1,60 | 6 |

7.táblázat: Összesítés a mért és/vagy számított adatokról.

5.4.1. Összefüggések a vizsgálati eredmények között



52. ábra: Fajlagos szakítóerő- intenzitás összefüggése.



53. ábra. Nyúlás % -intenzitás összefüggése.

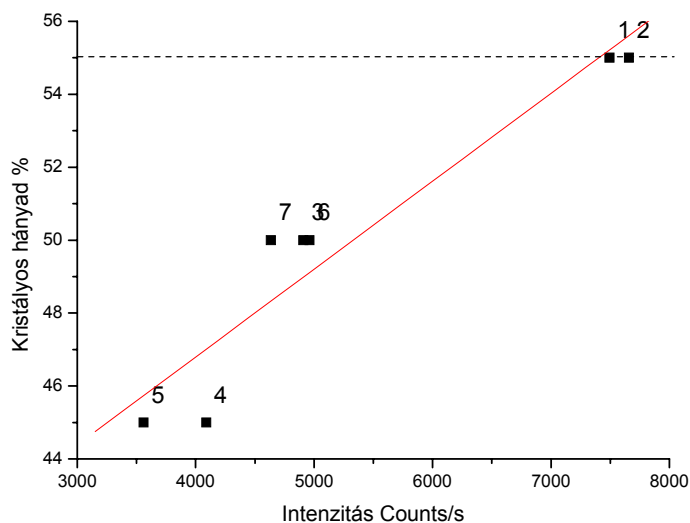
A fajlagos szakítóerő – intenzitás görbénél a lineáris regresszió értéke 0,87. Ugyanezen érték a szakítónyúlás% – intenziás görbénél 0,73.

A gyakorlati tapasztalatok alapján elfogadott, hogy a 400 mN/tex feletti fajlagos szakítóerő és az ehhez tartozó 60-65% közötti szakítónyúlás az elérhető legjobb POY filament paraméterek.

A görbék tükrözik, hogy az a POY fonal biztosan kellően rendezett szerkezetű, amely 60-65% közötti szakítási nyúlással és 6500 Counts/s feletti intenzitás maximummal

rendelkezik. Az ilyen tulajdonságú fonalnak a szakítószilárdsága 400 mN/tex feletti értékű.

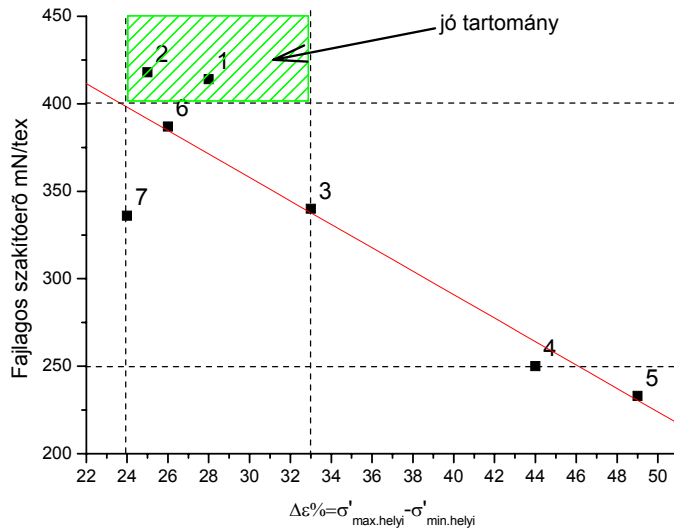
A kristályos hányad és az intenzitás közötti összefüggést az 54. ábra mutatja.



54. ábra. Kristályos hányad – intenzitás összefüggése

Az adatokhoz másodfokú polinom illesztése esetén a pontosság $R^2=0,95$ lenne. Lineáris regresszió esetén is $R^2=0,95$, elsőrendű exponenciális regresszió esetén szintén $R^2=0,95$. A PA 6 POY filamentek gyors felcsévélésekor az 50-55%-os kristályos hányad eléréséhez szükséges technológiai feltételeket kell biztosítani.

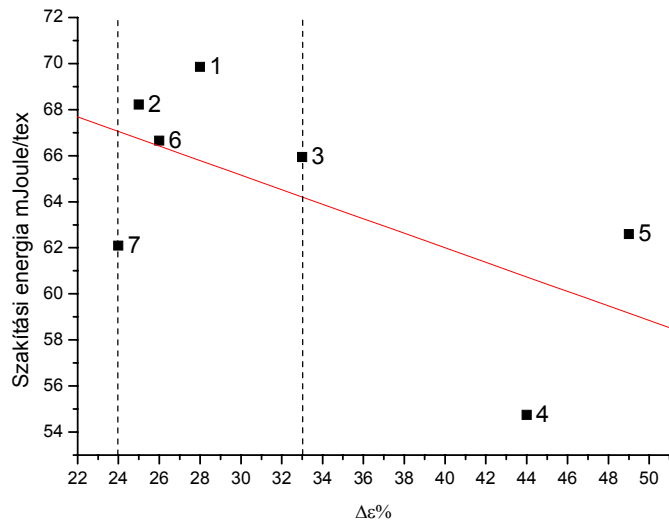
A fajlagos szakítóerő és a derivált görbe minimumpont-maximumpont helyének távolsága közötti összefüggést az 55. ábra mutatja.



55. ábra. Fajlagos szakítóerő és a $\Delta\epsilon\%$ összefüggés

A regressziós egyenes meghatározottsági tényezője $R^2=0,90$. Másodfokú polinom esetén $R^2=0,82$ lenne. Minél nagyobb a derivált görbe minimum és maximum helye közötti távolság, a fajlagos szakítóerő annál kisebb, amely a terjedelmesíthetőség romlásához vezet. Amennyiben a $\Delta\epsilon\%$ értéke 24-33% közé esik, a POY filament jól feldolgozható.

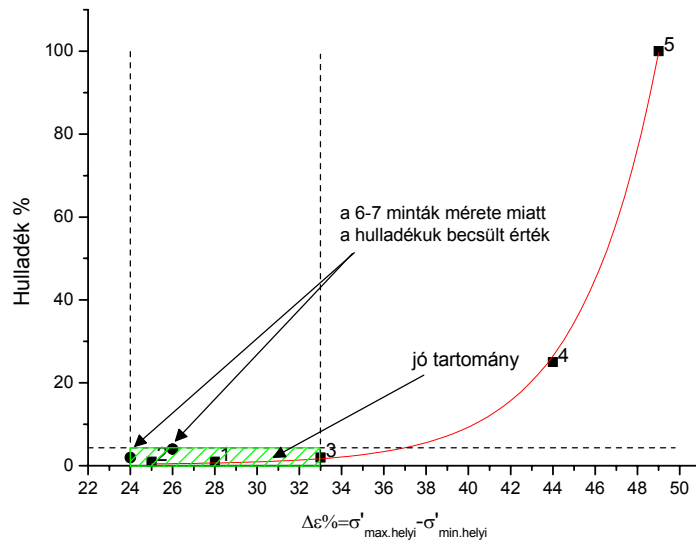
Az 56. ábra a szakítási energia és a $\Delta\epsilon\%$ közötti összefüggést mutatja.



56. ábra: Szakítási energia – $\Delta\epsilon\%$ összefüggés

Az értekezés a szakítási energia optimális értékére $69\text{mJoule/tex} \pm 1,5\%$ -ot állapít meg az ábra alapján. Ugyanakkor meg kell jegyezni, hogy a 62 mJoule/tex szakítási energia feletti minták is jól feldolgozhatók, ha a $\Delta\varepsilon\%$ értékük $24\text{-}33\%$ közötti.

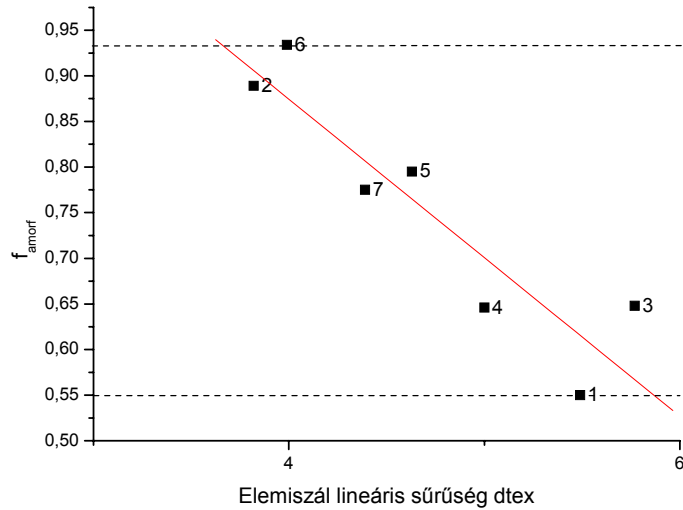
A terjedelmesítési hulladék és a derivált görbe min.-max. helyének távolsága közötti összefüggést az 57. ábra mutatja.



57. ábra. Hulladék- $\Delta\varepsilon\%$ összefüggés

Az exponenciális regressziós görbe jól szemlélteti, hogy csak $\Delta\varepsilon\% = 24\text{-}33\%$ fennállása esetén várható szinte hulladékmentes feldolgozás.

A POY filament elemiszál lineáris sűrűsége és az amorf orientáció közötti összefüggést az 58. ábra mutatja.

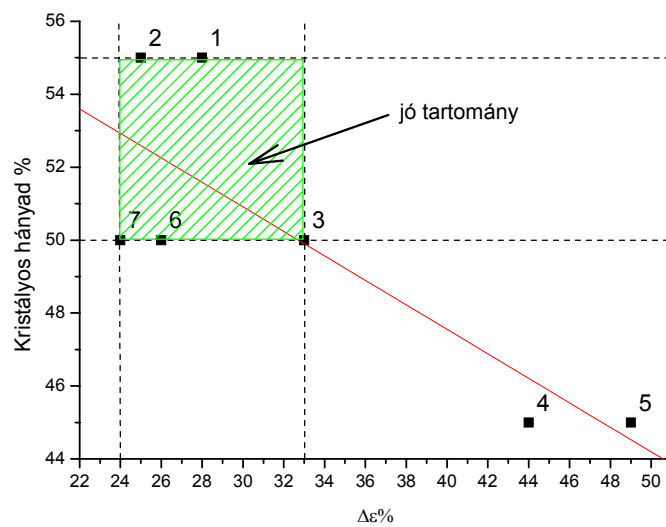


58. ábra. Elemiszál lineáris sűrűség-amorf orientáció f_{amor} összefüggés.

Az összefüggésből látható, hogy vékonyabb elemiszálak gyártása esetén nagyobb amorf orientáció lép fel.

Az összefüggés szemlélteti, hogy a POY filamentek amorf orientációs tényezője 0,55-0,934 közötti széles tartományban változik, így önmagában nem lehet meghatározója a szál mechanikai paramétereinek.

Az 59. ábra mutatja a POY filament fonal kristályos hányada és a $\Delta\varepsilon\%$ közötti összefüggést.



59. ábra. Kristályos hányad – $\Delta\varepsilon\%$ összefüggés

A lineáris regresszió értéke 0,88.

Amennyiben a $\Delta\varepsilon$ % értéke 24-33% közötti és a filament fonalban a kristályos hányad 55%, akkor a feldolgozhatóság a legjobb lesz. 50% kristályos hányad esetén is jó feldolgozhatóság várható.

5.5. Terjedelmesített fonal jellemzők

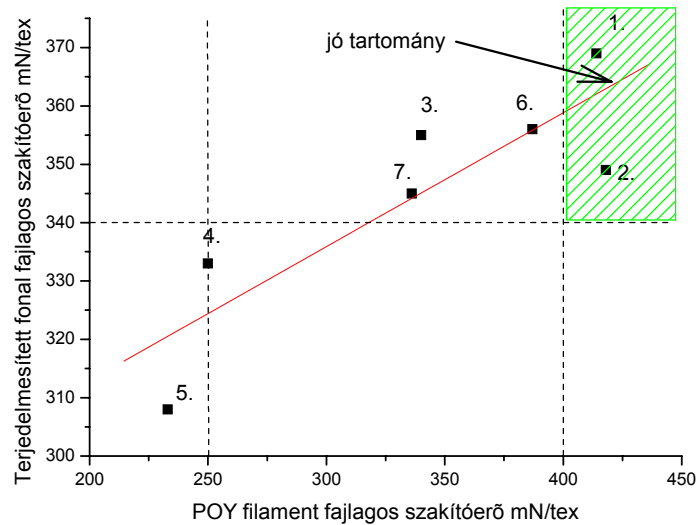
A POY filament minták és a belőlük gyártott terjedelmesített fonalak üzemi textil vizsgálati eredményei a következők:

| Lineáris sűrűség tex | Szakítóerő mN | Fajl. Szakítóerő mN/tex | Szakítónyúlás % | Terjedelmes- ség mértéke HATRA % |
|--|---------------|-------------------------------|--------------------|--|
| 1. minta 9,8 tex f18 Radici natúr, POY-cséve, terjedelmesítés és vizsgálatok időpontja 2001. 03. 17. | | | | |
| 9,82 | 3813 | 389 | 61,4 | - |
| 16,67 | 6445 | 387 | 29,0 | 37,94 |
| 16,81 | 6161 | 366 | 28,5 | 34,33 |
| 16,80 | 5974 | 355 | 28,1 | 38,96 |
| | | Á=369 | Á=28,5 | |
| | | | | |
| 2. minta 9,3 tex f24 Yulon natúr POY-cséve 2001. 02. | | | | |
| 9,16 | 3341 | 365 | 57,8 | - |
| 16,00 | 5543 | 347 | 28,0 | 28,09 |
| 16,00 | 5772 | 361 | 29,7 | 26,27 |
| 16,15 | 5592 | 346 | 29,0 | 28,11 |
| 16,08 | 5474 | 340 | 27,9 | 29,00 |
| | | Á=349 | Á=28,7 | |
| | | | | |
| 3. minta 10,2 tex f18 Radici fekete POY-cséve 2002.01.27. | | | | |
| 10,38 | 3251 | 313 | 74,2 | - |
| 16,64 | 6023 | 357 | 30,9 | 31,11 |
| 16,52 | 6157 | 373 | 31,9 | 31,90 |
| 16,91 | 5533 | 328 | 29,4 | 30,30 |
| 16,29 | 6910 | 363 | 29,9 | 32,61 |
| | | Á=355 | Á=30,5 | |
| | | | | |
| 8,06 | 3143 | 390 | 29,7 | 39,87 |
| 8,03 | 3333 | 415 | 32,5 | 39,36 |

| Lineáris sűrűség tex | Szakítóerő mN | Fajl. Szakítóerő mN/tex | Szakítónyúlás % | Terjedelmesség mértéke HATRA % |
|--|---------------|----------------------------|-----------------|-----------------------------------|
| 4. minta 7,8 tex f20 MM45 2652 fekete, Nylostab SEED adalékkal POY-csévé 2001.02. | | | | |
| 9,75 | 2494 | 256 | 82,6 | - |
| 15,34 | 5091 | 332 | 41,5 | 29,40 |
| 15,58 | 5105 | 328 | 44,6 | 28,27 |
| 15,59 | 5297 | 340 | 43,8 | 28,73 |
| 15,69 | 5184 | 330 | 42,4 | 28,15 |
| | | Á=333 | Á=43,1 | |
| | | | | |
| 7,81 | 2480 | 318 | 41,8 | 32,85 |
| 7,80 | 2462 | 316 | 39,9 | 33,00 |
| 7,83 | 2521 | 323 | 38,4 | 32,36 |
| 7,80 | 2659 | 340 | 36,8 | 35,81 |
| | | | | |
| 5. minta 7,8 tex f20 M45 1495/L6 mariner (Lamberti) POY-csévé 2001. 03. | | | | |
| 10,28 | 2287 | 222 | 98,7 | - |
| 15,68 | 4758 | 303 | 45,6 | 32,27 |
| 15,82 | 4787 | 303 | 45,6 | 30,45 |
| 15,83 | 4934 | 312 | 46,7 | 30,14 |
| 15,77 | 4925 | 312 | 46,6 | 32,02 |
| | | Á=308 | Á=46,1 | |
| | | | | |
| 6. minta 7,8 tex f20 BARMAG 4200m/p C4 natúr 2000. 10. 17. | | | | |
| 7,93 | 2963 | 371 | 64,0 | - |
| 6,98 | 2482 | 356 | 36,4 | 33,40 |
| | | | | |
| 7. minta 7,8 tex f20 BARMAG 3800m/p natúr 2000. 10. 18. | | | | |
| 8,77 | 3088 | 349 | 76,6 | - |
| 7,85 | 2708 | 345 | 40,6 | 39,84 |

8. táblázat: POY filament fonalak és a belőlük gyártott terjedelmesített fonalak textil vizsgálati eredményei

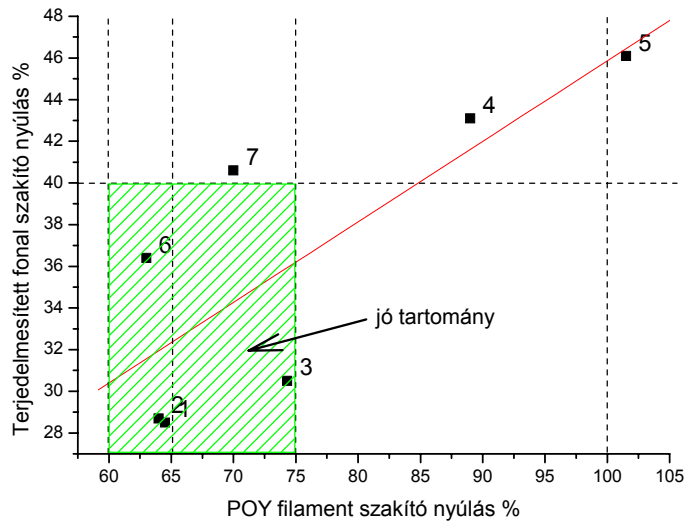
5.5.1. Összefüggések a POY filamentek és a terjedelmesített fonalak jellemzői között



60. ábra: POY filament fajlagos szakítóerő és terjedelmesített fonal fajlagos szakítóerő közötti összefüggés

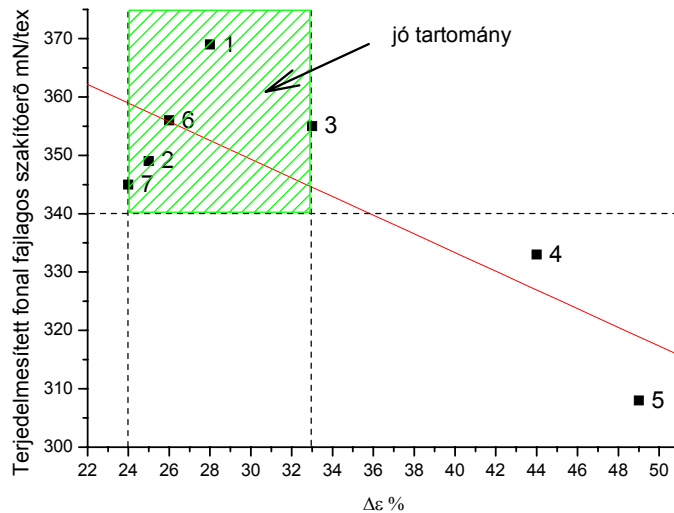
Amennyiben a POY filament alapfonal fajlagos szakítóereje nagyobb, nagyobb szakítóerejű terjedelmesített késztermék gyártható belőle.

