



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
MEHAANIKATEADUSKOND

Materjalitehnika instituut
Materjaliõpetuse õppetool

MTM70LT

Henri Rummo

**Kõrge metallipulbrisisaldusega kiudarmeeritud
polümeerkomposiidi valmistamine pultrusioonmeetodil**

Autor taotleb
tehnikateaduse magistri
akadeemilist kraadi

Tallinn
2015

AUTORIDEKLARATSIOON

Deklareerin, et käesolev lõputöö on minu iseseisva töö tulemus.

Esitatud materjalide põhjal ei ole varem akadeemilist kraadi taotletud.

Töös kasutatud kõik teiste autorite materjalid on varustatud vastavate viidetega.

Töö valmis prof. Renno Veinthali juhendamisel

“.....” 2015 a.

Töö autor

..... allkiri

Töö vastab magistritööle esitatavatele nõuetele.

“.....” 2015 a.

Juhendaja

..... allkiri

Lubatud kaitsmisele.

..... eriala/õppekava kaitsmiskomisjoni esimees

“.....” 2015 a.

..... allkiri

MAGISTRITÖÖ ÜLESANNE

2015 aasta kevadsemester

Üliõpilane: Henri Rummo, 121892

Õppekava: Tootearendus ja tootmistehnika MATM02/11

Eriala: Tootearendus

Juhendaja: professor Renno Veinthal

Konsultandid: -

MAGISTRITÖÖ TEEMA:

(eesti keeles) Kõrge metallpulbrisaldusega kiudarmeeritud polümeerkomposiidi valmistamine pultrusioonmeetodil

(inglise keeles) *Pultrusion of Polymer Composites with High Metal Powder Content*

Lõputöös lahendatavad ülesanded ja nende täitmise ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Täitmise tähtaeg
1	Konkureerivate materjalide näidiste hankimine. Nende struktuuri uurimine. Magnetiliste omadustega polümeerkomposiitide turuolukorra uurimine. Lähteülesande püstitamine.	01.12.2014
2.	Materjali komponentide selekteerimine ning hankimine. Eelkatsetused. Erineva morfoloogiaga rauapulbrite uurimine täiteainena, segu viskoossuste uurimine.	01.01.2015
3.	Proovimaterjali valmistamine. Metalse täitepulbriga täidetud vaiguseguga tutvumine. Protsessi parameetrite selgitamine.	01.03.2015
4.	Katsekehade ettevalmistamine. Katsemeetoditega tutvumine. Materjalikatsed – tiheduse määramine, paindekatsed, isolatsioonitakistuste määramine, magnetiliste omaduste määramine.	01.05.2015
5.	Tulemuste kokkuvõtmine, analüüs. Järeldused.	20.05.2015

Töö keel: Eesti

Kaitsmistaoetus esitada hiljemalt 12.05.2015

Töö esitamise tähtaeg 01.06.2015

Üliõpilane Henri Rummo

/allkiri/

kuupäev.....

Juhendaja prof. Renno Veinthal

/allkiri/

kuupäev.....

SISUKORD

EESSÕNA.....	6
LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU	7
Lühendid.....	7
Tähised	7
1 SISSEJUHATUS	8
2 ÜLDINE INFORMATSIOON.....	11
2.1 Pultrusiooni ehk tõmbemeetodi lühituvustus	11
2.2 Magnetiliste omadustega polümeer komposiitmaterjali lühituvustus. Magnetiline uurdekiil .	12
2.3 Laminaatide kuumpressimise lühituvustus.....	18
2.3.1 Kuumpressimise ja pultrusiooni majanduslike ja tehniliste parameetrite võrdlus.....	18
3 LÄHTEMATERJALIDE VALIK	20
3.1 Lähteülesanne	20
3.2 Sideaine valik.....	20
3.3 Täiteaine valik.....	22
3.3.1 Rauapulbrid	23
3.3.2 Metalse täiteaine mõju polümeermaterjali magnetilistele omadustele kirjanduses ...	23
3.3.3 Metalse täiteaine mõju polümeermaterjali takistusele/juhtivusele kirjanduses	23
3.3.4 Kasutatud rauapulbrid.....	25
3.4 Lisandite valik	30
4 EKSPERIMENTAALNE OSA	31
4.1 Segu viskoossuste mõõtmine	32
4.1.1 Eesmärk ja meetodika	32
4.1.2 Olulisus	34
4.1.3 Tulemused	35
4.2 Tiheduse määramine.....	36
4.2.1 Tulemused	36
4.3 Proovimaterjali komponentide arvutusliku jaotus määramine. Mikrostruktuuri uurimine .	37
4.3.1 Eesmärk ja meetodika	37
4.3.2 Tulemused	39
4.4 Paindeomaduste määramine	41
4.4.1 Eesmärk ja meetodika	41

4.4.2	Tulemused	42
4.5	Mahueritakistuse ning pinnaeritakistuse määramine.....	45
4.5.1	Eesmärk ja metoodika	45
4.5.2	Tulemused	47
4.6	Magnetiliste omaduste määramine	48
4.6.1	Eesmärk ja metoodika	48
4.6.2	Tulemused	50
5	JÄRELDUSED	51
5.1	Materjali struktuurid	51
5.2	Materjali isolatsioonitakistus	52
5.3	Materjali mehaanilised omadused	52
5.4	Materjali magnetilised omadused.....	53
5.5	Lõppjärelendus	53
KOKKUVÕTE.....		54
SUMMARY		56
KASUTATUD KIRJANDUS		58
LISAD		61
Lisa 1. Konkureerivate magnetiliste omadustega isolatsioon-materjalide andmekaardid.....		61

EESSÕNA

Käesoleva lõputöö temaatikaga tegelemiseks avanes võimalus autori töökoha kaudu, kus ta töötab arendusinsenerina. Lõputöö teemana uuritakse magnetiliste omadustega polümeerkomposiitmaterjali tootmise otstarbekust uudsel meetodil. Mainitud ettevõtte on kiudarmeeritud plastprofiilide ehk pultrusioontoodete valmistamisele spetsialiseerunud tootmisettevõtte, millest peamise toodangu moodustavad isolatsiooni materjalid.

Lõputöö raames teostatud materjali katsetused toimusid TTÜ materjalitehnika instituudi erinevates laborites, mehaanika ja metroloogia katselaboratuuris, TTÜ polümeermaterjalide instituudi laboris, TTÜ kõrgepinge laboris, Keemilise ja Bioloogilise Füüsika Instituudis ning Aalto ülikooli elektrotehnika ja automaatikainstituudi elektromehaanika laboris; proovimaterjali valmistamine ning katsekehade ettevalmistamine toimus autori töökohas.

Autor soovib tänada suurepärase juhendamise, nõu ning koosveedetud pikkade mõõtmiste eest Zorjana Mural'i, Aare Aruniitu, Joosep Linki, teadur Illia Krasnou'd, vanemteadur Paul Taklajat, teadur Deepak Singh'i ning professor Anouar Belahcen'i. Hindamatu kogemuse, motivatsiooni, väärtusliku nõu, arutelude, suunamise ning juhendamise eest sügav tänuavaldus juhendajale, prof. Renno Veinthalile.

LÜHENDITE JA TÄHISTE LOETELU

Lühendid

EP – epoksüüdvaigud
SEM – skaneeriv elektronmikroskoop
SMC – *sheet moulding compound* või *sheet moulding composite*
UP – küllastamata polüester vaigud
VE – vinüülester vaigud
VSM – *Vibrating Sample Magnetometer* (magnetomeetria lisaseade)

Tähised

A – elektroodi kasulik pindala
b – katsekeha laius
d₅₀ – osakeste diameeter, mille väärtus pooltel osakestel on antud valimis väikesem
E_f – paindemoodul
F – katsekehale avaldatud koormus
g – pindelektroodi ning rõngaselektroodi vaheline kaugus
h – katsekeha paksus
L – tugipunktide vaheline kaugus
m – kaal
m_A – armatuuri kaal
m_{Fe} – raua massiosakaal
m_M – maatriksi kaal
m_{Vaik} – vaigu massiosakaal
m% – massi osakaal
P – elektrood kasulik ümbermõõt
R – mõõdetud takistus
R_v – mõõdetud mahutakistus
V – ruumala
V_A – armatuuri ruumala
V_{Fe} – raua mahuosakaal
V_{Vaik} – vaigu mahuosakaal
V_M – maatriksi ruumala
V% - mahuosakaal

μ_r – suhteline magnetiline läbitavus
μ_{max} – maksimaalne magnetiline läbitavus
μ₀ – esialgne magnetiline läbitavus
ρ – tihedus
ρ_A – armatuuri tihedus
ρ_M – maatriksi tihedus
ρ_s – pinnaeritakistus
ρ_V – mahueritakistus
σ_{Ef} – paindemooduli standardhälve
σ_{fM} – paindetugevus e. maksimaalne vastupanu paindele
σ_{tihedus} – tiheduse standardhälve
σ_{σfM} – paindetugevuse standardhälve

1 SISSEJUHATUS

Käesoleva diplomitöö kasvas välja autori tööst uurida kõrge metallipulbri täiteastega klaaskiudarmeeritud komposiitmaterjalide tootmise teostatavust ning otstarbekust pultrusioon ehk tõmbemeetodil. Selle raames võeti diplomitöö eesmärgiks uurida erinevaid protsessi mõjutavaid tegureid ning võrrelda erinevate struktuuridega proovimaterjali omadusi. Selleks koostati erinevad katsetused lähtematerjalide eelselekteerimiseks, proovimaterjali valmistamine ning saadud katsekehade mehaaniliste, elektriliste ning magnetiliste omaduste määramise katsed.

Töö esimeses osas luuakse lühike ülevaade tootmismeetodist, sellel meetodil peamiselt kasutatavatest materjalidest, uuritava magnetiliste omadustega materjali rakendusest ning valmistamismeetodist; teises osas uuritakse ning põhjendatakse komponentide valikut vastava rakendusega komposiidi valmistamiseks ning kirjeldatakse metallipulbri kui täiteaine kasutamisel esinevaid tehnilisi probleeme; neljandas osas on toodud põhjalik kirjeldus eksperimentaalsest tööst koos tulemustega – eelkatsetest, proovikehade mikrostruktuuride ning segude viskoossuse uurimisest, materjali omaduste määramise katsetest; viiendas osas on koondatud analüüs eksperimentaalse osa tulemustest; kuues osa on kokkuvõte ning ettepanekud tööks tulevikus.

Töös uuritavat kõrge raua sisaldusega kiudarmeeritud polümeerkomposiitmaterjali kasutatakse lähtematerjalina induktsioonmootorite staatorites kasutatavate komponentide, uurdekiilude, valmistamiseks. Magnetiliste omadustega uurde kiilude kasutamisel on võimalik muuta mootori töö efektiivsemaks – vähendatakse ajami käivituspinget, parendatakse võimsustegurit ning koormuspinget (Simbürger, 2010). Oluline parendus on ka rauaskao vähenemine. Tüüpiline rauaskao vähenemine tähendab mõne kW võimsusekasvu sõltuvalt ajami tüübist (Simbürger, 2010).

Kiudarmeeritud komposiitmaterjalid on kõrge tõmbetugevusega kiudarmatuurist koosnev materjal, mis on seotud maatriksiga (sideainega) teatud kuju saavutamiseks. Sellisel kujul nii kiudarmatuuril kui ka sideainel säilivad neile omased keemilised ning füüsikalised omadused, kuid liitmaterjalina saavutatakse teadliku ning hoolika kokkusobitamise läbi materjaliomadused, milliseid kumbki üksinda ei kanna välja. Kiudarmatuuri roll on eelkõige koormuse edasikandmine materjalis; sideaine hoiab armatuuri paigal, käitudes ühtlasi koormuse jaotajana selle vahel ning kaitstes armatuuri välise keskkonna tingimuste eest.

Selge on see, et komposiitmaterjal kujutab endast kompromissi erinevate materjaliomaduste vahel – suurendades teatud omadusi, pärsitakse samaaegselt teisi. Materjalitehnika ülesanne on teada ning uurida erinevate komponentide koosmõju, kaardistada vastavalt rakendusele kõige olulisemad materjaliomadused ning leida kasulik tasakaal nii valmistaja kui ka kasutaja seisukohalt.

Peamiselt toodetakse uuritavat materjali kuumpressimismeetodil; kõrge rõhu ning temperatuuri koosmõjul pressitakse vaigu ning rauapulbriga eelimpregneeritud kiudriiet kinnistes vormides laminaatplaatideks. Seejärel masintöötlusel antakse tootele lõppkuju. Seevastu pultrusioonil valmistatud profiile oleks võimalik kohe kasutada mootori komponendina – puudub vajadus detaile lehtmaterjalist masin-töödelda.

Sellistest laminaatidest masintöödeldud kiilude peamiseks nõrkkohaks on nende vastupanu mehaanilisele koormusele. Kõrge pulbri täiteaste vähendab materjali elastsusmoodulit ning väheneb adhesioon laminaadi kihtide vahel. Materjali delamineerumine võib esineda juba kiilude paigaldamisel, mil arvestatavate mehaaniliste jõudude (peavad ületama hõõrdetakistuse kiilu ning uurde vahel) toimel kiilu uurdesse pressitakse. Tihti selliseid soovimatuid õnnetusi visuaalsel kontrollil ei märgata. Kõik eelnev viib aga tõenäoliselt mootori enneaegse rikkeni, mistõttu vaatamata sellise materjali eelistest, madala töökindluse tõttu ei soovita riskide võtta tema kasuks otsustamisel. Pultrusioon seevastu võiks olla uudne tootmismeetod, millega ületataks kuumpressimisega kaasnevad puudused.

Pultrusioon on pidev tootmisprotsess, mille käigus valmistatakse kõrge tõmbetugevusega konstantse ristlõikega komposiitmaterjale, teisisõnu erinevad kiudarmeeritud plastprofiile. Protsessi käigus tõmmatakse vaiguga immutatud armatuuri läbi eelkuumutatud vormide, kus kõrgendatud temperatuuri toimel toimub materjali kõvenemine ning kuju moodustumine. Spetsiaalsed tootmisliinid on varustatud võimsate tõmbekäppadega, mis tõmbavad piki kiu suunda profiile edasi, millest ka tihti protsessi tõmbemeetodiks kutsutakse.

Põhimõtteliselt on kõikide erinevate klaasplasti tootmismeetodite lähtekomponendid sarnased ning materjali polümerisatsiooniks on tarvilikud sarnased tingimused. Küll aga seavad erinevad tootmismeetodid piirangud toote lõplikele omadustele – ühe-, kahe- või enamasuunaline armatuur; lühikeste või pidevate kiududega armeeritud; teatud komponendi suur või väike osakaal; tasapinnaline või keeruka geomeetriaga toode.

Klaasplasti tootmine on olemuselt ohtlik töö, kuna peaaegu kõik protsessi käigus ekspluateeritavad kemikaalid on ohtliku ning tervistkahjustava iseloomuga. Seetõttu kehtivad sellise tegevusega tootmisettevõtetele eraldi karmid nõuded töökeskkonnaohutuse ning keskkonna saastamise osas. Näiteks erinevad termoreaktiivsed vaigud sisaldavad kuni 50% ulatuses stüreeni, mis on ühtlasi polüestervaikude lahusti kui ka oluline komponent kõvenemisel - küllastumata polüestrid (UP) kõvenevad radikaalpolümerisatsioonil stüreeniga (Talvari, 2006). Stüreen on ohtlike õhusaasteainete nimekirjas, kuna ta moodustab tervist kahjustavaid aure sissehingamisel.

Järjest karmimaks muutuvate regulatsioonide taustal on töökeskkonna parendamine pidevat tähelepanu vajav protsess tootjatel. Peamised meetmed, millega autori tööandja on leevendanud keskkonna ohtlikkust, on vajalike isikukaitsevahendite tagamine ning nende juurutatud kasutuskord; kemikaalide ohutuskaartide nõuete järgimine ning nende sisu tutvustamine töötajatele; kohtväljatõmbed suurima ohtlike aurude kontsentratsiooniga piirkondades ning piisav üldventilatsioon; regulaarsed keemiliste ning füüsikaliste ohutegurite mõõtmised.

Kuigi toote valmistamisel toimub pidev ohtlike kemikaalide käitlemine ohtlikus töökeskkonnas, lõplikult kõvenenud tooted tervisele ohtu ei kujuta. Pideva hinnasurve ning keskkonna nõuete karmistumise valguses on klaasplastitootjad tihti karmide valikute ees, millest sõltuvad ettevõtte kasumlikkus, sotsiaalne vastutus ning reputatsioon.

2 ÜLDINE INFORMATSIOON

2.1 Pultrusiooni ehk tõmbemeetodi lühitutvustus

Pultrusioon on pidev, kõrge tootlikkusega tootmisprotsess, mille käigus valmistatakse pideva ristlõikega kiudarmeeritud komposiitmaterjali, teisisõnu plastprofiil tooteid. Pultrusiooni käigus tõmmatakse sideainega immutatud armatuuri läbi eelkuumutatud vormide, kus kõrge temperatuuri toimel käivitub materjali kõvenemine ehk polümeerisatsioon.

Pultrusiooni protsess algab pideva kiudarmatuuri tõmbamisega materjali rullidest; näiteks kasutatakse sellises protsessis tihti *rovingut* ehk klaaskiududest moodustatud keerdudeta kiukimpe ning tükeldatud kiududest pulber- või emulsioonseotud klaaskiudmatte. Armatuur läbib üldise kuju moodustava juhikute süsteemi ning seejärel seguvanni. Seal immutatakse armatuur sideainega ning edasi tõmmatakse seos läbi teise juhikute süsteemi eelkuumutatud vormi.

Profiili kujumoodustajana kasutatakse erinevaid mitmeosalisi terasvorme, läbi mille kulgeb pideva ristlõikega kujumoodustav soon või sooned. Kuna pultrusiooniprotsessis kasutatavad termoreaktiivsed vaigud vajavad kõvenemiseks katalüsaatorit ja/või kõvendit või kõrgendatud temperatuuri, paigaldatakse vorm kas küttekehade vahele või küttekehad paigaldatakse vastavatesse avadesse vormi sees.

