

LATVIJAS UNIVERSITĀTE
FIZIKAS UN MATEMĀTIKAS FAKULTĀTE
FIZIKAS NODAĻA

**MITRUMA IETEKME UZ EPOKSĪDA SVEĶU UN OGLEKĻA NANOCAURULĪŠU
KOMPOZĪTA MATERIĀLA FIZIKĀLAJĀM ĪPAŠĪBĀM**

BAKALaura DARBS

Autors: Dainis Silamiķelis

Stud. apl. nr. ds11021

Darba vadītāja: LU doktorante Anna Borisova

RĪGA 2015

ANOTĀCIJA

Bakalaura darba mērķis ir noskaidrot mitruma ietekmi uz epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla mehāniskajām īpašībām atkarībā no ONC masas koncentrācijas. Darba gaitā ir izveidoti jauni epoksīda sveķu un ONC nanokompozīta paraugi vairākās masas koncentrācijās. Paraugi testēti, veicot kvazistatiskās vienass stiepes eksperimentus līdz parauga sabrukšanai. Blīvums noteikts ar hidrostatiskās svēršanas metodi. Mitruma ietekmes novērtēšanai uz nanokompozīta mehāniskajām īpašībām izmantoti tādu pašu epoksīda sveķu paraugi, kas 32 mēnešus tika turēti 29% un 90% atmosfēras mitrumos. Tika nomērītas un salīdzinātas paraugu elastības moduļa un blīvuma vērtības. Eksperimenti veikti istabas apstākļos. Noteikts, ka mitrums samazina epoksīda sveķa un ONC nanokompozītu elastības moduļa vērtības par 15%-20%, taču ONC koncentrācijas ietekme ir niecīga.

Atslēgas vārdi: epoksīda sveķi, oglekļa nanocaurulītes, mehāniskās īpašības, nanokompozīts.

SUMMARY

Bachelor thesis aim is to determine effect of moisture on epoxy resin and CNT nanocomposite mechanical properties in relation to CNT mass concentration in sample. Samples of epoxy resin and nanocomposite were made in different CNT mass concentrations to determine the effect of moisture. Quasistatic single axis tensile experiments till complete sample breakdown were applied. Density of samples was determined using hydrostatic weighing method. To evaluate the impact of moisture on nanocomposite mechanical properties samples kept in 29% and 90% humidity were used. Density and Youngs modulus of all samples was measured and compared. Experiments were done in room temperature. It is determined that moisture decrease values of elastic modulus by 15-20%, but CNT concentration does not have significant effect on epoxy resin and CNT nanocomposite.

Keywords : epoxy resin, carbon nanotubes, mechanical properties, nanocomposite.

SATURA RADĪTĀJS

ANOTĀCIJA	2
SUMMARY	3
IEVADS	6
1. TEORĒTISKAIS PAMATOJUMS	7
1.1. Materiāli	7
1.1.1 Oglekļa nanocaurulītes	7
1.1.2 Epoksīda sveķi	9
1.1.3. Epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulīšu kompozītmateriāli	10
1.2. Mehāniskās īpašības	12
1.2.1 Stiepes deformācija	12
1.2.2 Mitruma ietekme uz epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulīšu kompozītmateriāliem	14
1.2.3. Klasiskais absorbcijas modelis ar konstantu difūziju	15
2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA	17
2.1. Epoksīda sveķu nanokompozīta parauga veidošana	17
2.2. Paraugu apstrāde	19
2.3. Mērījumu veikšana	21
2.3.1. Paraugu parametru noteikšana	21
2.3.1 Stiepes mērījumi	21
2.3.2. Blīvuma mērījumi	23
3. EKSPERIMENTA REZULTĀTI UN DISKUSIJA	24
3.1. Stiepes testu iegūtie rezultāti	26
3.1.1. 2015. gada paraugu stiepes deformācijas līknes novērtējums	26
3.1.2. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, stiepes deformācijas līknes novērtējums	27
3.1.3. Paraugu, turētu 32 mēnešus 90% atmosfēras mitrumā, stiepes deformācijas līknes novērtējums	29
3.1.4. Stiepes testos iegūto rezultātu analīze	30
3.2. Materiāla blīvuma rezultāti	32
3.2.1. 2015. gada paraugu blīvuma novērtējums	32
3.2.2. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, blīvuma novērtējums	32
3.2.3. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, blīvuma novērtējums	33
3.2.4. Blīvuma mērījumos iegūto rezultātu analīze	34
SECINĀJUMI	35

APZĪMĒJUMU SARAKSTS

Saīsinājumi:

ONC – oglekļa nanocaurulītes;

CNT – carbon nanotubes [eng].

Izmantotie apzīmējumi un to skaidrojumi:

A – parauga masa gaisā;

B – parauga masa spirtā;

C_{cnt} – ONC koncentrācija paraugā;

E – Junga modulis;

F – spēks pie relatīvās deformācijas;

i – mērījuma vērtība,

n – mērījumu skaits;

i_{vid} – mērījumu vidējā vērtība;

L_0 – parauga garums;

P – paraugam pieliktais spēks;

r – relatīvā kļūda;

S – parauga šķērsriezuma laukums;

Δ – pilnā kļūda;

δ – parauga deformācija;

ϵ_e – mehāniskais pagarinājums;

ϵ – pagarinājums pie relatīvās deformācijas;

ϵ – gadījuma kļūda;

Θ – iekārtas sistemātiskā kļūda;

ρ_c – teorētiskais blīvums;

ρ_{ep} – epoksīda sveķu blīvums;

ρ_{cnt} – ONC blīvums.

ρ – parauga blīvums;

ρ_0 – spirta blīvums;

ρ_L – gaisa blīvums;

σ_e – mehāniskais spriegums;

$\tau_{4,0.95}$ – Stjudenta koeficients pie četriem mērījumiem ar precizitāti 95%.

IEVADS

Polimēru materiāliem ir plašs pielietojumu spektrs un piemīt vairākas nozīmīgas īpašības, tādas kā zems blīvums, elastīgums un vissvarīgākais - tie ir viegli izveidojami un apstrādājami. Tomēr mehāniskās īpašības šiem materiāliem vēl joprojām ir jāuzlabo, lai tos varētu plašāk pielietot ražošanas industrijā [1, 2].

Polimēru materiāli tiek daudz pētīti, lai tiem uzlabotu mehāniskās īpašības. Sākotnēji tika veidoti vairāku polimēru kompozītmateriāli ar ideju uzlabot to mehāniskās īpašības, bet tie deva niecīgus rezultātus, tāpēc, lai uzlabotu mehāniskās īpašības sāka izmantot dažādas organiskas un neorganiskas pildvielas – mālus, ONC, oglekļa šķiedras u.c. [1, 2]. Vairākos pētījumos, izmantojot ONC kā pildvielu, eksperimentāli tika konstatēts nozīmīgs mehānisko īpašību uzlabojums [1, 2, 3], piemēram, iegūti daudz vieglāki nanokompozītmateriāli, kuru cietību un elastību raksturojošie lielumi ir salīdzināmi ar metāliem. Tāpēc šādiem materiāliem ir plašs pielietojums sporta, militārajā un avio industrijā [1].

Epoksīda sveķi ir ar zemu cenu un labām mehāniskajām īpašībām, salīdzinot ar citiem polimēriem un tiem piemīt laba ķīmiskā izturība. Šīs īpašības padara epoksīda sveķus kā plaši pielietojamu matricu nano pildvielām [1, 3].

Tā, kā polimēru nanokompozīti ir tehniski potenciāli materiāli ražošanas sfērā, ir svarīgi noskaidrot vides apstākļu ietekmi uz to mehāniskajām īpašībām.

Bakalaura darba mērķis – noskaidrot mitruma ietekmi uz epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla fizikālajām īpašībām atkarībā no ONC masas koncentrācijas.

Mērķa sasniegšanai izvirzīti **darba uzdevumi**:

1. izveidot jaunus epoksīda sveķu paraugus, pildītus ar ONC dažādās masas koncentrācijās un salīdzināt ar 32 mēnešus mitrumā turētiem tādiem pašiem paraugiem;
2. noteikt paraugu stiepes mehāniskās īpašības;
3. noteikt paraugu blīvumu;
4. novērtēt mitruma ietekmi uz stiepes mehāniskajām īpašībām un blīvumu.

Darbs izstrādāts Latvijas Universitātes Polimēru mehānikas institūtā 2015. gadā. Pētījumā papildus izmantoti LU PMI 2011. gadā sagatavoti un 32 mēnešus mitrumā turēti paraugi.

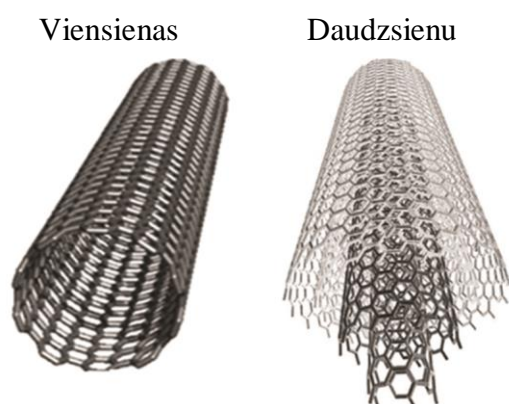
1. TEORĒTISKAIS PAMATOJUMS

1.1. Materiāli

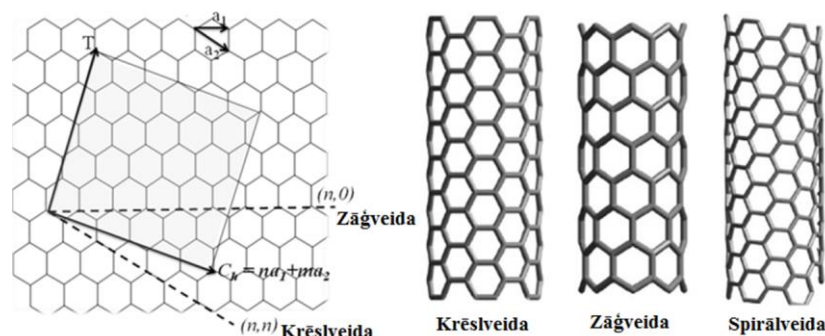
1.1.1 Oglekļa nanocaurulītes

Oglekļa nanocaurulītes (ONC) strauji piesaista zinātnisko un industriālo interesi to izcilo fizikālo īpašību dēļ [1, 3]. ONC ir gari cilindri, kurus veido oglekļa atomi, kas ir saistīti ar kovalentajām saitēm. ONC grafiņa struktūra nodrošina tiem labu siltumvadītspēju un elektrovadītspēju. To Junga modulis spēj sasniegt pat 1000 GPa, kas ir aptuveni piecas reizes augstāks nekā tēraudam, bet mehāniskais stiprums (tensile strength) spēj sasniegt 150 GPa, kas ir aptuveni 40 reizes lielāks nekā tēraudam. Šīs īpašības padara ONC par konkurētspējīgu materiālu polimēru nanokompozītu izveidē [1, 5].

Pastāv divi ONC pamatveidi – vienslāņa (viensienas) un daudzslāņu (daudzsienu). Viensienas ONC ir veidotas no viena slāņa oglekļa atomiem, kas izskatās pēc vienkārša cilindra, un daudzsienu ONC atrodas vairāki vienslāņa cilindri viens otrā, (1.1. attēls). ONC arī iedala pēc to struktūras – zāģveida, spirālveida un krēslveida (1.2. attēls) [1].



1.1. attēls. ONC veidi [1].