Az ábrából látható, hogy 250 mN/tex, vagy az alatti szakítóerejű POY alapfonalból is gyártható 300 mN/tex feletti késztermék, de ezzel a gyakorlatban értelmetlen foglalkozni a nagy veszteségek miatt. A vegyszálgyártó olyan POY alapfonalat kell gyártson, amelyből 340 mN/tex feletti szakítóerejű késztermék gyártható.



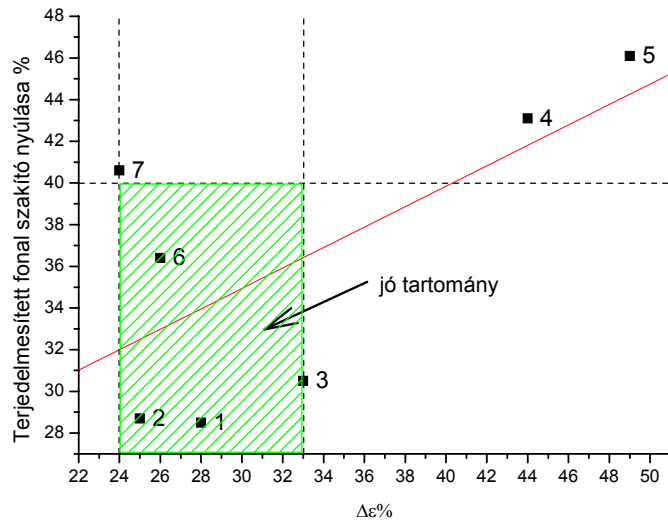
61. ábra: POY filament szakítónyúlás és terjedelmesített fonal szakítónyúlás közötti összefüggés

Nagyobb POY filament szakítónyúláshoz nagyobb terjedelmesített fonal szakítónyúlás várható. A késztermék szakítónyúlásának nem célszerű 40% felett lennie. A vegyszálgyártónak olyan POY alapfonalat kell gyártania, amelyből lehetőleg $30 \pm 2\%$ késztermék szakítónyúlás legyen elérhető.



62. ábra: $\Delta \epsilon$ % és a terjedelmesített fonal fajlagos szakítóerő közötti összefüggés

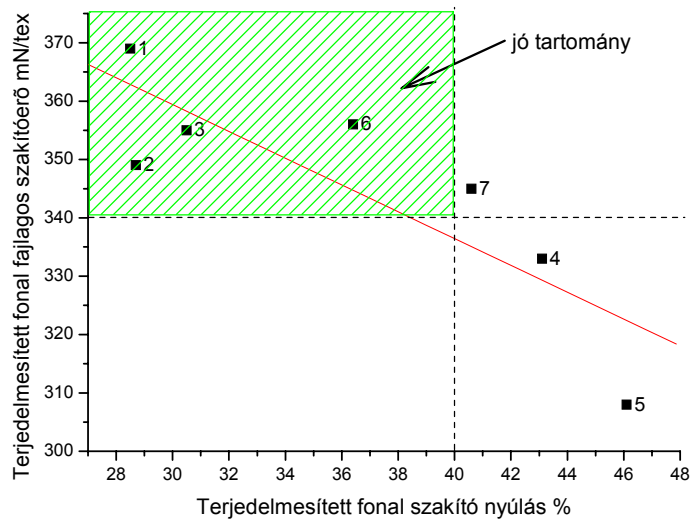
Az ábra a POY fonatra jellemző $\Delta \epsilon$ % és a terjedelmesített fonal fajlagos szakítóereje közötti összefüggést mutatja. Hasonlóság a 60. ábrához.



63. ábra: $\Delta\epsilon$ % és a terjedelmesített fonal szakító nyúlása közötti összefüggés

Az ábra a POY fonalra jellemző $\Delta\epsilon$ % és a terjedelmesített fonal szakítónyúlása közötti összefüggést mutatja. Hasonlóság a 61. ábrához.

A 64. ábra mutatja a terjedelmesített fonal szakító nyúlása és a fajlagos szakítóerő közötti összefüggést.



64. ábra: A terjedelmesített fonal szakító nyúlása és a fajlagos szakítóerő közötti összefüggés

A késztermék terjedelmesített fonal szilárdsági jellemzőit bemutató ábrából kitűnik, hogy nagyobb szakítóerőhöz kisebb szakítónyúlás tartozik.

Az előző ábrák során már utaltunk az elvárt, vagy optimálisnak tartott értékekre. A szakítóerőt illetően a gyártó cégnél a még elfogadható értékre $300 \text{ mN/tex} \pm 10\%$ az előírás, amely nagyon alacsony, széles tartománnyal.

A valóságban könnyen lehet és elvárható 340 mN/tex feletti értékekkel terjedelmesíteni.

A szakítónyúlást a 61. ábránál már taglaltuk, lényeges hogy 40% alatt legyen.

A 61-62. ábrákból látható, hogy az 1-2-3 minták a két paramétert illetően kiváló minőségűek.

A 6-7 minták a nyúlásuk miatt csak jók, a 4-5 minták a nagy szakítónyúlás miatt rosszak.

6. Összefoglalás

Az irodalom feldolgozása során az irodalmi részben több ellentmondást tapasztaltam. A hivatkozásokban számos egymásnak ellentmondó eredmény található, de tapasztalhatók azonos tendenciák. Azonban itt is jelentősek az eltérések a közölt eredményekben.

Ez azzal magyarázható, hogy különböző körülmények között inhomogén anyagokkal dolgoznak, amelyekre nem található utalás a közleményekben.

Az értekezés az irodalmi részben nagy hangsúlyt fektet a mechanikai tulajdonságok vizsgálatára húzási igénybevételnél. A klasszikus poliamid 6 filament fonal fajlagos erő-nyúlás $\sigma(\epsilon)$ és a $\sigma'(\epsilon)$ differenciál görbék elemzése lényeges részét képezték a poliamid 6 POY filament fonalak vizsgálatának.

A szakítógörbék negyedfokú polinommal való közelítése egyszerűvé tette a görbe alatti terület kiszámítását és a derivált görbék szerkesztését és értékelését.

A $\sigma'(\epsilon)$ értékét nem kellett $\epsilon \rightarrow 0$ -ra extrapolálni, mivel értéke a polinom elsőfokú tagjának együtthatója.

A hang terjedési sebességével kapcsolatos elméleti összefüggéseket és a mérés gyakorlati kivitelezését, valamint a szónikus modulusz számítási módját a 3.6. és az 5.2.1. fejezet tartalmazza. Ez jól példázza azt, hogy ugyanazon elméleti kérdés különböző elméleti és vizsgálati módszerekkel is tárgyalható.

Meg kell említeni a 17. ábra jelentőségét, amelyből az $f_{kr} = 0,97$ kristályos hányad orientációs tényező a számításokban felhasználásra került.

Az irodalmi adatok közül a számításokban alkalmaztam sűrűség és hang terjedési sebesség adatokat.

A röntgendiffrakciós vizsgálatok jelentőségét és a poliamid 6-ra vonatkozó irodalmi adatokat a 3.10 fejezet részletezi. A röntgendiffraktogramok értékeléséhez az elemi cellák irodalmi adatai alapján készült elméleti modell diffraktogramm, amelyhez a mért diffraktogramok hasonlítása történt.

A kísérletekhez a szakítógörbék és a szálképzési és/vagy terjedelmesítési üzemmenetek ismeretében hét különböző mintát választottunk ki, amelyek között nagyon jók, megfelelők és feldolgozhatatlanok is voltak.

A szakítógörbék értékeléséhez az F(erő)-idő és nyúlás %-(idő) diagramokat F(nyúlás%) görbékévé konvertáltuk.

Ezen fajlagos szakítóerő-nyúlás % görbékhez negyedfokú polinomot illesztettünk a Microcal Origin 4.0 számítógépes programmal. A regresszió meghatározottsági együtthatója eléri az $R^2=0,999$ értéket, amely egyúttal azonos az I^2 korrelációs együttható értékével.

Az $Y = A + B_1 X + B_2 X^2 + B_3 X^3 + B_4 X^4$ polinom integrálja jellemzi a POY filament alapfonal belső szerkezeti rendezettségét, egyúttal szakítási energiáját is mJoule/tex fajlagos értékben. Jól feldolgozható optimális POY filamentre ez az érték $69\text{mJoule/tex} \pm 1,5\%$.

Az $Y'(0) = B_1$ érték jellemzi – mint kezdeti modulusz – a fonal deformáció képességét a további feldolgozáshoz. A kezdeti modulusz optimális értéke 800-1200 mN/tex.

Az Y' derivált függvény minimum és maximum helyének távolságából szintén fontos szerkezeti következtetések vonhatók le a további feldolgozhatóságot illetően. Minél közelebb van a minimum és a maximum hely egymáshoz, annál jobb a POY fonal feldolgozhatósága.

A kifogástalan szerkezetű és szilárdságú POY filament alapfonal fajlagos szakítószilárdsága 400-420 mN/tex, szakító nyúlása 60-65 % közötti. Ezek megléte esetén szükségtelen a differenciál görbe vizsgálata.

Amennyiben a derivált görbe minimum és maximum helyének távolsága 24-33 % közötti, akkor a POY filament megfelelően feldolgozható.

Ha a távolság nagyobb, mint 24-33 %, akkor a POY filament fonal feldolgozása problematikus lesz. Akár 5-10 % hulladék képződhet a feltekeréseléskor és további 20-25 % a terjedelmesítéskor.

A 90-100 % nyúlású, egyúttal 250mN/tex, vagy az alatti szakítószilárdságú POY filament fonalak feldolgozhatatlannak tekintendők.

A szónikus modulusz mérése az amorf rész orientációs tényezőjének és az átlagos orientáció meghatározása érdekében történt.

A vizsgálatokból kitűnt, hogy hiába nagy az orientáció, ha egyébként a makromolekulák szerkezete gyenge szilárdságot eredményez, mert így nem visel el újabb erő, vagy termikus igénybevételi hatásokat a terjedelmesítéskor.

A POY filament fonal amorf hányadának orientációs tényezője 0,55-0,934 közötti érték, az átlagos orientációs tényező 0,80-hoz közeli érték legyen.

A röntgendiffrakciós vizsgálatok eredményei kimutatták a POY filament fonalak kristályos és amorf részének tömeghányadát és a kristályos részben lévő krisztallitok méretét. Megállapításra került, hogy az optimális POY filament fonal kristályos hányada 55%, a krisztallitok optimális mérete 6,4 nm. Az ettől eltérő kisebb vagy nagyobb értékek rontják a POY filament feldolgozhatóságát.

Hangsúlyozni szükséges, hogy a makromolekulák optimális rendezettségét csak három paraméter egyidejű optimális értékének elérésével lehet biztosítani. Az 55 %- os kristályos hányad, a 6,4 nm krisztallit méret és a 0,80-hoz közeli átlagos orientációs fok megléte szükséges a jó filament paraméterekhez és a jó feldolgozhatósághoz.

Az értekezés az üzemi szakítógörbék vizsgálatából következtet a három paraméter és a filamentek mechanikai tulajdonságai között fennálló, vagy lehetséges összefüggésekre, továbbá a POY filament alapfonalokból terjedelmesített fonalak tulajdonságaira.

Az 5.5 fejezet foglalkozik a POY alapfonal mintákból készített terjedelmesített fonal legfontosabb minőségi jellemzőivel, a szakítóerő és szakítónyúlás alkalmazásával.

Nem megfelelően rendezett POY alapfonal szerkezet esetén a terjedelmesített fonal szakítónyúlása nem vihető 40% alá, sőt a feldolgozhatóság is kétségessé válhat a képződő sok hulladék miatt. Ezen alapfonalokból értelemszerűen csak alacsony fajlagos szakítóerejű késztermék fonal gyártható. A késztermék fonalak messze nem teljesítik a 340 mN/tex fajlagos szakítóerő és a $30 \pm 2\%$ szakítónyúlás elvárt értékeket.

Az optimális POY filament alapfonalak a szokásos $175^\circ \pm 5^\circ$ hőmérsékleten, 1,15-1,25 közötti nyújtással akár 800 m/perc sebesség mellett is feldolgozhatók egy átlagos 1,75-2,00 közötti D / Y arány mellett.

A szakítógörbék értékelésének polinom illesztéses módszere jól alkalmazható lenne poliamid 6.6 és poliészter filamentekre is, mivel szakítógörbájük lefutása hasonló a poliamid 6 filamentéhez.

Az értekezés eredményeként 4 tézis került megfogalmazásra, zömében a vizsgálati eredmények számszerűsítéseként a gyártási tapasztalatok figyelembevételével.

7. A FELHASZNÁLT SZAKIRODALOM JEGYZÉKE

[1] F. SCHULTZE-GEBHARDT, Kolloid-Z. u. Z. Polymere 236, 19-30 (1970).

[2] F. SCHULTZE-GEBHARDT, Faserforsch. u. Textiltechn./Polymerforsch. 25, 125-127 (1974)

- [3] J. D. FERRY :Viscoelastic properties of polymers. 2. Ed., John Wiley & Sons Ltd., New York 1970.
- [4] W.E. MORTON and J.W.S. HEARLE :Physical properties of textile fibres. 2. Ed. Heinemann, London 1975.
- [5] I.M. WARD : Mechanical properties of solid polymers. Wiley-Interscience, London 1971
- [6] BÉLA von FALKAI : Synthesefaserns, Verlag Chemie, Weinheim, Deerfield Beach, Florida, Basel, 1981.
- [7] J. JUILFS, Schweiz. Arch. Angew. Wissensch. Techn. 32, 346-356 (1966); Schweiz. Arch. 38, 120-128, 171-176 (1972), Lenzinger Ber. 37, 20-25 (1974).
- [8] J. JUILFS, H. REITER und M. ZIDAN , Schweiz. Arch. Angew. Wissensch. Techn.35, 245-249 (1969)
- [9] J. JUILFS, Kolloid-Z. u. Z . Polymere 241, 897-908 (1970)
- [10] W. HOFFMANN, Rheol. Acta 1, 549-560 (1961)
- [11] K. NITZSCHE, A. BAUER und F. WINKLER, Faserforsch. u. Textiltechn./Z. Polymerforsch. 26, 527-532 (1975) ; 27, 245-252 (1976)
- [12] G. EGBERS Materialprüfung II, 73-78 (1969)
- [13] F. SCHULTZE-GEBHARDT, Faserforsch. u. Textiltechn. / Z. Polimerforsch.. 28, 467-474 (1977).
- [14] H. BERG, Vortrag auf dem 3. Stuttgarter Textilsymposium in Sindelfingen, Oktober 1973.
- [15] Bodor Géza- Vas László M.: Polimer anyagszerkezettan, Műegyetem Kiadó, 2000.
- [16] Franz Fourné : Synthetische Fasern, Carl Hanser Verlag München Wien, 1995.
- [17] H. BRODY, J.Appl.Polymer Sci. 22, 1631-1641 (1978).
- [18] F. SCHULTZE-GEBHARDT, Acta Polym. 30, 652-663 (1979).
- [19] D.W.HADLEY, P.R.PINNOCK, and I.M. WARD, J.Mater Sci. 4, 152-165 (1969).
- [20] F. Kh.SADYKOWA, Khimicheskic Volokna No.2, 45-48 (1971); Fibre Chemistry No.2, 180-183 (1971).
- [21] G.EGBERS, P.EHRLER, und W.SCHAULER :Reutlinger Fasertafel 1974, Konradin -Verlag Kohlhammer GmbH., Stuttgart 1974.
- [22] W. KAST:Textur (übermolekulare Ordnung und Eigenschaften) in H. A. STUART: Die Physik der Hochpolymeren, Bd. IV, S. 427 f., Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg 1956.

- [23] E.I. DU PONT DE NEUMORS & Co.Inc., Technical Bulletin X 82, Wilmington (USA) 1958.
- [24] G.WILHELM, Kolloid-Z. u.Z. Polymere 208, 97-123 (1966).
- [25] I.HAMANA, M.MATSUI, and S.KATO Mellind-Textilber.50, 382-388, 499-503 (1969).
- [26] A. PETERLIN, J. Polymer Sci. (C) 9, 61-89 (1965); Macromol. Chemistry 8 277-304 (1973); Kolloid-Z. u. Z. Polymere 253, 809-823 (1975) ; J. Appl. Phys. 48,4099-4108 (1977).
- [27] D.C.PREVORSEK, P.J.HARGET, R.K.SHARMA, and A.C. REIMSHUESSEL, J.Macromol. Sci.-Phys.B 8, 127-156 (1973).
- [28] R. BONART und F.SCHULTZE-GEBHARDT, Angew.Makromol. Chem.22, 41-86 (1972).
- [29] J.H.DUMBLETON, T.MURAYAMA, and J.P.BELL, Kolloid-Z. u. Z.Polymere 228, 54-58 (1968); 238, 410-415 (1970).
- [30] G.P.ANDRIANOV, J.V.POPOV, S.D.ARTAMONOVA und B.A. ARNTJUNOV, Sowj.Beitr.Faserforsch.Textiltechn. 14, 624-629 (1977).
- [31] H.U.SCHRÖDER :Mechanische Relaxationsuntersuchungen zur Charakterisierung der nichtkristallinen Anteile und des Eigenschaftsspektrums von RWTH Aachen 1978
- [32] H.HUISMAN and H.M.HEUVEL, J. Appl. Polymer Sci. 22, 943-965 (1978).
- [33] H. PETZOLD: Über das thermische Verhalten von Polyesterfasern und dessen Einflüsse auf die Veredlung, Dissertation TH Dresden 1959.
- [34] H.-J.BERNDT: Untersuchungen an thermisch-mechanisch vorbehandeltem Polyäthylenglykolterephthalat, Dissertation RWTH Aachen 1971.
- [35] B.VON FALKAI and G.HINRICHSEN, J.Polymer Sci.(C) 58, 225-235 (1977).
- [36] R.W.SINGLETON: Fiber testing, in H.F.MARK, S.M.ATLAS, and E.CERNIA: Man –made fibers. Science and technology. Vol. III, p. 571-634. J.Wiley & Sons, New York 1968.
- [37] H.DITTMAN,Faserforsch. u. Textiltechn. 22. 138-145 (1971).
- [38] R.J.KLEE und F.SCULTZE-GEBHARDT, Faserforsch. u. Textiltechn./Z. Polymerforsch. 28, 55-58 (1977).
- [39] E.A.TIPPETTS and J.ZIMMERMAN, J.Appl.Polym. Sci. 8, 2465-2478 (1978).
- [40] E.I. ROSBOROUGH, J.Textile Inst. 65, 133-139 (1974).