Vormi teisest otsast väljuv tahke materjal tõmmatakse järgnevalt läbi tõmbemehhanismi. Teatud juhtudel (ebaühtlase või suure seinapaksusega profiilide puhul) võib toodang läbida veel eraldi tsooni, kus mikrolainete või kõrgendatud temperatuuri toimel materjal kõveneb lõpuni. Tõmbemehhanism tagab tõmbejõu materjalide liikumiseks terves süsteemis. Materjali valmistamise voo viimase sammuna saetakse materjal liini tagumises osas vastavasse mõõtu ning ladustatakse.

Protsessi on võimalik osaliselt või täielikult automatiseerida ning ekspuaterida ööpäeva ringselt. Pultrusiooni iseloomustab ka madal tootmisel tekkiva materjalikao hulk, tüüpiliselt alla 5% (Strong, 2008). Protsessi tootlikkus on samuti viimaste aastakümnete jooksul oluliselt tõusnud tänu pidevale arendustööle vaikude osas ning keerulisemate kõvendisüsteemide turule tulekuga; keskmine liinikiirus on 0,5-1,5 m/min võrreldes 1980-ndate 0,1-0,3 m/min (Strong, 2008; Meyer, 1985).

Pultrusioontoodete peamine eelis seisneb nende kõrges tõmbetugevuses, mis saavutatakse tänu ühesuunalise pidevale kiudarmatuurile. Levinuim armatuuri liik on klaaskiud, täpsemalt tüüp E-klaas (tulenevalt inglise keelsest terminist *Electrical-Glass*). Võrreldes süsinikkiu või aramiidkiuga, on klaaskiu tõmbetugevus väikesem (E-klaasil tüüpiliselt 2,5-3 GPa, süsinik- ning aramiidkiud vastavalt 3,5-4,5 GPa ja 3-3,5 GPa (Quinn, 1998)), kuid enamuse rakendusteks piisav ning hind odavam.

Tihti võib jääda ekslik mulje, et pultrusiooniprofiilis on kõik kiud orienteeritud ainult masina tõmbesuunas ehk piki profiili. Lisaks ühesuunalisele kiudarmeeringule kasutatakse ka tükeldatud kiust matet, tänu millele on võimalik hajutada koormus mati kiudude suvalises orientatsioonis ehk anda materjalile lisaks üldist tugevust ja sitkust kõikides suundades; harvem kasutatakse ka mitmesuunalisi kangaid. Lisaks klaaskiudarmatuurile kasutatakse veel ka aramiid-, basalt- ning süsinikkiudarmatuure.

Muud iseloomustavad omadused (enamuse iseloomulikud ka teistel meetoditel valmistatud polümeerkomposiitidele) on,

- madal tihedus, tüüpiliselt kuni 3 korda väikesem tihedus võrreldes terasega;
- korrosioonikindlus paljudele kemikaalidele ning keskkondadele;
- väga madal soojusjuhtivus, 1/60 võrreldes terasega;
- suur elektritakistus (klaaskiud-pultrusioontooted ei juhi elektrivoolu);
- läbipaistvus raadio-, mikro- ning elektromagnetlainetele;

Kuigi plastkomposiitide konkurentsivõimelisus metallide ja teiste materjalide kõrval on kiiresti tõusmas, on kõrgema maksumuse tõttu pultrusioontooted peamiselt kasutusel erirakendustes, kus eksploateeritakse spetsiifilisi materjaliomadusi (näiteks madal elektri- ja soojusjuhtivus, kõrge eritugevus). Samuti kulub protsessi käitamiseks oluliselt vähem energiat kui näiteks metallist profiilide valmistamiseks. Ka transport on märgatavalt soodsam ning materjali käitlemine hõlpsam tänu pea kolm korda madalamale erikaalule võrreldes terasega.

2.2 Magnetiliste omadustega polümeer komposiitmaterjali lühitutvustus. Magnetiline uurdekiil

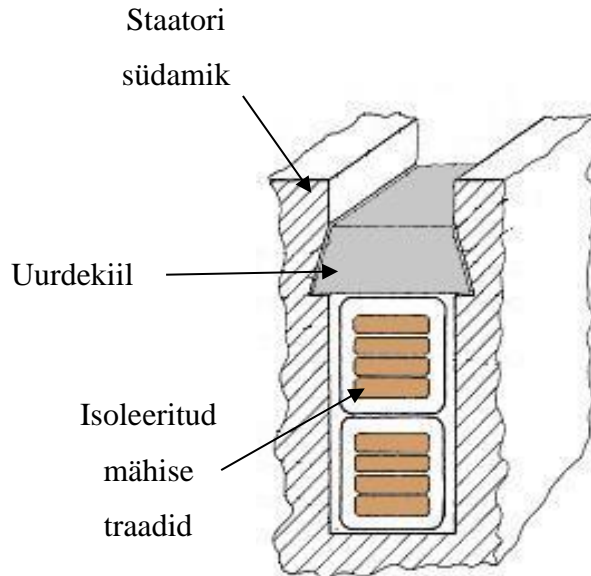
Polümeerkomposiite kasutatakse tihti elektrilise isolatsiooni materjalidena, kus eksploateeritakse polümeeridele omaseid suurepäraseid dielektrilisi omadusi. Samuti on enamuse polümeerkomposiite läbipaistvad magnetväljadele ega oma magnetilisi omadusi, kuna tüüpiliselt elektro-tehnilise valdkonna toodete jaoks side- ja täiteainena ning armatuurina

kasutatavad materjalid on mittemagnetiliste omadustega. Komposiitmaterjal ehk kahest või enamast faasist koosnev liitmaterjal tähendab materjalitehnikutele alati kompromissi leidmist materjaliomadustes – tõstes ühte omadust, kärbitakse teist. Kasutades metallipulbrit täiteainena, on võimalik anda materjalile magnetilised omadused karpides seejuures tema dielektrilisi omadusi. Rauapulbri mõjust polümeerkomposiidi täiteainena tema magnetilistele ning elektrilistele omadustele on kirjeldatud peatükkides 3.3.2 ja 3.3.3.

Raudpulber täidetud magnetiliste omadustega polümeerkomposiite kasutatakse peamiselt elektrotehnika valdkonnas, täpsemalt komponentidena induksioonmootorites. Taolist materjali kasutatakse staatorite uurdekiilude valmistamiseks. Uurdekiilu (tihti ka „uurdesulgur“) ülesanne on fikseerida staatori uuresse mähitud mähised (vt. Sele 1) ning takistada nende liikumist elektrodünaamilistest jõududest tingituna (Dems, 2012).



Sele 1. Mähkimata staatori korpus



Sele 2. Lihtsustatud joonis staatori uurdest. Mähised isoleeritakse elektriliselt südamikust erinevate polümeerkiledega, isolatsiooni paberitega, vaigutamise jms. Uurdekiilu funktsioon on tagada elektriline isolatsioon ning mähiste asend staatori soones. Allikas: (Simbürger, 2010)

Traditsiooniliselt on kasutatud uurdekiiludena voolu mittejuhtivat epoksüüdvaigu (EP) või küllastamata polüestervaigu (UP) põhise kiudarmeeritud polümeermaterjali. Üldiselt sellised kiilud kas masin-töödeldakse laminaatidest või valmistatakse pultrusioonil.

Tüüpilise magnetiliste omadustega uurdekiilu materjali struktuur koosneb termoreaktiivsest vaigust sideainena ning magneetuvatest pulberosakestest, milleks kasutatakse ferromagneetikuid, keskmise massiosakaaluga 70 m% (Dems, 2012; Davis, 2007); armatuurina kasutatakse klaaskiud riidet või matti. Rauapulbri osakaal on sedavõrd kõrge, kuna materjalilt on tihti nõutud suhtelise magnetilise läbitavuse väärtus suurusjärgus $\mu_r \leq 10$ (Lee, 2013). Viimane on seotud magnetilise läbitavuse mõistega; magnetiline läbitavus näitab mitu korda aine tugevdab talle mõjuvat magnetvälja. Suhteline magnetiline läbitavus näitab mitu korda erineb magnetiline induksioon homogeenises keskkonnas võrreldes magnetilise induksiooniga vaakumis.

Magnetilised ained jagunevad dia-, para- ning ferromagneetikuteks. Diamagneetilised materjalid tekitavad välisele magnetväljale vastu töötava magnetvälja ning tõrjuvad end eemale rakendatud välisest magnetilisest väljast. Diamagneetiku suhteline magnetiline läbitavus on väiksem kui 1. Paramagnetilistes ainetes orienteeruvad elektronid välises magnetväljas magnetväljaga samas suunas ning võimendavad seda. Nende suhteline magnetiline läbitavus $\mu_r > 1$. Neil on väike vastuvõtlikkus magnetväljadele, s.t väline magnetväli tõmbab neid enda poole, kuid selle eemaldumisel magnetilised omadused ei säili.

Ferromagnetilised on materjalid, mis tekitavad piisavalt tugevaid magnetilisi jõude, et neid tunda. Nende magnetilised omadused säilivad ka välise välja olemasoluta. Suhtelise magnetilise läbitavuse väärtused võivad kasvada mõnekümne tuhandeni.

Kirjeldatud struktuuriga kiilud muutuvad tänu kõrgele raua sisaldusele magnetiliselt aktiivseks ning sellest tulenevalt täieneb ka nende funktsionaalsus – tagada madala magnetilise takistusega magnetiline rada üle kiilu pinna staatori hammaste vahel. Täites magnetiliste omadustega uurdesulguri funktsiooni, saavutatakse järgnevad parendused induktsioonmootori töös (Davis, 2007; Simbürger, 2010; Lee, 2013; Dems, 2012),

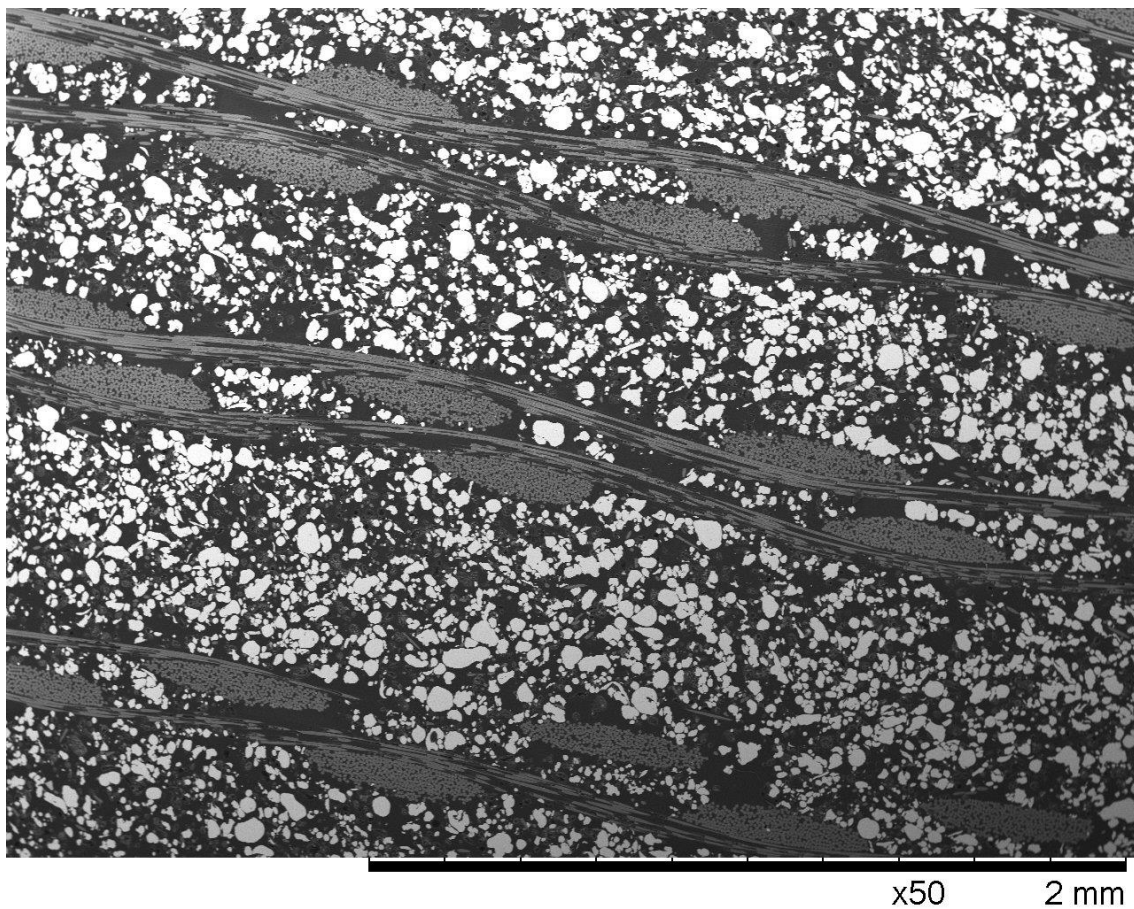
- Väiksem südamikkadu (rauaskadu);
- Väiksem käivituspinge;
- Väiksem koormuspinge;
- Kõrgem võimsustegur (voolu- ja pingvektori vaheline nurk ϕ)

Mittejuhtiva kiiluga võrreldes muudab kõrgema suhtelise magnetilise läbitavusega uurdesulgur magnetvoo levimise sujuvamaks üle staatori hammaste tänu nende vahelisi tühimikke täitvatele uurdesulguritele (Lee, 2013). Sujuvam magnetvoo jaotumine üle staatori sisemise pinna tähendab väikesemat pinnaskadu, aitab vähendada akustilist müra ning parandab induktsioonmootori väände näitajaid. Staatori hammaste vahelise õhuava täitmine magneetuva materjaliga viitab kõrgemale magneetuvusele ning väikesemale magnetiseerivale voolule. Tänu eelnevalt mainitule tõuseb mootori efektiivsus, langeb töötemperatuur ning suureneb võimsustihedus (Lee, 2013).

Magnetiliste omaduste saavutamine tähendab kompromissi materjali mehaanilistes omadustes – rauapulbri või mis tahes täiteaine osakaalu tõustes polümeerkomposiidis väheneb materjali elastsus ning vastupanu mehaanilistele koormusele (Meyer, 1985; Mallik, 2007). Kuna sellised kiilud on pidevalt magnetjõudude mõjusfääris, on äärmiselt oluline, et nad istuksid soones tihkelt ning loksumata. Kui kiiludel on liiga palju liikumisruumi, tähendab see, et neid rammitakse vastu uurdesoone seinu magnetjõudude toimel ning toimub materjali kulumine. Tüüpiliselt „liimitakse“ uurdekiilud soontesse epoksüüdvaiguga (Davis, 2007), kuid kõrgendatud temperatuuridel toimub epoksüüdvaigu kiirendatud vananemine, mille tulemusena omakorda toimub ka kahanemine. Mitmed uuringud (Davis, 2007; Simbürger, 2010; Lee, 2013; Dems, 2012) on viidanud mootori tootjatele ning hooldusega tegelevatele ettevõtetele, et tihti on mootorite rikked põhjustatud kiilude purunemisest. Kuna magnetilised

kiilud on oluliselt kallimad võrreldes traditsioonilise mittemagnetilise materjaliga, peab magnetiliste kiilude kasutamine olema põhjalikult läbi mõeldud ning kaalutletud otsus.

Suurem osa turul olevatest magnetilistest kiiludest masin-töödeldakse laminaatidest. Viimased pressitakse vaiguga eelimpregneeritud klaaskiud riidest, kasvatades laminaadi paksust istutades klaasikihte teineteise peale. Sellisele materjalile tüüpiline mikrostruktuur on näidatud seel 3, kus on selgelt eristatavad kahesuunalise kiudarmatuuri kihid, rauapulbri osakesed (valged) ning sideaine.

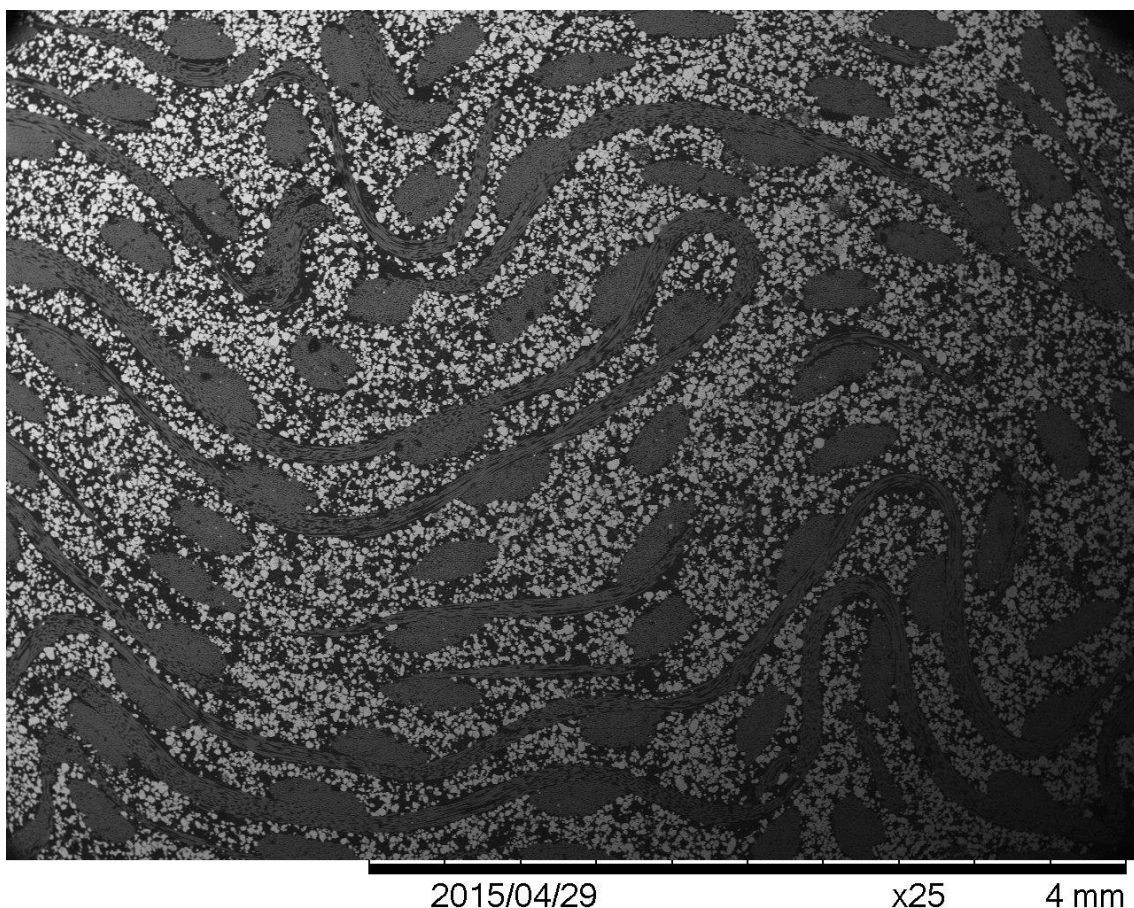


Sele 3. Laminaatkomposiidi mikrostruktuur

Selliste laminaatide peamiseks puuduseks on kõrge täiteainest tingitud kehv adhesioon, mis võib põhjustada materjali delamineerumist. See võib olla põhjustatud kiilude otsadele avaldatud jõust, mil neid staatori soontesse pressitakse või eelnevalt kirjeldatud muutsuunalistest jõududest, millised võivad magnetilisele kiilule avaldada induktsioonmootori tööst tingituna. Paremal juhul tulevad defektid välja kiilude tehnilis-visuaalsel kontrolli käigus, pärast seda kui nende asukoht soones on fikseeritud. Halvemal juhul jäävad defektid nähtamatuks laminaadi sees.