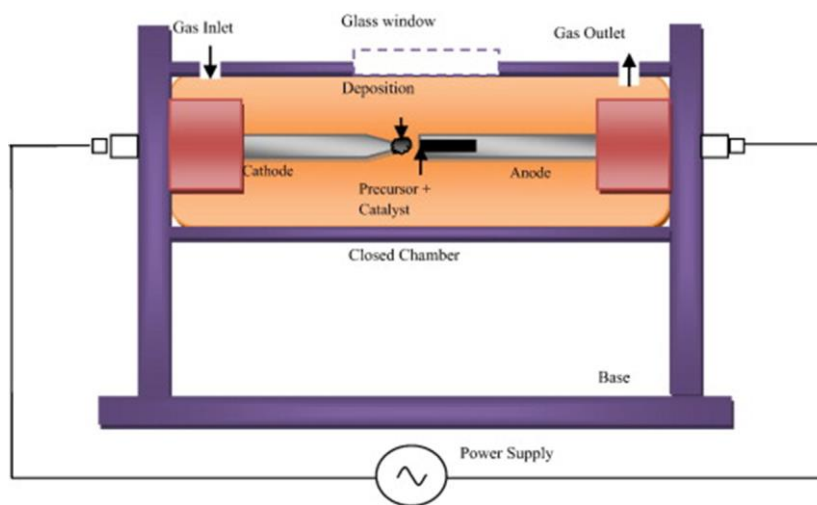
1.2. attēls. ONC iedalījums pēc struktūras [1].

1.1.1.1 Oglekļa nanocarulišu ieguve

ONC ir iespējams iegūt vairākos veidos, bet parasti izmanto trīs – elektriskā loka izlādi, lāzera ablāciju vai ķīmisko tvaiku depoziācijas metodi [1, 6].

- Elektriskā loka izlādes metode

ONC pirmo reizi tika sintezētas 1991. gadā, izmantojot elektriskā loka metodi. Pēdējo divu dekadžu laikā veiktie pētījumi ir pierādījuši šīs metodes efektivitāti, iegūstot augstas kvalitātes ONC, kaut arī šī metode ir vispopulārākais un vienkāršākais ONC iegūšanas veids, tā var radīt dažādus ONC defektus [1]. Šīs metodes iekārta attēlota 1.3. attēlā. Iekārta sastāv no diviem elektrodiem, kas ir iestiprināti horizontāli vai vertikāli, no kuriem anods ir pildīts ar pulverveida oglekli, katods parasti ir tīra grafīta stienis. Iekārtu piepilda ar gāzi vai iemērc šķīdumā. Pēc iekārtas ieslēgšanas elektrodi tiek satuvināti līdz starp tiem izveidojas elektriskais loks, parasti starp galiem ir 1 līdz 2 mm liela sprauga. Šis elektriskais loks veido ļoti augstas temperatūras plazmu ~4000 līdz 6000 K. Plazma sublimē oglekļa pulveri, tad oglekļa tvaiks virzās uz katodu, kur tas atdziest un veido ONC [6].



1.3. attēls. Elektriskā loka izlādes ONC ieguves iekārtas shēma [6].

- Lāzera ablācijas metode

Lāzera ablācijas metodē izmanto spēcīgu lāzera impulsu, lai iztvaicētu oglekļa mērķi, kas satur mazu metālu (niķeļa, kobalta) daudzumu, šis mērķis ir ielikts cilindriskā krāsnī ar temperatūru 1200 °C. Kad mērķis tiek iztvaicēts, inerta nesējgāze tiek laista cauri krāsnij, audzējot ONC. Šī metode ir labi piemērota vienslāņa ONC iegūšanai [1, 5].

- Ķīmisko tvaiku depoziācijas metode

Šajā procesā hidro-oglekļa un metāla katalizatora maisījums kopā ar inerti nesējgāzi tiek ielaists iekārtā. Reakcijas laikā, 700 līdz 900 °C temperatūrā un atmosfērās spiedienā, nanocaurulītes veidojas uz substrāta, pārvietojoties hidro-ogleklī. Šī metode piedāvā lielāku kontroli pār ONC garumu un struktūru, kā arī šo metodi var ļoti labi izmantot industriāliem mērķiem [5].

1.1.1.2. Oglekļa nanocaurulīšu īpašības

Salīdzinot ar citām pildvielām, mazo izmēru dēļ ONC fizikālo īpašību noteikšana sagādā grūtības. Ir veikti daudzi eksperimenti, lai noteiktu vienas nanocaurulītes mehāniskās īpašības. ONC stingums tika noteikts, novērojot termiskās vibrācijas amplitūdu elektronu transmisijas mikroskopā [7]. Gan vienslāņa, gan daudzslāņa nanocaurulītēm stingums tika noteikts starp 1,25 TPa un 1,8 TPa. Stiepes deformācija tika veikta izmantojot nanosprieguma iekārtu, darbojoties zem skanējošā elektrona mikroskopa. Daudzslāņu nanocaurulītēm arējās čaulas stingums ir starp 11 līdz 63 GPa, relatīvais pagarinājums 12%, un moduļa vērtība 270 - 950 GPa [7, 8].

1.1.2 Epoksīda sveķi

Epoksīda sveķi tika atklāti 1909. gadā, tie ir poliēteri, kas ir veidoti no monomēriem, kuros ētera grupa izveidojas kā trīs membrānu gredzens, ko sauc par epoksīda gredzenu [8]. Epoksīda sveķiem piemīt laba siltumizturība un augsti mehāniskie raksturlielumi, kā arī relatīvi zema cena, salīdzinot ar citām biomasas organiskajām vielām. Tie ir vieni no svarīgākajiem termoreaktīviem materiāliem. Epoksīda sveķus izmanto kā lakas, līmes, konstrukciju materiālus, kompozītus, laminātus. Epoksīda sveķu īpašības nosaka vairāki faktori, kuri ir atkarīgi no cietinātāja un pašiem sveķiem [9, 10].

Epoksīda sveķus no citiem polimēriem atšķir to blīvā šķērsi savienotā molekulārā struktūra, kas noved pie vēlamām termiskajām un mehāniskajām īpašībām, tādām kā augstu elastības moduli, augstu pretestību vērpes deformācijai, augstu stiklošanās temperatūru un labu ķīmisko izturību. Tos bieži izmanto kā matricu vairākām nanopildvielām – māla, alumīnija vai TiO₂ nanodaļiņām, grafēniem, ONC u.c. [10, 11].

Epoksīda polimēri pamatā ir hidrofilī, kas tos padara par labiem mitrumu absorbētājiem, atkarībā no epoksīda sveķa un tā cietinātāja šī absorbcija var būtiski mainīties. Mitruma absorbcija parasti degradē polimēra struktūru un tā mehāniskās un termiskās īpašības. Uz epoksīda sveķu bāzes veidotie nanokompozīti mitruma ietekmē tiek būtiski ietekmēti [10, 11].

1.1.3. Epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulīšu kompozītmateriāli

Lai izmantotu ONC un to unikālās fizikālās īpašības ikdienas nepieciešamībām, tiek veidoti epoksīda sveķu un ONC kompozītmateriāli. Šos materiālus izmanto daudzos infrastruktūras sektoros, kā piemēram – auto industrijā, aviācijā, militārajā industrijā, sporta ekipējumā u.c. [12]. Šādiem kompozītmateriāliem ir raksturīgs plašs izmantošanas spektrs, jo tiem piemīt maza masa un ķīmiskā izturība, ko nosaka galvenokārt epoksīda sveķi un mehāniskās īpašības, kas tiek uzlabotas ONC pievienošanas dēļ, kā arī spēja viegli veidot šī materiāla formu. Lai iegūtu labu nanokompozītu, ir svarīga pildvielas dispersija (jeb sadalījums) bāzes materiālā, turklāt ir nepieciešams stabilizēt dispersiju, lai neveidotos pildvielas sakopojumi, jeb t.s., aglomerāti. ONC bieži veido sakopojumus kompozīta veidošanas laikā, tāpēc tiek izmantotas vairākas metodes to novēršanai, piemēram, maisīšana kompozīta veidošanas laikā. Defektu (poras, nehomogenitātes, aglomerāti) nenovēršana var stipri ietekmēt kompozīta mehāniskās īpašības – padarīt, tās pat sliktākas nekā tīriem sveķiem [12, 13].

1.1.3.1 Maisīšanas ietekme uz epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulīšu mehāniskajām īpašībām

Maisīšanai ir liela ietekme uz kompozīta mehāniskajām īpašībām, tā nodrošina labu, vienmērīgu ONC dispersiju polimērā. Lai pilnīgi izmantotu ONC mehāniskās īpašības kompozītmateriālā, ir nepieciešams efektīvs maisīšanas veids, kas nebojā ONC struktūru. Plaši pielieto trīs maisīšanas veidus [1,12]:

- maisīšana šķīdinātājā:

vispopulārākā un vienkārša ONC maisīšanas metode, kuras pamatā ir ONC un polimēra maisīšana šķīdinātājā. Šī metode ļauj viegli izjaukt salīpušās ONC, kā arī labi dispersēt tās polimērā. Ar šo metodi var izmantot vairākus maisītājus gan magnētiskos, gan mehāniskos, gan, visbiežāk izmantotās ultraskaņas ierīces [1];

- sajaukšana ar izkausētu materiālu:

metodes pamatā ir mazu polimēru gabaliņu izkausēšana un tad sajaukšana ar ONC, kaut arī šī metode nedod tik labu dispersiju kā maisīšana šķīdinātājā – šī metode ir lētāka un vienkāršāka, tādēļ to pārsvarā izmanto ražošanas industrijās [1];

- maisīšana, izmantojot ultraskaņu:

tā kā, kompozīta veidošanas laikā, tajā ir gaisa poras un salīpušas ONC grupas, izmantojot ultraskaņu var stabilizēt ONC dispersiju vielā un saplēst gaisa „kabatas” [14].

Komerčiāli veidotajām ONC, kas ir pieejams pulvera formā ir nepieciešama to tālākā apstrāde, lai realizētu to potenciālu polimēra matricā. Šie ONC parasti dispersē nehomogēni, jeb veido sakopojumus. Parastās maisīšanas metodes – mehāniskā un magnētiskā ir mazefektīvas labas homogenitātes iegūšanai. Slikta homogenitāte var novest pie nanodaļiņu salīšanas un parauga priekšlaicīgas saplīšanas [13].

1.1.3.2 Epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulišu kompozītmateriāla mehāniskās īpašības

ONC izcilo mehānisko īpašību dēļ pat maza ONC koncentrācija epoksīda sveķos var stipri ietekmēt materiāla mehāniskās īpašības, piemēram, nozīmīgi palielināt mehānisko izturību un stingumu. Pievienojot 1% daudzslāņu nanocaurulītes epoksīda sveķos, stiepes izturība palielinās par ~25%, bet cietība līdz 3,5 reizēm [1]. Kaut arī ONC pievienošana epoksīda sveķiem stipri palielina to mehāniskās īpašības, tās tāpat ir stipri zem paredzētajām vērtībām. Pēc jaunākajiem pētījumiem ONC īpašības vēl joprojām nav pilnīgi izmantotas epoksīda sveķu nanokompozītu materiālos. Pētījumi liecina, ka sliktā ONC un epoksīdu sveķu saķeršanās ir viens no ierobežojošajiem faktoriem. Lielu lomu spēlē ONC sakopšanās novēršana kompozīta materiāla veidošanā [1, 13, 15].

1.1.3.2 Epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulišu kompozītmateriāla izmantošana

ONC izcilo īpašību dēļ ir radījušas jaunu ēru avancētajos multifunkcionālajos materiālos. ONC pievienošana polimēriem rada materiālus, kam ir plašs izmantošanas spektrs. Šobrīd tās visvairāk izmanto elektronikā. Šie nanokompozīti var tikt izmantoti, lai aizsargātu mikroshēmas no elektromagnētiskām interferencēm un elektrostatiskas izlādes [9].