- [41] I. NARISAWA, M. ISHIKAWA, and H. OGAWA, *J. Polymer Sci.: Polymer Phys. Ed.* *15*, 1055-1066 (1977).
- [42] A. PETERLIN, *J. Polymer Sci. (A-2)* *7*, 1151-1163 (1969).
- [43] S. ROSENBAUM, *J. Appl. Polymer Sci.* *9*, 2071-2099 (1965).
- [44] H. BERG, *Chemiefasern* *2*, 215-222 (1972).
- [45] H. MARZOLPH, *Angew. Chem.* *74*, 628-632 (1962).
- [46] I. SAKURADA and K. KAJI, *J. Polymer Sci. (C)* *31*, 57-76 (1970).
- [47] K. E. PEREPELKIN, *Angew. Makromol. Chemie* *22*, 181-204 (1972).
- [48] E. S. CLARK and L. S. SCOTT, *Polym. Engng. Sci.* *14*, 682-686 (1974).
- [49] J. R. COLLIER, T. YIN TAI TAM, J. NEWCOME, and N. DINOS, *Polym. Engng. Sci.* *16*, 204-211 (1976).
- [50] V. G. BARANOV, *Sowj. Beitr. Faserforsch. Textiltechn.* *14*, 575-584 (1977).
- [51] A. PETERLIN, *Polymer Engng. Sci.* *16*, 126-137 (1976).
- [52] D. E. BOSLEY, *J. Polymer Sci. (C)* *20*, 77-107 (1967).
- [53] R. SCHROTH und E. KLEIN, *Faserforsch. u. Textiltechn.* *17*, 466-470 (1966).
- [54] D. C. PREVORSEK, G. A. TIRPAK, P. J. HARGET, and A. C. REIMSCHUESSEL, *J. Macromol. Sci.-Phys.* *B9*, 733-759 (1974).
- [55] F. SCHULTZE-GEBHARDT und E. H. MÜLLER, *Faserforsch. u. Textiltechn.* *23*, 247-255 (1972).
- [56] R. MEREDITH: The structures and properties of fibres, *Textile Progress* *7*, 1-85 (1975).
- [57] M. TSURUTA and A. KOSHIMO, *J. Appl. Polymer Sci.* *9*, 11-23, 39-44 (1965).
- [58] A. KOSHIMO, *J. Appl. Polymer Sci.* *9*, 69-79 (1965).
- [59] E. W. FISCHER, *Kolloid-Z. u. Z. Polymere* *231*, 458-503 (1969).
- [60] R. N. KELLEY and W. O. STATTON, *Textile Res. J.* *39*, 662-666 (1969).
- [61] W. O. STATTON, *J. Polymer Sci. (A-2)* *10*, 1587-1592 (1972).
- [62] A. SIPPEL, *Chemiefasern* *21*, 286-289 (1971); *22*, 681-682, 685-686, 800-803 (1972); *24*, 362-365 (1974).
- [63] A. R. BUNSELL and J. W. S. HEARLE, *J. Appl. Polymer Sci.* *18*, 267-291 (1974); *Rheol. Acta* *13*, 1219-1224 (1974).
- [64] D. W. HADLEY and I. M. WARD: Anisotropic and nonlinear viscoelastic behavior in solid polymers, *Rep. Progr. Phys.* *38*, 1143-1215 (1975).
- [65] F. WINKLER, *Melliand Textilber.* *49*, 1257-1260, 1387-1392 (1968).

- [66] I. NARISAWA and T. KONDO, *J. Polymer Sci.: Phys.Ed.* *11*,1235-1245 (1973).
- [67] A.M. STALEVIC, *Sowj. Beitr. Faserforsch. Textitechn.* *14*, 131-136 (1977).
- [68] S.N. ZHURKOV and E.E. TOMASHEVSKY, *Physical basis of yield and fracture*, Ed. by A.C.Stickland, *Inst. Phys. & Phys.Soc. Conference Series No.1*, London 1966, p.200-208.
- [69] B.H. DAIMLER, *Kaut.Gummi Kunstst.* *18*, 15-23 (1965); 153-163 (1967).
- [70] K.E. PEREPELKIN und B.A. MUCHIN, *Lenzinger Ber.* *40*, 46-66 (1976).
- [71] T. YOSHITOMI, K. NAGAMATSU, and K. KOSIYAMA, *J.Polymer Sci.**27*, 335-347 (1958).
- [72] J.M.R. QUISTWATER and B.A.DUNELL, *J. Polym. Sci.* *28*, 309-318 (1958) ; *J.Appl. Polym. Sci.**1*, 267-271 (1959).
- [73] J.C. SMITH, P.J. SHOUSE, J.M. BLANDFORD, and K.M.TOWNE, *Textile Res. J.* *31*, 721-734 (1961).
- [74] J.C. SMITH, C.A. FENSTERMAKER, and P.J.SHOUSE, *Textile Res. J.* *33*, 919-934 (1963).
- [75] I.H. HALL, *J. Appl.Polym. Sci.* *12*, 731-750 (1968).
- [76] J. SKELTON, W.D. FREESTON, JR., and H.K.FORD, *Appl. Polym.Symp. No.12*,111-135 (1969).
- [77] W.BOBETH und R.-D REUMANN, *Wiss. Z. TU Dresden* *24*, 1091-1098 (1975), *Textiltechnik* *25*, 233-238 (1975).
- [78] S.L. DART *Textile Res. J.* *30*, 372-380 (1960).
- [79] S. ROSENBAUM, *J. Appl. Polym. Sci.* *9*, 2071-2099 (1965).
- [80] J.P. BELL and J.H. DUMBLETON, *Textile Res. J.* *41*, 196-203 (1971).
- [81] D.C. PREVORSEK, R.H. BUTLER, and G.E.R.LAMB: Influence of fiber properties on wrinkling behavior of fabrics, *Textile Res. J.* *45*, 60-66, 267-272, 285-289, 426-433, 535-540 (1975) ; *46*, 17-25 (1976).
- [82] A.C. LUNN, B.-L. LEE, and I.V. YANNAS, *Polymer Engng. Sci.* *14*, 610-615 (1974).
- [83] S.K.BATRA, *Macromol. Sci. Phys. B* *12*, 405-422 (1976).
- [84] R.SHISHOO and K.M. BERGH, *Textile Res. J.* *47*, 56-59 (1977).
- [85] R. BONART, L. MORBITZER und F. SCHULTZE-GEBHARDT, *Kolloid-Z. u. Z. Polymere* *251*, 1015-1027 (1973).
- [86] R. BONART und V. RUDOLPH , *Progr. Colloid & Polymer Sci.* *64*, 79-90 (1978).

- [87] T. MURAYAMA; Dynamic mechanical analysis of polymeric material, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam 1978.
- [88] A. BAUER und F. WINKLER, *Faserforsch. u. Textiltechn.* 15, 248-253, 433-441 (1964); 16, 185-190, 304-312, 382-387, 456-463, 534-540 (1965) ; 17, 161-169, 223-228 (1966).
- [89] H. OBERST: Viskoelastisches Verhalten bei ruhender und dynamischer Beanspruchung, in G. SCHREYER: Konstruieren mit Kunststoffen. Carl Hanser-Verlag, München 1972.
- [90] I.M. WARD: Structure and properties of oriented polymers. Applied Science Publisher Ltd., London 1975.
- [91] D.C. PREVORSEK, R.H.BUTLER, and H.K.REIMSCHUESSEL, *J.Polymer Sci. (A-2)* 9, 867-886 (1971).
- [92] R.J. SAMUELS, *J. Polymer Sci.(A-2)* 10, 781-810 (1972).
- [93] K. HOASHI and R.D. ANDREWS, *J.Polymer Sci. (C)* 38, 387-404 (1972).
- [94] B.L. DEOPURA, T.B. SINHA, and D.S. VARNA, *Textile Res. J.* 47, 267-271(1977).
- [95] K. AMIDE, S. MANABE, M. HARA, and C. NAKAYAMA, *J. Textile Machinery Soc. Jap.* 31, 1-10 (1978).
- [96] W. SCHERMANN und H.G. ZACHMANN, *Kolloid- Z. u. Z.Polymer* 241, 921-927 (1970).
- [97] U. EICHHOFF und H.G. ZACHMANN, *Faserforsch. u. Textiltechn.* 22, 395-400 (1975).
- [98] K.H. ILLERS, *Kolloid- Z. u. Z.Polymer* 253, 329-331 (1975).
- [99] G. GROENIKX, H. BERGMANS , and G. SMETS, *J. Polymer Sci.: Polymer Phys. Ed.14*, 591-602 (1976).
- [100] F. SCHULTZE-GEBHARDT, unveröffentl. Ber. Der Bayer AG. (1969).
- [101] G.W.BECKER und H. OBERST, *Kolloid- Z.* 152, 1-8 (1957).
- [102] R. MEREDITH, *Proc. V. Int. Congr.Rheology (Univ Tokyo)I*, 43 f. (1969).
- [103] S.J. VAN DER MEER: Dynamical mechanical properties of yarns, cords, and plain-weave fabrics, Doctoral thesis, Delft 1970 ; *J. Textile Inst.*65, 288-292 (1974).
- [104] D.R. BUCHANAN and J.P. WALTERS, *Textile Res. J.* 47, 398-406 (1977).
- [105] F. SCHULTZE-GEBHARDT, unferöffentl. Ber. der Bayer AG. (1975).
- [106] W.L. LINDNER, *Colloid & Polymer Sci.* 255, 213-221, 433-443 (1977).

- [107] W.P. MASON: Physical acoustics and the properties of solids. D. van Nostrand Comp., Inc. Princeton 1958.
- [108] I. PEREPECHKO: Acoustic methods of investigating polymers. Mir Publisher, Moskau 1975.
- [109] T. HÜTER, z. Angew.Phys. *1*, 274-289 (1949).
- [110] I.M. WARD, Proc. Phys. Soc. *80*, 1176-1188 (1962). Textile Res. J. *34*, 806-807 (1964).
- [111] F. SCULTZE-GEBHARDT, Kolloid Z. u. Z. Polymere *225*, 175-176 (1968).
- [112] H.M. MORGAN, Textile Res. J. *32*, 866-868 (1962).
- [113] K.- P. RICHTER, Progr.Colloid & Polymer Sci. *64*, 202-207 (1978).
- [114] H. DE VRIES: On the elastic and optical properties of cellulose fibers, Utrecht 1953.
- [115] W. WEGENER und O. SCHUBERT, Textilpraxis *21*, 636-642, 732-739 (1966).
- [116] W.J. LYONS, Textile Res. J. *32*, 448-459, 553-560 (1962); *40*, 836-843 (1970).
- [117] D.C.PREVORSEK and W.J. LYONS, Textile Res. J. *35*, 217-220 (1965).
- [118] A.R. BUNSELL, J.W.S. HEARLE, and R.D. HUNTER J. Phys. E *4*, 868-872 (1971).
- [119] B.C. GOSWANI and J.W.S. HEARLE, Textile Res.J.*46*, 55-70 (1976).
- [120] D.C. PREVORSEK and Y.D. KWON, J. Macromol. Sci.- Phys. B *12*, 447-485 (1976).
- [121] L. KONOPASEK and J.W.S. HEARLE, J. Appl. Polymer Sci. *21*, 2791-2815 (1977).
- [122] G.K. LAYDEN, J. Appl. Polymer Sci. *15*, 1709-1715 (1971).
- [123] H.U.HERWIG, Kolloid-Z. u. Z. Polymere *211*, 34-40 (1966).
- [124] G. VALK: Thermische Stabilisierung von PA- Fasern, Vortrag im Dtsch. Textilforschungszentrum Nord-West in Krefeld, Maerz 1976.
- [125] R.J. SAMUELS: The Science and Technology of Polymer Films. Volume I. Chapter 7. p. 256-361.Interscience Publisher N. Y. 1968.
- [126] P.H. HERMANS: Contribution to the Physics of Cellulose Fibres. Elsevier, N. Y. 1946.
- [127] I. M. WARD: Proc. Phys. Soc. London *80*, p. 1176 (1962).
- [128] I. M. WARD: Textile Res. J. *34*, p. 806 (1964).
- [129] W.W. MOSELEY: J. Appl. Polymer Sci. *3*, p. 266 (1960).

- [130] G. HEIDEMANN und H.-J. BERNDT, Lenzinger Ber. 36, 102-109 (1974).
- [131] H.G. HLOCH und G. VALK, Melliand Textilber. 58, 936 (1977).
- [132] G. HEIDEMANN und H.- J. BERNDT, Chemiefasern 27, 134, 137-140 (1977).
- [133] J. SKELTON, J. Textile Inst. 56, T 454- T464 (1965).
- [134] S. MORRIS, J. Textile Inst. 59, 536-547 (1968).
- [135] R.S.L. LAI and W.J. ONIONS, J. Textile Inst. 64, 175-188 (1973).
- [136] S.L. PHOENIX and J. SKELTON, Textile Res. J. 44, 934-940 (1974).
- [137] S.K. BATRA and N. SYED, J. Polymer Sci.: Polymer phys. Ed. 13, 369-386 (1975).
- [138] W. BOBETH, H. FAULSTICH und H. TAUSCH-MARTON, Faserforsch. U. Textiltechn. /Z. Polymerforsch. 26, 28-37 (1975).
- [139] P. PESCHEL, Melliand- Textilber. 50, 487-495 (1969).
- [140] W. BOBETH und B. SCHUBERT, Faserforsch. u. Textiltechn. 21, 1-7 (1970).
- [141] J.I. DUNLOP and A. BARKER, Textile Res. J. 43, 379-382 (1973).
- [142] K. ISHIKAWA, K. MIYASAKA, M. MAEDA, and M. YAMADA, J. Polymer Sci. (A-2) 7, 1259-1274 (1969).
- [143] Y. TAJIMA, Appl. Polymer Symp. No.27, 229-251 (1975).
- [144] R.H. BRAND and P. KENDE, Textile Res. J. 40, 169-177 (1970).
- [145] R.H. BRAND and R.E. SCRUBY, Textile Res. J. 43, 544-555 (1973).
- [146] C.R. PFEIFER and R.B. HURLEY, Appl. Polymer Symp. No.25, 179-186 (1974).
- [147] W. STEIN und K. WALLAS, Melliand-Textilber. 57, 97-103 (1976); 58, 609-616 (1977).
- [148] Dr. BODOR GÉZA: Szálasanyagok szerkezete II. Tankönyvkiadó, Budapest, 1970.

8. TÉZISEK

8.1. Tézisek magyar nyelven

A szintetikus makromolekulák rendeződése textilipari szálak gyártásakor
doktori (Ph.D) értekezéshez.

Írta: Erdélyi János

A jól feldolgozható poliamid 6 POY filament fonalak iránti követelmények néhány, az üzemvitelhez ritkán vizsgált paraméterrel kapcsolatban a következők:

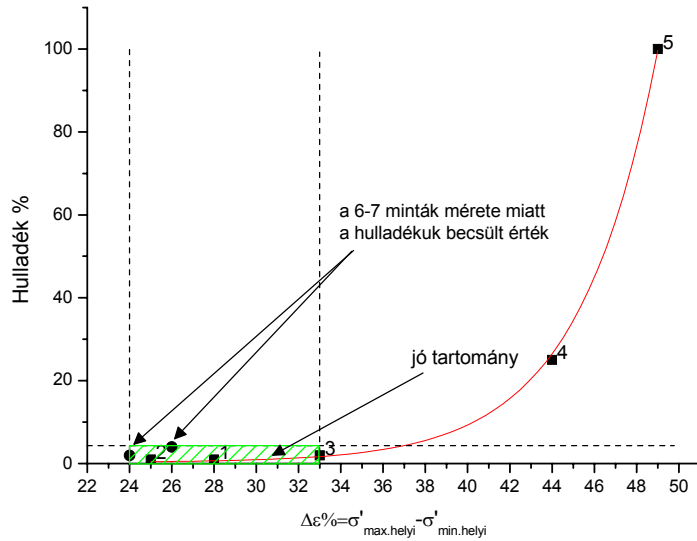
(A tézisekben a téziszüzet ábraszámozásai szerepelnek. Az ábrák azonosak sorrendileg az értekezés 57., 58., 55., 62. és 63. ábrájával.)

1. Tézis

Megállapítottam, hogy az optimálisan feldolgozható – minimális hulladékképződéssel járó, garantáltan jó késztermék minőséget biztosító – poliamid 6 POY filament fonal kristályos hányada 55%. A krisztallitok optimális mérete 6,4 nm. A 45% amorf hányad orientációs tényezője 0,55-0,934 közötti, amely a filament fonatra 0,80-hoz közeli átlagos orientációt kell eredményezzen.

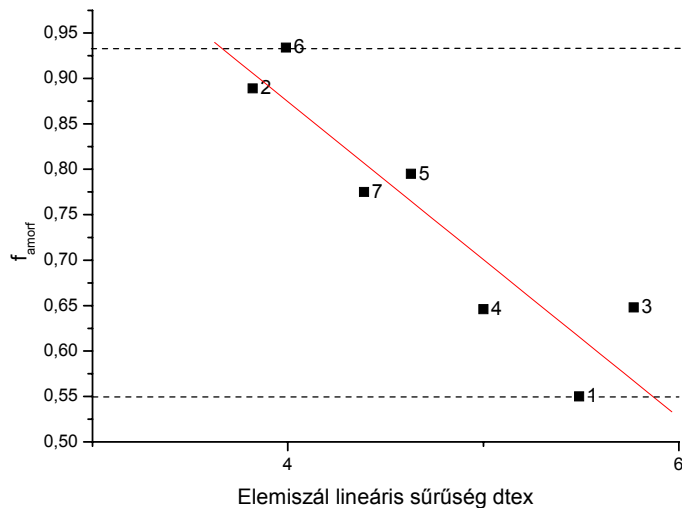
Amennyiben a filament fonal előzőekben felsorolt paramétereinél kisebb vagy nagyobb érték jellemzi a filamentet, akkor az előnytelen a továbbfeldolgozhatóság szempontjából, amelyet a megnövekedett hulladék arány jellemez.

Az 1. ábra mutatja a hulladék és a derivált szakítógörbéből származtatott $\Delta\epsilon\%$ közötti összefüggést.



1. ábra Hulladék- $\Delta\epsilon\%$ összefüggés

A 2. ábra szemlélteti, hogy az amorf rész orientációs tényezője nagyon függ a POY filament fonal elemiszálainak lineáris sűrűségétől, így értéke önmagában nem alapvető meghatározója a szál mechanikai paramétereinek.