Laminaatidest masin-töödeldud kiilude kõrval on silmapaistev Austria tootja SPIndustries poolt patenteeritud magnetiliste kiilude tooteseeria, millistele antakse lõppkuju pressides spetsiaalsetes vormides vaigu ning rauaga eelimpregneeritud rulli keeratud kiudarmatuuri (sele 4). Võrreldes laminaatidega, puuduvad väidetavalt (Simbürger, 2010) sellisel rulli keeratud bi-aksaalse armatuuriga kompsiidil anisotroopilised omadused – tema vastupanu mehaanilistele jõududele on igas suunas väga hea. Samuti näitas (Simbürger, 2010), et sellises komposiidis toimub delaminatsioon koormustel, millised ületavad alternatiivse toote tugevust kahekordselt.

Oluliselt kallimate magnetiliste uurdekiilude kasutamisel võidakse saavutada märgatav sääst mootori energiatarbe osas tänu mootori töö efektiivsuse tõusule, kuid tuleb ka arvestada kaasnevalt vähenenud käivitus- ning peatamismomendiga, suurema hooldusevajadusega ning kõrgenenud riskidega töökindluses (Lee, 2013).



Sele 4. Rulli keeratud armatuuriga raudpulber täidetud polümeerkomposiit

2.3 Laminaatide kuumpressimise lühitutvustus

Eelnevalt kirjeldati lühidalt kuumpressimise teel valmistatud magnetiliste omadustega polümeerkomposiitlaminaatidest töödeldud uurdekiile ning nende nõrkkohti. Antud peatükis vaadatakse lähemalt klaasriidega armeeritud laminaatide kuumpressimise tehnoloogiat (kuumpressimise ala-jaotuseid, muu geomeetriaga toodete valmistamist jms. siinkohal ei käsitleta) ning tuuakse välja peamised tehniliste ning majanduslike parameetrite võrdlused.

Laminaatide kuumpressimine seisneb termoreaktiivvaigu ning pideva kahesuunalise armatuuri põhise, täiteaineid ning kõvendeid sisaldavate teineteise peale laotud leht-toorikute (Saarela, 2003) pressimises suletud vormis kõrgendatud temperatuuride ja rõhu toimel.

Protsess algab kirjeldatud leht-toorikute mõõtu lõikamisega materjali rullist. Seejärel toimub materjali vormi asetamine; sõltuvalt laminaadi paksusest, võib olla tarvis kümneid kihte teineteise peale laotada. Vorm suletakse ning etteantud programmi alusel algab kuumpressimine. Materjali valikust sõltuvad peamised kuumpressimise protsessiparameetrid, milleks on rõhk (3,5-35 MPa (Strong, 2008)), pressimise kiirus, temperatuur (130-170 °C (Strong, 2008)) ning tsükliäeg (1-10min (Strong, 2008)).

Toote suurus sõltub pressi pressimisjõust ning vormi pindalast. Laminaatide standard suurused on näiteks 2000x1000 mm või 2500x1250 mm, paksusega millimeetrist kuni mitmekümne millimeetriteni. Toote pindala kasvades kasvab vajalik pressimisjõud ruudus (Strong, 2008). Näiteks 2000x1000x30 mm laminaatide valmistamiseks kasutatakse mõnekümne tonnise pressimisjõuga presse. Suured energiakulutused kajastuvad ka kuumpressitud toodete kõrgetes hindades.

Tootmisprotsessi eelisteks on kontrollitud komponentide jaotus, vähene materjalikadu, laia valiku armatuuri ning sideaine kasutamise võimalus, odavad tööjõukulutused.

2.3.1 Kuumpressimise ja pultrusiooni majanduslike ja tehniliste parameetrite võrdlus

Tabelis 2.1 on toodud pultrusiooni, kuumpressimise ning mitmekülgsema võrdluse loomiseks ka kuumpressimise eriliigi SMC peamiste tehnoloogiliste ning majanduslike parameetrite võrdlus. SMC on nii tootmisprotsess kui ka protsessis kasutatava toorikmaterjali nimetus – *sheet moulding compound*. Toorikmaterjalideks (SMC-deks) on termoreaktiivse vaigu põhised leht-toorikud, milles sisalduvad lisaks lühikesed klaaskiud (> 2,5 mm), täiteained ning kõvendid.

Tabel 2.1 Pultrusiooni, kuumpressimise ning SMC majanduslike ning tehnoloogiliste parameetrite võrdlus. Allikas : (Saarela, 2003; Strong, 2008)

	Pultrusioon	Kuumpressimine	SMC
Tasuva tootmisseeria suurus	Keskmine	Keskmine	Suur
Tootmise tasuvus alates, tk/aasta	1000m - 10000m	1000-10000	1000-100000
Vormimisaeg	pidev	20-30 min	1-15
Suuruse piirangud	-	4,5 m ²	4,5 m ²
Tugevusklass	kõrge	madal	madal-keskmine
Armatuuri sisaldus, m%	30-75	15-30	15-35
Armatuuri orientatsioon	Profilli suunas	Kontrollitud; pidevad ning lühikesed kiud	Lühikesed kiud; ühtlaselt suunatud
Vormi maksumus	Madal	Kõrge-keskmine	Kõrge
Esmase investeeringu maksumus	Keskmine	Kõrge	Kõrge
Tootmiskiirus, kg/h	10-30	20-50	20-100
Töökulude osakaal, %	20-30	25-40	10-30
Vormi maksumus, x 1000€	3-5	5-8	10-30
Tootmispingi maksumus, x 1000€	100-250	50-150	100-300

Toote omahind sõltub suuresti lisaks parameetritest nagu toote keerukus, mõõtmed, aastased kogused, lähtematerjalide valik jpm. Eelnevas tabelis toodu kirjeldab väga üldiselt protsesside parameetreid ning on peamiselt mõeldud abistamiseks protsessi valikul tootearendusel. Lõplikku valikut mõjutavad tihti tootele esitatud spetsiifilised nõuded.

Eelneva ning tabeli 2.1 sisu põhjal selguvad antud toote ehk pideva ristlõikega kujutäpse kiudarmeeritud uurdekiilu valmistamise tehnoloogilised ning majanduslikud eelised pultrusioonmeetodil. Funktsionaalsed eelised on kirjeldatud järeldestes. Väljakutseteks jäävad optimeeritud struktuuri loomine ja protsessi tehnoloogiliste tegurite häälestamine metalse täiteaine kasutamiseks, millest esimest uuritakse põhjalikumalt töö järgnevas osas.

3 LÄHTEMATERJALIDE VALIK

3.1 Lähteülesanne

Töö üheks eesmärgiks seati võimalikult kõrge rauapulbri sisaldusega magnetiliste omadustega materjalstruktuuri loomine ning selle omaduste uurimine ja võrdlemine konkureerivate materjalidega. Konkureeriva materjali andmekaardid on toodud töö Lisas. Lähteülesanne koostati mainitud andmekaartide põhjal (Lisa 1) – koostada valmistatud proovimaterjalide materjaliomaduste mõõtmised sarnase meetodika põhjal nagu seda on tehtud juba turustatava materjaliga. Tabelis 3.1 on loetletud huvipakkuvad materjaliomadused, mida järgnevalt uurima hakatakse.

Tabel 3.1. Lähteülesanne

Omadus	Väärtus, ühik	Mõõtemetoodika
Füüsikalised omadused		
Tihedus	g/cm^3	Teadaoleva ruumala ning kaalu kaudu
Struktuur		
Raua sisaldus	vähemalt 60, m%	
Armatuuri sisaldus	kuni 30, m%	
Vaigu sisaldus	Kuni 20, m%	Arvutuslik
Elektrilised omadused		
Pinnaeritakistus	-, Ω	IEC 93 või IEC 167
Mahueritakistus	-, $\Omega \cdot cm$	IEC 93 või IEC 167
Mehaanilised omadused		
Paindetugevus	-, MPa	ISO 178
Magnetilised omadused		
Suhteline magneetuvus, μ_r	mõõdetuna B = 0.3, 0.5 ja 0.7 Tesla juures	VSM

Lähtematerjalide valikul võeti aluseks olemasolevate materjalide spetsifikatsioonide olulisimate näitajate põhjal koostatud lähteülesanne (tabel 1). Järgnevalt on kirjeldatud lähteülesandest lähtuvalt ning protsessi eripära arvestades komponentide valiku põhimõtted.

3.2 Sideaine valik

Nagu nimest võib tuletada, on sideaine ehk maatriksi peamine ülesanne komposiidi erinevad faasid omavahel ühtlaselt siduda, kaitsta neid välise keskkonna eest ning materjalile kuju anda. Polümeerkomposiidi sideaineks on polümeervaigud, millised määravad ühtlasi ka enamiku komposiidi olulistest omadustest – elektrilised omadused, vastupanu põlemisele,

vastupanu väsimusele ning keskkonna mõjudele (keemilised, bioloogilised tegurid). Komposiitmaterjalide kavandamisel tuleb lähtuda neljast peamisest punktist: materjali hind, omadused, töödeldavus ning materjali/toote lõpp-rakendus. Kuna erinevate omadustega vaikude valik on tohutu, on konkurentsi võimelise materjali loomisel esmatähtis põhjalik ning kaalutletud vaigu valik.

Konkureeriva materjali (Lisa 1) sideainena on kasutatud epoksüüdvaike, millise peamised eelised teiste laia-tarbe termoreaktiivsete vaikude (polüester-, vinüül-) ees seisnevad tema mehaanilistes omadustes, termostabiilsuses, suurepärasel adhesioonil ning väga heades dielektrilistes omadustes (Strong, 2008; CMH-17, 2002).

Nagu mainitud peatükis 2.1, muutub kõrge pulbrilise täitega polümeerkomposiit jäigaks ning hapraks, ohverdades olulise osa mehaanilistest omadustest funktsionaalsuse – antud juhul magnetiliste omaduste – saavutamiseks. Seega on oluline, et valitud sideaine adhesioon teiste faasidega oleks võimalikult hea.

Võrreldes teiste laiatarbeliste termoreaktiivsete vaikudega, on epoksüüdvaikudel kõrgem vastupanu kõrgendatud temperatuuridele (220°C kuivalt, 140°C märjalt (Gurit, 2012)) ning soojusvananemisele (Strong, 2007). Oluline on siinkohal epoksüüdvaikude kõrge klaasisiirdetemperatuur T_g (ingl. k. kirjanduses *glass transition temperature* T_g). Temperatuuri kasvades kõik polümeerid pehmenevad, kuni teatud temperatuuri vahemikuni T_g (praktiliselt on T_g üldiselt määratud konkreetse temperatuurina, mitte temperatuuri vahemikuna), kus kõva, klaasjas polümeer pehmeneb ning siirdub nn. kummiolukusse. Klaasisiirdetemperatuurist alates polümeeri omadused muutuvad oluliselt. Tihti nõutakse elektrimootori (isolatsiooni) komponentidelt võimet säilitada oma omadused teatud ulatuses kõrgendatud temperatuuridel tagamaks kõrge mootori töökindluse.

Kuna töö eesmärk projekti alguses staadiumis oli uurida eelkõige metalli-pulbri kui täiteaine kasutamist pultrusioonil, kasutati tänu kohesele kättesaadavusele epoksüüdvaigu põhjal valmistatud vinüülester VE vaiku.

Kuigi VE vaikude põhilised omadused jäävad polüestri ning epoksüüdvaikude vahepeale, loetakse nende peamiseks eeliseks kõrget vastupanu kemikaalidele ning head töödeldavust (Quinn, 1998). Epoksüüdi-põhiseid vinüülester vaike, mis on n-ö vinüülester vaikude kõrgem klass, iseloomustavad lisaks väga head mehaanilised omadused üle terve töö temperatuuri vahemiku, s.o. -50 kuni 125°C (Quinn, 1998) ning väga hea adhesioon (Strong, 2007).

Epoksüüdvaigud on ühtlasi kallimad (alates 4,5€/kg, VE vaigu hinnad tüüpiliselt 3–6€/kg (Gurit, 2012)).

3.3 Täiteaine valik

Täiteained on pulbriks töödeldud tahked materjalid, mis lisatakse vaigusegusse järgnevatel eesmärkidel (Meyer, 1985; Mallik, 2007)

1. Polümerisatsiooni käigus tekkiva sideaine kahanemise vähendamine;
2. Toote plastsuse mõjutamine – täiteaste suurenedes tõuseb elastsusmoodul;
3. Tootehinna vähendamine;
4. vaigusegu viskoossuse tõstmine;
5. Teatud materjaliomaduste edastamine komposiidile n.ö. funktsionaalsed täiteained.

Enamasti kasutatakse tõmbemeetodil toodetud komposiitides täiteainena peene osiselise struktuuriga ning madala tihedusega anorgaanilisi pulbreid. Traditsiooniliselt on need olulisimad parameetrid pultrusiooni protsessil tagades tehnoloogilise sobivuse spetsiaalsete protsessilisanditega, sujuva toimivuse ning ühtlase materjali kvaliteedi.

Et enamus metallipulbritega kaasneb paratamatult osakeste kõrge tihedus, tuleb tehnoloogilistel kaalutlustel pultrusioonmeetodil pulbri valikul hoolega arvestada pulbri osiselist koostist ning morfoloogilist struktuuri ehk pulbri osakeste kuju. Mida peenem on osiseline koostis, seda aeglasem on tema settimine seguvannis gravitatsioonijõu toimel. Parema segunemise kohalt on kujult eelistatud sfäärilised ning minimaalse poorsusega osakesed.

Täitepulbrit peetakse jämedaks, kui tema osakese suurus on $\geq 8\mu\text{m}$ (Meyer, 1985). Tegemist on mitteplaatja ning –kiulise osiselise koostisega pulbriga, millist iseloomustab madal osakeste pindala, hea märgavus vaikude poolt, kõrge täiteaste, kehv osakeste kohesiivsus, lokaalsete kõrge kontsentratsiooniga „vaigu-taskute“ suurem leidumise tõenäosus ehk suuremad tühimikud jämedate osakeste vahel.

Peenikeste pulbrite keskmine osakese suurus on $\leq 5\mu\text{m}$ (Meyer, 1985). Selline täiteaine on kõrge vedeliku imavusega ning suure osakeste eripinnaga, ta suurendab segu viskoossust ning tagab kõrge kohesiivsuse. Samuti esineb vähem lokaalseid kahanemisi täiteaine ühtlasema jaotumise tõttu, tagades ühtlase pinnakvaliteedi.

3.3.1 Rauapulbrid

Järgnevalt on toodud ülevaade metalse täiteaine mõjust polümeerkomposiidi elektrilistele ning magnetilistele omadustele.

3.3.2 Metalse täiteaine mõju polümeermaterjali magnetilistele omadustele kirjanduses

Polümeeriga seotud rauapulbri parameetrite mõju magnetilistele omadustele on võrdlemisi vähe uuritud; ajalooliselt on peamine rõhk pandud nende mehaaniliste ning dielektriliste omaduste uurimiseks. Olukord on ka arusaadav, kuna puuduvad olulised rakendused, kus polümeeridelt nõutakse magnetilisi omadusi.

Orgaanilistes polümeerides esinevad para- või ferromagnetilised omadused vaid juhul kui nendesse on tahtlikult siirdatud metalseid komponente (Bicerano, 2002), seega on oluline teada peamisi metalli pulbri kui magneetuva faasi parameetreid, millised mõjutavad komposiidi magnetilisi omadusi. (Anhalt, 2008) näitas, et polümeerkomposiidis raua osakaaluga 60 m% osiselise koostise suurenedes paraneb suhteline magnetiline läbitavus. Teises uuringus (Li, 2014) on näidatud osakeste morfoloogiline mõju - suhtelise magnetilise läbitavuse oluline tõus kuulveskis laastudeks jahvatatud pulbri korral võrreldes algse sfäärilise atomiseeritud raua osakesega. (Wu, 2014) näitas samuti suhtelise magnetilise läbitavuse tõusu raua osiselise koostise kasvades. Küll aga kõige olulisem mõjutaja on magneetuva pulbri täiteaste polümeerkomposiidis (Xanthos, 2007; Wu, 2014).