Mirkovilņus absorbējošā īpašība varētu tikt izmantota kā siltumizolējošs materiāls dažādiem iepakojumiem, kā arī kosmosa izpētei. Izcilās mehāniskās īpašības un materiālu vieglums tiek izmantots sporta inventāram – autosportā, tenisā, golfā u.c.. Kad nanocaurulišu izmaksas sasniegs šī brīža oglekļa šķiedras izmaksas tām pavērsies neskaitāmas komercionālas iespējas, kā piemēram pret dilšanu noturīgas automašīnu riepas pildītas ar ONC [1,2,13].

1.2. Mehāniskās īpašības

1.2.1 Stiepes deformācija

Stiepes deformācijas līkne sniedz nozīmīgu informāciju par materiāla mehāniskajām īpašībām, bet bieži vien, mīksti materiāli var testa laikā veikt lielu ģeometrisko deformāciju un sniegt nepareizu informāciju par tā mehāniskajām īpašībām. Lielu efektu uz stiepes deformācijas līkni atstāj defekti materiālā, piemēram, plaisas [16, 17].

Visdziļāko ieskatu materiāla mehāniskajās īpašībās sniedz stiepes testi – kur parauga galus iestiprina spīlēs un tad to kontrolēti stiep līdz parauga saplīšanai. Iekārta eksperimenta laikā veic nolasījumus par pielikto spēku un parauga deformāciju – to raksturo divi koeficienti mehāniskais spriegums (1.1) un mehāniskā deformācija (1.2) [16, 18].

$$\sigma_{\epsilon} = \frac{P}{A_0}, \text{ kur:}$$

σ – mehāniskais spriegums; (1.1)

P – paraugam pieliktais spēks;

A_0 - parauga šķērsriezuma laukums.

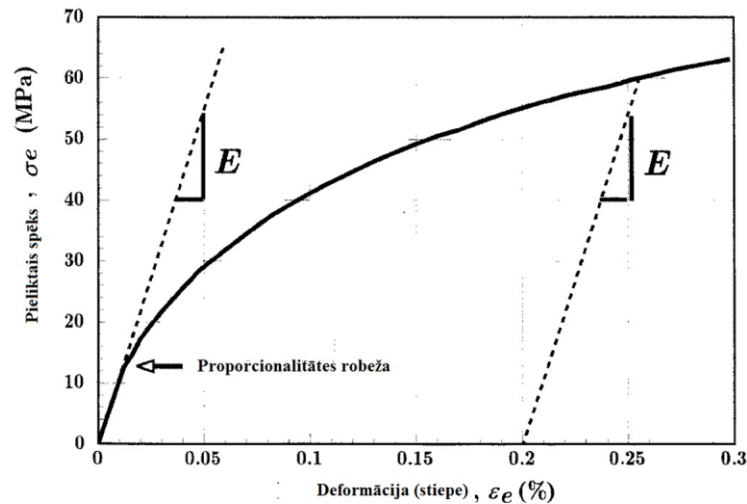
$$\epsilon_{\epsilon} = \frac{\delta}{L_0}, \text{ kur:}$$

ϵ – mehāniskā deformācija; (1.2)

δ - parauga deformācija;

L_0 – parauga garums.

Šie koeficienti raksturo parauga mehāniskās īpašības, tie dod iespēju salīdzināt viena materiāla paraugus ar dažādiem izmēriem un ir nepieciešami to tālākai aprēķināšanai. Ja σ_ϵ attēlo uz „y” ass un ϵ_ϵ uz „x” ass, tad iegūst stiepes deformācijas līkni, kur „y” asi raksturo pieliktais spēks, bet „x” asi - parauga deformācija (1.4. attēls) [16].



1.4. attēls. Stiepes deformācijas līkne [16].

Stiepes deformācijas līknes sākumā materiāli pakļaujas Huka likumam, kas nosaka, ka materiālu deformācija ir tieši proporcionāla pieliktajam spēkam. Punktu, kurā beidz pastāvēt šī proporcionalitāte sauc par proporcionalitātes robežu, no šīs līknes daļas nosaka Junga moduli (1.3) [16].

$$E = \frac{\sigma_\epsilon}{\epsilon_\epsilon}, \text{ kur:}$$

E – Junga modulis;

σ – mehāniskais spriegums;

ϵ – mehāniskā deformācija.

(1.3)

Nelineārā daļa parasti tiek izskaidrota ar plastisku plūsmu materiālā. Tad materiālā notiek molekulu pārkārtošanās, kurā atomi ieņem jaunas miera pozīcijas. Šī parādība pieprasa materiāla plastiskās īpašības. Materiāli, kuriem trūkst šīs plastiskās īpašības, vai kuriem ir traucēta molekulu pārkārtošanās (plastiskās īpašības ir neizteiktas) parasti ir trausli un cieti. Stiepes deformācija šādiem materiāliem ir ar lielu lineāro daļu un bieži vien pārtrūkst, neveidojot ievērojamu plastisko plūsmu. To bieži raksturo parauga spēja veidot

sašaurinājumus – kakliņus, kuri arī rada ģeometriskās izmaiņas paraugā un nobīdi no lineārās proporcionalitātes (1.5. attēls) [16].



1.5. attēls. Kakliņa veidošanās paraugā [16].

Mikrostrukturā pārkārtošanās, kas ir saistīta ar plastisko plūsmu, parasti ir neatgriežama pēc stiepes spēka (P) noņemšanas, tāpēc proporcionalitātes robeža bieži sakrīt, vai ir ļoti tuvu ar materiāla elastības robežu. Materiāla elastība ir spēja atgriezties sākuma stāvoklī pēc deformācijas beigām. Ar stiepes deformāciju bieži saista terminu stiepes spēks - mazākais nepieciešamais spēks, lai sāktos deformācija. Tā kā ir grūti precīzi noteikt punktu, kurā sākās molekulārā deformācija, stiepes spēka vērtību nosaka pie 0,2% deformācijas (1.4) [18].

$$E = \frac{F_{0.25\%} - F_{0.5\%} \cdot 100\%}{A \cdot \varepsilon_{0.25\%} - \varepsilon_{0.5\%}}, \text{ kur:}$$

E – elastības modulis; (1.4)

F - spēka pie deformācijas;

ε - elastība pie deformācijas.

1.2.2 Mitruma ietekme uz epoksīda sveķu un oglekļa nanocaurulīšu kompozītmateriāliem

Epoksīda sveķu relatīvi augstas mitruma absorbcijas dēļ iepriekš aprakstītās mehāniskās īpašības var tikt būtiski ietekmētas. Mitrums degradē kompozīta iekšējo struktūru pasliktinot tā mehāniskās īpašības, kaut gan ONC samazina mitruma ietekmi uz kompozītu, tā tāpat ir jūtama. Eksperimentāli ir pierādīts, ka absorbcijas process kompozītmateriālā noris lēnāk nekā tīros epoksīda sveķos un arī lielāka ONC koncentrācija kompozītā samazina mitruma absorbciju [19, 20].

Ūdens absorbcija polimēra nanokompozītā izmaina gan ķīmiskās, gan fizikālās īpašības – visbūtiskākā ir plastifikācija, kas spēcīgi ietekmē stiklošanās temperatūru un iekšējo struktūru. Pētījumos ir pierādīts, ka ūdens absorbcija tieši ietekmē polimēra kompozītu, atstājot niecīgu ietekmi uz ONC. Tiek novērots, ka ūdens polimērā rada daudzas mikroplaisas.

Lai aprakstītu ūdens absorbciju materiālā, var tikt izmantoti dažādi matemātiskie modeļi, bet pamatā ir pieņēmums, ka ūdens difūzija notiek saskaņā ar Fika likumu (1.4). Šāds pieņēmums ir pietiekams, lai aprakstītu ūdens absorbcijas sākuma fāzi, bet nepietiekoši, lai aprakstītu visu absorbcijas procesu. Ūdens absorbciju materiālā ietekmē arī citi procesi, ne tikai difūzija, piemēram, arī ķīmiskās reakcijas [20].

$$J = -D \text{grad } c, \text{ kur:}$$

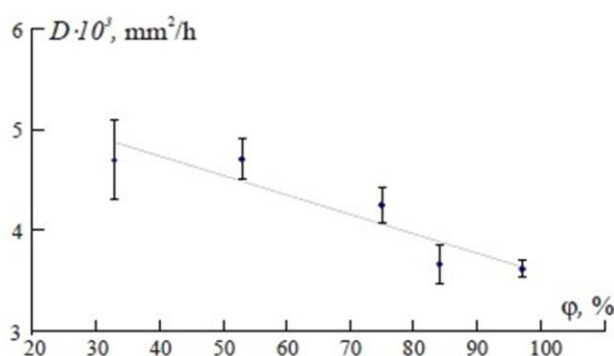
$$J - \text{difuzētās plūsmas blīvums} \quad (1.4)$$

D – difūzijas koeficients

C – mitruma koncentrācijas koeficients

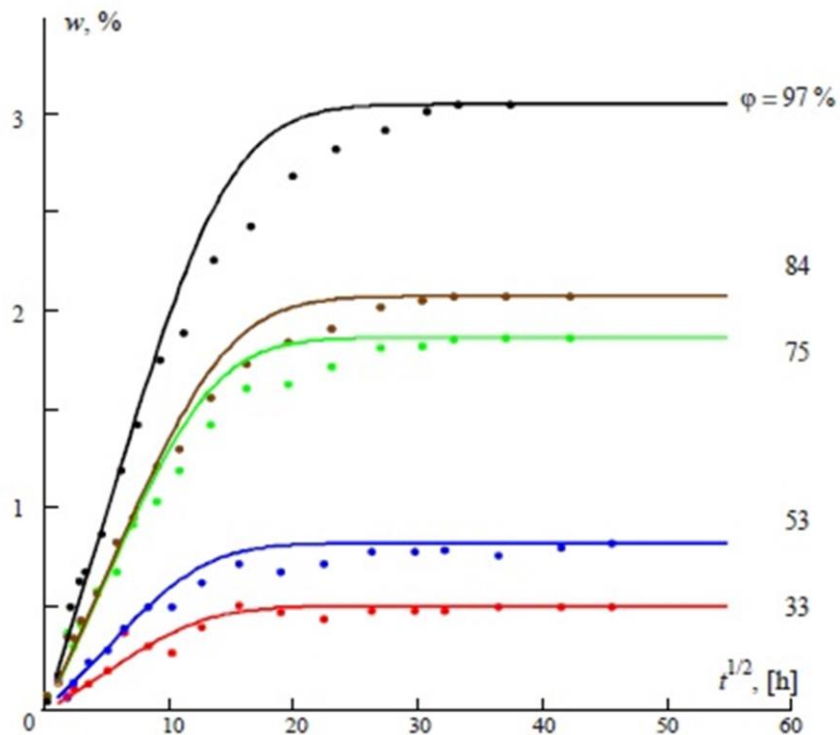
1.2.3. Klasiskais absorbcijas modelis ar konstantu difūziju

Saskaņā ar šo modeli pieņem, ka mitruma absorbcija noris tikai caur difūziju, neņemot vērā polimēra piebriešanu. Saskaņā ar Fika likumu (3) difuzētās plūsmas blīvums ir tieši proporcionāls mitruma koncentrācijas koeficientam c . Difūzijas atkarību no gaisa mitruma raksturo 1.6. attēla grafiks [19].



1.6. attēls. Difūzijas atkarība no gaisa mitruma [19].

Šis modulis pārvērtē mitruma absorbciju, un eksistē nobīde no Fika likuma - palielinoties gaisa mitrumam samazinās absorbcija, jo difūzija vairs nav galvenais mitruma pārnese process (1.7. Attēls) [19].



1.7. attēls. Absorbētā ūdens daudzuma atkarība no gaisa mitruma un laika, izmantojot klasisko modeli. (punkti - eksperiments, likne - aprēķinātais) [14].