2. ábra. Elemiszál lineáris sűrűség-amorf orientáció f_{amorf} összefüggés

Amennyiben kellően nagy az amorf hányad orientációs tényezője és ezzel az átlagos orientációs tényező is, de mégis nagyon alacsony a POY filament fonal szilárdsága és nagyon nagy a szakítónyúlása, az egyértelműen jelzi, hogy a makromolekulák nem rendeződtek kellő mértékben kristályos fázissá és a

krisztallitok mérete sem kedvező. Az ilyen szerkezeten műszakilag ésszerűen nem lehet, illetve nem érdemes módosítani, hanem a szerkezet kialakulását kell elkerülni. Ilyen esetben biztosan nagy hulladék mennyiséggel járó feldolgozhatóságra kell számítani.

2. Tézis

Megállapítottam, hogy az üzemviteli szakítógörbék elemzése a feldolgozhatóság egyszerűbb és gyorsabb megítélését teszik lehetővé. A derivált szakítógörbe $\varepsilon = 0$ -ra vonatkozó kezdeti modulus értéke 800-1200 mN/tex értékű kell legyen a jó feldolgozhatóság érdekében. Ha ez teljesül, az 1. tézis minden feltételezése érvényesül.

A szakítógörbéhez (F- ε , fajlagos húzóerő-nyúlás) nagyon jó pontossággal negyedfokú polinom illeszthető. A regresszió megbízhatósági tényezője eléri az $R^2 = 0,999$ értéket.

A polinomos illesztés azért kedvező, mert a polinom könnyen kiszámítható integráljából és a deriváltjából is lényeges következtetések vonhatók le a szál szerkezetére és a további feldolgozhatóságára vonatkozóan.

3. Tézis

Megállapítottam, hogy a 2. tézis integrált szakítógörbéjéből leolvasva a POY filament fonal fajlagos szakítási munkája el kell, hogy érje a 69 mJoule/tex $\pm 1,5\%$ értéket.

Ebben az esetben az 1. tézis feltételei és a jó feldolgozhatóság garantáltan biztosított.

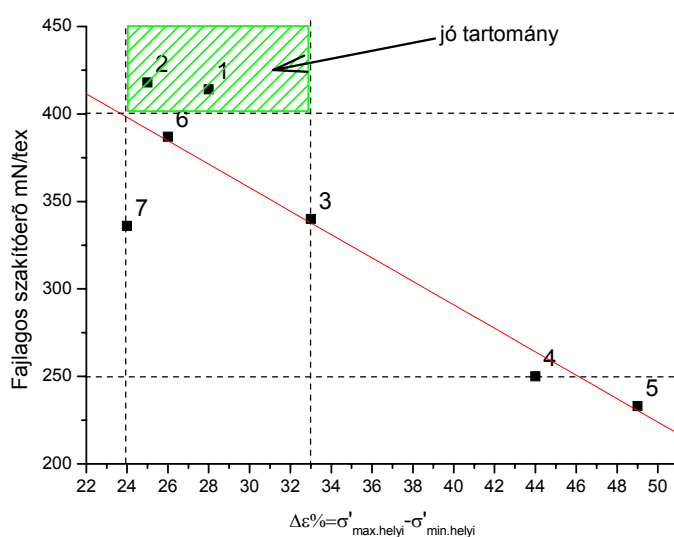
4. Tézis

Megállapítottam, hogy szokványos vizsgálatok esetén a kifogástalan szerkezetű és szilárdságú POY filament fonal fajlagos szakítószilárdsága 400-420 mN/tex, szakító nyúlása 60-65% közötti.

Ha ezek a paraméter feltételek nem biztosítottak, azaz a fajlagos szakítószilárdság 250-400 mN/tex és a szakítónyúlás 65-100% közötti értékű, szükséges ellenőrizni a 2-3. tézisek állítása szerint a POY filament fonal megfelelőségét.

Amennyiben a differenciál görbe minimum és maximum helyének távolsága 24-33% közé esik, akkor biztosan lehet olyan terjedelmesítő gépbeállítási paramétereket alkalmazni, amelyeknél a feldolgozás megfelelő.

A 3. ábra mutatja a POY filament fonal fajlagos szakítóerejének alakulását a derivált görbe helyi maximuma és minimuma közötti távolság, $\Delta\varepsilon\%$ függvényében.

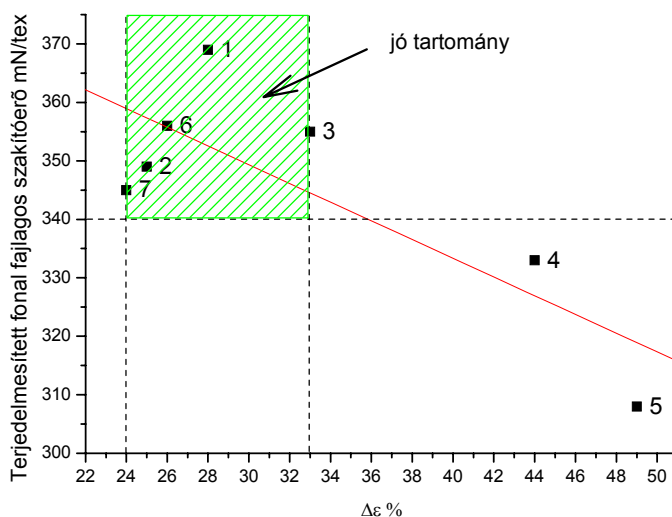


3. ábra. Fajlagos szakítóerő és a $\Delta\varepsilon\%$ összefüggés

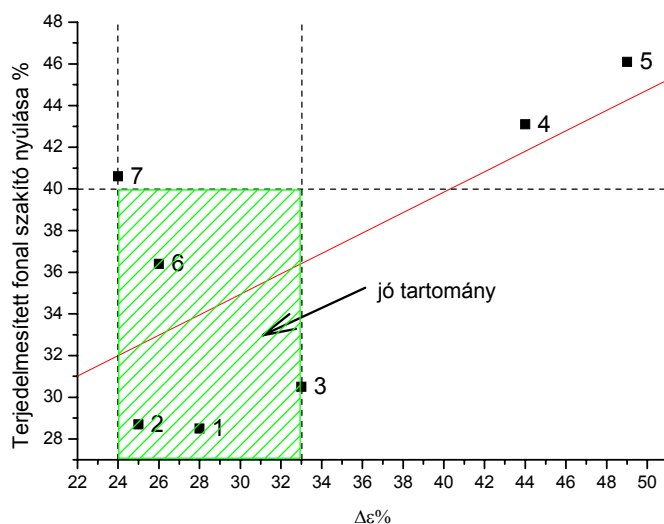
Amennyiben a differenciál görbe minimum és maximum helye közötti távolság nagyobb, mint 24-33%, akkor a feldolgozás biztosan problematikus lesz. Akár 5-10% hulladék képződhet a feltekereslészor és további 20-25% a terjedelmesítéskor.

A 90-100% nyúlású, egyúttal 250mN/tex , vagy az alatti fajlagos szakítószilárdságú POY filament fonalak feldolgozhatatlannak tekintendők.

A késztermék terjedelmesített fonal minőségi, szilárdsági jellemzőit a $\Delta\varepsilon\%$ függvényében a 4-5. ábrák szemléltetik.



4. ábra: $\Delta\varepsilon$ % és a terjedelmesített fonal fajlagos szakítóerő közötti összefüggés



5. ábra: $\Delta\varepsilon$ % és a terjedelmesített fonal szakító nyúlása közötti összefüggés

Az optimális POY filament alapfonalak a szokásos $175\pm 5^\circ\text{C}$ hőmérsékleten, 1,15-1,25 közötti nyújtással akár 800 m/perc sebesség mellett is feldolgozhatók egy átlagos 1,750-2,000 közötti D/Y arány mellett.

A POY filamentek feldolgozhatósági és a készült terjedelmesített fonalak minőségi elvárásai szempontjainak az 1-2-3 minták kiválóan, a 6-7 jól megfeleltek. A 4-5 minták minősítése rossz.

8.2. Tézisek angolul

Summary of the theses: „Arrangement of the synthetic macromolecules in the textile filament yarn production”.

Thesis 1.

I stated, that the optimal processibility of polyamide 6 POY filament yarn, with minimal waste and guaranteed best quality of final filament yarn product concerning the mechanical parameters, has a crystalline mass rate of 55%. The optimum size of crystallites is 6.4 nm. The orientation factor of the 45% amorphous part of POY filament yarn is between 0.55-0.934 and the average orientation factor for POY filament has to reach the value near of 0.80.

If the filament yarn is characterized by greater or smaller values than listed above, then this is inconvenient for further processing, which is followed by an increased waste.

The Figure 1. shows the connection between the waste quantity and $\Delta\varepsilon\%$ derived from the differentiated breaking curve.

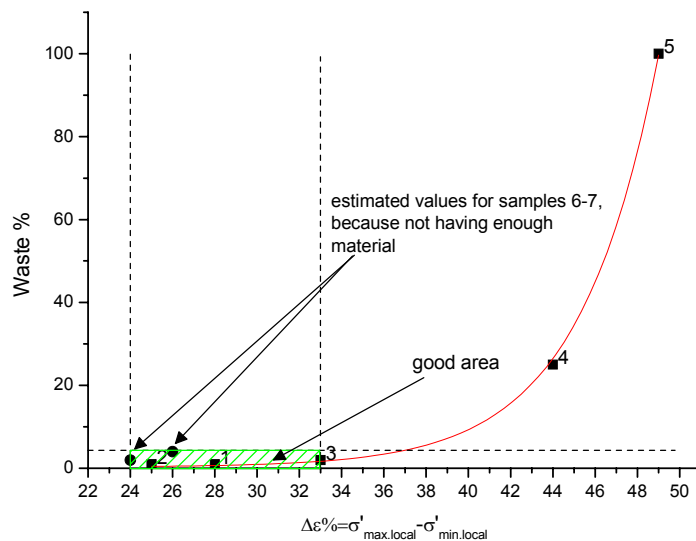


Figure 1.: Connection between the waste quantity and $\Delta\varepsilon\%$

The Figure 2. shows, that the orientation factor of amorphous part is much depending from the linear density of the elementary filament of the POY filament yarn. Therefore his value cannot be the only deciding factor for the mechanical parameters of the POY filament yarn.

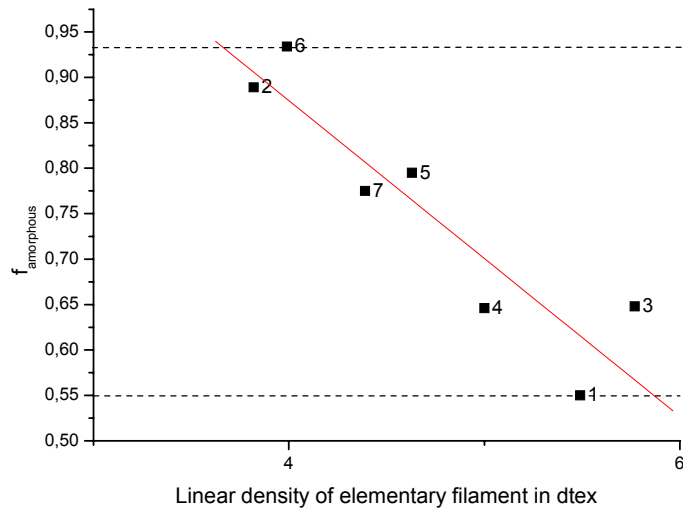


Figure 2: Connection between the linear density of elementary filaments and $f_{\text{amorphous}}$

If the orientation factor for the amorphous mass rate is big enough and according to this the average orientation factor is acceptable, although the specific tenacity of POY filament yarn is very low and the breaking elongation is very high, then this clearly indicates, that the arrangement of macromolecules into the crystalline phase happens not in a proper degree and the size of crystallites is also not convenient.

This wrong structure of POY filament yarn is not worth or cannot be modified reasonably, but the forming of such a structure has to be avoided.

In this case one surely has to calculate during processing with a big waste quantity.

Thesis 2.

I stated, that after evaluating the control tests of breaking diagrams during production, we can make quicker and simpler a decision for processing.

The initial modulus, which is the value of the differentiated breaking curve belonging to the elongation of $\varepsilon = 0$, has to reach 800-1200 mN/tex to have a good processing.

If this is realised, all conditions of the Thesis 1. are fulfilled.

The specific tenacity-elongation diagram, (F- ϵ) can be fitted to a quarter-degree polynomial equation. The value of the R-Square (COD) is 0.999.

From the value of the integrated polinom and the form of the differential curve, a conclusion can be derived for the structure and further processibility of the POY filament yarn.

Thesis 3.

I stated, that the specific tensile energy of the POY filament yarn, determined from the integral breaking diagram of the Thesis 2., has to reach the value of 69 mJoule/tex \pm 1.5%.

In this case the conditions of the Thesis 1. and the good processing are guaranteed.

Thesis 4.

I stated, that the specific tenacity of the optimal POY filament yarn is 400-420 mN/tex, the elongation at breake is 60-65% in the usual controll tests of production.

If these parameters are not provided and the specific tenacity is between 250-400 mN/tex and the elongation is between 65-100%, it is necessary to controll the POY filament yarns suitability according to theses of 2-3.

If the distance difference of the min. and max. points of the differentiated breaking diagram is between 24-33%, the proper technological parameters of texturising can be set.

The Figure 3. shows the connection between the specific tenacity of the POY filament yarn and $\Delta\epsilon\%$ derived from the differentiated breaking curve.

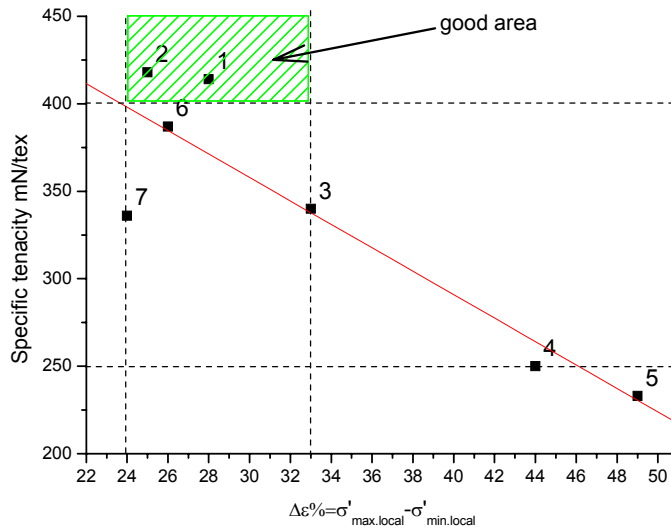


Figure 3.: Connection between the specific tenacity of POY filament yarn and $\Delta \epsilon \%$

If the distance difference between the min. and max. places is larger than 24-33 % , we can count during processing with several technical problems, and a big quantity of waste up to 25-30 %.

The POY filament yarns with elongations of 90-100 % and tenacities of 250 mN/tex (or lower) are not considered to be processable.

The 4-5. Figures show the connection between the mechanical parameters of the final texturised filament yarn, and $\Delta \epsilon \%$.

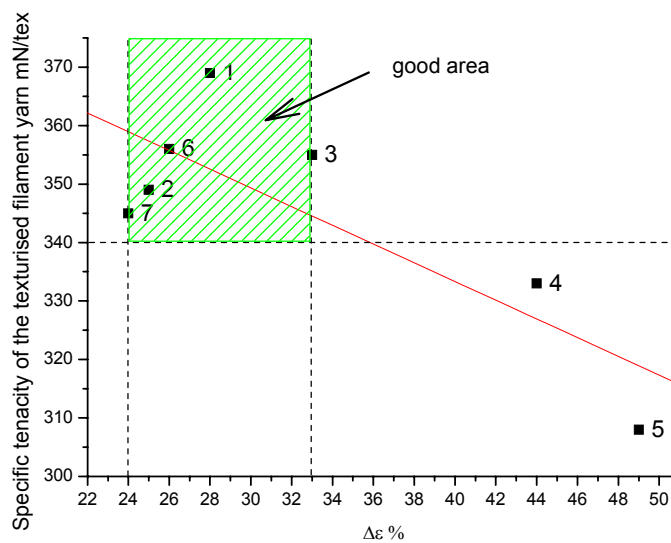


Figure 4.: Connection between the specific tenacity of the texturised filament yarn and $\Delta \epsilon \%$

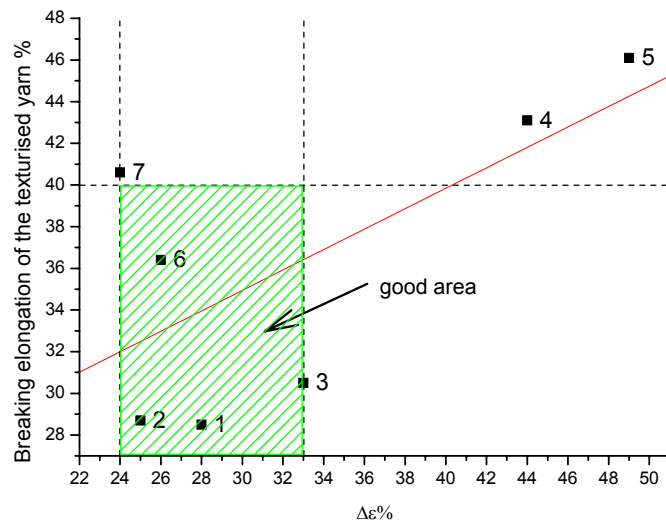


Figure 5.: Connection between the breaking elongation of the texturised filament yarn and $\Delta\epsilon\%$

The optimal polyamide 6 POY filament yarn is texturised at the temperature $175 \pm 5^\circ\text{C}$. Drawing rate in the heating zone is 1.15-1.25 with the average 1.900-2.000 D/Y rate, and the texturising speed is up to 800 m/min.