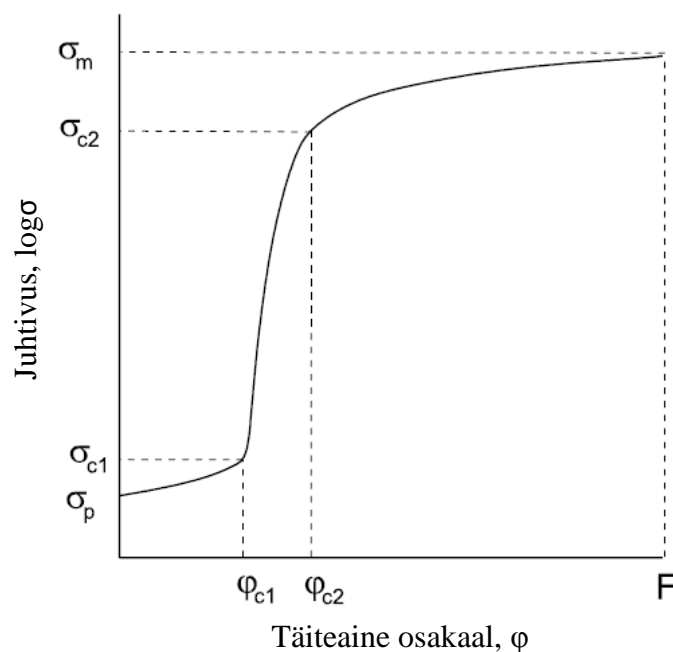
Selle töö raames läbi viidud katsetuste eesmärgiks oli uurida metalli-pulbri kui täiteaine rakendatavust pultrusioon meetodil. Pulbri valikul otsustati antud etapis võimalikult peene pulbri kasuks, mille hinnatase oleks pigem madal. Magneetuvuse sõltuvus rauapulbri parameetritest vajaks tähelepanu eraldi uurimuses; antud peatükis on toodud vaid lühiülevaade kirjandusest üldistest mõjuritest.

3.3.3 Metalse täiteaine mõju polümeermaterjali takistusele/juhtivusele kirjanduses

Tüüpilise massimahuga 30 m% klaaskiuga armeeritud vinüülester vaigu põhise laminaadi takistus jääb suurusjärku $10^{10} - 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ (Quinn, 1998). Juhtivate osakestega täidetud polümeer struktuure on küll omajagu uuritud ning näidatud, et juhtivate osakestega täidetud polümeeride takistus sõltub peamiselt nende mahust materjalis kuid lisaks osakeste

keskmisest suuruselt, kujult, jaotumisest katsekehas ning sideaine ja osakeste vahelisest vastasmõjust (Pissis, 2002; Apekis, 2003; Xue, 2003) .

(Blythe, 1980) näitas statistiliselt ning hiljem näitas (Xue, 2003) nii statistiliselt kui eksperimentaalselt, et juhtiva osiselise pulbriga täidetud polümeerkomposiidi juhtivus sõltub otseselt pulbri osiselisest koostisest, kujust ning täiteastest. Osakeste tõenäosus moodustada juhtivaid jadasid (omavahel kontaktis olevate osakestega jadade moodustumine) tõuseb lineaarselt osakese raadiuse (mudelil kasutati sfäärilisi osakesi) kasvades. Sfääriliste osakeste juhtivus on aga madal sfääriliste osakeste väikese kokkupuute pindala tõttu. Elliptiliste osakeste puhul kasvab tõenäosus moodustada juhtivaid jadasid telgede suhte (pikem külje suhe lühemaga) kasvuga ehk piklike ning laastuliste osakestega täidetud polümeeri juhtivus on kõrgem. Tänu suuremale pindala/ruumala suhtele moodustavad ka sellised osakesed tõenäolisemalt juhtivaid jadasid.



Sele 5. Juhtiva täiteaine osakaal polümeerkomposiidis sõltuvalt materjali juhtivusest. Allikas : (Pissis, 2002)

Polümeer maatriksis juhtivusega σ_p hakatakse suurendama juhtiva täiteaine sisaldust (vt. sele 5). Kui täiteaine osakaal saavutab väärtuse ϕ_{c1} , tõuseb materjali juhtivus hüppeliselt. Sellest punktis moodustub esimene omavahel kontaktis olevate juhtivate osakeste jada ning ühtlasi muutub materjal juhtivaks. ϕ_{c1} ning vahemiku $[\phi_{c1}, \phi_{c2}]$ tõus on sõltuv osakeste keskmisest suuruselt ning kujult (Pissis, 2002).

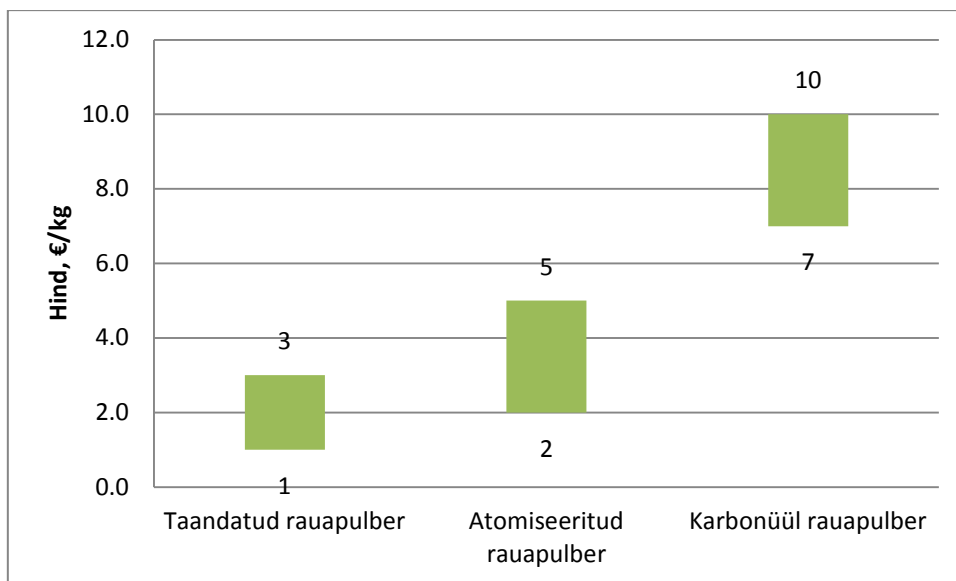
3.3.4 Kasutatud rauapulbrid

Antud töö eelkatsetes võrreldi nelja erineva osiselise koostisega rauapulbri näidiseid. Esimesena kasutati jämeda osiselise koostisega ning käsnja morfoloogiaga pulbrit, osiselise koostis 75-150 μ m; seejärel sama pulbrit kuulveskis jahvatatud kujul ning kahte erinevat pehmete magnetiliste komposiitide valmistamiseks soovitatud vesi-atomiseeritud pulbrit, mille kummagi osakeste suurus oli vähemalt 90% ulatuses $\leq 45\mu$ m.

Erinevate pulbrite mõju segu viskoossusele näidatud peatükis 4.2.3; elektronmikroskoobi kujutised osakestest kõvendatud sideaines toodud järgnevatel töö lehekülgedel 27-29.

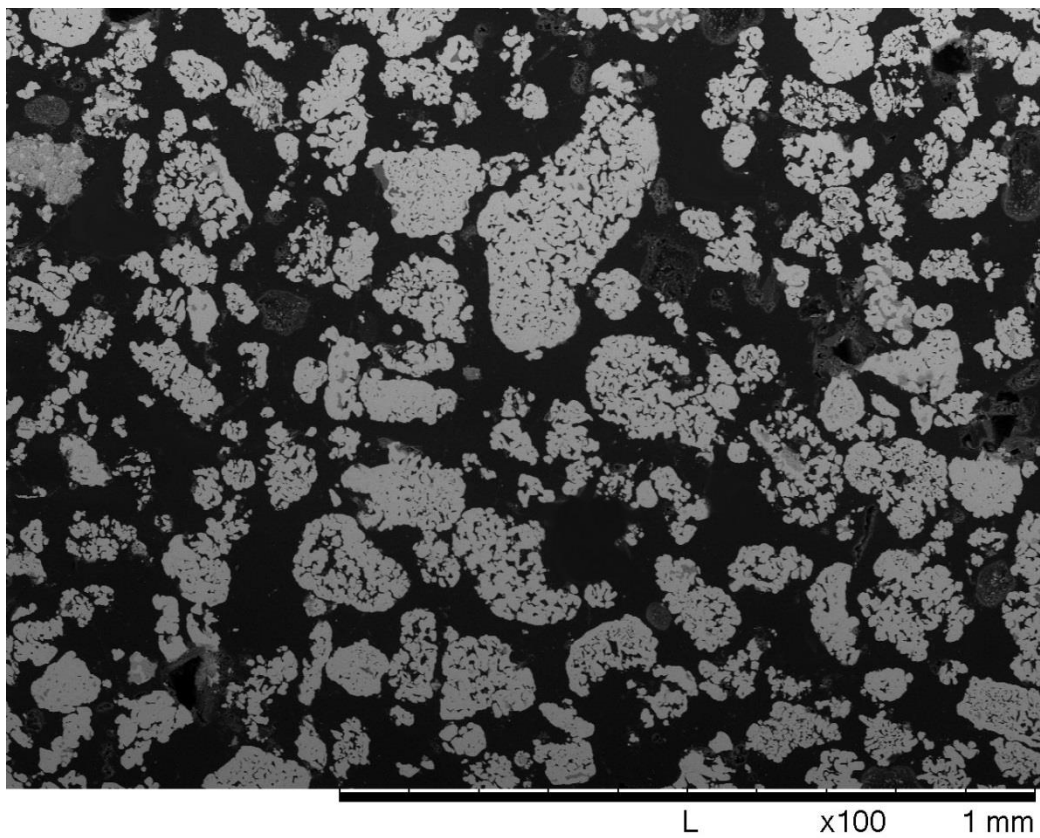
Rauapulbrite eraldamiseks ning tootmiseks on mitmeid erinevaid meetodeid, neist levinumad meetodid peenikese pulbri saamiseks on raua taandamine, atomiseerimine ning karbonüülimine (Höganäs õppematerjal). Raua taandamise protsess põhineb keemilisel redoksreaktsioonil, mille tulemusena saadakse jäme ning kõrge poorsusega pulber, mis seejärel jahvatatakse peenemaks. Atomiseerimise käigus suunatakse vedel metall läbi väikese ava, mida läbides pihustatakse sulametalli inertgaasi, veejoa või õhuga. Kõrge rõhu all pihustatud joaga lüüakse vedel metall väikesteks sfäärilisteks osakesteks, millised tahkuvad peaaegu momentaalselt ning kogutakse konteineri põhja kokku. Saadus on üsna väikese poorsusega sfäärilised osakesed. Karbonüülimise käigus toimub karbonüülide tekkimine, metalli ning süsiniku reageerimine süsinikoksiidiga CO ning reageerivate elementide taandamine kõrgel temperatuuril. Saadus on kõrgekvaliteediline peen (d_{50} 1-10 μ m) ning äärmiselt kõrge puhtusastega pulber.

Antud projektis kasutatava rauapulbri osiseline koostis võiks parima töödeldavuse (eelnevas alampeatükis mainitud tegureid arvestades) kohalt olla võimalikult peenike. Samas tuleb silmas pidada, et pulbri osiseline koostis ja sünteesi meetod mõjutavad olulisel määral komposiidi omahinda. Järjest peenema osiselise koostisega pulbri valmistamine muutub tõusvalt kallimaks, võrdlus pulbri hindadest toodud seel 6. Antud projekti konkurentsivõimelisust silmas pidades, poleks enam mõistlik kasutada peenemat struktuuri kui seda saadakse atomiseerimise kaudu. Eeltoodust lähtub ka otsus atomiseeritud pulbri kasutamiseks.

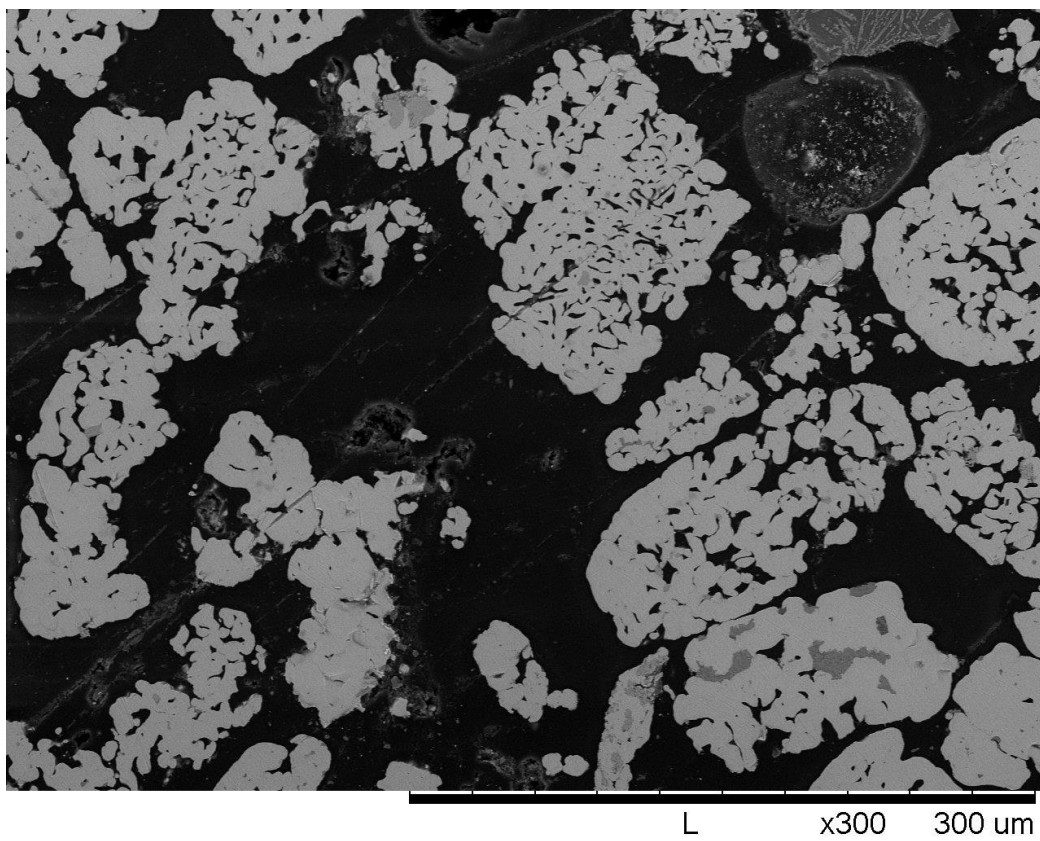


Sele 6. Rauapulbri hindade suurusjärgud. Hinna vahemikud saadud läbi erinevate päringute ning avalike müügi hindade.

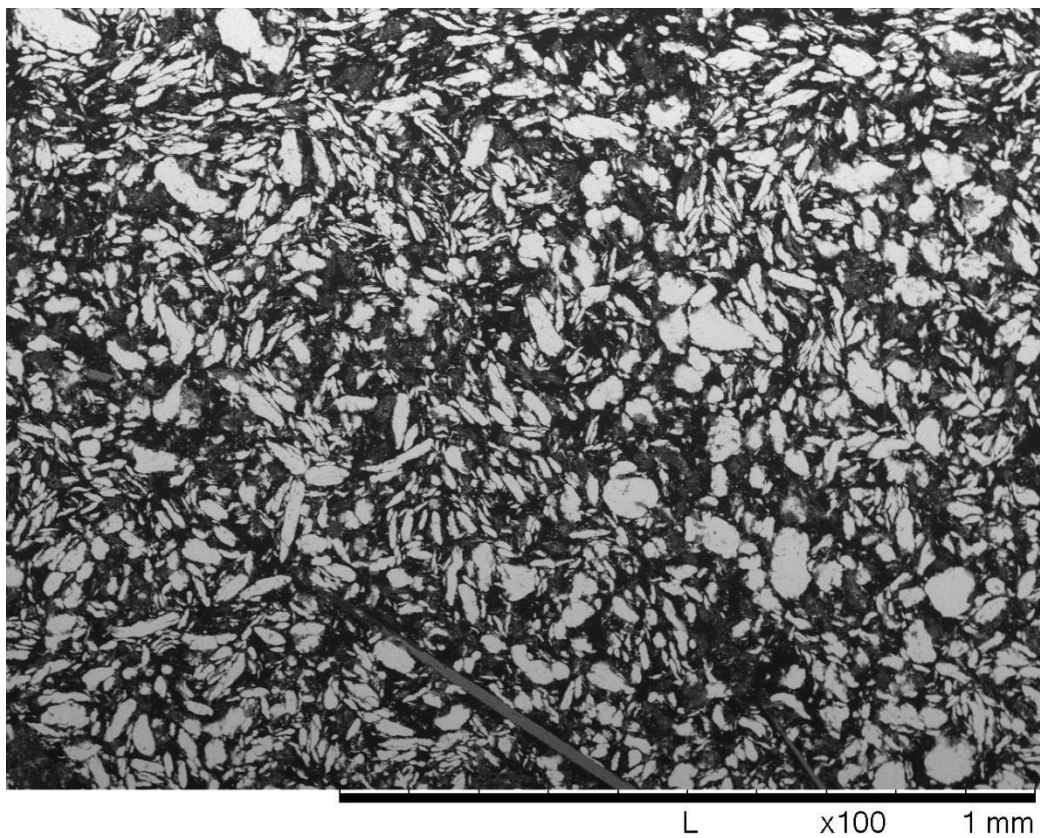
Hiljutisest uuringust (Walther, 2014) selgub, et arendatakse uudset rauapulbri tootmise tehnoloogiat, millise abil on võimalik toota väga peenikese struktuuriga $d_{50} \leq 10 \mu\text{m}$ pulbrit odavamalt kui karbonüülamise- või atomiseerimise protsessi kaudu. (Walther, 2014) sõnul selle protsessi käigus granuleeritakse esmalt raudoksiid äärmiselt peeneks pulbriks, $< 1 \mu\text{m}$. Seejärel seotakse saadus sideainega ning eraldatakse sõelumisel huvipakkuva osiselise koostisega peened osakesed. Järgneb kaheastmeline termotöötlus, kus esimesel astmel taandatakse pulbrit vesinikuga ning seejärel paagutatakse seotud granuleeritud pulbri osakesed kõrgel temperatuuril tihedateks sfäärilisteks osakesteks. Paagutamise tulemusena kahanevad granuleeritud pulbri seotud osakesed kolmandiku võrra mahus.