2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA

2.1. Epoksīda sveķu nanokompozīta parauga veidošana

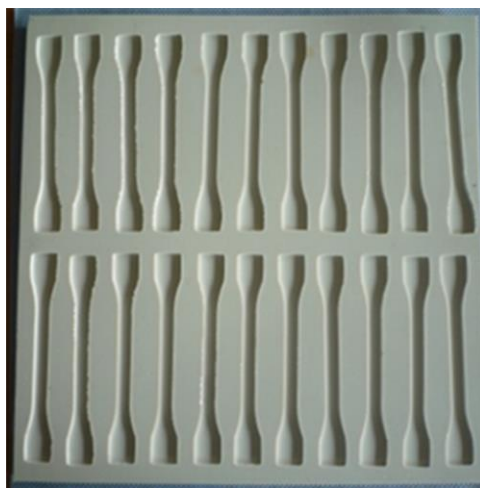
Parauga izveidē tika izmantoti Araldite® LY 1564 SP epoksīda sveķi un XB 3486 cietinātājs, kā arī epoksīda sveķi, kas jau sajaukti ar oglekļa nanocaurulītēm ar ONC koncentrāciju 3% pēc masas.

Lai veiksmīgi iegūtu materiālu paraugu izveidei, ir nepieciešams sajaukt dotos materiālus noteiktās attiecībās (100:34), tāpēc pirms paraugu izveides tika veikti aprēķini, lai noteiktu nepieciešamās masas daļas katrai vielai. Dotās vielas tika atsevišķi svērtas uz elektriskajiem svariem ar kļūdu 0,001 g un pēc tam sajauktas traukā.

Vielas maisīšana notika divos posmos. Sākumā maisījums tika sajaukts manuāli, izmantojot maisīšanas kociņu, lai nodrošinātu oglekļa nanocaurulīšu dispersiju epoksīda sveķos. Tad šis maisījums tika vakuumsēts piecas minūtes 1 Bar lielā vakuumā, lai atbrīvotos no maisīšanas procesā radušajiem gāzu burbuļiem. Otrajā maisīšanas reizē parauga viela tika maisīta 15 minūtes, izmantojot elektrisko maisītāju ar 500 apgriezieniem minūtē maisīšanas režīmā. Šis maisīšanas process ir nepieciešams, lai vienmērīgi dispersētu ONC epoksīda sveķos. Pēc maisīšanas viela atkal tiek vakuumsēta divdesmit minūtes, vairākas reizes periodiski samazinot un palielinot vakuumu. Tādējādi paātrinot atbrīvošanās procesu no gāzu burbuļiem paraugā, un tajā pašā laikā, pēc iespējas mazāk iztvaicējot cietinātāju (2.1. attēls). Pēc vakuumsēšanas paraugs tika saliets noteikta izmēra „kaula” tipa silikona formā (2.2. attēls), lai iegūtais paraugs atbilstu stiepes testēšanas standartiem. Paraugs formā tika ieliets izmantojot pipetes, lai tam būtu pēc iespējas vienmērīgāka virsma.

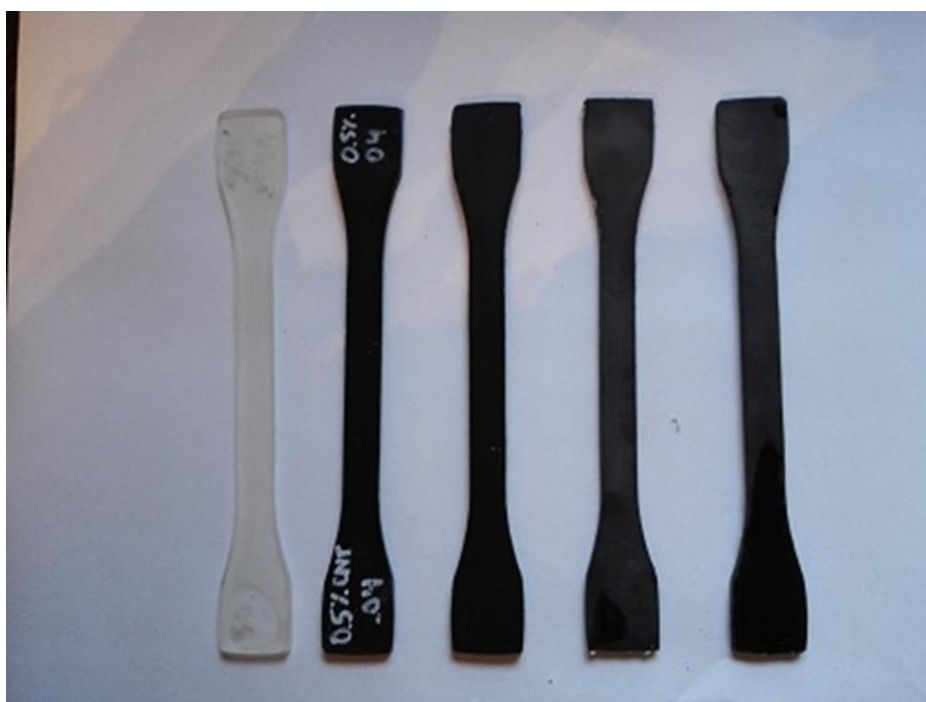


2.1. attēls. Parauga vakuumsēšana (autora foto).



**2.2. attēls. Kaula tipa silikona forma
(autora foto).**

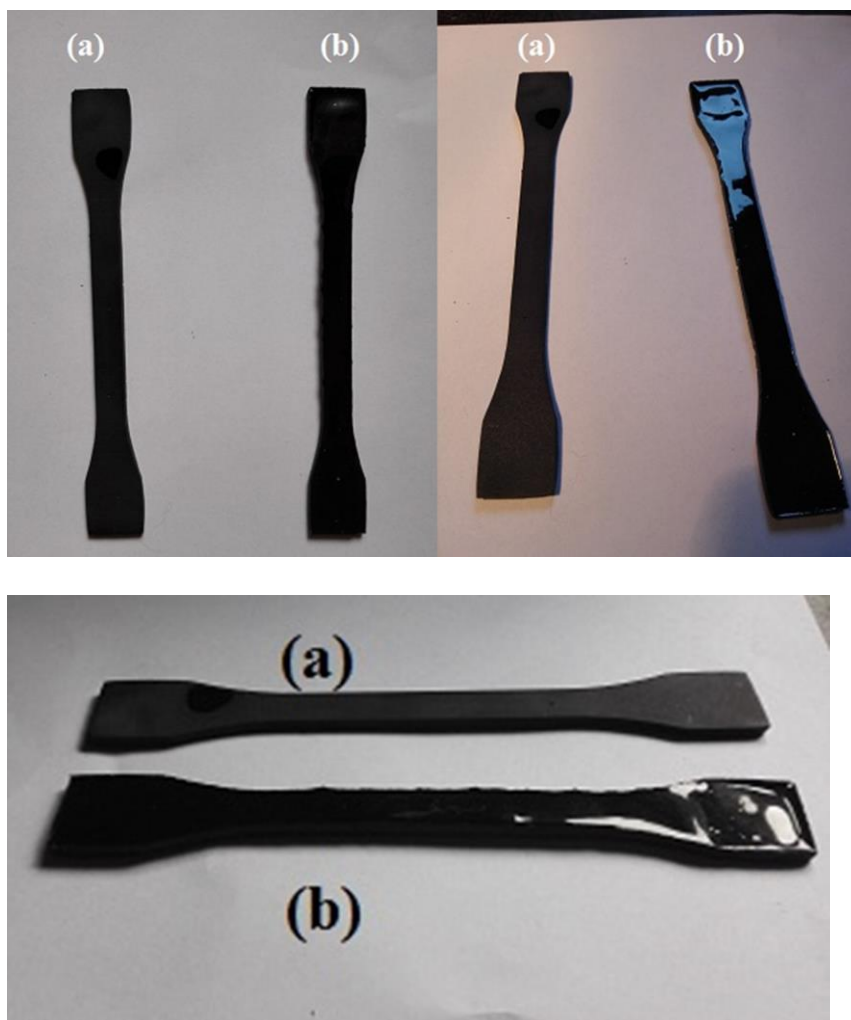
Pēc saliešanas formā, paraugs tika ievietots krāsnī uz 12 stundām 50 °C temperatūrā. Pēc izņemšanas no krāsns, sacietējušie kaula tipa paraugi tika rūpīgi izņemti no formas un tālāk sagatavoti stiepes testēšanai. Šādi paraugi tika izveidoti vairākās ONC koncentrācijās – 0%, 0,2%, 0,5%, 1%, 1,5%, 2% (1.3. attēls), vidēji ap vienpadsmit paraugiem katrai koncentrācijai ar izmēriem 150 mm x 10 mm x 2 mm. Liela uzmanība tika pievērsta paraugu izņemšanai no formas, lai šī procesa laikā paraugs netiktu salauzts.



2.3 attēls. Izveidotie kaula tipa paraugi ar dažādām masas koncentrācijām (autora foto).

2.2. Paraugu apstrāde

Iegūtie paraugi to lielās viskozitātes dēļ tika iegūti ar virsmas defektiem (nelīdzenumiem), tāpēc bija nepieciešama to rūpīga apstrāde, lai sagatavotu stiepes deformācijas eksperimentiem, 2.4. attēlā var redzēt paraugu pirms un pēc apstrādes.

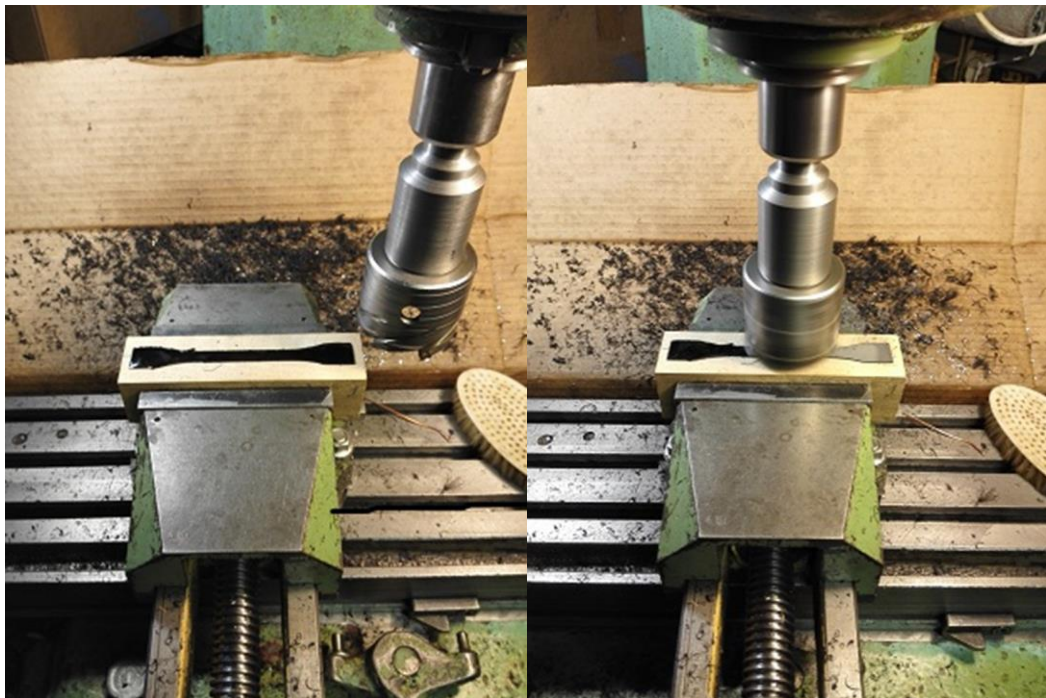


2.4. attēls. Paraugu salīdzinājums, (a) pēc apstrādes, (b) pirms apstrādes (autora foto).