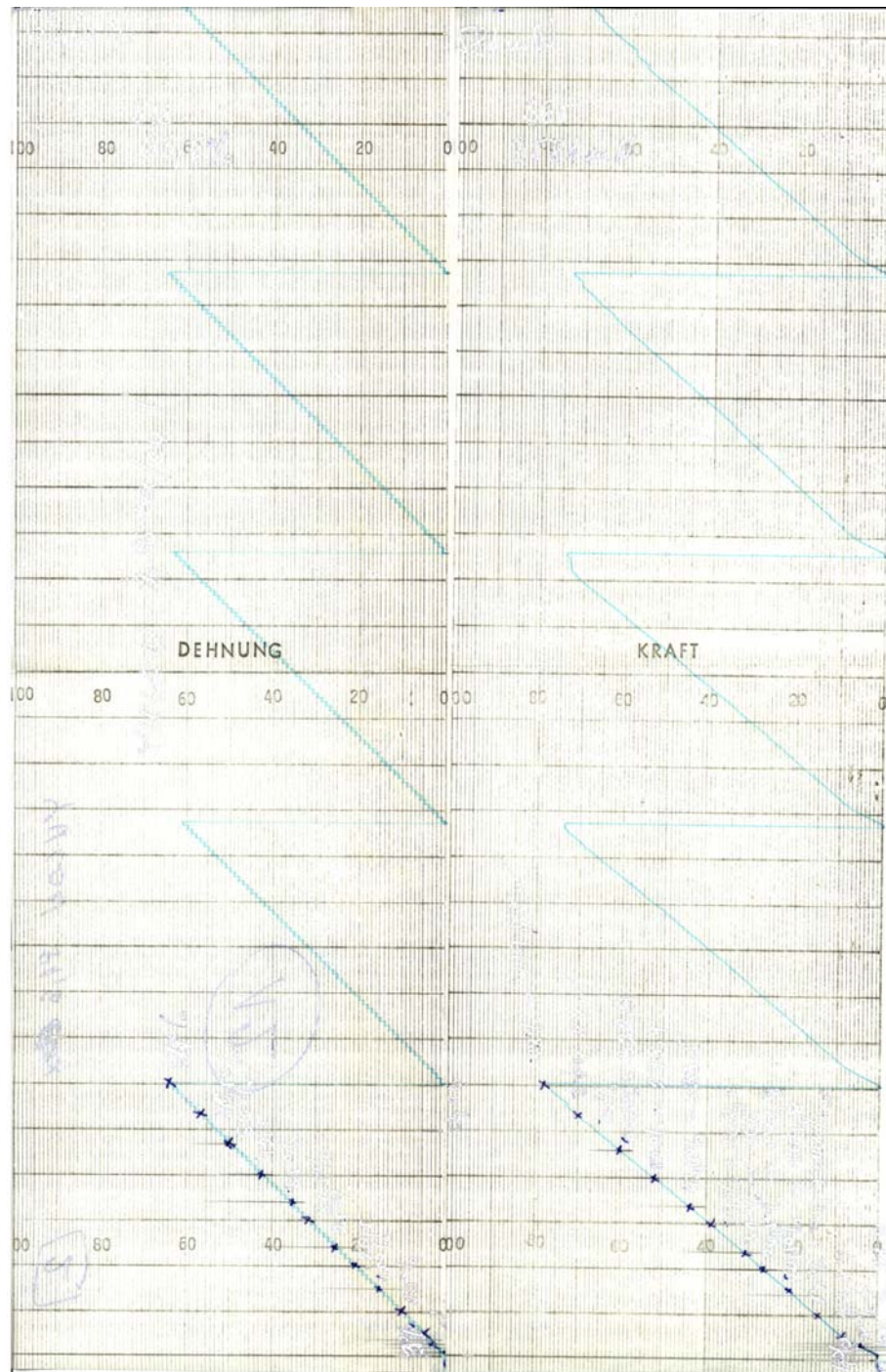
In view of processing and final product quality the samples 1-2-3 were stated very good, the 6-7 as good. The qualification of samples 4-5 were poor.

9. SAJÁT PUBLIKÁCIÓK JEGYZÉKE

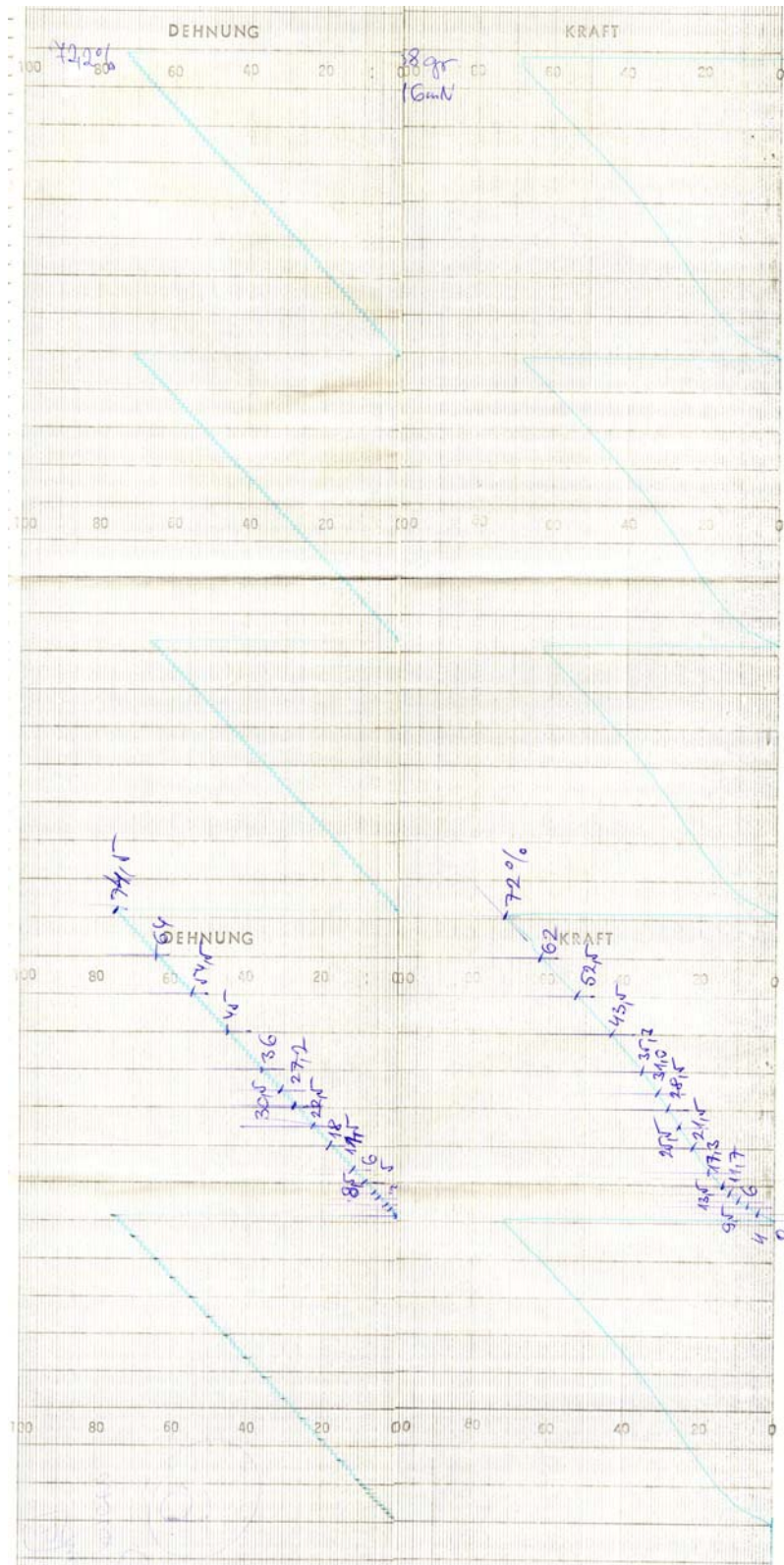
- 1./ Erdélyi János: Az ÖKO-TEX Standard bevezetésének tapasztalatai a Zoltek Rt nyergesújfalui Danamid Selyem üzletágában. Montlingen/Svájc, 1998. június 11-14. Bezema szimpózium. Előadás
- 2./ Kovács Mária, Erdélyi János, Béla Lajos: Erfahrungen über die Herstellung von gefärbten PA-6 Feinseide mit Masterbatch-Dosierung. Svit/Szlovákia, 1998. október 8-9. Előadás
- 3./ Erdélyi János: Színes poliamid-6 fonalak gyártása. Sopron/Nyergesújfalú, 2000. november 10. Előadás
- 4./ Erdélyi János ZOLTEK Rt., Dr. Erdélyi József BMF, Gyovai Ágnes BMF, Kovács Mária ZOLTEK Rt.: A poliamid-6 POY fonalgártás preparálószerének vizsgálata. Magyar Textiltechnika, *LIV. évf. 2001/4*, 145-149.
- 5./ Erdélyi János, Erdélyi József, Gyovai Ágnes, Kovács Mária: A POY- fonalgártásának preparálószeri és vizsgálata, Anyagvizsgálók Lapja *12. Évf. 1. sz.* 24-27 (2002).
- 6./ Erdélyi János: Bei der Produktion von Polyamid 6 POY-Garn eingesetzte Spinnpraeparationen und deren Bewertung. A Schill & Seilacher és Bezema preparálószer szállítóknak átadott üzemi értékelés. 2002. április 05.
- 7./ Gyovai Ágnes, Erdélyi János: A legújabb fejlesztések a mesterséges szálanyagok körében a 41. Nemzetközi Vegyiszl Konferencia tükrében, Magyar Textiltechnika, *LVI. évf. 2003/1*, 16-17.
- 8./ Gyovai Ágnes, Erdélyi János: Intelligens ruházati cikkek (i- Wear), Céliránytú, *XIII. évf. 263. sz.*, 26-27 (2003. február 17.).
- 9./ Gyovai Ágnes, Erdélyi János: Az intelligens ruházati cikkek, Magyar Textiltechnika, *LVI. évf. 2003/2*, 58-60.
- 10./ Erdélyi János (NyME): Cellulóz alapú szálak gyártásának fejlődése. Előadás az MTA Természetes Polimerek Munkabizottsága ülésén. Budapest, 2003. március 17.

10. MELLÉKLETEK

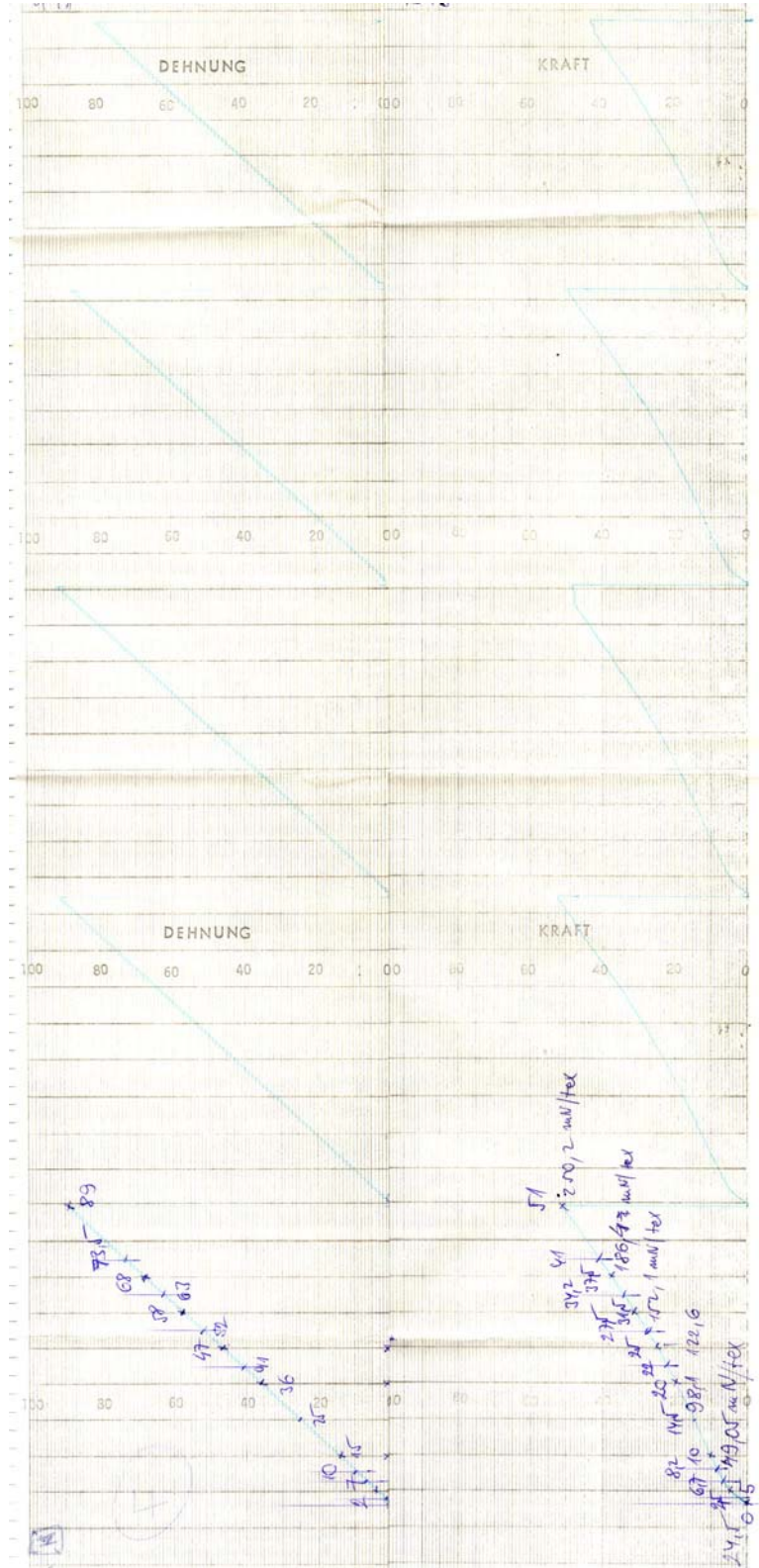
10.1. A 2-7. minták szakító diagramja a 4.1.2. fejezethez