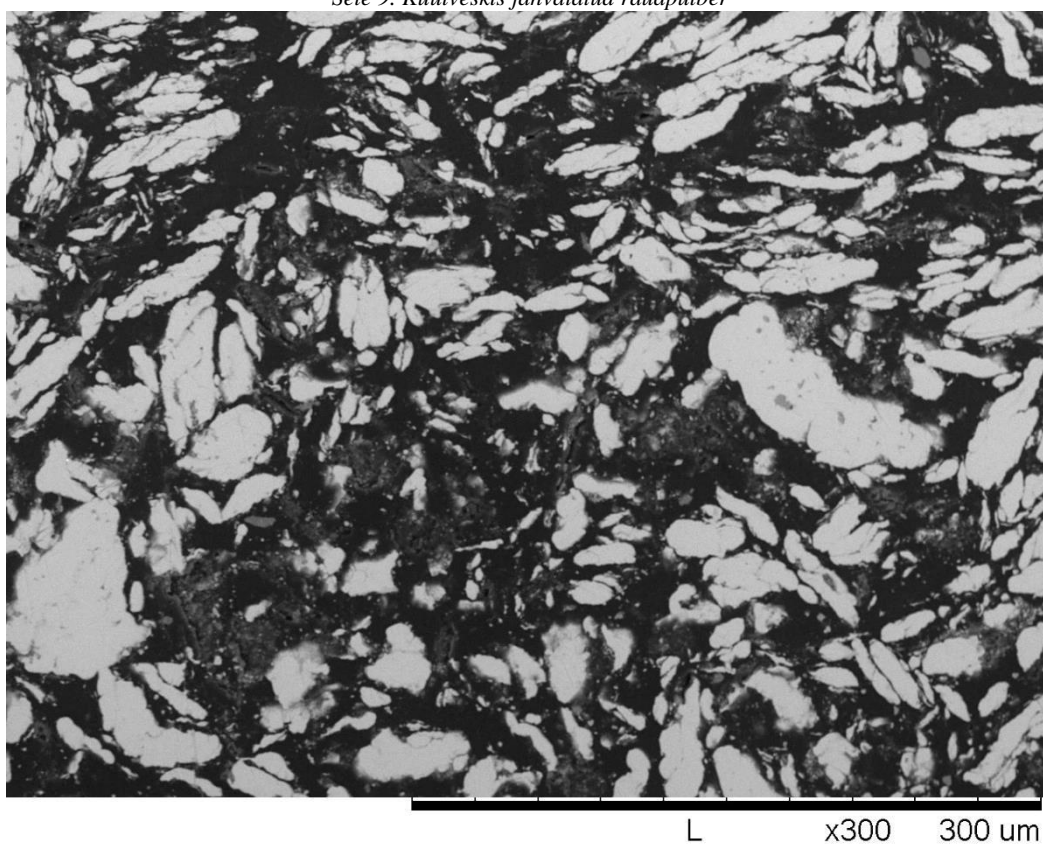
Sele 7. Käsnja morfoloogiaga rauapulbri osakesed



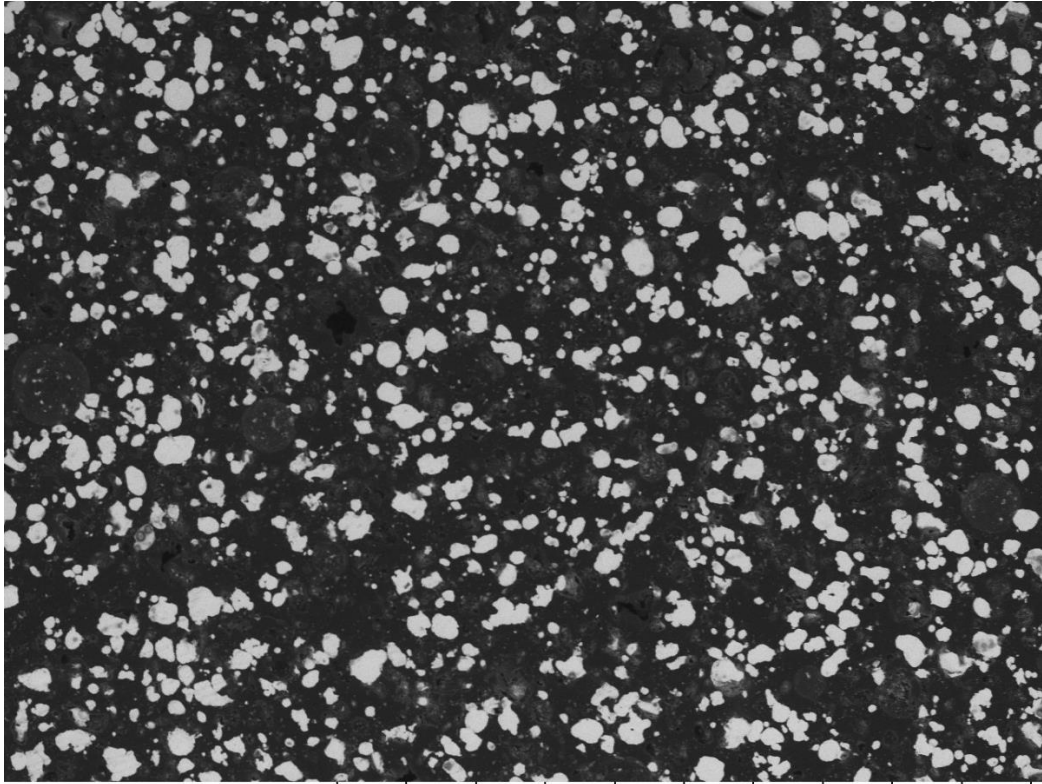
Sele 8. Käsnja morfoloogiaga rauapulbri osakesed



Sele 9. Kuulveskis jahvatatud rauapulber

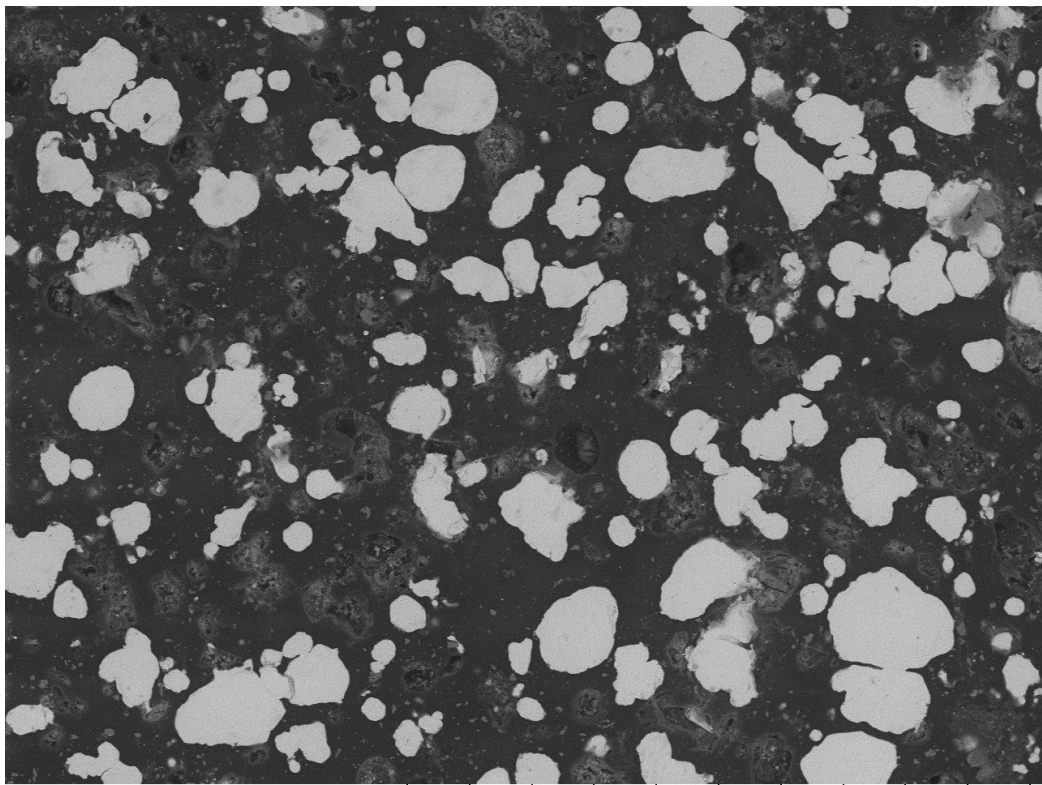


Sele 10. Kuulveskis jahvatatud rauapulber



2015/02/03 L x100 1 mm

Sele 11. Atomiseeritud rauapulber



2015/02/03 L x300 300 um

Sele 12. Atomiseeritud rauapulber

3.4 Lisandite valik

Pultrusiooni vaigusüsteemides kasutatakse erinevaid pulbrilisi ning vedelaid lisandeid protsessi parameetrite reguleerimiseks ja efektiivsuse tõstmiseks, ning materjaliomaduste parandamiseks (defektide ennetamiseks või eemaldamiseks). Lisandite osakaal vaigusüsteemides on väike - tüüpiliselt kuni mõni protsent vaigu või täiteaine kaalu kohta (Strong, 2008); lisandeid ei peeta määravaks komponendiks nii nagu vaiku, täiteaineid ning armatuuri.

Näiteid erinevatest lisanditest,

- polümerisatsiooni ja keemilisi sidemeid mõjutavad lisandid (kõvendid, katalüsaatorid, ristsildumist mõjutavad lisandid);
- protsessi tootlikkust mõjutavad lisandid (tehnoloogilised lisandid vormi ja töödeldava materjali nakkuvuse alandamiseks);
- segu omadusi mõjutavad lisandid (segust õhku vabastavad lisandid ning täiteainete settimist või pinnale kihistumist takistavaid lisandid, viskoossuse regulaatorid – lahjendid ning tiksotroopsed lisandid);
- pinnakvaliteeti mõjutavad lisandid (pinna vastupanu pragunemisele tõstvad lisandid, materjali kahanemist reguleerivad lisandid);
- värvid.

Soovitud kõrge rauasisalduse saavutamiseks peeti vajalikuks kasutada segus täiteaine settimist aeglustavaid ning segu viskoossust alandavaid lisandeid. Kahjuks puuduvad kõrge tihedusega metalse täiteaine jaoks mõeldud settimist mõjutavaid lisandeid. Katsetes kasutati kahte segu viskoossuse regulaatorit.

Mõlema näol on tegemist märgavust ning osakeste ühtlast dispersiooni tagav lisandiga, millised alandavad segu viskoossust ning aeglustavad täiteaine osakeste settimist. Lisandi kasutamine tagab parema märgavuse klaasiga läbi madalama viskoossuse. Lisamisel võimalik segu täiteaine osakaalu suurendada. Sobivus kõikide peamiste vaigutüüpidega (UP, VE, ning EP).

4 EKSPERIMENTAALNE OSA

Antud töö raames läbi viidud eksperimentaalne osa jagunes kolme osasse,

1. eelkatsed materjali näidiste kokkusegamisel ning segu viskoossuse uurimine optimaalse segu leidmiseks;
2. erinevate struktuuridega proovimaterjali valmistamine ning nende mikrostruktuuride uurimine;
3. valitud materjaliomaduste mõõtmised.

Eelkatsed teostati tootmisettevõttes, erinevate segude viskoossused määratleti TTÜ Polümeerimaterjalide instituudi laboris reomeetriga. Proovimaterjali valmistamine ning nendest edasine proovikehade ettevalmistamine toimus tootmisettevõttes. Mikrostruktuuride uurimine toimus TTÜ materjalitehnika instituudi laboris skaneeriva elektron-mikroskoobiga (SEM), proovikehade ettevalmistamine toimus TTÜ mehaanika ja metroloogia katselaboratoriumis. Erinevate struktuuridega proovimaterjali paindeomaduste määramine toimus TTÜ materjalitehnika instituudi laboris, materjali eritakistuse mõõtmine TTÜ kõrgepinge laboris, magnetiliste omaduste mõõtmine Keemilise ja Bioloogilise Füüsika Instituudis ning Aalto ülikooli elektrotehnika ja automaatikainstituudi elektromehaanika laboris.

Proovimaterjali valmistati mitmes partiis. Esimeste proovimaterjali partiide valmistamise eesmärk oli tutvuda rauapulbri kui täiteaine käitumisega segus. Seejuures oli ka tähelepanu all raua settimise kiiruse jälgimine. Kasutati samu lähtematerjale, milliseid valiti välja eelkatsete käigus.

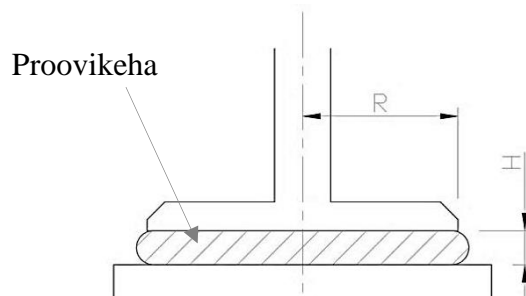
Järgnevate proovimaterjali valmistamise katsete käigus valmistati erinevate struktuuridega materjaliproove mehaaniliste, elektriliste ning magnetiliste materjaliomaduste võrdluseks. Alustati väikese rauapulbri kogusega segus ning järk-järgult suurendati täiteastet. Selles töös on välja toodud valim huvipakkuvamate struktuuridest raua sisaldustel 20-55 m%.

4.1 Segu viskoossuste mõõtmine

4.1.1 Eesmärk ja meetodika

Antud tööloigus võrreldi segu viskoossusi nelja erineva osiselise koostisega täiteaine korral (vt. 3.3.4) ning kahe segu viskoossust vähendavate lisandite olemasolul segus. Segu voolavuse hindamiseks segati erinevas koguses lähtematerjale omavahel kokku ning võrreldi esmalt nende voolavust visuaalselt ning hiljem kasutades reomeetrit TTÜ polümeerimaterjalide instituudi laboris. Tehnilis-visuaalsel hinnangul on võimalik hinnata segu töödeldavust ning käitumist väga jämedalt. Et täpsemalt mõista seoseid erinevate omadustega pulbrite ning lisandite kasutamisel erinevates vahekordades, tuleb kasutada reomeetrit. Reomeeter on seadeldis, mille abil mõõdetakse vedeliku käitumist talle mõjuvate jõudude läbi.

Segude viskoossuse määramisel kasutati reomeetrit Anton Paar Physica MCR 501, paralleelsete alusplaatide meetodil (vt. sele 13).



Sele 13. Paralleelsete alusplaatide meetodi põhimõtteline skeem

Paralleelsete alusplaatide meetodil laetakse reomeetri mõõtepea alla väike kogus uuritavat vedelikku; antud juhul mõni milligramm (ketas raadiusega 12,5 mm, segukihi paksus 1 mm). Segu viskoossused määratakse läbi nende voolavuskõverate (vt. sele 14). Voolavuskõverate määramiseks mõõdetakse segule mõjuvaid nihkepingeid τ teatud nihkesagedustel γ ehk mõõdetakse pöörleva mõõteotsiku pool avaldatud nihke pingeid üle teatud pöörlemiskiiruste vahemiku. Viskoossus leiti nihke sageduse ning nihke pingete kaudu,

$$\mu = \frac{\tau}{\gamma}, \quad (4.1)$$

kus μ – viskoossus, Pa·s

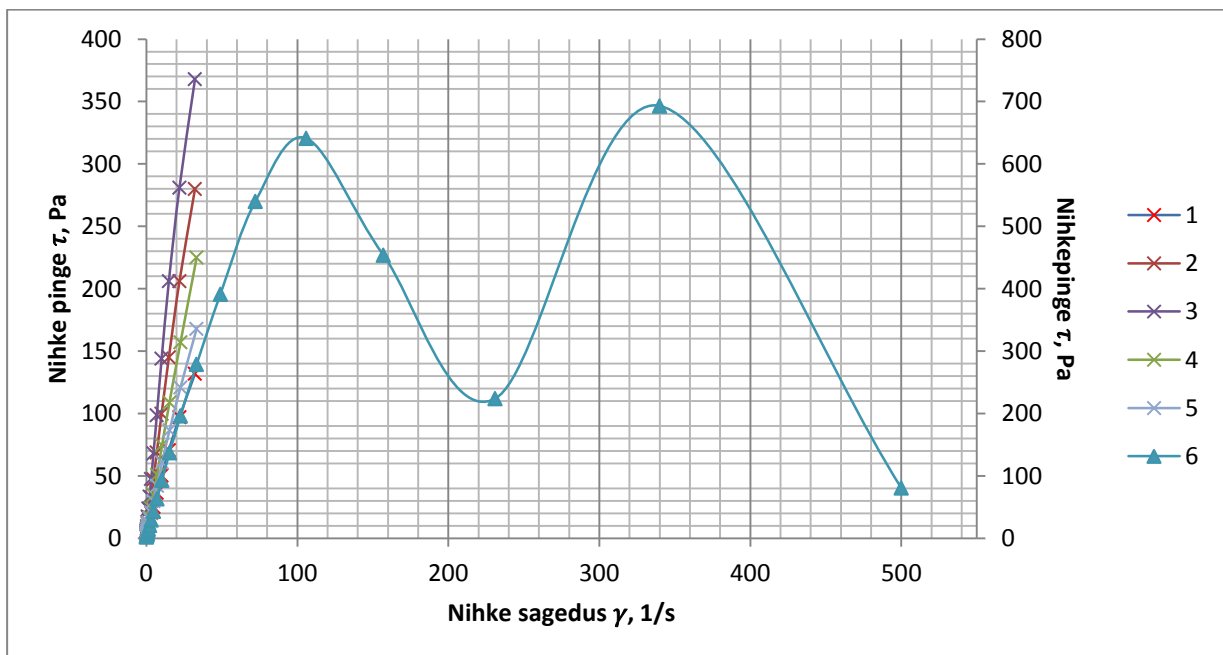
τ – nihke pinge, Pa

γ – nihke sagedus, 1/s.