Līdzenas virsmas iegūšanai paraugi tika apstrādāti, sākumā tie tika frēzēti iepriekš izveidotā formā (2.5. attēls) un pēc tam ar smilšpapīru un vīli apstrādātas sānu malas. Kaula tipa forma frēzēšanai tika izveidota no koka un tika veidota brīvi pielāgojama jebkura šī tipa paraugam. Paraugs tika iestiprināts formā un tad frēzēts. Forma bija nepieciešama, lai nodrošinātu parauga frēzētas virsmas paralelītāti un samazinātu frēzēšanas laikā iespējamo defektu rašanos. Pēc frēzēšanas paraugu sānu malas un gali tika precīzāk apstrādāti ar vīli un smilšpapīru. Paraugu frēzēšana (2.6. attēls) notika ar griezes tipa frēzi ar 750 apgriezieniem minūtē. Pirms frēzēšanas tika noteikta parauga plānākā vieta, un tad viss paraugs nofrēzēts tādā biezumā.



2.5. attēls. Koka forma kaula tipa paraugu apstrādei (autora foto).



2.6. attēls. Parauga apstrāde frēzē (autora foto).

2.3. Mērījumu veikšana

Mērījumi tika veikti ar 2015. gadā darba autora veidotiem paraugiem un ar LU PMI esošajiem paraugiem, kas tika izveidoti 2011. gadā un 32 mēnešus turēti 29% un 90% atmosfēras mitrumos.

2.3.1. Paraugu parametru noteikšana

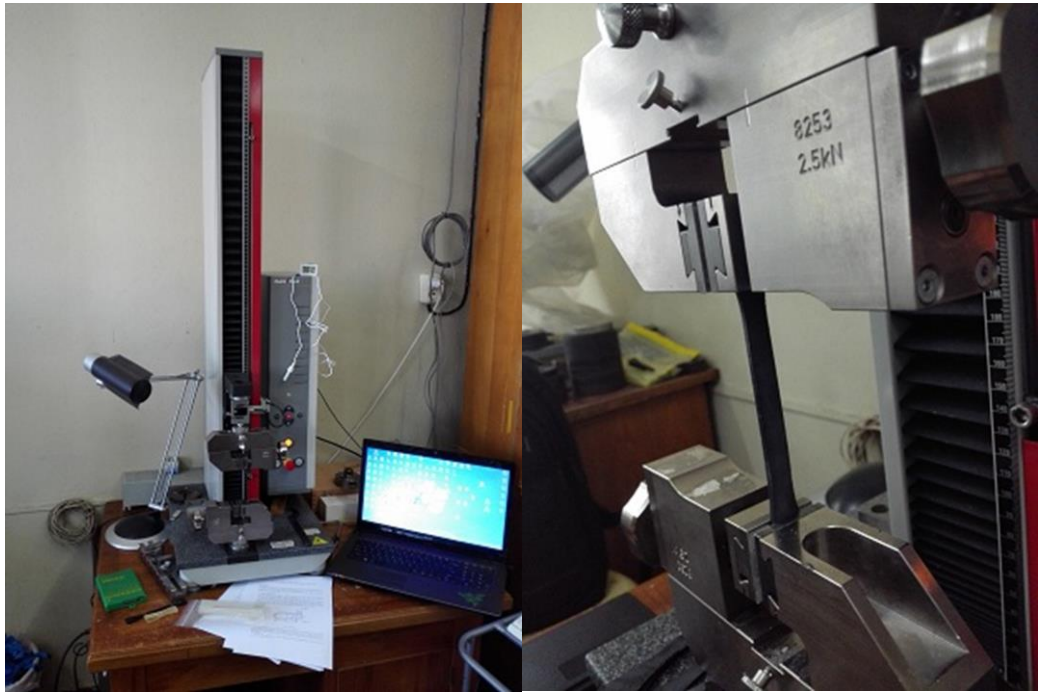
Paraugu dimensijas tika noteiktas ar elektrisku mikrometru (2.7. attēls). Tika noteikts paraugu biezums un platums, katrs parametrs trīs vietās uz parauga, lai varētu precīzi aprēķināt parauga vidējo šķērsriezuma laukumu.



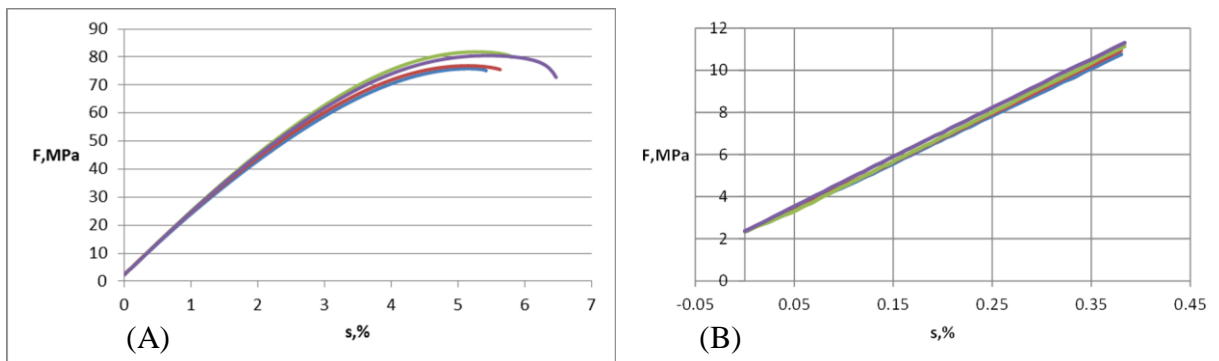
2.7. attēls. Parauga biezuma noteikšana (autora foto).

2.3.1 Stiepes mērījumi

Stiepes testi tika veikti Zwick/Roell 2.5 testēšanas iekārtā (2.8. attēls) kvazistatiskās stiepes režīmā. Iestiprinot kaula tipa paraugu tajā un to stiepjot ar ātrumu 5mm/min līdz tas tiek pārrauts, šajā procesā reģistrējot parauga deformācijas atkarību no pieliktā spēka. Mērījuma paraugs 2.9. attēlā.



2.8. attēls. Zwick stiepes iekārta (autora foto).



2.9. attēls. Parauga pilna stiepes līkne (A) un reģions, lai sīkāk redzētu deformācijas reģionu no 0.05% līdz 0.25% (B).

Lai precīzi varētu noteikt parauga elastības moduli un novērstu gadījuma kļūdas lielumu, bija nepieciešams veikt vairākus mērījumus – četrus mērījumus katrai ONC masas koncentrācijai. Materiāla elastības moduļa vērtības tika noteiktas parauga elastīgajā apgabalā, intervālā starp 0,05 un 0,25% no parauga pagarinājuma (saskaņā ar ISO N527 standartu).

2.3.2. Blīvuma mērījumi

Blīvums tika noteikts katras koncentrācijas četriem paraugiem gan 2015. gada paraugiem, gan paraugiem turētiem 32 mēnešus 29% un 90% gaisa mitrumos.

Blīvuma mērījumos tika izmatoti Mottler Toledo analītiskie svāri (2.10. attēls) ar precizitāti 0,01 mg. Blīvums tika noteikts hidrostatiskās svēršanas režīmā, nosverot katru paraugu gaisā un tad to ievietojot etanolā un nosakot masas izmaiņu. Blīvums noteikts, izmantojot Arhimēda spēka principu.



2.10. attēls. Mottler Toledo hidrostatiskajai svēršanai (autora foto) .

3. EKSPERIMENTA REZULTĀTI UN DISKUSIJA

Eksperimentāli iegūtie dati un rezultāti tiek attēloti grafikos un datu tabulās. Aprēķināta gadījuma kļūda pēc sekojošas metodes (3.1), pilnā kļūda pēc (3.2) un relatīvā kļūda (3.3). Elastības modulis tika rēķināts parauga lineārajā daļā, attiecīgi no 0.05% līdz 0.25% relatīvas deformācijas, tā aprēķināšanai izmantota (3.4) formula. Blīvuma aprēķinos tika izmantotas divas formulas (3.5), lai aprēķinātu teorētisko blīvumu neveicot mērījumus un (3.6) – lai aprēķinātu blīvumu no mērījumu rezultātiem.

$$\varepsilon = \tau_{4,0.95} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^n (i_{vid} - i)^2}{n \cdot (n-1)}}, \text{ kur:} \quad (3.1)$$

ε - gadījuma kļūda;

$\tau_{4,0.95}$ - stūdentu koeficients pie četriem mērījumiem ar precizitāti 95%,;

i_{vid} - mērījumu vidējā vērtība;

i - mērījuma vērtība;

n - mērījumu skaits.

$$\Delta = \sqrt{\Theta^2 + \varepsilon^2}, \text{ kur:} \quad (3.2)$$

Δ – pilnā kļūda;

Θ iekārtas sistemātiskā kļūda;

ε – gadījuma kļūda.

$$r = \frac{\Delta}{i_{vid}} \cdot 100\%, \text{ kur:} \quad (3.3)$$

r – relatīvā kļūda;

Δ – pilnā kļūda;

i_{vid} – vidējā mērījumu vērtība

$$E = \frac{F_{0.05\%} - F_{0.25\%} \cdot 100\%}{S \cdot \varepsilon_{0.05\%} - \varepsilon_{0.25\%}}, \text{ kur:}$$

$F_{0.05\%}$ - stiepes spēks pie 0.05%; (3.4)

$F_{0.25\%}$ - stiepes spēks pie 0.25%;

S - parauga šķērsriezuma laukums;

$\varepsilon_{0.05\%}$ - parauga pagarinājums pie 0.05%;

$\varepsilon_{0.25\%}$ - parauga pagarinājums pie 0.25%.

$$\rho_C = \left(1 - \frac{C_{cnt}}{100}\right) \cdot \rho_{ep} + \frac{C_{cnt}}{100} \cdot \rho_{cnt}, \text{ kur:}$$

ρ_C - teorētiskais blīvums;

C_{cnt} - ONC koncentrācija paraugā;

ρ_{ep} - epoksīda sveķu blīvums;

ρ_{cnt} - ONC blīvums.

(3.5)

$$\rho = \frac{A}{A-B} (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L, \text{ kur:}$$

ρ - parauga blīvums;

A - parauga masa gaisā;

B - parauga masa spirtā;

ρ_0 - spirta blīvums;

ρ_L - gaisa blīvums

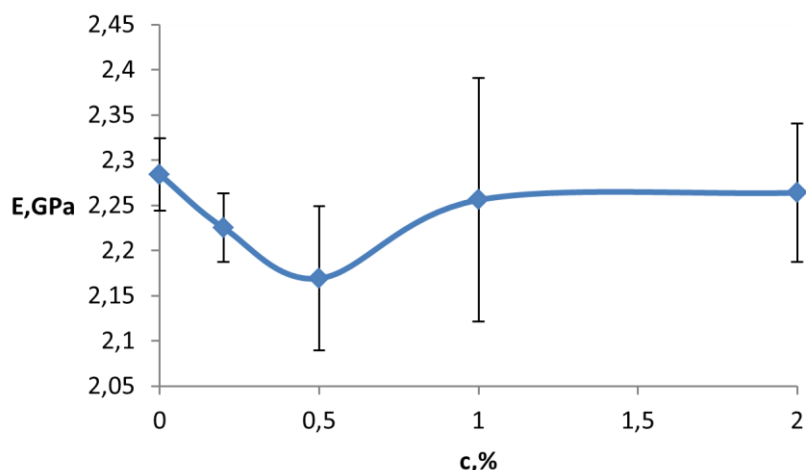
(3.6)

Mikroskopisku gaisa poru ietekme tiek dēvēta par *defektu* un ONC sakopšanās un makroskopisku poru ietekme par *būtiksu defektu*.