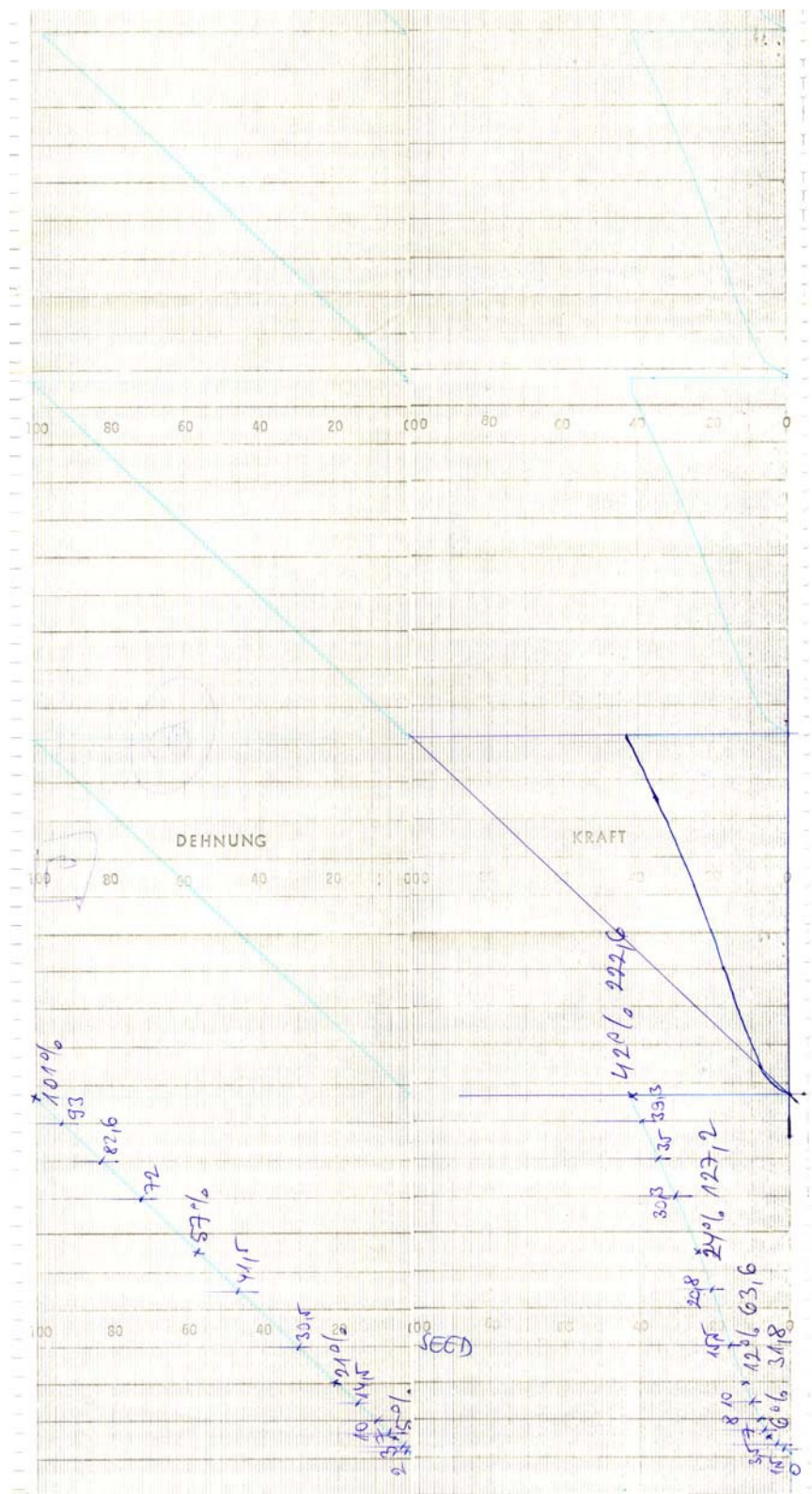
25. ábra: 2. minta szakítódiagramja



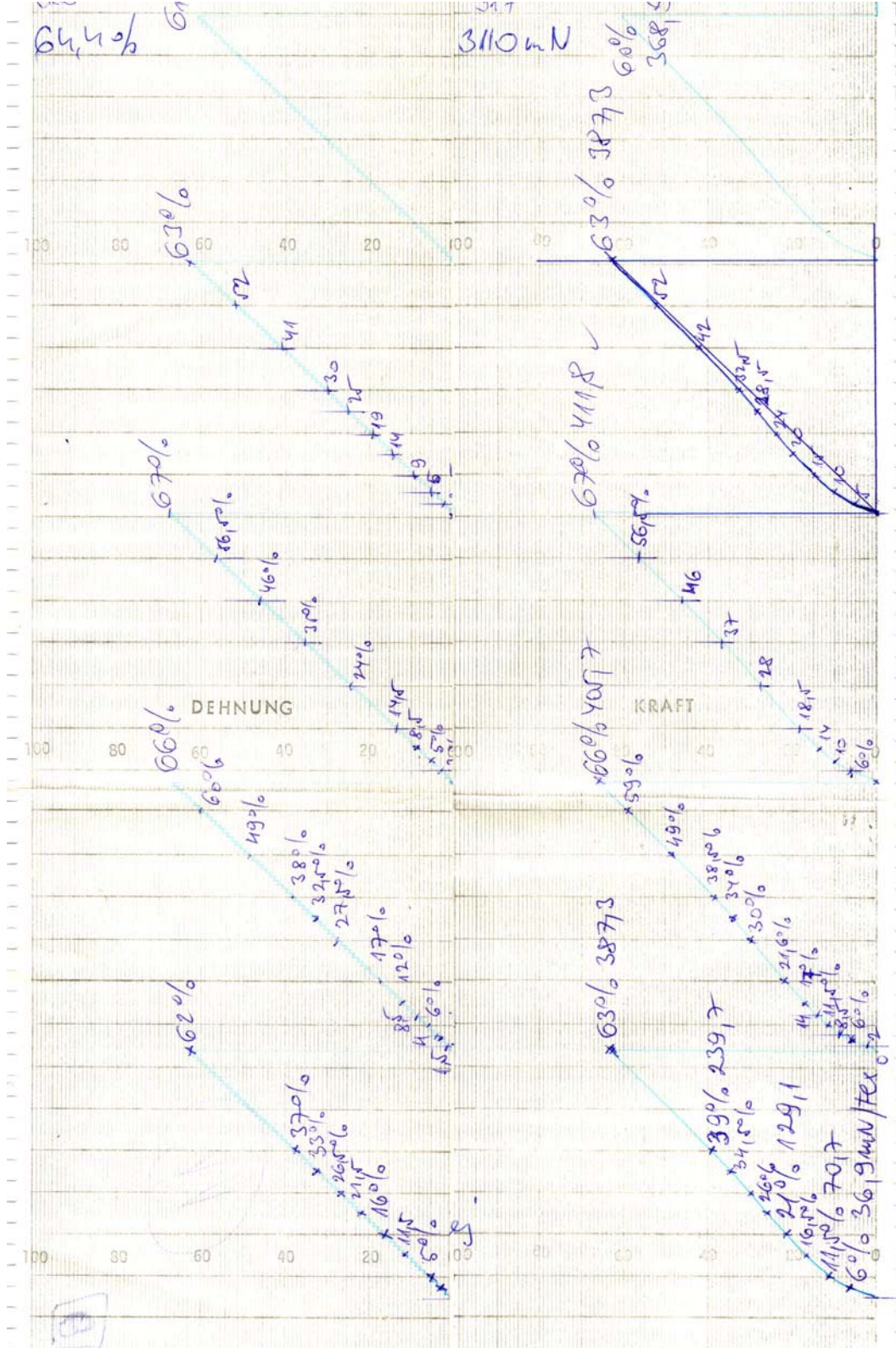
26. ábra: 3. minta szakítódiagramja



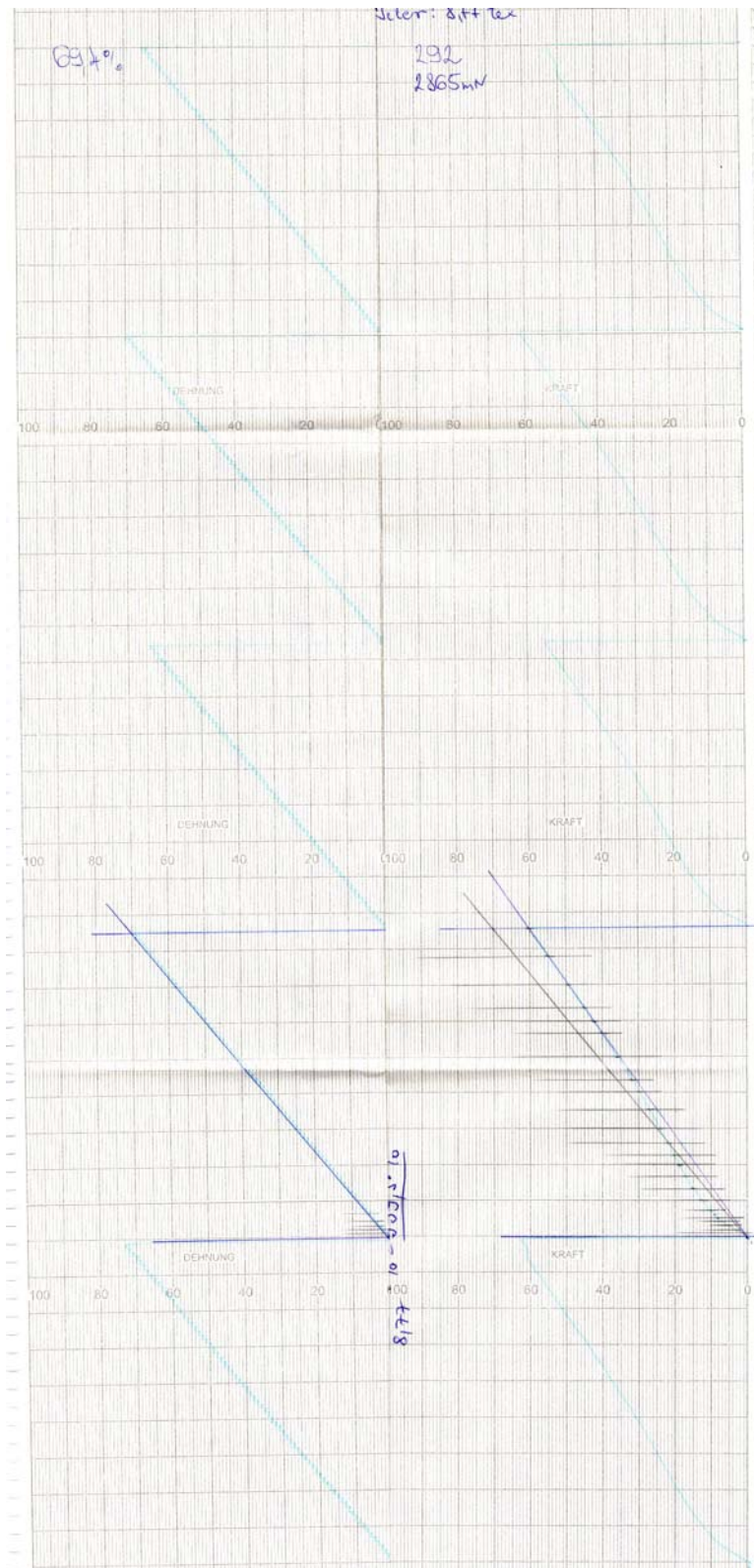
27. ábra: 4. minta szakítódiagramja



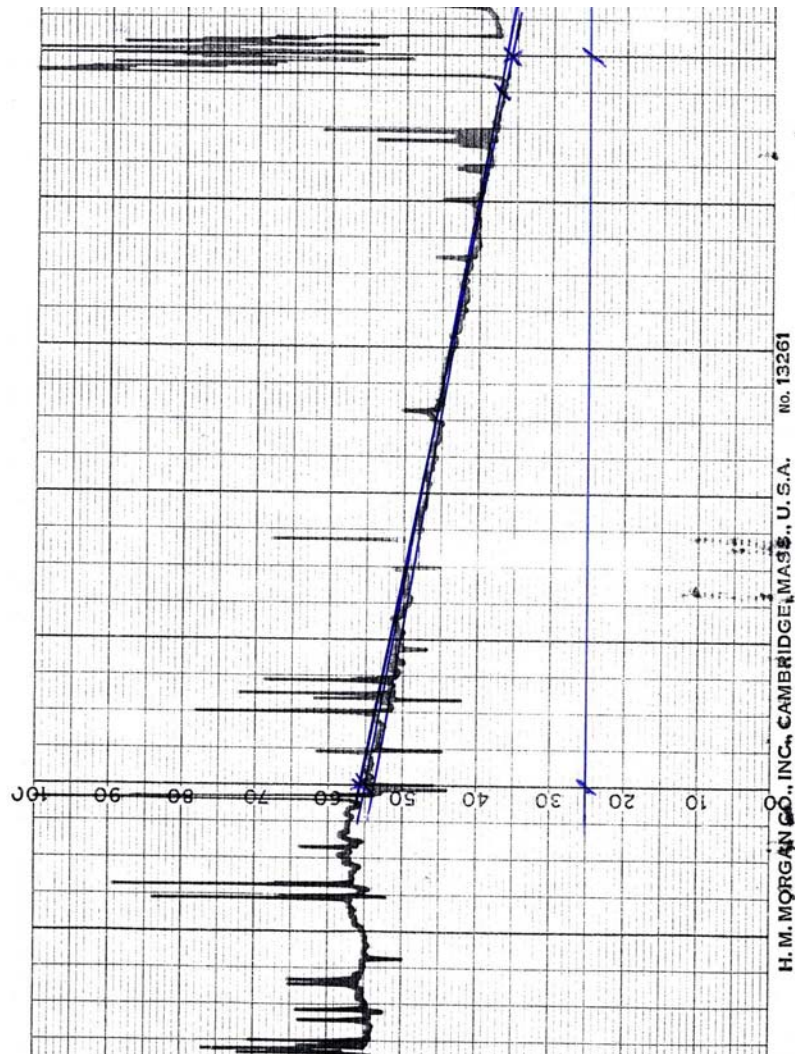
28. ábra: 5. minta szakítódiagramja

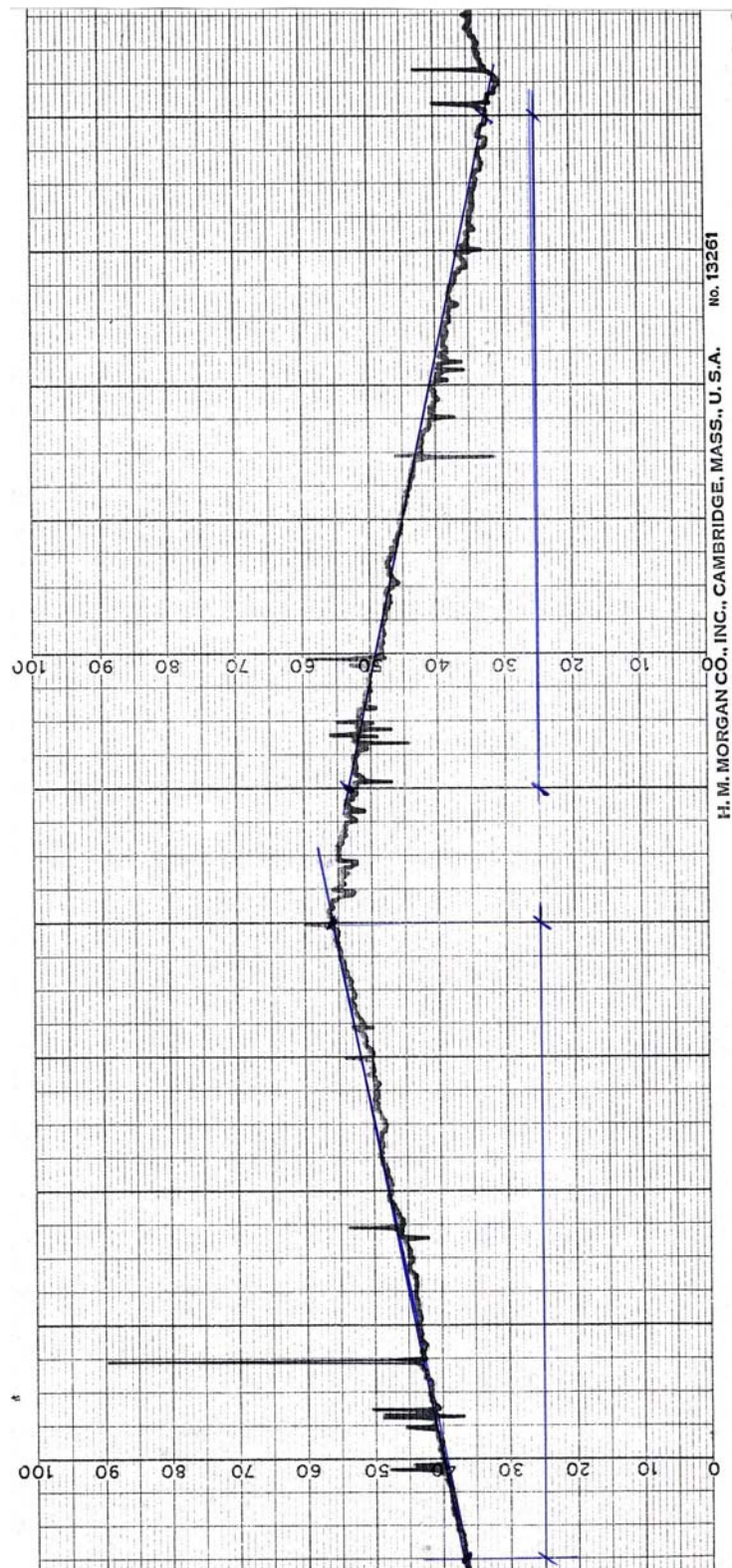


29. ábra: 6. minta szakítódiagramja

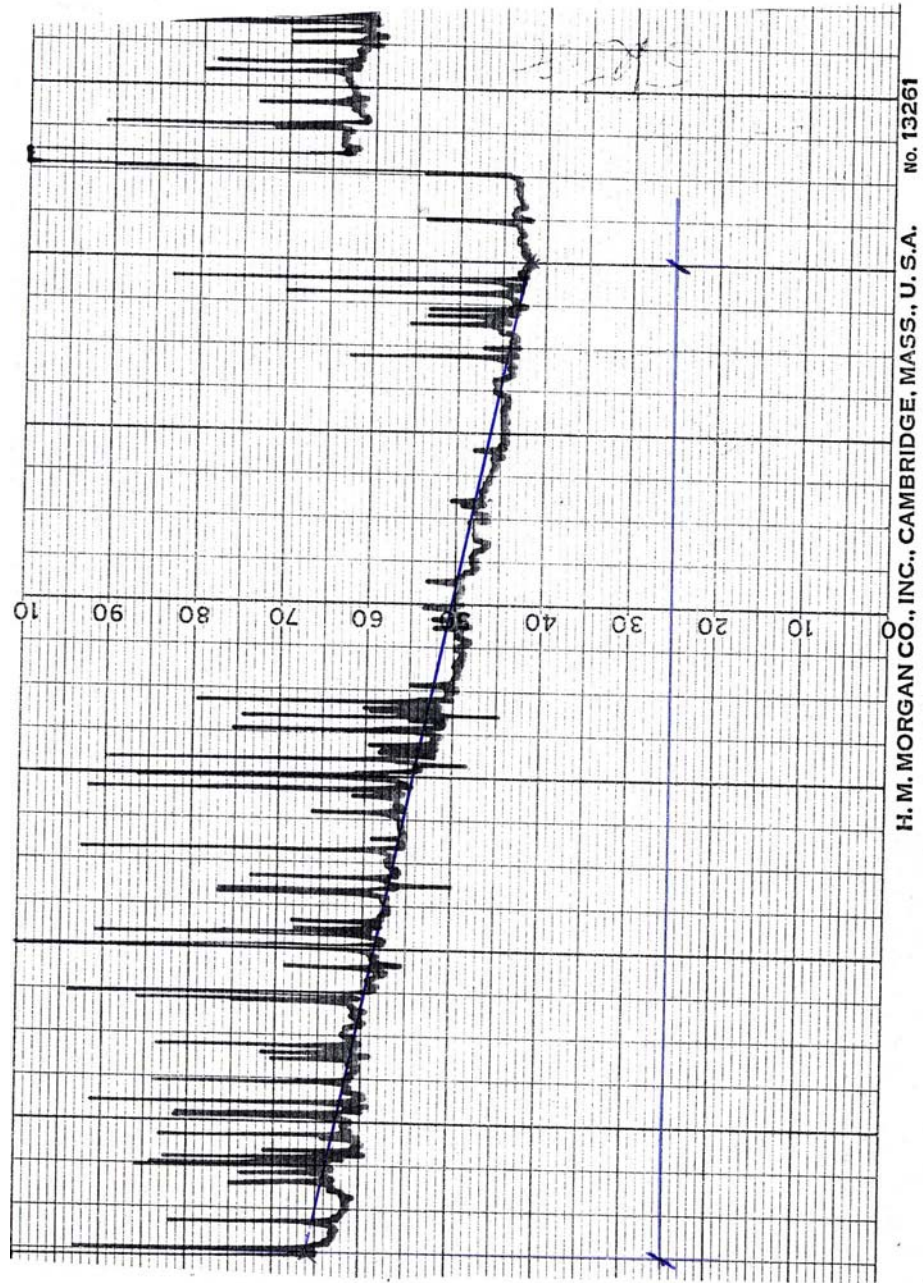


30. ábra: 7. minta szakítódigramja

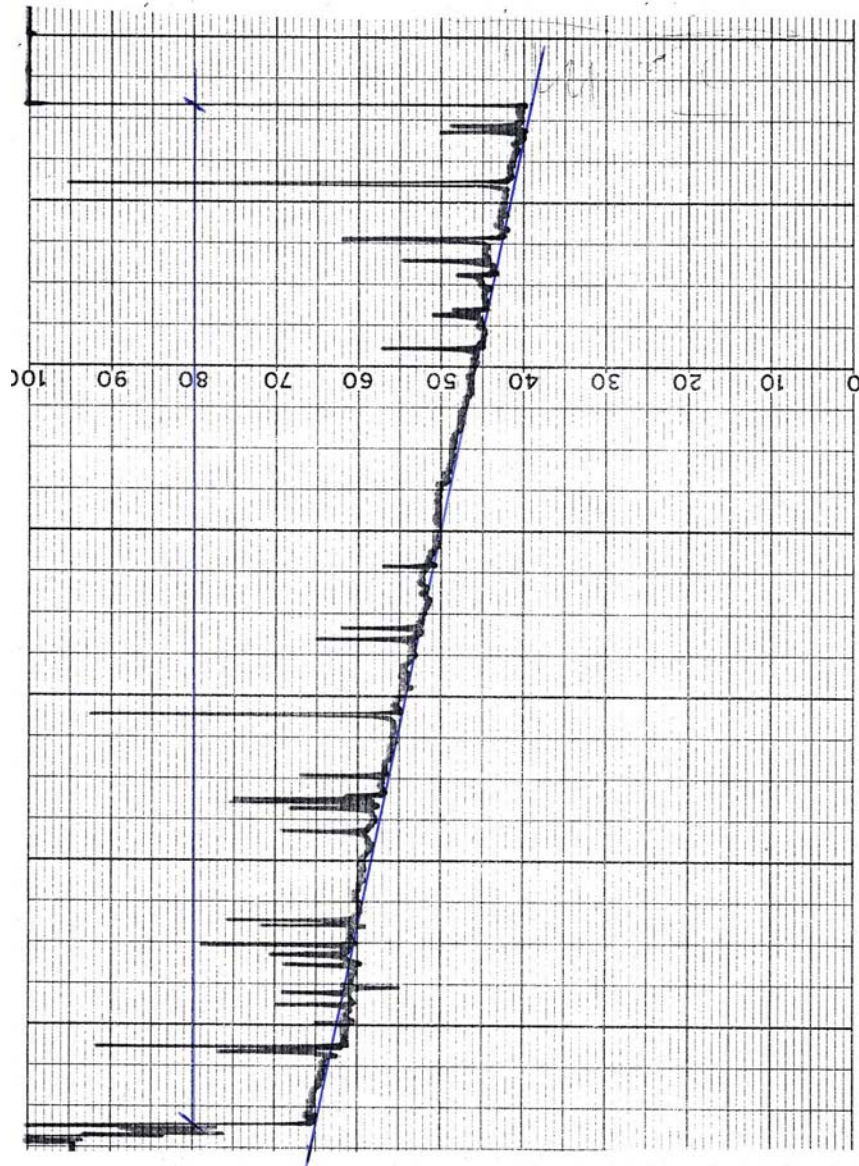
10.2. A 2-7. minták hang sebesség terjedési diagramja a 4.2. fejezethez**32. ábra: 2. minta hangsebesség terjedési diagramja**