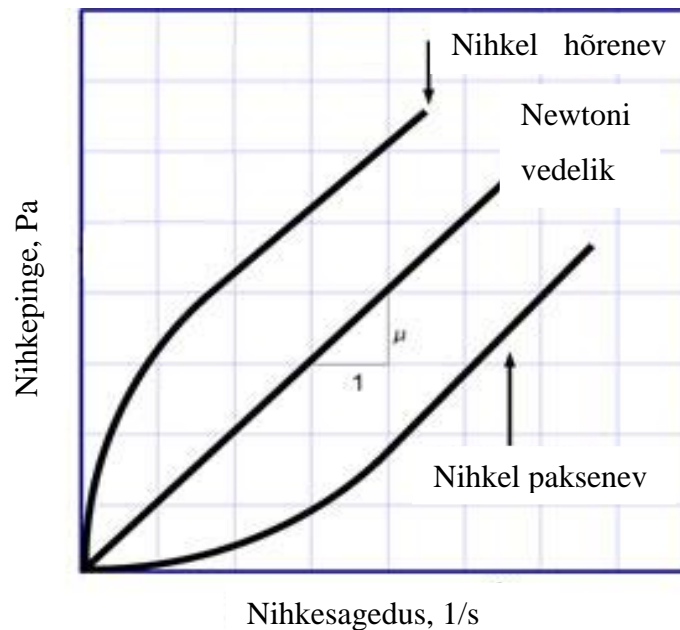
Antud juhul võrreldi mõõtepunktides leitud viskoossuste keskmisi.

Mõõtmisvahemikuks ehk nihke sageduseks valiti väärtuste vahemik 0 – 150 1/s. Mõõtmispunkte vahemikul määrati 20tk, igas punktis toimus mõõtmine 10s. Reomeetri abil seadistati segu mõõtmistemperatuuriks 21°C ning mõõdeti kokku 28 erinevat segu.

Tulemuste võrdlemiseks võrreldi voolavuskõverate vahemikke, kus esines sarnane lineaarne käitumine kõikidel kõveratel. Kõikide voolavuskõverate käitumine oli sarnane selel 15 näidatud „Nihkel hõrenea“ kõveraga ehk segudes esines viskoossuse langus nihkesageduse tõustes. Enamus kõveratel toimus tõus esimestes mõõtepunktides eksponentsiaalselt ning seejärel muutus enam-vähem lineaarseks - üldiselt mõõtepunktide 7-14 ulatuses. Sealtsi edasi kuni teatud mõõtepea pöörlemissageduseni, muutus kõvera käitumine ebakorrapäraseks (vt. sele 14, viimased 5 punkti). Kõvera ebakorrapärane käitumine suuritel nihkekiirustel oli tõenäoliselt tingitud sellest, et segu täiteaine vajub põhja ning kiirelt pöörlev mõõtepea keerutab ringi vaid pealmist vaigu kihti. Andmetöötlusel eemaldati igast seeriast viimased viis mõõtmispunkti ning leiti punktivahemiku 7-14 keskmised viskoossused (vt. sele 14).



Sele 14. Voolavuskõverad. Kõvera 6 jaoks loodi näite parema illustreerimise eesmärgil eraldi telg (parem vertikaaltelg). Andmetöötlusel jäeti kõikide kõverate viimased kuus punkti kõrvale.



Sele 15. Mõned voolavuskõverad erinevate vedelike korral. Viskoossus teatud punktis on graafiku tõus selles punktis. Keskmist, Newtoni vedeliku kõverat kasutatakse tihti lähendina. Newtoni vedeliku viskoossus ei sõltu temale avaldatud pinge muutusest. Hõrenea ning pakseneva vedeliku viskoossused vastavalt tõusevad ning langevad nihkesageduse tõustes.

Sellisel meetodil saadud voolavuskõverate põhjal on võimalik mõõdetud vedeliku voolavuskäitumist teatud rakendustes ennustada (nt. pumpamisel, segamisel). Antud tööloigu eesmärgiks oli tutvuda reomeetriliste mõõtmiste üldiste printsiipidega ning leida suhtelised väärtused erinevate segude viskoossuste võrdlemiseks.

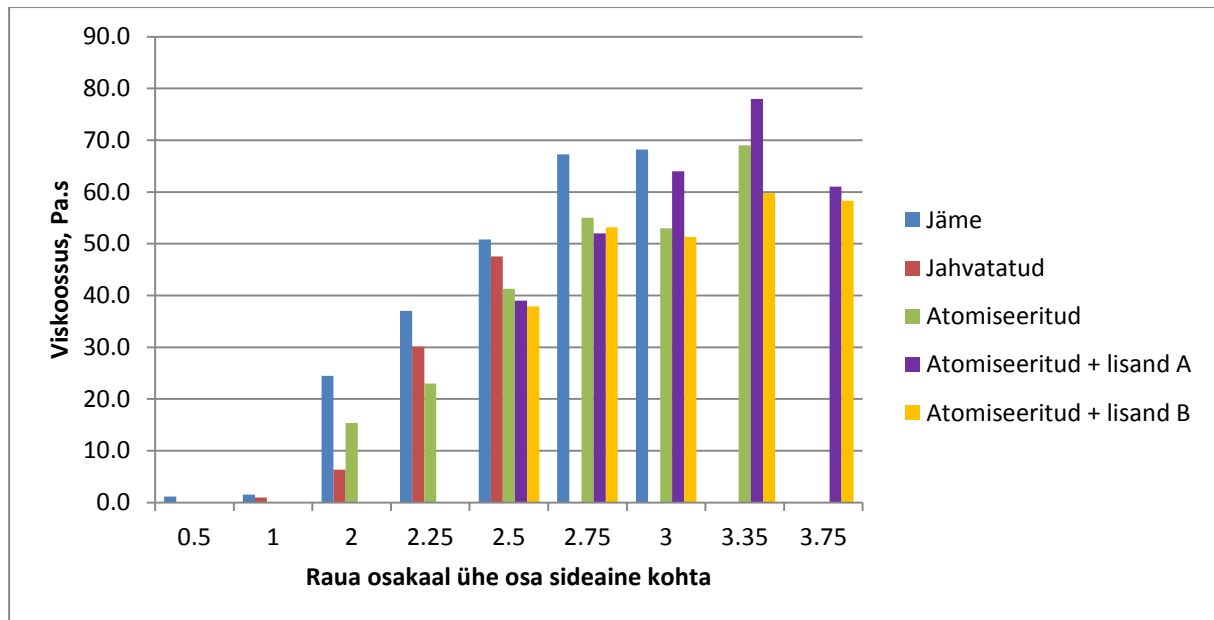
4.1.2 Olulisus

Mistahes täiteaine lisamine polümeer vaikudesse tõstab segu viskoossust. Segu viskoossus on kõige olulisem protsessi parameeter, mis mõjutab armatuuri märgumist sideainega. Sideaine ei saa täita korralikult oma ülesandeid komposiidis, kui armatuur pole korralikult läbi märgunud. Sideainega korralikult mitte-läbipõimunud piirkond struktuuris omakorda ei kannu edasi koormusi, käitudes seega lokaalse pinge kontsentraatorina põhjustades materjali purunemist (Strong, 2008). Liiga kõrge viskoossus tähendab, et maatriks on liiga paks; ta ei suuda tungida armatuuri kiudude kimbu vahele. Liiga vedel segu voolab armatuurilt maha enne vormi jõudmist, korrektselt täitmata vormiõõnsusi. Seega materjali lõplike omaduste kohalt on äärmiselt oluline, et sideaine võimalikult hästi märgaks armatuuri, moodustades seejuures ühtlase faasi mis ühendab kõik komposiidi struktuuri osad.

Tihti mõõdetakse segu viskoossust kvaliteedikontrollis ning võrreldakse empiirilise lubatud vahemikuga, et tagada ühtlane segu ning korralik armatuuri läbi imbumine.

4.1.3 Tulemused

Mõõdetud segude voolavuskõveratest tuletatud viskoossuste suhtarvud on toodud järgnevalt seel 16,



Sele 16. Viskoossuste suhtarvud raua massiosakaalu kohta segus

Segu optimaalseks vahemikuks valiti 50-60 Pa.s. Jämeda käsnja pulbriga (d_{50} 75-150 μ m) jõudis segu viskoossus vahemikku üsna madala raua osakaalu juures, 1:2.5 sideaine-raud. Viidates punktis 3.2 mainitud asjaolule, et peenem täitepulber sama mahu juures mõjutab segu viskoossust rohkem tänu kõrgemale eripindalale kui jäme pulber, võib siinkohal eeldada, et pulbri väga poorne pind oli peamine mõjur kõrge viskoossuse saavutamisel.

Väikese poorsusega atomiseeritud pulbrid (d_{50} <45 μ m) esindasid oluliselt paremaid segunemise omadusi. Täiendavate lisandite korral sai atomiseeritud pulbrit peaaegu kaks korda rohkem lisada segusse võrreldes käsnja pulbriga.

Tulemustes on kahe erineva atomiseeritud rauapulbri viskoossused on kajastatud ühena. Antud meetodil ei märgatud erinevusi segude käitumises, seega ei leitud vajadust teist pulbrit eraldi käsitleda.

Lisandite puhul märgati küll vahet segu viskoossuses kõrge täitepulbri juures, kuid praktikas olulist erinevust kahe vahel ei täheldatud. Tähelepanu vääre oli ka asjaolu, et pika seismise järel lisanditega segusid oli oluliselt vähem tarvis segada võrreldes nendega, kuhu viskoossuse regulaatoreid ei lisatud.

4.2 Tiheduse määramine

Tiheduse määramiseks on tarvis teada keha kaalu ning tema ruumala. Ruumala võib leida korrapärase keha puhul täpsete mõõtmete abil või ebakorrapärase keha puhul mõõtekolvi abil mõõtes väljatõrjutava vedeliku mahtu. Kuna valmistatud katsekehad on tänu pultrusioonprotsessile omase kõrge kujutäpsusega ehk ühtlase ristlõikega, usaldati hoolikalt mõõdetud mõõtmete kaudu leitud ruumala.

Iga erineva materjalstruktuuriga partiist lõigati suvalisse mõõtu vähemalt viis proovikeha. Korrapärase ristlõike ning pikkuse kaudu leiti katsekehade ruumala.

4.2.1 Tulemused

Katsekehade tihedused on näidatud järgnevas tabelis 4.1,

Tabel 4.1. Struktuuride tihedused

Struktuur	Raua sisaldus, m%	Tihedus, g/cm ³	σ_{tihedus}
1	0.20	2.19	0.05
2	0.36	2.41	0.13
3	0.41	2.51	0.07
4	0.47	2.64	0.09
5	0.50	2.80	0.07
6	0.55	2.94	0.07

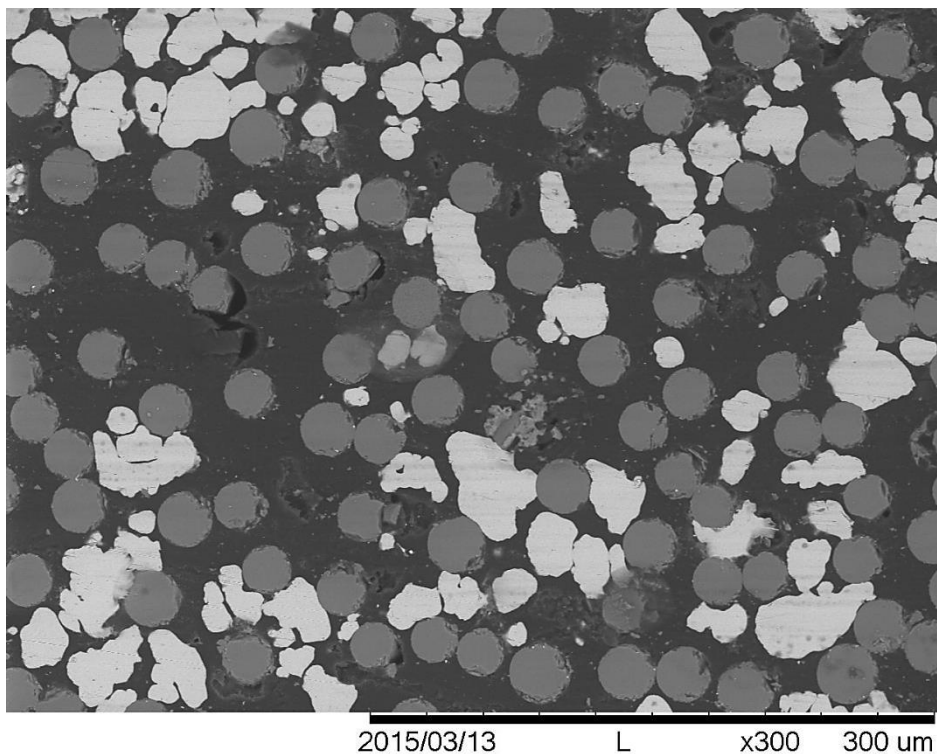
Rauapulbri kiirest settimisest seguvannis tingitud segu ebahühtlusest tulenevalt toimub ebahühtlane armatuuri nakkumine vaigu ja rauaga, mis kajastub muutuvast materjali tiheduses. Tiheduse kõikumine on näidatud tabelis 4.1 standard hälvetena.

Eelnevast tabelist selgub, et armatuuri osakaalu suurendades, suureneb oluliselt materjali tihedus. Tihedus ei suurene pelgalt lisatud klaaskiud armatuuri arvelt, vaid samuti iga lisatud klaaskiud kimbu külge nakkunud täiteaine tõttu. Seega sama segu korral saadakse seda kõrgem raua sisaldus, mida kõrgem on armatuuri sisaldus – klaaskiud kimbud toimivad pulbri konveierina.

4.3 Proovimaterjali komponentide arvutusliku jaotus määramine. Mikrostruktuuri uurimine

4.3.1 Eesmärk ja meetodika

Proovikehade mikrostruktuuri uurimise eesmärgiks oli näha „proovikehade sisse“. Palja silmaga on väga raske või võimatu hinnata näiteks proovikeha sisemist tühimike osakaalu, poorsust, osakeste jaotust, osakaalu jms. Viimastel on aga oluline mõju materjali lõplikele omadustele – tühimikest sõltub näiteks materjali tugevus, täiteaine osakaalust täiteaine funktsionaalsed omadused. Et nimetatud tegureid lähemalt uurida, kasutati SEM-i.



Sele 17. Elektronmikroskoobiga tehtud pilt materjali ristlõikest. Valge - täiteaine, hall- armatuur, tumehall - sideaine

Lisaks eelnevale, oli selle tööloigu eesmärgiks saada hinnang komponentide jaotuse kohta erinevates katsekehades ning võrrelda tulemusi lihtsustatud arvutusliku jaotusega. Võrdlustulemused on toodud peatüki lõpus.

Proovikehade ettevalmistamine toimus TTÜ materjalitehnika instituudi materjalilaboris, selleks tehti mikro-/poleerlihvid huvipakkuvate katsekehade ristlõike pindadele, mida hiljem elektron mikroskoobiga uurima hakati. Kvaliteetsemate kujutiste saamiseks lihviti proovikehad kuni P4000 karedusega poleerimispaaberiga. Kasutati TTÜ materjalitehnika instituudi elektronmikroskoopi Hitachi TM-1000.

Arvutuslik meetod

Esmalt leiti komponentide lihtsustatud arvutuslik jaotus katsekehades. Selleks kasutati lähteandmetena katsekehade kaalu ning mõõtude kaudu tuletatud tihedusi, komponentide tihedusi ning sisaldusi.

Teades proovikeha mõõte, leiame tema ruumala V . Järgnevalt teades proovikehas sisalduva klaaskiud armatuuri ruumala V_A , leiame maatriksi ruumala V_M ,

$$V_M = V - V_A, \quad (4.2)$$

Teades armatuuri kaalu m_A ning proovikeha kaalu m , leiame sarnaselt maatriksi massi m_M ,

$$m_M = m - m_A, \quad (4.3)$$

Leiame maatriksi lihtsustatud tiheduse ρ_M ,

$$\rho_M = \frac{m_M}{V_M}, \quad (4.4)$$

Maatriksi mahu moodustavad raua ning vaig,

$$V_M = V_{Fe} + V_{vaik}, \quad (4.5)$$

Kõvenenud vaigu tihedus on antud tavaliselt tootja andmekaardil. Lihtsustuse mõttes muude vedelate lisandite, milliste osakaal on niigi vähem kui 2% segu mahust, ei võetud arvesse. Raua tihedusena kasutati väärtust $\rho_{Fe}=7,87 \text{ g/cm}^3$. Teise lihtsustusena eeldati, et raua osakese pind kaetakse täielikult vaiguga.

Et maatriksi ruumala on kindla väärtusega ning meil on kahe tundmatu komponendi osakaaluga võrrand, saame kasutada segu tiheduse valemit tuletamaks kummagi komponendi osakaalu maatriksi ruumalas V_M ,

$$\rho_{lõplik} = \frac{(\rho_1 \cdot V_1) + (\rho_2 \cdot V_2)}{V_1 + V_2} \Rightarrow \rho_M = \frac{(\rho_{vaik} \cdot V_{vaik}) + (\rho_{Fe} \cdot V_{Fe})}{V_M}, \quad (4.6)$$

Avaldame raua mahu V_{Fe} komposiidis,

$$V_{Fe} = \frac{\rho_M V_M - \rho_{vaik} V_M}{\rho_{Fe} - \rho_{vaik}}, \quad (4.7)$$

Kuna nüüd on teada nii raua kui vaigu mahud komposiidis, leiame nende kaalu osakaalu proovikehas,

$$m_{Fe} = \rho_{Fe}V_{Fe}, \quad m_{vaik} = \rho_{vaik}V_{vaik}, \quad (4.8)$$

Antud meetodit on võimalik rakendada vaid juhul, kui on teada proovikehas leiduv armatuuri kogus, proovi keha täpsed mõõdud või tihedus ning proovikeha kaal. Kõik töös kasutatavad massi osakaalud on leitud kirjeldatud meetodil. Kõikide materjali struktuuride puhul mõõdeti ning kaaluti vähemalt viite erinevat proovikeha.

Elektronmikroskoobi kujutiste uurimine

Järgnevalt uuriti elektronmikroskoobiga tehtud kujutisi katsekehade ristlõigetest vabavaralise pilditötlustarkvaraga *ImageJ*. Viimane võimaldab elektronmikroskoobi kujutistest eraldada huvipakkuvad komponendid neile vastavate toonide kaupa ning leida nende osakaal pildil. Osakeste eraldamise põhimõtteline skeem pilditöötlus tarkvaras on näidatud töö lisa, Lisa 2.