3.1. Stiepes testu iegūtie rezultāti

3.1.1. 2015. gada paraugu stiepes deformācijas līknes novērtējums

2015. gada paraugu iegūtie elastības moduļa rezultāti ir redzami 3.1. attēlā, kur ir attēlota elastības spēka atkarība no ONC masas koncentrācijas. Tabulā 3.1. ir attēlotas iegūtās skaitliskās vērtības un aprēķinātā kļūda.



3.1 attēls. Elastības moduļa atkarība no koncentrācijas jauniem paraugiem.

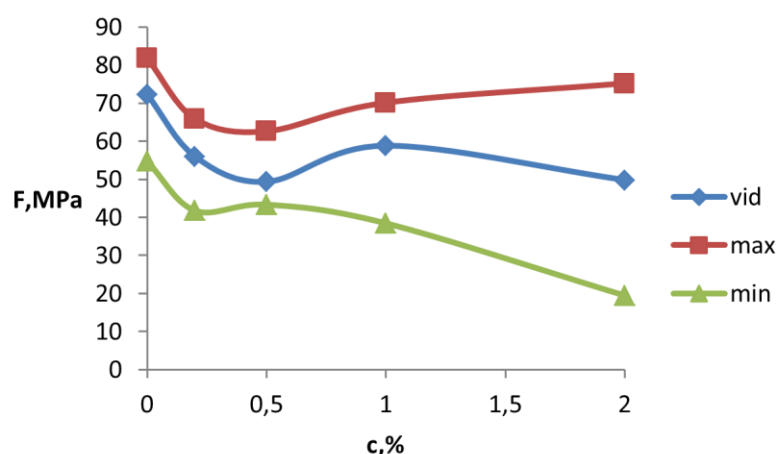
**3.1. tabula.
2015. gada paraugu elastības moduļa un tā kļūdas dati.**

c, %	E, GPa	Δ , GPa	r, %
0	2.284091	0.080208	3.51161
0.2	2.22534	0.075833	3.407723
0.5	2.169335	0.160096	7.379956
1	2.256102	0.269334	11.93801
2	2.26408	0.153294	6.770705

No iegūtās sakarības, kas redzama 3.1. attēlā, var secināt, ka elastības moduļa izmaiņa, palielinot ONC masas koncentrāciju ir niecīga. Un kļūdas robežās visiem nanokompozītu paraugiem elastības modulis ir ≈ 2.2 GPa. Līknes tendence parāda nelielu elastības moduļa samazināšanos, kas nesakrīt ar literatūrā aprakstīto un teorētiski sagaidāmo rezultātu [2], ka pievienojot ONC, palielināsies materiāla elastības moduļi.

Iegūtie rezultāti parāda, ka palielinot ONC masas koncentrāciju paraugā, materiāls kļūst mīkstāks. To varētu izskaidrot ar ONC nepietiekami homogēno dispersiju vielā. Var secināt, ka izvēlētajā maisīšanas metodika nav bijusi pietiekami kvalitatīva, lai homogēni dispersētu ONC paraugā. Turklāt pie lielākām ONC masas koncentrācijām stipri palielinājās epoksīda sveķu viskozitāte, tādēļ ir veidojušies defekti parauga veidošanas un cietēšanas laikā, kas radīja papildus nehomogenitātas un visdrīzāk samazināja parauga elastības moduli.

Paraugu stiepes stiprības robežu raksturo spēks, kas nepieciešams, lai šo paraugu pārrautu, veicot kvazistatisku vienas stiepi. Lai noteiktu defektu ietekmi uz šo spēku, attēlā 3.2 parādīts mazākais, vidējais un maksimālais stiepes spēks, kas nepieciešams, lai pārrautu paraugu, pie noteiktas ONC masas koncentrācijas tajā.

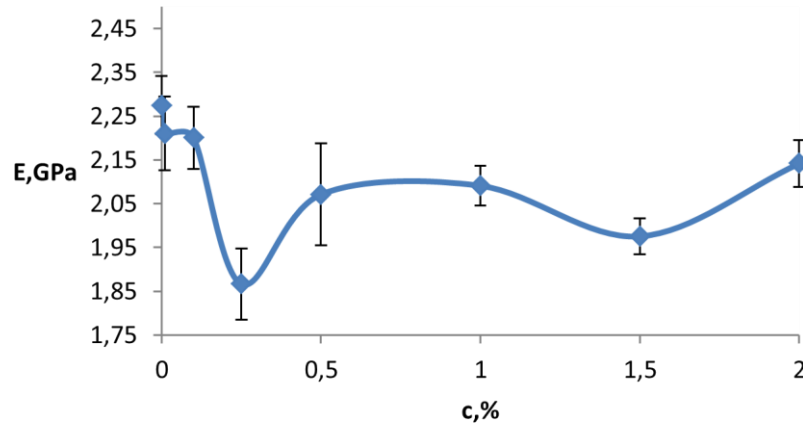


3.2. attēls. Stiepes spēku raksturojums 2015. gada paraugiem.

Var redzēt, ka visos gadījumos tīriem paraugiem (ONC masas koncentrācija 0%) ir nepieciešams vislielākais spēks, lai to pārrautu un ir relatīvi maza nobīde no vidējās vērtības. Palielinot ONC masas koncentrāciju, palielinās nobīde, tātad būtiskiem defektiem ir liela ietekme uz mērījumu precizitāti.

3.1.2. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, stiepes deformācijas līknes novērtējums

Iegūtie elastības moduļa rezultāti paraugiem, kas turēti 29% gaisa mitrumā, atkarībā no pievienotās ONC masas koncentrācijas, ir redzami 3.3. attēlā. un 3.2. tabulā.



3.3. attēls. Paraugu, kas turēti 29% gaisa mitrumā elastības moduļa atkarība no ONC masas koncentrācijas.

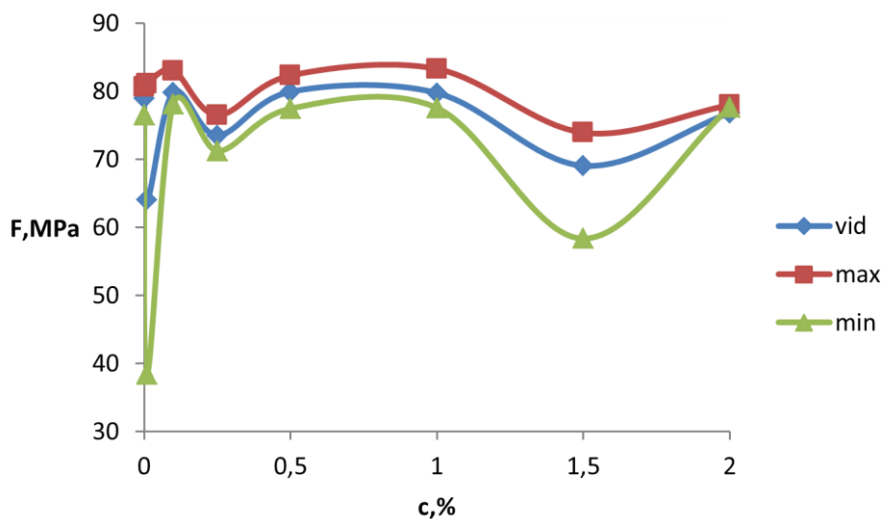
3.2. tabula.

Iegūto elastības moduļu un to kļūdas paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 29% atmosfēras mitrumā.

c, %	E, Gpa	Δ , GPa	r, %
0	2.27481	0.133564	5.871426
0.01	2.210503	0.167467	7.575967
0.1	2.200766	0.141767	6.441698
0.25	1.86665	0.163684	8.76887
0.5	2.071317	0.232346	11.21732
1	2.0912	0.091708	4.385411
1.5	1.975631	0.082181	4.159716
2	2.141949	0.107262	5.007664

Grafikā (3.3. attēls) novērojamā tendence nesakrīt ar teorētiski sagaidāmo rezultātu, līdzīgi kā konstatēts 2015. gadā veidotajiem paraugiem. Arī šo paraugu deviāciju no teorijas datiem var izskaidrot ar nepietiekami homogēnu ONC dispersiju epoksīda sveķos un defektu veidošanos pie lielākām masas koncentrācijām.

Līdzīgi kā 2015. gada paraugiem ir nepieciešams attēlot paraugu stiepes stiprību, un novērtēt defektu ietekmi – 3.4. attēlā ir parādīti maksimālais, vidējais un mazākais spēks, kas nepieciešams, lai pārrautu paraugu pie noteiktas ONC masas koncentrācijas.

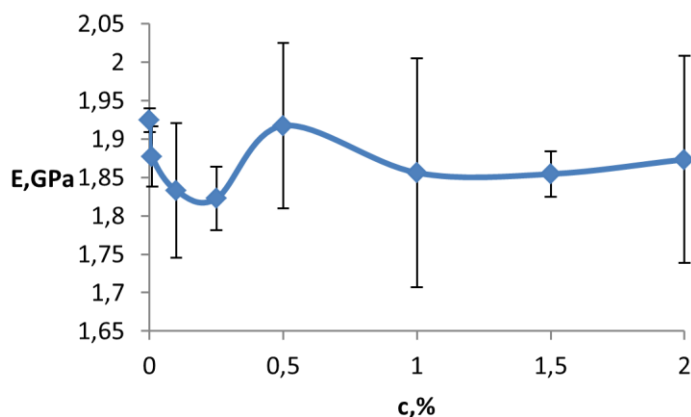


3.4. attēls. Elastības spēku raksturojums paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 29% atmosfēras mitrumā.

Salīdzinot ar 2015. gada paraugiem, šeit ir daudz mazāka nobīde no vidējās spēku vērtības visām ONC masas koncentrācijām, izņemot 0,01%. Šim paraugam bija būtisks defekts, makroskopiski gaisa burbuļi un ONC salipšana paraugā, kas noveda pie parauga pāraušanas ar relatīvi maziem spēkiem, bet kopumā visos sērijas paraugos bija maz būtisku defektu.

3.1.3. Paraugu, turētu 32 mēnešus 90% atmosfēras mitrumā, stiepes deformācijas līknes novērtējums

Paraugu, kas 32 mēnešus turēti 90% gaisa mitrumā iegūtie elastības moduļa rezultāti attēloti 3.5 attēlā, kur ir parādīta stiepes deformācijas līkne atkarībā no ONC masas koncentrācijas un tabulā 3.3. ir attēlotas atbilstošās vērtības un aprēķinātā kļūda iegūtajiem rezultātiem.



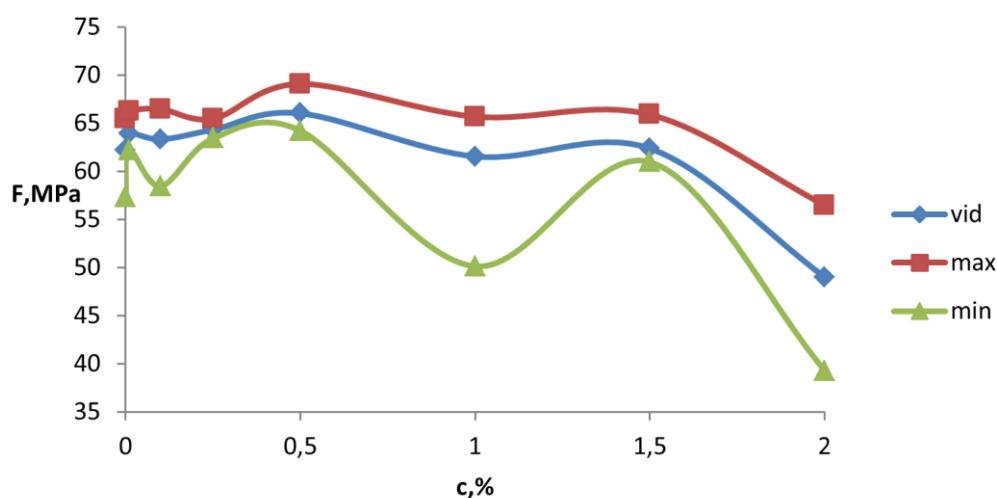
3.5. attēls. Paraugu, kas turēti 90% atmosfēras mitrumā elastības moduļa atkarība no ONC masas koncentrācijas.