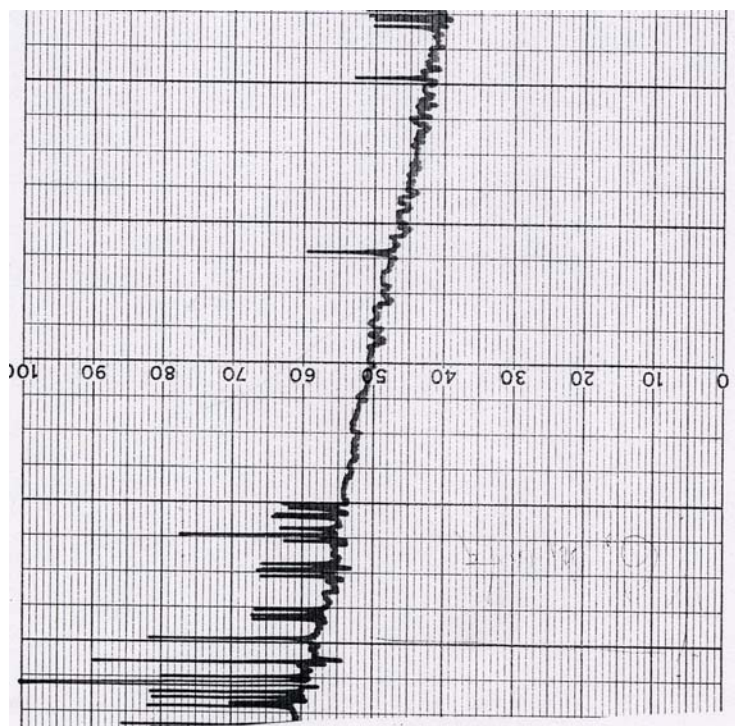
33. ábra: 3. minta hangsebesség terjedési diagramja



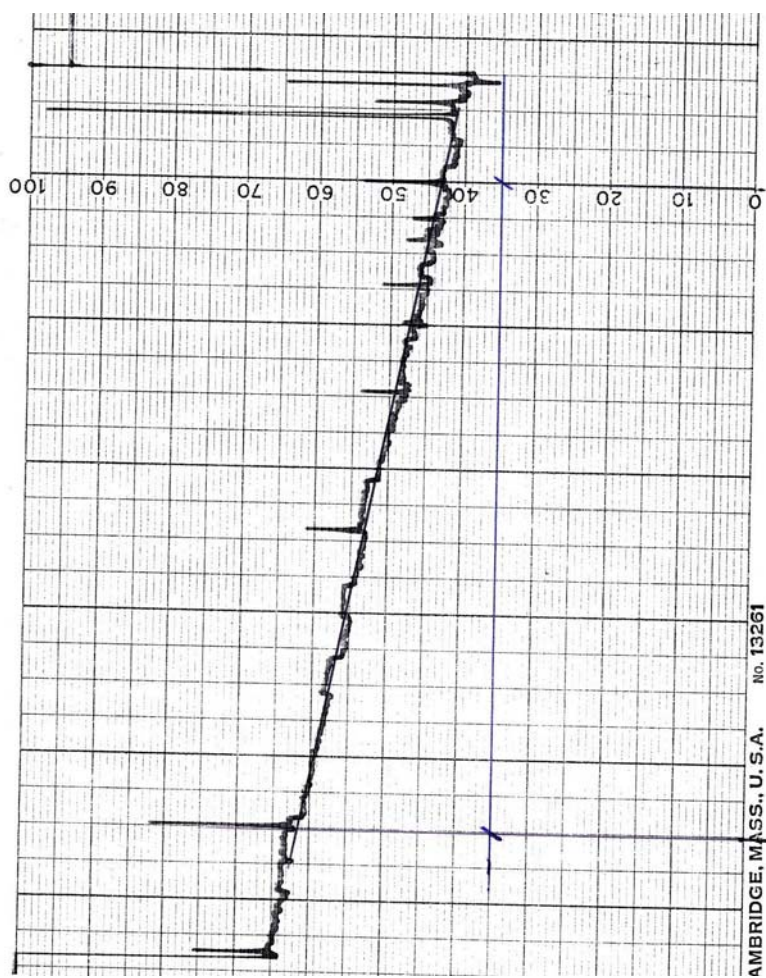
34. ábra: 4. minta hangsebesség terjedési diagramja



35. ábra: 5. minta hangsebesség terjedési diagramja



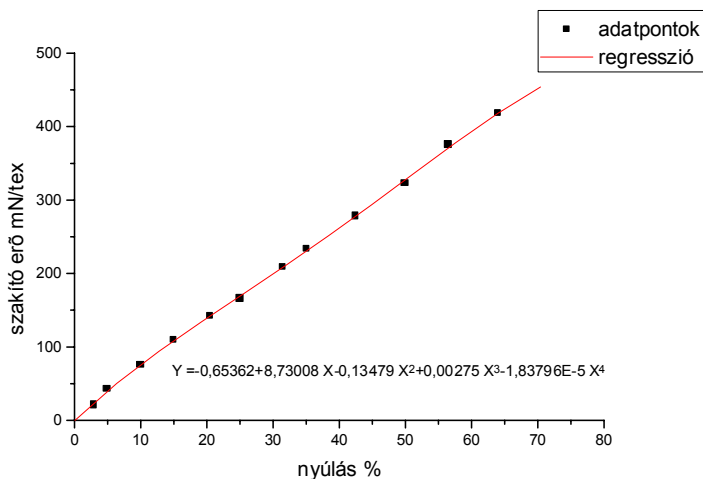
36. ábra: 6. minta hangsebesség terjedési diagramja



37. ábra: 7. minta hangsebesség terjedési diagramja

10.3. A 2-7. minták polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapjai az 5.1.1. fejezethez

Yulon 2-es minta



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1 \cdot X + B2 \cdot X^2 + B3 \cdot X^3 + B4 \cdot X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | -0,65362 | 2,65198 |
| B1 | 8,73008 | 0,69625 |
| B2 | -0,13479 | 0,04764 |
| B3 | 0,00275 | 0,00115 |
| B4 | -1,83796E-5 | 8,90707E-6 |

R-Square(COD) SD N P

0,99964 3,17406 13 <0.0001

Integ of Data1_B from zero

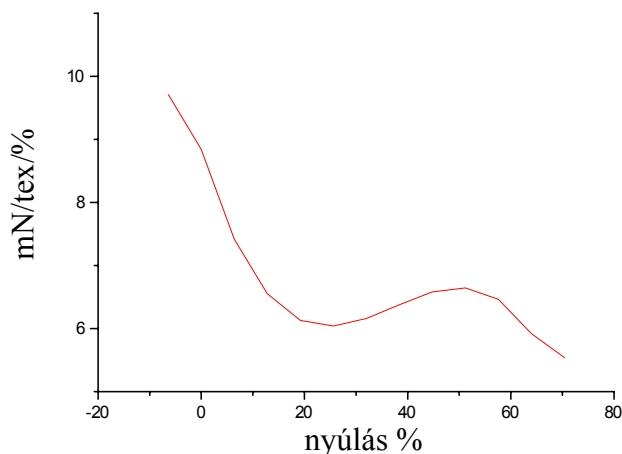
i = 1 --> 13

x = 0 --> 64

Area Peak at Width Height

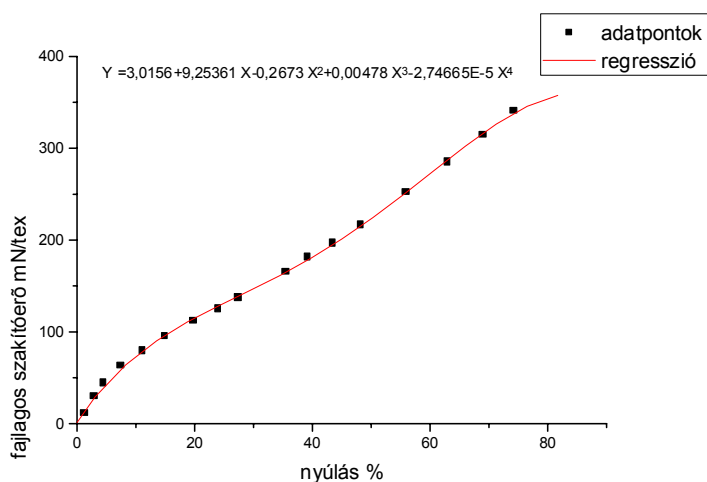
13643,275 64 29 417,7 13643,275 x 0,005 = **68,22 mJoule/tex**

A derivált görbéhez: $Y'(0) = 8,73 \text{ mN/tex}/10^{-2} = \mathbf{873 \text{ mN/tex}}$



41. ábra: 2-es minta polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

Radici 3-as fekete minta



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1 \cdot X + B2 \cdot X^2 + B3 \cdot X^3 + B4 \cdot X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 3,0156 | 1,89218 |
| B1 | 9,25361 | 0,45165 |
| B2 | -0,2673 | 0,0274 |
| B3 | 0,00478 | 5,81464E-4 |
| B4 | -2,74665E-5 | 3,9657E-6 |

| R-Square(COD) | SD | N | P |
|---------------|---------|----|---------|
| 0,99943 | 2,83561 | 18 | <0.0001 |

Integ of Data1_B from zero

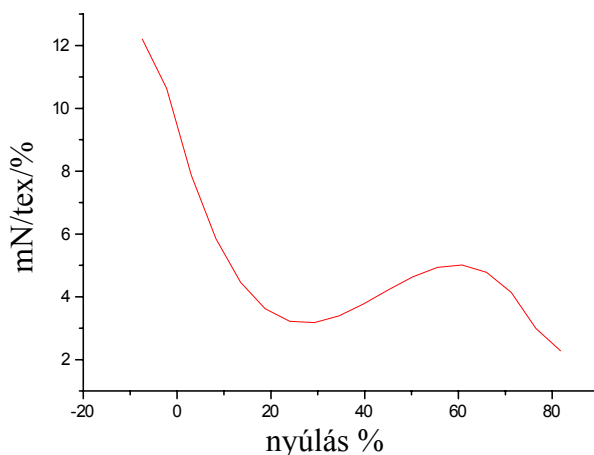
i = 1 --> 18

x = 0 --> 74,3

Area Peak at Width Height

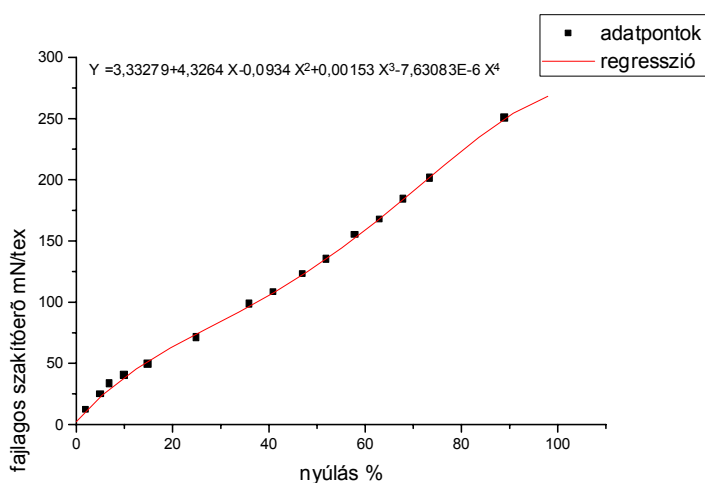
13187,335 74,3 35,1 340,3 13187,3 x 0,005 = **65,94 mJoule/tex**

A derivált görbéhez: $Y' (0) = 9,25 \text{ mN/tex} / 10^{-2} = 925 \text{ mN/tex}$



42. ábra: 3. minta polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

Seed 4-es fekete minta



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1 * X + B2 * X^2 + B3 * X^3 + B4 * X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 3,33279 | 1,61636 |
| B1 | 4,3264 | 0,32718 |
| B2 | -0,0934 | 0,01596 |
| B3 | 0,00153 | 2,75126E-4 |
| B4 | -7,63083E-6 | 1,53323E-6 |

| R-Square(COD) | SD | N | P |
|---------------|---------|----|---------|
| 0,99937 | 2,19309 | 16 | <0.0001 |

Integ of Data1_B from zero

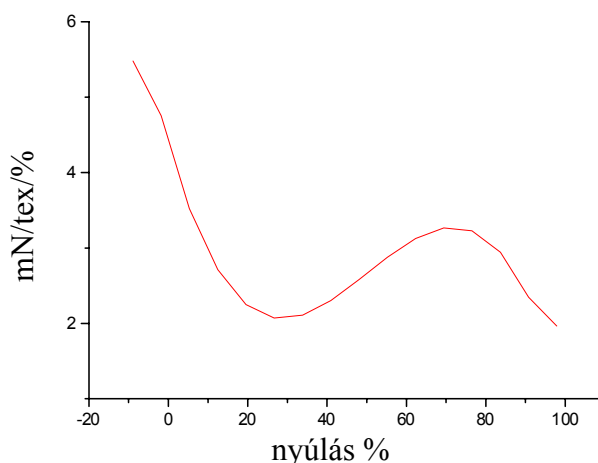
i = 1 --> 16

x = 0 --> 89

Area Peak at Width Height

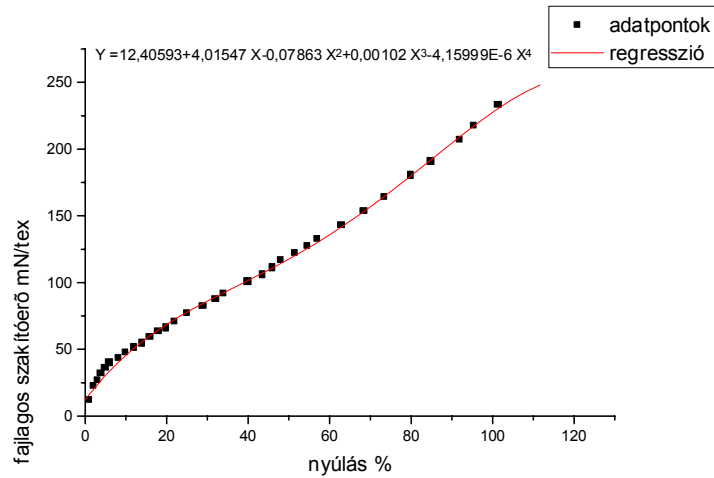
10949,175 89 37 250,2 10949,2 x 0,005 = **54,75 mJoule/tex**

$Y'(0) = 4,33 \text{ mN/tex}/10^{-2} = \mathbf{433 \text{ mN/tex}}$



43. ábra: 4.minta polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

Seed 5-ös minta kék



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1 * X + B2 * X^2 + B3 * X^3 + B4 * X^4$
 Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 12,40593 | 1,75915 |
| B1 | 4,01547 | 0,29685 |
| B2 | -0,07863 | 0,01318 |
| B3 | 0,00102 | 2,07588E-4 |
| B4 | -4,15999E-6 | 1,05444E-6 |

| R-Square(COD) | SD | N | P |
|---------------|---------|----|---------|
| 0,99728 | 3,44075 | 34 | <0.0001 |

Integ of Data1_B from zero

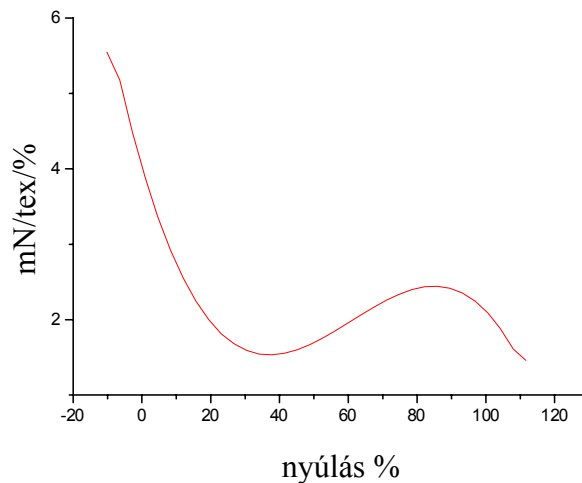
i = 1 --> 34

x = 0 --> 101,5

Area Peak atWidth Height

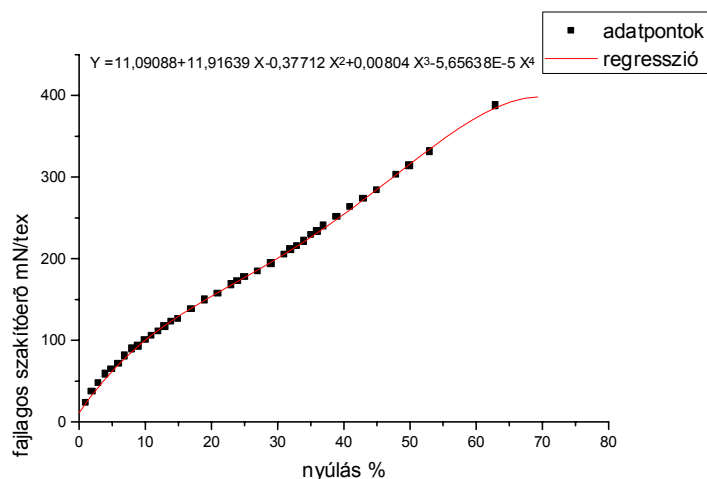
12520,175 101,5 50 233,1 12520,175 x 0,005 = **62,6 mJoule/tex**

$4,02 / 10^{-2} = \mathbf{402 \text{ mN/tex}}$



44. ábra: 5.minta polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

Barmag 6-os minta 4200m/perc



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1*X + B2*X^2 + B3*X^3 + B4*X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 11,09088 | 1,69871 |
| B1 | 11,91639 | 0,40744 |
| B2 | -0,37712 | 0,02794 |
| B3 | 0,00804 | 6,98061E-4 |
| B4 | -5,65638E-5 | 5,664E-6 |