Elektron mikroskoobi piltidel lahutuvad kõik struktuuri komponendid selgelt eristatavateks osadeks (vt. sele 17). Kujutise analüüsi tulemusena leitakse mikrostruktuuri huvipakkuva komponendi pindala. Teades komponentide pindala osakaale terve pildi suhtes, omistatakse neile pindtihedused ja leitakse iga komponendi massiosakaalud.

4.3.2 Tulemused

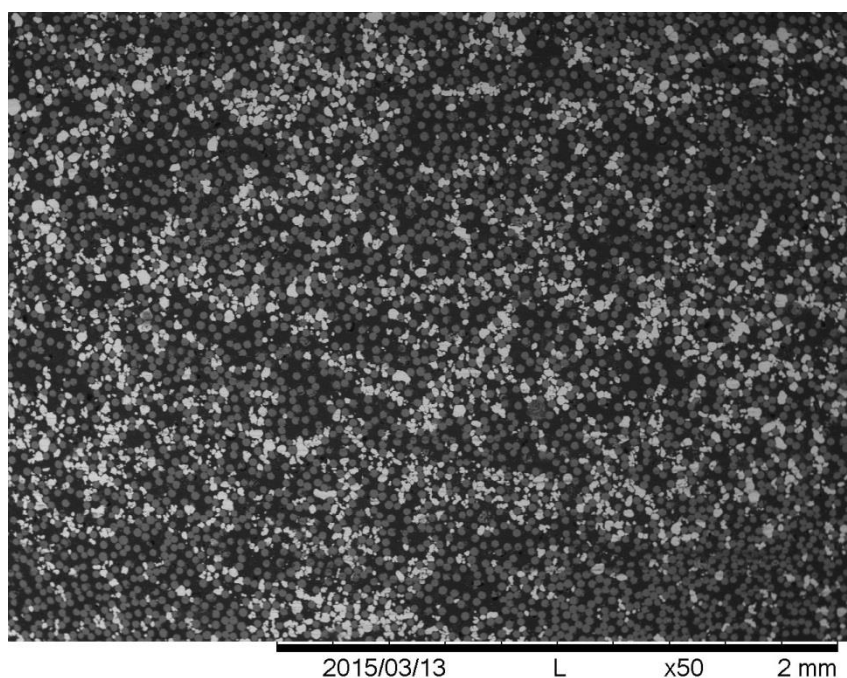
Tabelis 4.2 on toodud järgnevates materjalikatsetes kasutatud proovikehade arvutuslikud materjalstruktuurid,

Tabel 4.2. Proovikehade struktuurid näidatuna peamiste komponentide jaotusena

Jrk.	Täiteaine, m%	Armatuur, m%	Sideaine, m%
1	0.20	0.55	0.26
2	0.36	0.38	0.26
3	0.41	0.33	0.26
4	0.47	0.28	0.24
5	0.50	0.29	0.21
6	0.55	0.26	0.19

SEM piltide analüüsil täheldati tugevat poorsust (tühimikud 20-200 μm , 13% pinnast) vaid ühe materjali struktuuri puhul. Teiste proovimaterjali struktuuride korral, ka kõige kõrgema raua täiteaste juures ~55m% täheldati ühtlast struktuuri, kus sideaine oli kõik tühimikud täitnud. Kuna mainitud proovikeha puhul oli tegemist madala raua täieaste ning keskmise klaasisaldusega struktuuriga, siis tõenäoliselt oli poorsuse põhjuseks protsessi parameetrid.

Muid olulisi kõrvalekaldeid ega irregulaarsusi ei täheldatud.



Sele 18. Skaneeriva elektronmikroskoobiga ülesvõetud kujutis tüüpilisest rauaga täidetud proovikehast.

Tabelis 4.3 on toodud võrdluseks mõlema meetodi abil leitud komponentide osakaalud,

Tabel 4.3. Arvutuslik komponentide jaotus võrrelduna SEM analüüsi kaudu leitud komponentide jaotusega

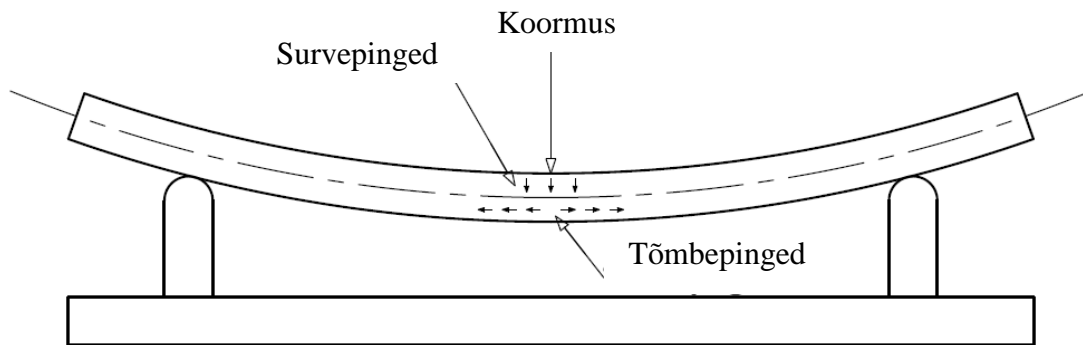
Jrk	Täiteaine			Armatuur			Sideaine		
	Arvutuslik osakaal, m%	SEM osakaal, m%	Vahe	Arvutuslik osakaal, m%	SEM osakaal, m%	Vahe	Arvutuslik osakaal, m%	SEM osakaal, m%	Vahe
1	0.20	0.14	0.06	0.55	0.50	0.05	0.25	0.36	-0.11
2	0.36	0.27	0.09	0.38	0.42	-0.04	0.26	0.31	-0.05
3	0.41	0.35	0.06	0.33	0.37	-0.04	0.26	0.30	-0.04
4	0.47	0.51	-0.04	0.28	0.34	-0.05	0.24	0.15	0.09
5	0.50	0.54	-0.04	0.29	0.25	0.04	0.21	0.21	0.00
6	0.55	0.45	0.10	0.26	0.38	-0.12	0.19	0.17	0.02

Tabelis on võrreldud kuue erineva struktuuriga proovikehasid. SEM osakaalude puhul on toodud iga rea kohta viie pildianalüüsi keskmine. On näha selget erinevust SEM piltide ning arvutusliku meetodi kaudu leitud tulemuste vahel. Ilmselt suurema valimi korral sama materjali mikrostruktuure analüüsides saadaks täpsem hinnang jaotuse kohta, kuid tuleb siiski arvestada, et sellisel meetodil leitakse lokaalne pindtihedus; arvutuslikul meetodil leitakse komponentide keskmised osakaalud üle terve proovikeha.

4.4 Paindeomaduste määramine

4.4.1 Eesmärk ja meetodika

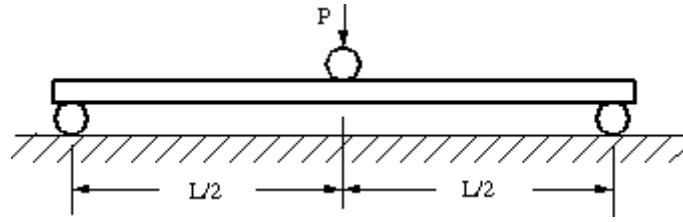
Paindekatsete eesmärgiks oli määrata erinevate struktuuridega materjalide paindetugevus ning –moodul. Paindetugevus on materjali omadus avaldada vastupanu paindejõududele, millised mõjuvad risti tema pikiteljega. Paindejõudude rakendumisel mõjuvad katsekehale nii tõmbe- kui ka survepinged, vt. sele 19 (Shah, 1998). Elastsusmoodul paindel iseloomustab materjali jäikust; tihti on anisotroopse materjali paindemooduli väärtus samas suurusjärgus tõmbemooduliga (Shah, 1998; ISO 178), tänu millele on võimalik hinnata ka materjali vastupanu tõmbele. Paindeomadused määratakse ning arvutatakse maksimaalse pinge ja deformatsiooni kaudu, millised mõjuvad katsekeha välisele pinnale.



Sele 19. Katsekehale esinevad pinged koormusolukorras. Allikas : (Shah, 1998)

Paindetugevus omaduste määramisel võeti aluseks ISO rahvusvaheline standard 178 „Plastide paindeomaduste määramine“. Paindekatsed viidi läbi TTÜ Mehaanika ja metroloogia katselaboratoriumi materjalide staatilise ja dünaamilise katseseadega Instron 8802. Katsete käigus määrati erineva raua täiteastega katsekehade paindetugevused purunemisel ning painde elastsusmoodul. Katsed viidi läbi standardtingimustel – 24h / 23°C / 50%.

„Kolme punkti paidekatse“ põhimõtteline skeem on näidatud seel 20. Ristküliku kujulise ristlõikega katsekeha asetatakse kahele toele, kolmanda punktiga rakendatakse katsekehale koormus joonisel näidatud suunas. Koormust suurendatakse konstantse kiirusega kuni katsekeha puruneb pinge all. Protseduuri käigus mõõdetakse katsekehale avaldatud jõude ning neist põhjustatud nihke-deformatsioone.



Sele 20. Kolme punkti paindekatse põhimõtteline skeem.

Maksimaalne vastupanu paindele σ_f leitakse valemist,

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}, \quad (4.9)$$

kus σ_f – Maksimaalne vastupanu paindele, MPa

F – katsekehale avaldatud koormus, N

L – tugipunktide vaheline kaugus, mm

b – katsekeha laius, mm

h – katsekeha paksus, mm.

Elastsusmoodul E_f leitakse pingede-deformatsiooni graafiku (sele 22) abil valemist,

$$E_f = \frac{\Delta\sigma_f}{\Delta\varepsilon_f}, \quad (4.10)$$

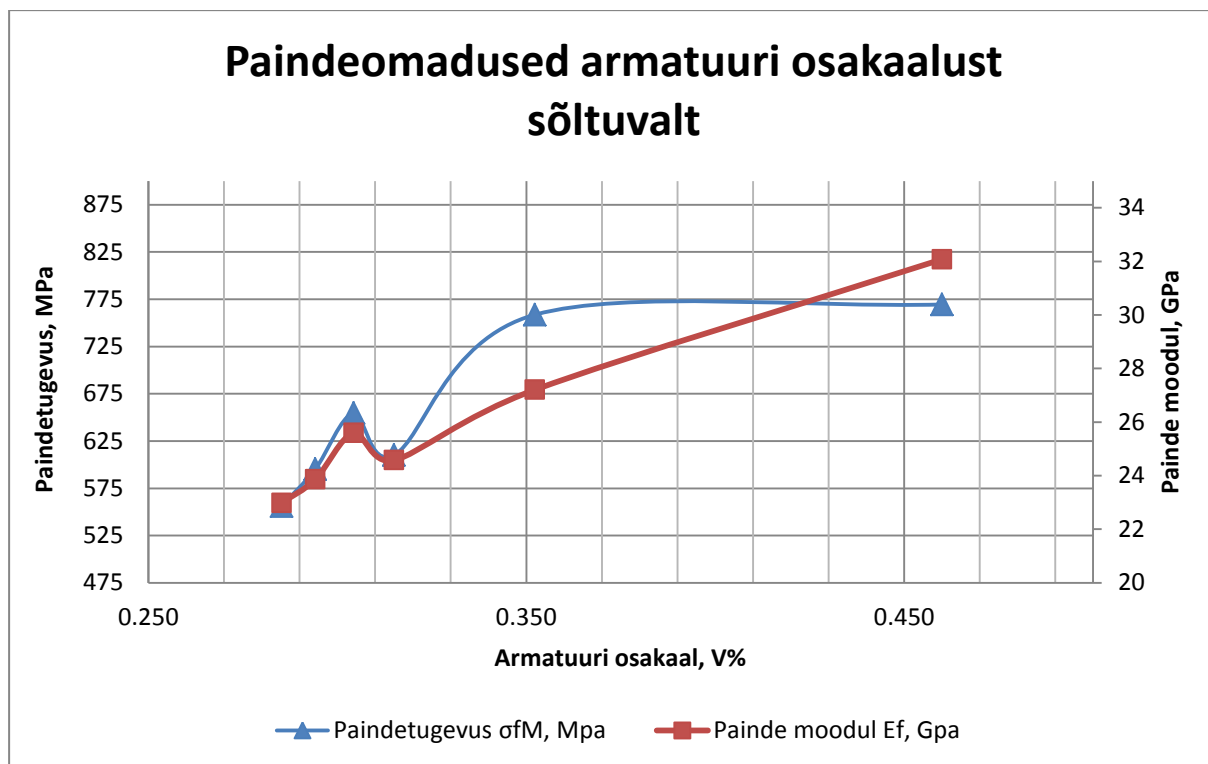
kus E_f – elastsusmoodul, GPa

$\Delta\sigma_f$ – painde pingete vahe lõigul [s1, s2], GPa

$\Delta\varepsilon_f$ – deformatsiooni muut lõigul [s1, s2], - .

4.4.2 Tulemused

Tulemused on esitatud tabelis 4.4 ning selel 21 sõltuvalt armatuuri mahu osakaalust. Selgelt on näha seost armatuuri mahu kasvu ning paindetugevuse ning mooduli vähenedes. Tehnilistel põhjustel polnud võimalik tagada sama klaasisisaldus kõikides proovimaterjali partiides. Paindetugevused on esitatud sõltuvana armatuuri osakaalust, kuna viimasest sõltub paindetugevus kõige rohkem. Struktuuri mõju paindetugevusele on võimalik võrrelda sellegi poolest tabeli 4.4 esimese veeru ning tabeli 4.1 põhjal.

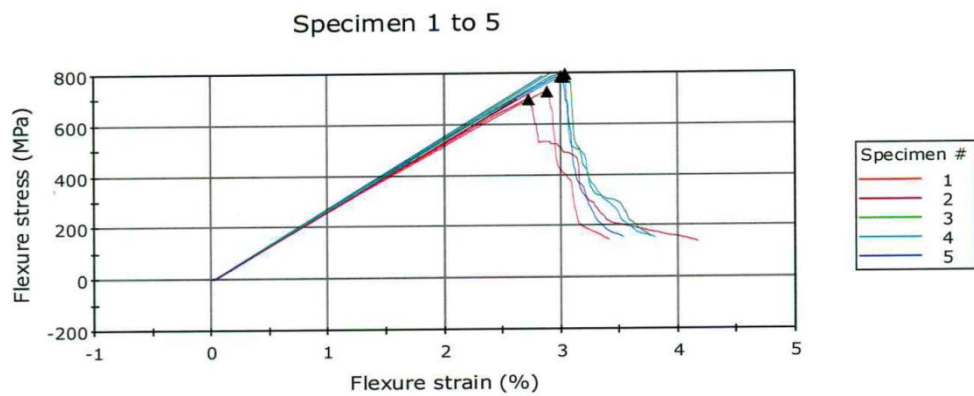


Sele 21. Struktuuride paindeomadused armatuuri mahust sõltuvalt

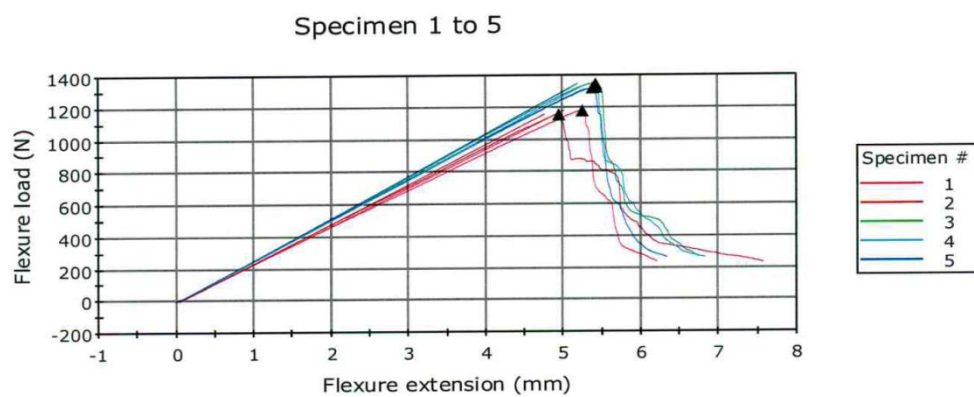
Järgnevalt toodud tüüpilised pinge-deformatsiooni graafikud (Sele 22, sele 23). Kõigi kuue materjali purunemisgraafikud olid sarnased – sarnane lineaarne tõus kuni materjali purunemiseni; olulisi seeriasiseseid kõrvalekaldeid ei täheldatud. Mitte-homogeensele materjalile omaselt esineb kõikumine keskmise purunemistugevuse ümber, purunemistugevused ning standardhälbed toodud tabelis 4.4.

Tabel 4.4. Paindetugevused

Struktuur	Armatuuri osakaal, V%	Painde-tugevus σ_{fM} , Mpa	Standardhälve σ_{ofM}	Painde moodul E_f , Gpa	Standardhälve σ_{Ef}
1	0.460	769	18.2	32	1.8
2	0.352	759	38.9	27	0.4
3	0.294	595	44.9	24	1.4
4	0.285	556	24.3	23	1.5
5	0.304	655	45.7	26	1.3
6	0.315	610	33.0	25	0.7



Sele 22. Tüüpiline Pinge-deformatsiooni graafik



Sele 23. Tüüpiline koormus - deformatsiooni graafik



Sele 24. Katsekehad

4.5 Mahueritakistuse ning pinnaeritakistuse määramine

4.5.1 Eesmärk ja meetodika

Isolatsioonitakistuste määramisel võeti aluseks Rahvusvahelise Elektrotehnikakomisjoni standard IEC 60093 „Katsemeetodid tahke elektrilise isolatsioonimaterjali mahueri- ning pinnaeritakistuse leidmiseks“. Materjali isolatsioonitakistused määrati TTÜ kõrgepinge laboris.

Isolatsioonimaterjale kasutatakse elektrisüsteemi voolu juhtivate komponentide isoleerimiseks ning nende erinevate komponentide toestamiseks. Isolatsioonmaterjalide puhul on nende olulisimaks omaduseks avaldada elektrilaengute liikumisele takistavat mõju. Mida kõrgem on materjali isolatsioonitakistus, seda parema elektrivoolu isolaatoriga on tegemist. Isolatsioonitakistus jaguneb mahutakistuseks ning pinnatakistuseks.