3.2. tabula.

Iegūto elastības moduļu un to kļūdas paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 90 % atmosfēras mitrumā.

c,%	E,Gpa	Δ ,GPa	r,%
0	1.924452	0.031044	1.613156
0	1.877326	0.078626	4.188182
0.1	1.832949	0.175067	9.551129
0.3	1.822612	0.081992	4.498576
0.5	1.917318	0.214542	11.18969
1	1.856059	0.298362	16.07503
1.5	1.854443	0.059737	3.221303
2	1.873433	0.269921	14.40784

Defektu ietekmi uz rezultātu patiesumu tika analizēta līdzīgi kā iepriekšējos mērījumos. Var redzēt 3.6. attēlā, ka atšķirība starp lielāko un mazāko vērtību ir nebūtiska, tātad iegūtie rezultāti ir ticami, un paraugos nav bijuši būtiski defekti.



3.6. attēls. Elastības spēku raksturojums paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 90% atmosfēras mitrumā.

3.1.4. Stiepes testos iegūto rezultātu analīze

Analizējot datus, 3.7. attēlā var novērot, ka gaisa mitrums būtiski ietekmē materiāla elastības moduli, t.i., palielinoties gaisa mitrumam, samazinās elastības modulis. Līdzīgi rezultāti ir novēroti citu autoru veiktajos eksperimentos [14].

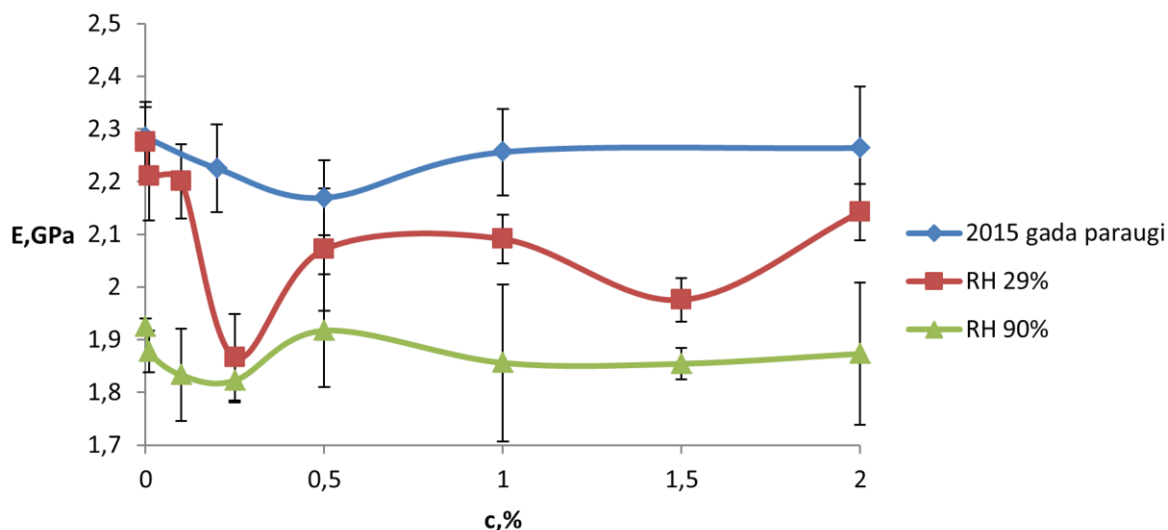
2015. gada paraugos ir vislielākie elastības moduļi pie visām ONC masas koncentrācijām, un 32 mēnešus 90% atmosfēras mitrumā turētajos paraugos ir vismazākie. Kas parāda, ka laika gaitā materiāla mehāniskās īpašības ir degradējušas un zināmi lielāka degradācija ir notikusi pie paaugstināta atmosfēras mitruma (90%).

Salīdzinot visus paraugus, 32 mēnešu laikā 29% atmosfēras mitruma ietekme samazināja elastības moduli vidēji par 4,39% (0,098 GPa), vislielākais samazinājums 7,31% (0,164 GPa), ir konstantēts pie 0,5% ONC masas koncentrācijas, bet pēc grafika var redzēt, ka lielāks samazinājums ir pie 0,25% un 1,5% ONC masas koncentrācijām.

Salīdzinot ar paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 90% atmosfēras mitrumā ar 2015. gada paraugiem – vidējais elastības moduļa samazinājums ir 15,62% (0,351 GPa) un vislielākais samazinājums konstatēts, pie 1% ONC masas koncentrācijas, 17,73% (0,4 GPa).

Salīdzinot paraugus, kas 32 mēnešus turēti 29% un 90% atmosfēras mitrumā. Vidējais elastības moduļa samazinājums ir 11% (0,234 GPa). Savukārt lielākā atšķirība 19,13% (0,368 GPa) ir novērota pie 0,1% ONC masas koncentrācijas.

3.7 attēlā var novērot, ka atmosfēras mitruma ietekme ir neatkarīga no ONC masas koncentrācijas paraugos, kā arī var secināt ka 90% atmosfēras mitrumam ir lielāka ietekme uz epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla elastības moduli, nekā 29% atmosfēra mitrumam.

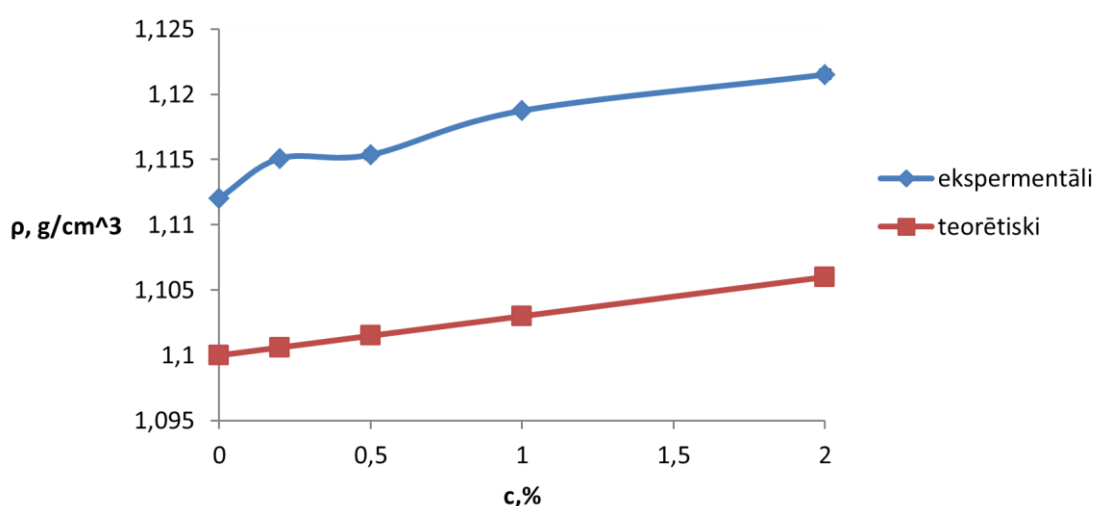


3.7. attēls. Elastības moduļu salīdzinājums: RH 29% - paraugi, kas 32 mēnešus turēti 29% atmosfēras mitrumā; RH 90% - paraugi, kas 32 mēnešus turēti 90% atmosfēras mitrumā.

3.2. Materiāla blīvuma rezultāti

3.2.1. 2015. gada paraugu blīvuma novērtējums

2015. gada paraugu iegūtie blīvuma rezultāti parādīti 3.8. attēlā, kur ir redzama materiāla blīvuma atkarība no ONC masas koncentrācijas, un teorētiski aprēķinātā blīvuma (3.5) vērtība pie dotās ONC masas koncentrācijas. Kopumā novērojama blīvuma palielināšanās, palielinot ONC masas koncentrāciju, kas ir izskaidrojama ar ONC lielākām blīvuma vērtībām, salīdzinot ar tīriem epoksīda sveķiem. Noteiktās vērtības ir ar niecīgu kļūdu, jo tika izmantoti ļoti precīzi svāri ar kļūdu 0,01 mg un katrai ONC masas koncentrācijai noteiktās vērtības bija ar mazu izkliedi.



3.8. attēls. Blīvuma atkarība no ONC masas koncentrācijas paraugā 2015. gada paraugiem.

Var redzēt, ka eksperimentāli noteiktie parametri epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla blīvuma aprēķinam (3.6) ir lielāka nekā teorētiski aprēķināts, jo teorētiskajā aprēķinā nav ņemts vērā ūdens saturs paraugā.

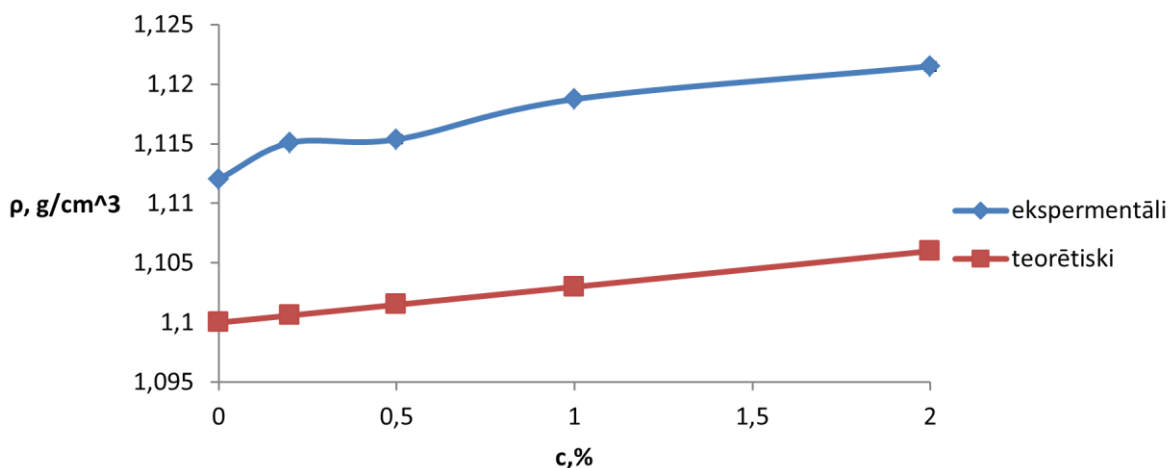
Eksperimentāli noteiktie rezultāti no teorētiski aprēķinātajiem vidēji atšķiras, par 1,28% (0,0143 GPa).

3.2.2. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, blīvuma novērtējums

Paraugu blīvuma vērtības un to salīdzinājums ar teorētiski aprēķināto vērtību ir redzamas 3.9 attēlā un liecina, ka arī šo rezultātu kļūdas bija niecīgas (<0.5%) pateicoties

precīzajai iekārtai. Var redzēt, ka gaisa mitrumam ir liela ietekme uz parauga blīvumu, salīdzinot ar teorētiski aprēķināto, jāņem vērā ka teorētiski aprēķinātajam blīvumam nav ņemts vērā parauga masas pieaugums ūdens absorbcijas dēļ.