R-Square(COD) SD N P

0,99914 2,88172 39 <0.0001

Integ of Data1_B from zero

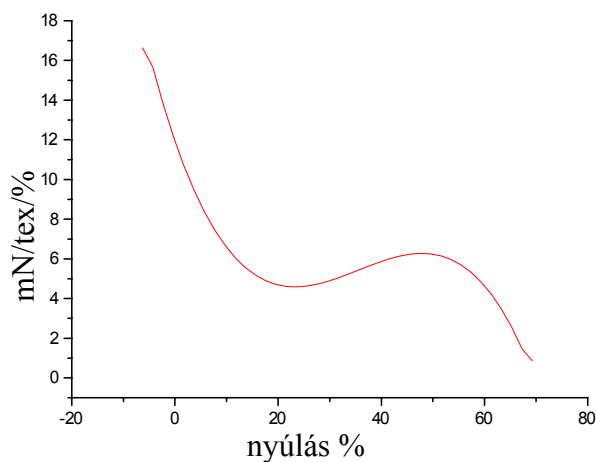
i = 1 --> 39

x = 0 --> 63

Area Peak at Width Height

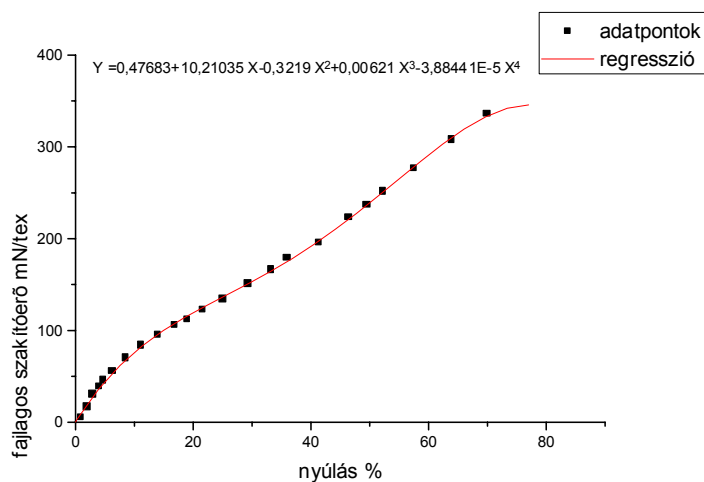
13329,1 63 34 387,2 $13329,1 \times 0,005 = 66,65 \text{ mJoule/tex}$

$11,92 / 0,01 = 1192 \text{ mN/tex}$



45. minta: polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

Barmag 7-es minta 3800m/perc



Polynomial Regression for Data1_B: $Y = A + B1*X + B2*X^2 + B3*X^3 + B4*X^4$

Parameter Value Error

| Parameter | Value | Error |
|-----------|-------------|------------|
| A | 0,47683 | 1,52915 |
| B1 | 10,21035 | 0,39349 |
| B2 | -0,3219 | 0,0256 |
| B3 | 0,00621 | 5,78467E-4 |
| B4 | -3,88441E-5 | 4,1869E-6 |

R-Square(COD) SD N P

0,99943 2,58476 24 <0.0001

Integ of Data1_B from zero

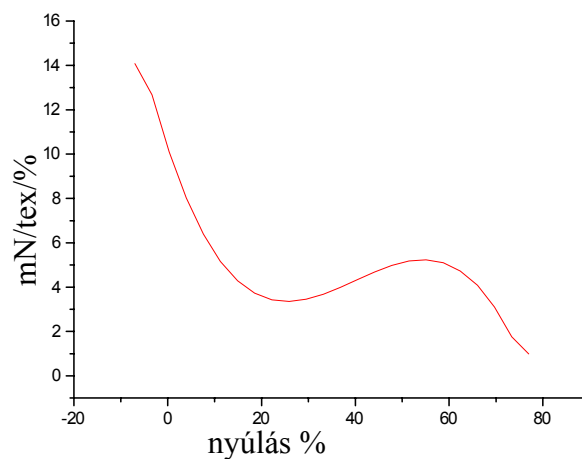
i = 1 --> 24

x = 0 --> 70

Area Peak at Width Height

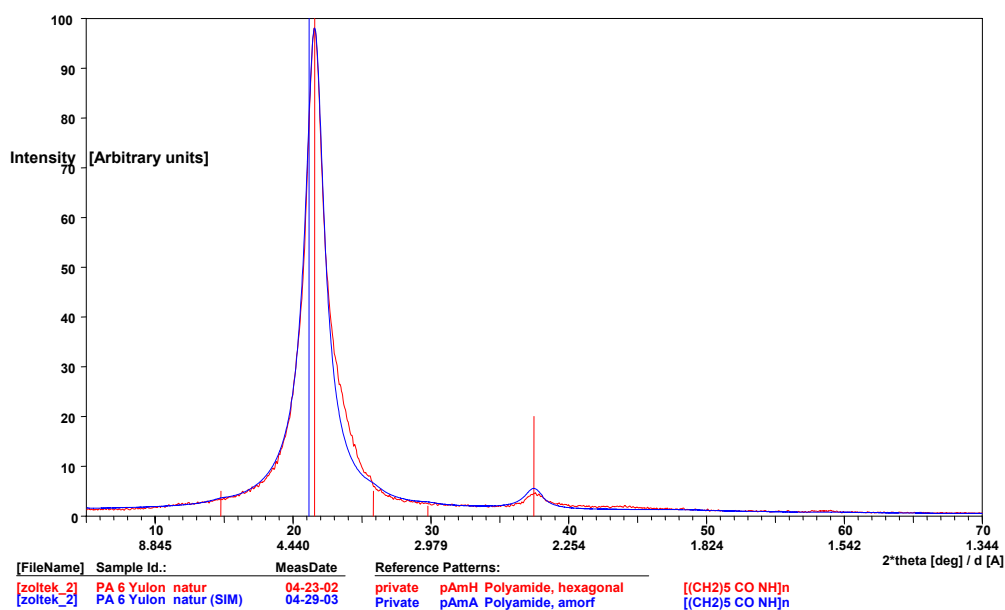
12417,83 70 34 335,6 12417,83 x 0,005 = **62,09 mJoule/tex**

10,21 / 0,01 = **1021 mN/tex**



46. ábra: 7. minta polinomiális regressziós összesítő-kiértékelő lapja

10.4. A 2-7. minták röntgendiffrakciós diagramja 5.3. fejezethez

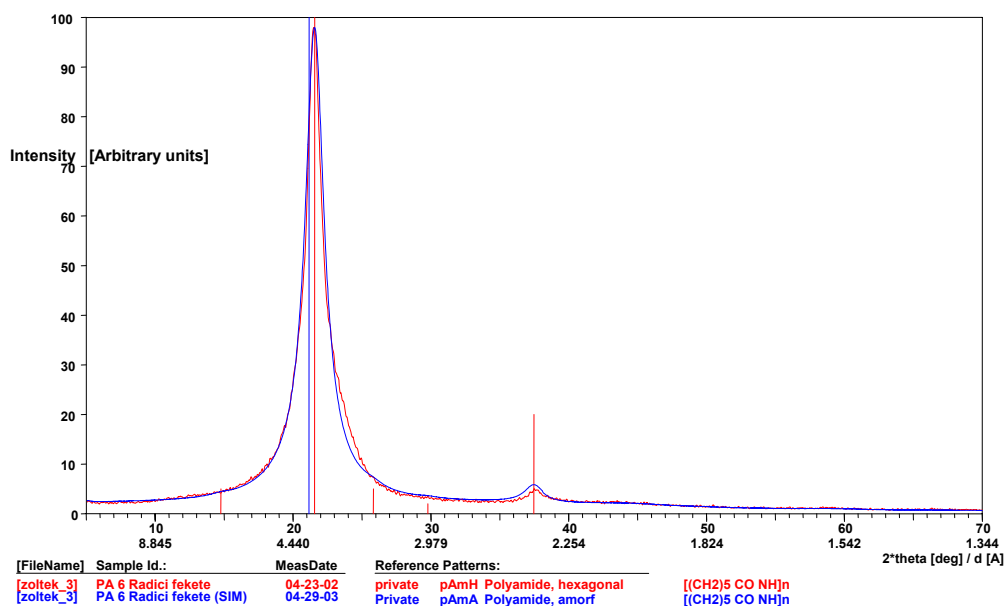


ZOLTEK_2 - PA 6 Yulon natur

| | SUM | pAmH | pAmA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 55.00 | 45.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.65 | 6.00 |
| xSize | [nm] | 6.4 | 1.7 |
| pSize | [um] | | |
| MAC | (CuKα) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.081
 Chi square = 2.508
 Full scale(obs) = 7658 counts
 Full scale(calc) = 7658 counts
 2theta offset = 0.04 deg

46. ábra: 2. minta röntgendiffrakciós diagramja

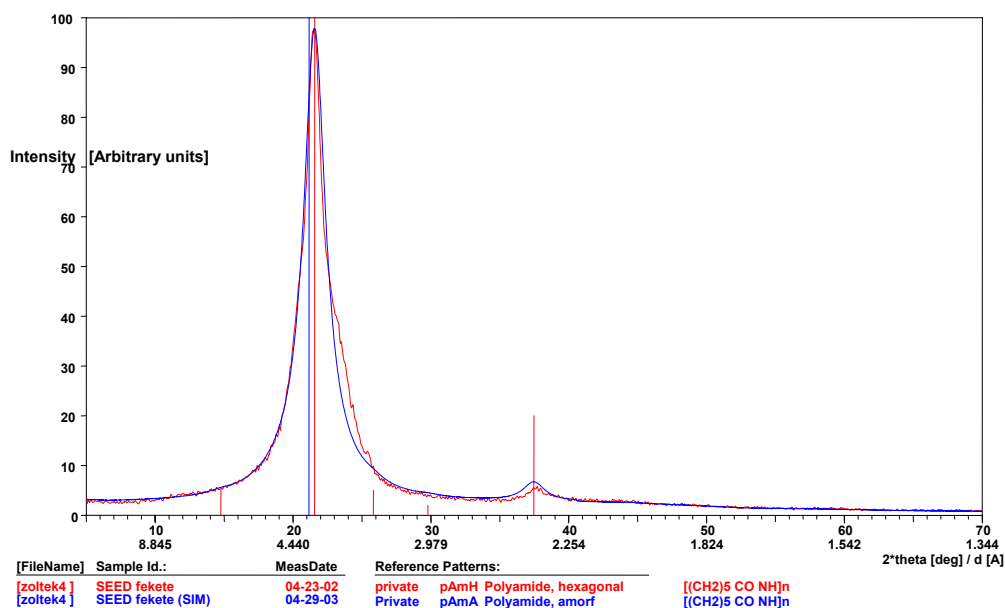


ZOLTEK_3 - PA 6 Radici fekete

| | SUM | pAmH | PamA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 50.00 | 50.00 |
| Orient. | [r] | 0.28 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.65 | 6.00 |
| XSize | [nm] | 6.4 | 1.7 |
| PSize | [um] | | |
| MAC | (CuKa) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.087
 Chi square = 1.933
 Full scale(obs) = 4909 counts
 Full scale(calc) = 4909 counts
 2theta offset = 0.08 deg

47. ábra: 3. minta röntgendiffrakciós diagramja

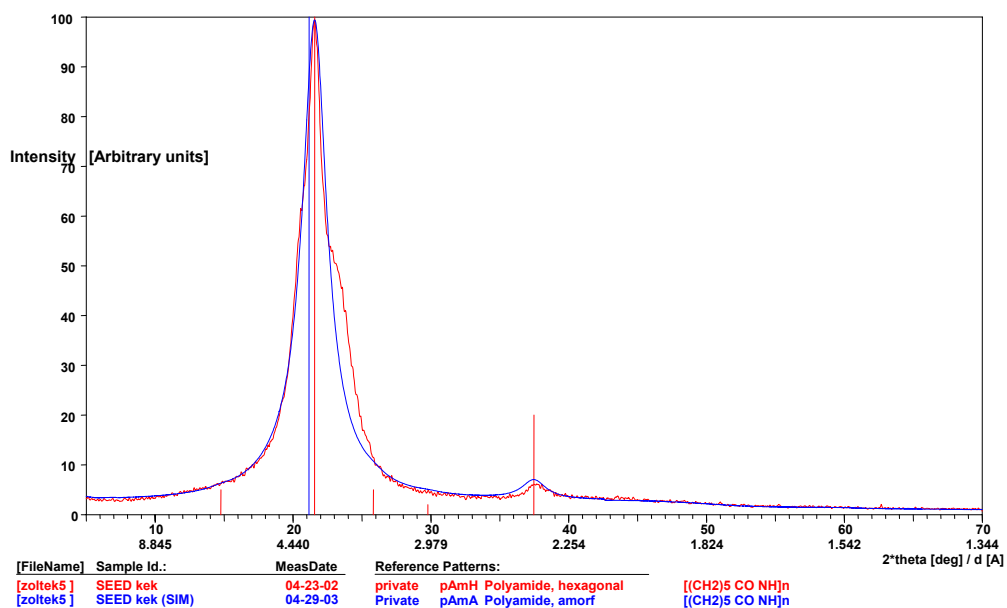


ZOLTEK4 - SEED fekete

| | SUM | pAmH | PamA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 45.00 | 55.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.90 | 6.00 |
| XSize | [nm] | 5.5 | 1.7 |
| PSize | [um] | | |
| MAC | (CuKa) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.097
 Chi square = 2.281
 Full scale(obs) = 4091 counts
 Full scale(calc) = 4091 counts
 2theta offset = 0.04 deg

48. ábra: 4. minta röntgendiffrakciós diagramja

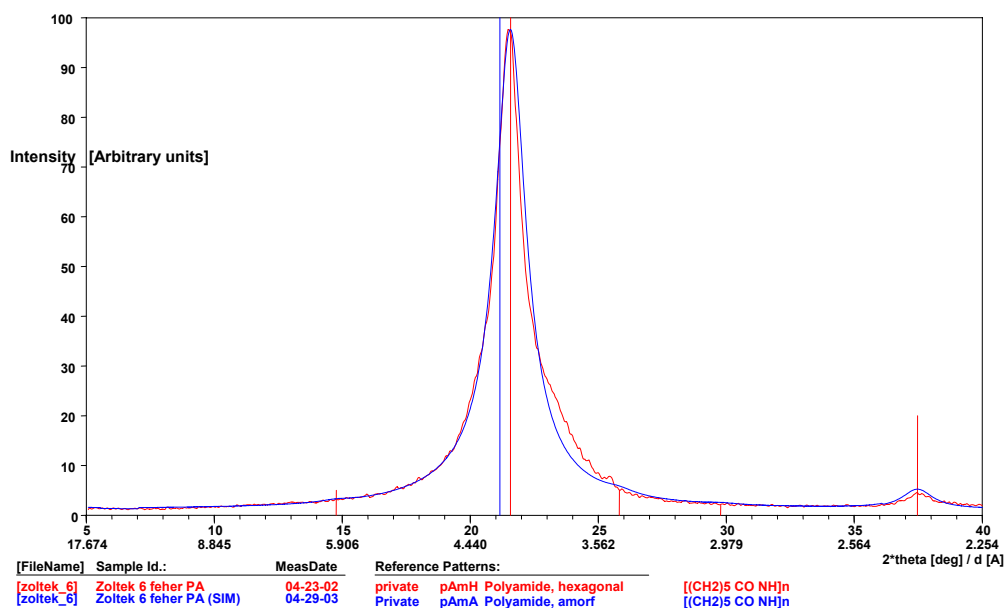


ZOLTEK5 - SEED kék

| | SUM | pAmH | pAmA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 45.00 | 55.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 2.10 | 6.00 |
| xSize | [nm] | 5.0 | 1.7 |
| pSize | [um] | | |
| MAC | (CuKa) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.119
 Chi square = 2.803
 Full scale(obs) = 3561 counts
 Full scale(calc) = 3561 counts
 2theta offset = 0.0 deg

49. ábra: 5. minta röntgendiffrakciós diagramja

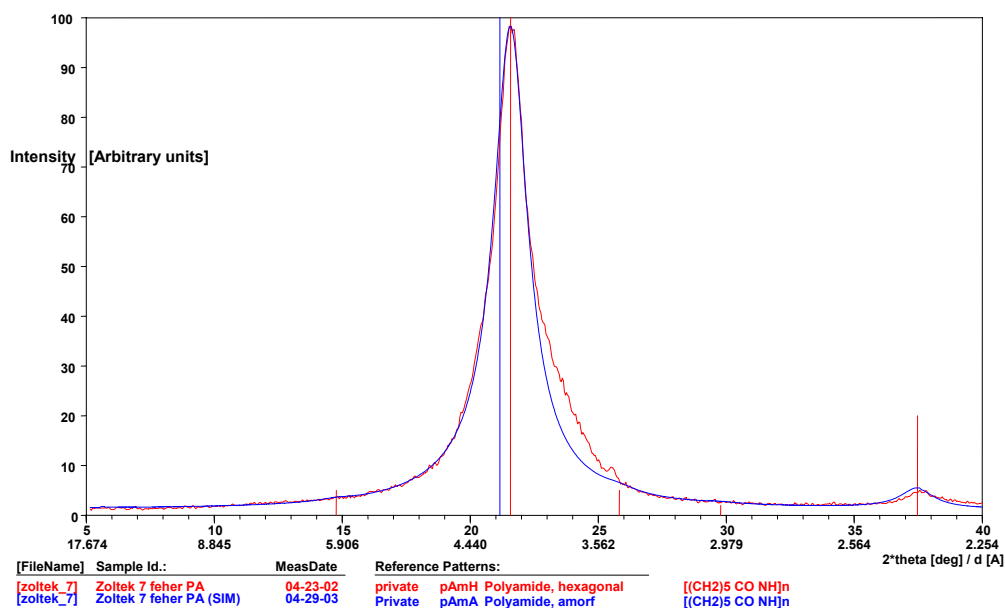


ZOLTEK_6 - Zoltek 6 feher PA

| | SUM | pAmH | pAmA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 50.00 | 50.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.45 | 6.00 |
| xSize | [nm] | 7.4 | 1.7 |
| pSize | [um] | | |
| MAC | (CuKα) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.095
 Chi square = 2.627
 Full scale(obs) = 4962 counts
 Full scale(calc) = 4962 counts
 2theta offset = 0.08 deg

50. ábra: 6. minta röntgendiffrakciós diagramja



ZOLTEK_7 - Zoltek 7 feher PA

| | SUM | pAmH | pAmA |
|---------------|---------------|--------------|--------------|
| Phase% | 100.00 | 50.00 | 50.00 |
| Orient. | [r] | 0.30 | |
| Shape | [exp] | 1.00 | 1.50 |
| FWHM | [0.11] | 1.60 | 6.00 |
| xSize | [nm] | 6.6 | 1.7 |
| pSize | [um] | | |
| MAC | (CuKa) | 5.5 | 5.5 |
| I/Ic | | | |

Profile R = 0.095
 Chi square = 3.159
 Full scale(obs) = 4635 counts
 Full scale(calc) = 4635 counts
 2theta offset = 0.16 deg

51. ábra: 7. minta röntgendiffrakciós diagramja