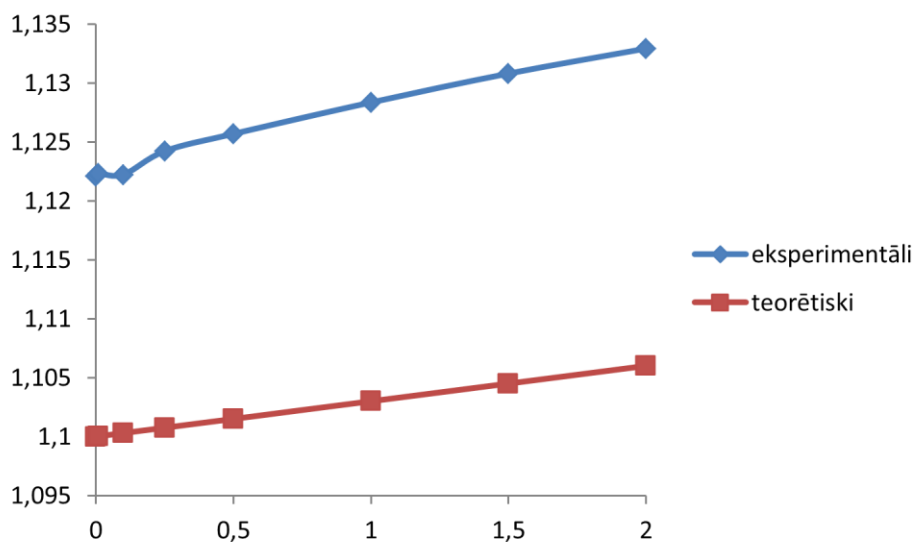
Ekspimentāli noteiktie rezultāti no teorētiski aprēķinātajiem vidēji atšķiras, par 1,55% (0,0173 GPa).



3.9. attēls. Blīvuma atkarība no ONC masas koncentrācija, 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā turētajiem paraugiem.

3.2.3. Paraugu, turētu 32 mēnešus 29% atmosfēras mitrumā, blīvuma novērtējums

Ekspimentāli noteikto un teorētiski aprēķināto blīvumu vērtības pie dažādām ONC masas koncentrācijām paraugā, parādītas 3.9. attēlā.



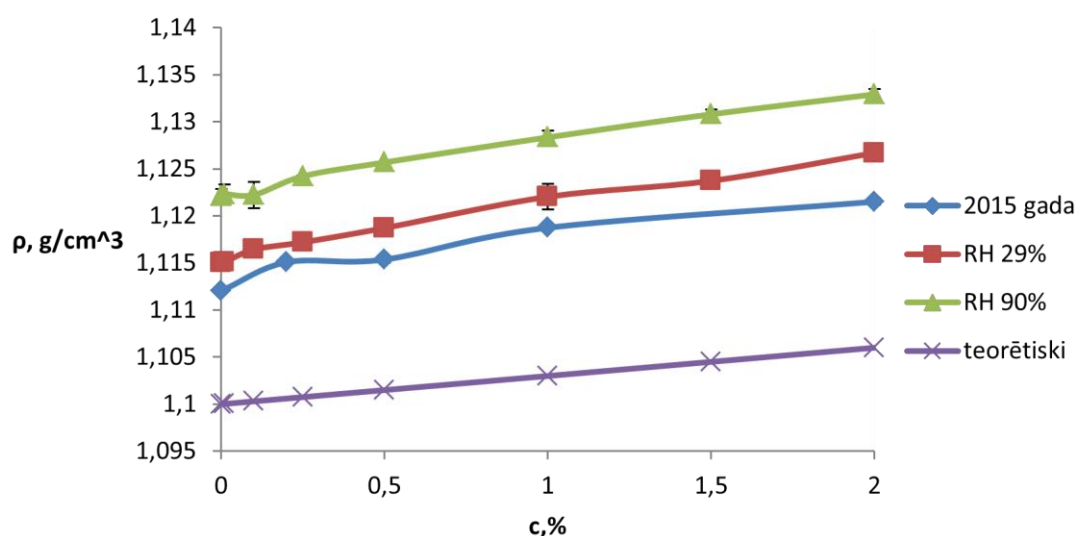
3.9. attēls. Blīvuma atkarība no ONC masas koncentrācija 90% gaisa mitrumā turētajiem paraugiem.

Arī šiem paraugiem noteikto vērtību kļūdas, pateicoties precīzajai iekārtai, ir niecīgas (<0,5%). Eksperimentālie rezultāti atšķiras no teorētiskās vērtības par 2,14% (0,024 GPa).

3.2.4. Blīvuma mērījumos iegūto rezultātu analīze

Salīdzinot 2015. gada paraugus ar paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 29% atmosfēras mitrumā, noteiktais blīvums vidēji palielinājās par 0,33% ($0,0037 \frac{g}{cm^3}$), vislielākais pieaugums 0,46% ($0,0052 \frac{g}{cm^3}$) tika konstatēts pie 2% ONC masas koncentrācijas paraugā. Salīdzinot paraugus, kas 32 mēnešus turēti 90% atmosfēras mitrumā ar 2015. gadā veidotajiem paraugiem vidējais blīvuma pieaugums ir 0,93% ($0,01 \frac{g}{cm^3}$), un lielākais pieaugums 1,01% ($0,011 \frac{g}{cm^3}$) arī ir pie 2% ONC masas koncentrācijas paraugā.

Salīdzinot paraugus, kas 32 mēnešus turēti 29% un 90% atmosfēras mitrumā, vidējais blīvuma pieaugums ir 0,54% ($0,0067 \frac{g}{cm^3}$) un lielākais reģistrētais pieaugums ir pie 1,5% koncentrācijas un tas ir 0,62% ($0,0071 \frac{g}{cm^3}$).



3.10. attēls. Eksperimentā iegūto blīvumu un teorētiski aprēķinātā blīvuma salīdzinājums.

Epoksīda sveķu un ONC nanokompozītam ir lielāks blīvums, ūdens absorbcijas dēļ pie lielāka atmosfēras mitruma.

SECINĀJUMI

- Bakalaura darba izstrādes laikā tika konstatāts, ka ar maisīšanas metodi: 5 minūšu ilgu maisīšanu traukā ar rokas maisītāju, pēc tam 15 minūšu maisīšanu traukā ar elektrisko maisītāju 500 apgr/min, un tad ar 30 minūšu ilgu vakuumēšanu 1 Bar lielā vakuumā, nav izdevies homogēni dispersēt nanopildvielu– oglekļa nanocaurulītes epoksīda sveķu matricā. Pie visām izmantotajām ONC masas koncentrācijām (0%; 0,01%; 0,1%; 0,2%; 0,25%; 0,5%; 1%; 1,5%; 2%) nav izdevies uzlabot epoksīda sveķu un ONC nanokompozīta mehāniskās īpašības.

- Mitruma ietekmes noteikšanai uz epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla mehāniskajām īpašībām tika izmantoti kvazistatiski vienass stiepes eksperimenti 2015. gadā veidotiem paraugiem un paraugiem, kas 32 mēnešus turēti 29% un 90% mitrā atmosfērā. No iegūtajiem eksperimentu rezultātiem tiek secināts, ka atmosfēras mitrumam ir samazinoša ietekme (līdz 19,3%) uz epoksīda sveķu un ONC nanokompozītmateriāla elastības moduli.

- Sverot 2015. gada paraugus un 32 mēnešus turētos paraugus ar hidrostatiskās svēršanas metodi, tiek secināts, ka paraugiem kas 32 mēnešus turēti 90% atmosfēras mitrumā ir vislielākais blīvums ($1,1329 \frac{g}{cm^3}$), un pie mazākiem atmosfēras mitrumiem samazinās parauga blīvums (no $1,1390 \frac{g}{cm^3}$ līdz $1,112039 \frac{g}{cm^3}$).

IZMANTOTĀ LITERATŪRA UN AVOTI

1. Choudhary V., Gupta A. 2011. Polymer/Carbon Nanotube Nanocomposites, Carbon Nanotubes – Polymer Nanocomposites. ISBN: 978-953-307-498-6, InTech, DOI: 10.5772/18423.
2. Yuan L., Yaolu L., Ning H. 2011. Reinforcement effects of CNTs for Polymer-Base nanocomposites. Carbon nanotubes/Polymer nanocomposites.
3. Fereidoon A., Rostamiyan Y., Omrani A., Kordani N., Ganji D.D. 2011. Statistical study on non-linear effect of Carbon Nanotube on Mechanical Properties of Epoxy Composite. Journal of composite materials., 1- 8.
4. Ma P-C., Mo S-Y., Tang B-Z., Kim J-K. 2010. Dispersion, interfacial interaction and re-agglomeration of functionalized carbon nanotubes in epoxy composites. Carbon. 48. 1824-1834.
5. Chen H., Jacobs O., Wu W., Rüdiger G., Schädel B. 2007. Effect of dispersion method on tribological properties of carbon nanotube reinforced epoxy resin composites. Polymer testing. 26, 351-360.
6. Arora N., Sharm N.N. 2014. Arc discharge synthesis of carbon nanotubes: Comprehensive review. Diamond and Related Materials, 50, 135-150.
7. De Greef N., Zhang L., Magrez A., Forró L., Locquet J.P., Verpoest I., Seo J. W. 2015. Direct growth of carbon nanotubes on carbon fibers: Effect of CVD parameters on the degradation of mechanical properties of carbon fibers. Diamond and Related Materials, 51, 39-48.
8. Park J-M., Wang Z-J., Jang J-H., Gnidakoung J-R-N., Lee W-I., Park J-K., DeVries K-L. 2009. Interfacial and hydrophobic evaluation of glass fiber/CNT-epoxy nanocomposites using electro-micromechanical technique and wettability test. Composites part A, 40, 1722-1731.
9. <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/468698/major-industrial-polymers/76484/Polyacetal#ref608761>
10. Jin F-L., Li X., Park S-J. 2015. Synthesis and application of epoxy resin: A review. Journal of Industrial and Engineering Chemistry.
11. Asada C., Basnet S., Otsuka M., Sasaki C., Nakamura Y. 2015. Epoxy resin synthesis using low molecular weight lignin separated from various lignocellulosic materials. International Journal of Biological Macromolecules, 74, 413-419.

12. Salah U., Singh P.H., Sing P.R. 2014. Effect of Hygrothermal Aging of the Mechanical Properties of Fluorinated and Nonfluorinated Clay-Epoxy Nanocomposites.
13. Balakrishnan A., Saha C.M., 2010. Tensile fracture and thermal conductivity characterization of toughened epoxy/CNT nanocomposites. *Materials of Sciences and Engineering*, 528, 906-913.
14. Sato H., Sano M. 2008. Characteristics of ultrasonic dispersion of carbon nanotubes aided by antifoam, 322, 103 – 107.
15. Lui L., Wagner D. 2005. Rubbery and glassy epoxy resin reinforced with carbon nanotubes. *Composites Science and Technology*, 65, 1861-1868.
16. Roylance D. 2001. Stress-strain curves.
17. Lee J.H., Rhee K.Y., S.J. Park. The tensile and thermal properties of modified CNT-reinforced basalt/epoxy composites.
18. Glaskova T. 2010. Polimēra kompozītmateriāla mehānisko īpašību eksperimentālā izpēte un modelēšana. Promocijas darbs, LU, 55.
19. Glaskova T. Aniskevich A. 2009. Moisture absorption by epoxy/montmorillonite nanocomposite. 69, 2711 – 2715.
20. Glaskova T. I., Guedes R. M., Morais J. J., Aniskevich A. N. 2007 A comparative analysis of moisture transport models applied to an epoxy binder. *Mechanics of composites materials*, vol 43, 4, 377-388.

Pateicības

Izsaku lielu pateicību par iespēju izstrādāt bakalaura darbu Latvijas Universitātes Polimēru Mehānikas Institūta kolektīvam.

Sirsnīgs paldies darba vadītājai Annai Borisovai par dotajiem padomiem un ieteikumiem eksperimentu veikšanā un pētījumu aprakstam, par iecietību un veltīto laiku.

Liels paldies Kārlim Lagzdiņam un Agnesei Ņerubiņai par atbalstu un palīdzību studiju laikā.