Mahutakistus on keha takistus teda läbivale elektrivoolule. Laialdasemalt kasutatakse mõistet mahueritakistus. Mahueritakistus on füüsikaline suurus, mis kirjeldab konkreetsest materjalist ühik kuubiku vastaskülgede vahelist takistust elektrivoolu liikumisele teatud temperatuuril,

$$\rho_V = \frac{A}{h} \cdot R_v, \quad (4.11)$$

kus ρ_V – mahueritakistus, $\Omega \cdot \text{cm}$

A – elektroodi kasulik pindala, cm^2

h – katsekeha paksus, cm

R_v – mõõdetud mahutakistus, Ω .

Kõrge mahutakistus tagab isolatsioonimaterjali funktsionaalsuse, ehk tema käitumise dielektrikuna. Selleks on eelistatud, et materjali iseloomustaks võimalikult kõrge isolatsioonitakistus. Isolatsioonitakistust kasutatakse sageli ka hindamiseks materjali läbilöögi vastupanu (ASTM257, 1991). Mahueritakistuse määramisel antud meetodil on võimalik kontrollida ka materjali kvaliteeti ühtlase täituvuse osas (DuPont, 2010).

Sarnaselt materjali pinnatakistus on materjali võime avaldada takistust tema pinda läbivale elektrivoolule. Pinnatakistust mõõdetakse katsekeha pinnal kahe elektroodi vahel. Pinnaeritakistuse all mõistetakse takistust kahe ühepikkuse rööpse elektroodi vahel, mis paiknevad üksteisest elektroodide pikkuse kaugusel.

$$\rho_s = R \cdot \frac{P}{g}, \quad (4.12)$$

kus ρ_s – pinnaeritakistus, Ω

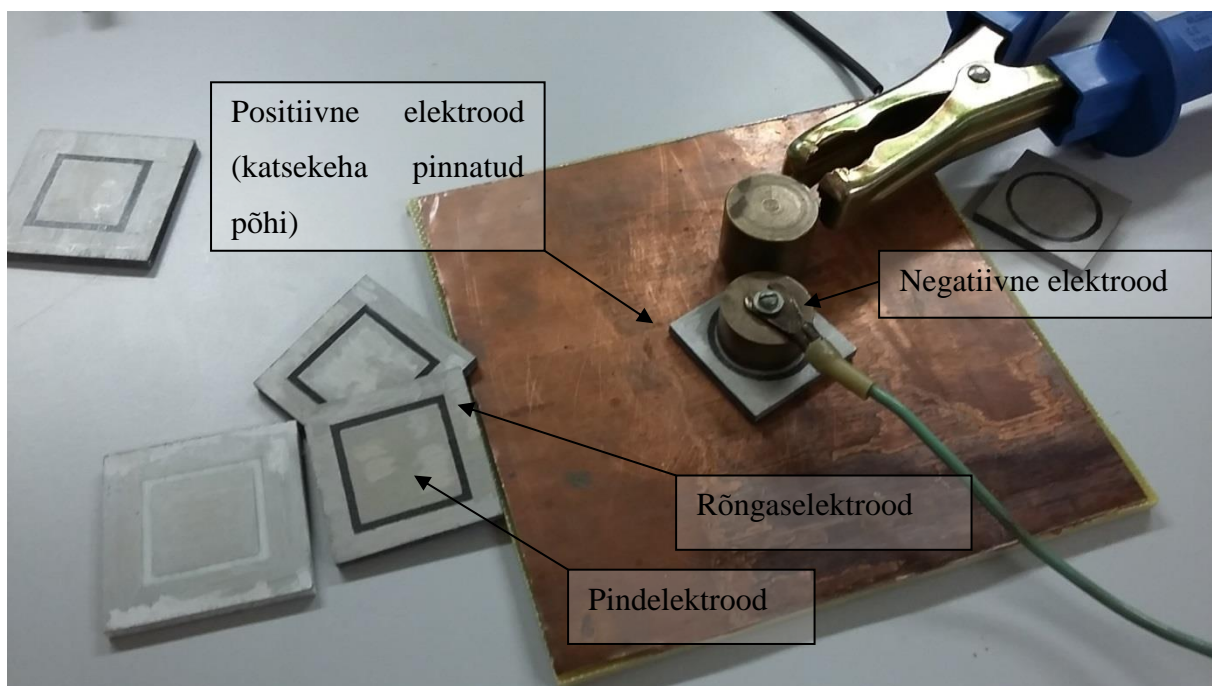
R – mõõdetud takistus, Ω

P – elektrod kasulik übermõõt, mm

g – pindelektroodi ning rõngaselektroodi vaheline kaugus (vt. sele 25), mm.

Pinnatakistus sõltub oluliselt materjali pinnakvaliteedist ning puhtusest.

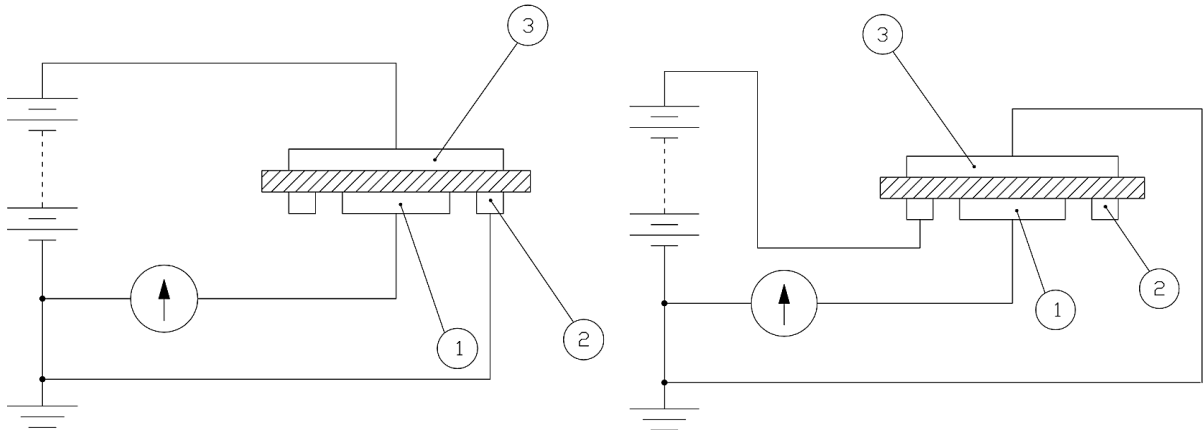
Katsekehadeks valmistati ruudukujulised plaadid, paksusega 4mm. Vastavalt standardile kanti katsekeha pinnale juhtiva hõbeda põhise (70% hõbeda osakesed) lakiga kindla geomeetriaga elektrodid. Viimase eesmärgiks on täpsema mõõtmistulemuse saavutamine - saadakse ühtlane teadaoleva pindalaga juhtiv pind, millise parameetrite kaudu leitakse eritakistused. Illustreeriv pilt katsekehadest on näidatud seel 25,



Sele 25. Isolatsioonitakistuste mõõtmise ülesseade.

Katsed viidi läbi standardtingimustel – 24h / 23°C / 50%, takistuse mõõtmiseks kasutati megaoommeetrit Chauvin Arnoux C.A 6547. Isolatsioonitakistusi mõõdeti kolme erineva raua sisaldava struktuuriga materjalist proovikehadel – raua sisaldused vastavalt 20 m%, 35m% ja 55m% - ning n-ö. etalon proovikehal, millise isolatsioonitakistus oli eelnevalt teada.

Katsekehad asetatakse kahe elektroodi vahele ja ühe minuti jooksul rakendatakse elektrodidele ühtlane pinge 100V. Läbiv vool väheneb asümptootiliselt tasakaal-olekule. Materjalidel, millest mahutakistus on väiksem kui $10^{12} \Omega\cdot\text{cm}$, saavutatakse tasakaalu olek alla minuti ning seejärel määratakse tema takistus (IEC 60093, 1980). Mahueritakistus arvutatakse katsekeha ja elektrodide mõõtude, ning mõõdetud takistuse põhjal.



Sele 26. Elektriskeemid mahu- ja pinnatakistuse mõõtmiseks. (1) positiivne elektrood; (2) negatiivne elektrood; (3) rõngaselektrood. Allikas : Rahvusvahelise Elektrotehnikakomisjon standard IEC 60093

4.5.2 Tulemused

Katse tulemused on toodud tabelites 4.5 ja 4.6.

Tabel 4.5. Mahueritakistused

Struktuur	Mahutakistus, Ohm	Katsekeha paksus, cm	Ülemise elektroodi pindala, cm^2	Mahueritakistus, Ohm-cm
Etalon	6.0E+12	0.40	6.25	9.4E+13
1 / 1	2.7E+05	0.40	6.25	4.2E+06
1 / 2	7.2E+04	0.40	6.5	1.2E+06
2 / 1	8.2E+05	0.40	6.76	1.4E+07
2 / 2	4.6E+05	0.40	6.50	7.4E+06
6 / 1	1.0E+04	0.40	5.73	1.5E+05
6 / 2	-	0.40	5.73	-

Mahueritakistuste mõõtmisel polnud proovikeha 6/2 mahutakistust määrata, kuna mõõdetav takistus jäi megaoommeetri mõõteväljast välja.

Tabel 4.6. Pinnaeritakistused

Struktuur	Pinnatakistus, Ohm	Katsekeha paksus, cm	Ülemise elektroodi übermõõt, cm	Pinnaeritakistus, Ohm
Etalon	2.0E+12	0.40	10.00	1.0E+13
1 / 1	2.8E+04	0.40	10.00	1.4E+05
1 / 2	1.1E+06	0.40	10.20	5.6E+06
2 / 1	1.7E+05	0.40	10.20	8.7E+05
2 / 2	3.1E+04	0.40	10.40	1.6E+05
6 / 1	2.1E+04	0.40	8.48	9.0E+04
6 / 2	1.7E+04	0.40	8.48	7.1E+04

Etaloni kasutamise eesmärgiks oli katse ülesseade täpsuse hindamine. Etalonina kasutati teadaoleva mahu- ning pinnaeritakistustega isolatsioonmaterjalist valmistatud katsekeha; mõõtetulemuste suurusjärg kattus kirjanduses toodud väärtustega. Katse ülesseade loeti piisavaks, kuna eelkõige olid huvipakkuvaks teguriks arendusfaasis olevate proovikehade mõõtetulemuste suurusjärgud. Tulemuste arutelu on toodud punktis 5.2.

4.6 Magnetiliste omaduste määramine

4.6.1 Eesmärk ja meetodika

Magnetiline läbitavus on aine omadus, mis iseloomustab aine magneetumise võimet. Magnetiline läbitavus näitab mitu korda aine tugevdab talle mõjuvat magnetvälja, suhteline magnetiline läbitavus näitab mitu korda erineb magnetiline induktioon homogeenses keskkonnas võrreldes magnetilise induktiooniga vaakumis.

Magnetiliste omaduste mõõtmine toimus Keemilise ja Bioloogilise Füüsika Instituudis (KBFI). Suhtelise magnetilise läbitavuse leidmiseks kasutati *Quantum Design Physical Property Measurement System'i Vibrating Sample Magnetometer* (magnetomeetria lisaseade), lühidalt VSM meetodil. Magnetvoo tihedus reguleeriti ülijuht-magneti abil 0.3, 0.5 ja 0.7T väärtusteni ning mõõdeti magnetilisi omadusi nendel väärtustel.

Katsekeha asetatakse homogeensesse magnetvälja ning vibreeritakse kahe teda mõõtepooli vahel sagedusel 40 Hz amplituudiga 2 mm. Muutuv magnetvoog indutseerib mõõtepooli pinget, mille abil saab mõõta magnetvoo muutuse ja selle abil proovi magnetmomendi.

Rakendatav magnetvälja tugevus H ning magnetvoo tihedus B mõõdetakse magnetomeetria seadmega. Läbitavus μ on viimase kahe teguri suhe,

$$\mu = \frac{B}{H}, \quad (4.13)$$

kus μ – magnetiline läbitavus, $\text{H} \cdot \text{m}^{-1}$

B – magnetvoo tihedus, T

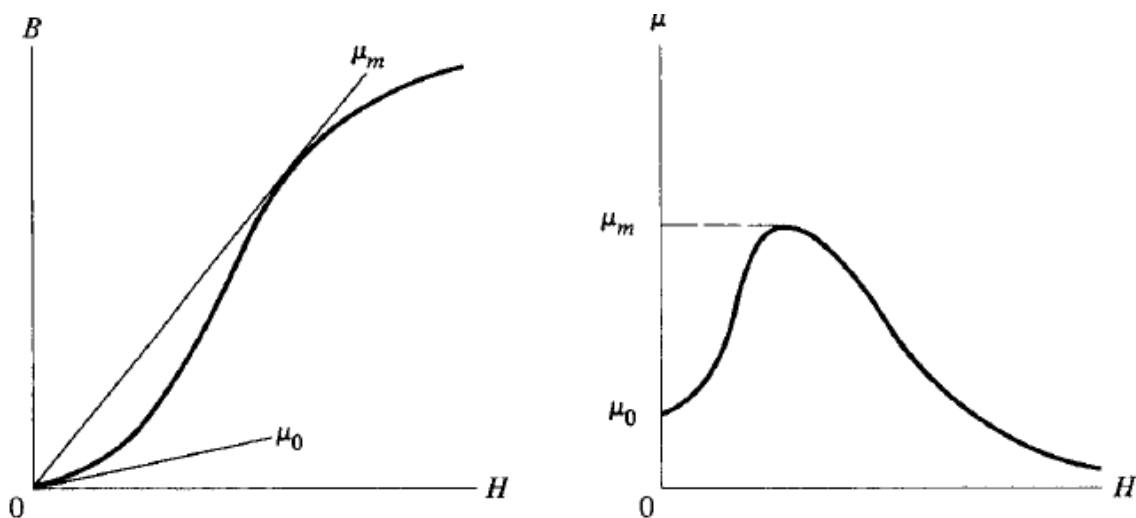
H – magnetvälja tugevus A/m.

Eristatakse algset μ_0 , maksimaalset μ_{max} (vt. sele 27) ning diferentsiaalset magnetilist läbitavust dB/dH ehk lokaalne B/H kõvera tõus mistahes punktis. Kirjandus (Cullity, 2008) soovitab kasutada arvutustes maksimaalse läbitavuse väärtust, kui pole just teisiti nõutud. Leitud magnetilise läbitavuse μ kaudu leiame suhtelise magnetilise läbitavuse μ_r ,

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}, \quad (4.14)$$

kus μ_r – suhteline magnetiline läbitavus, dimensioonitu

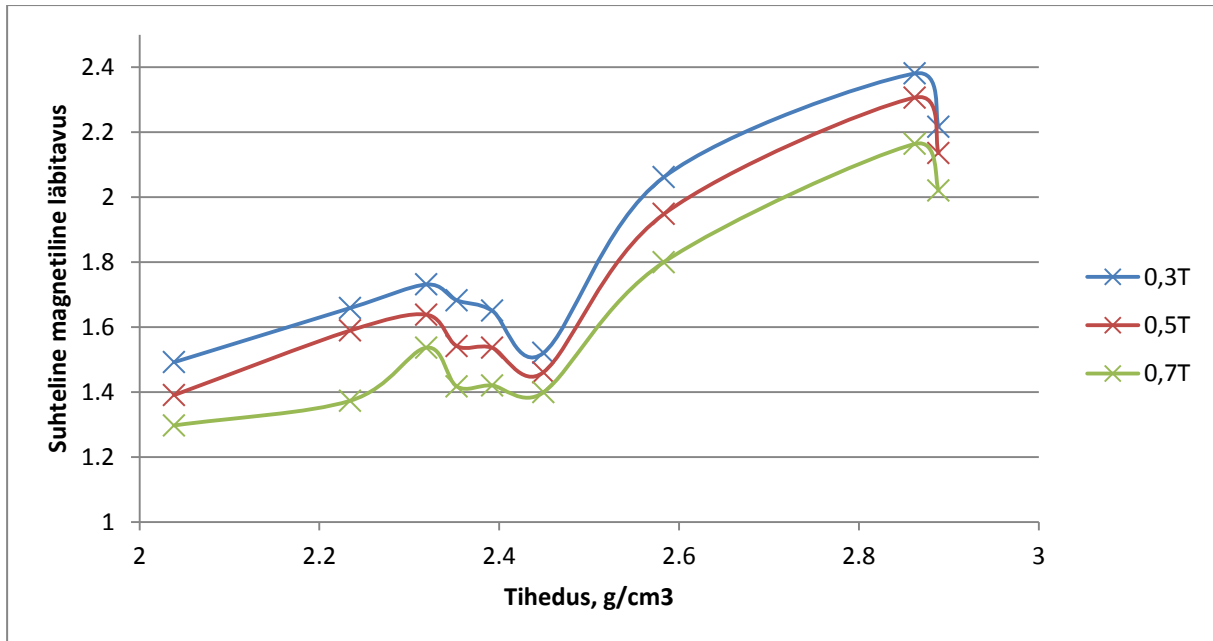
μ_0 – magnetiline konstant väärtusega $4 \pi \cdot 10^{-7}$, $\text{H} \cdot \text{m}^{-1}$



Sele 27. B/H kõver ning magnetilised läbitavused. Allikas : (Cullity, 2008)

4.6.2 Tulemused

Proovikehad valmistati viiest materjali struktuurist, iga struktuuri kohta kaks proovikeha. Tulemused on esitatud järgneval graafikul (vt. sele 28).



Sele 28. Suhteline magnetiline läbitavus sõltuvalt proovikeha tihedusest

On märgata suhtelise magnetilise läbitavuse kerget tõusu proovikehade tiheduse tõustes. Kuna miniatuursete proovikehade (2.5 x 2.5 x 2.5mm) struktuuri on hinnata keeruline, leiti nende tihedused. Võib eeldada, et graafiku keskmises osas, kus suhtelise magnetilise läbitavuse tõus ei suurene, on proovikehade anisotroopiast tulenevalt antud teimikutes mõnevõrra kõrgem klaasisaldus (klaaskiu tihedus 2,64 g/cm³).

Kuna rauapulbri jaotumine materjalis pole korrapärane ning keeruline on hinnata materjali suvalisest punktist välja lõigatud proovikeha struktuuri, vajab magnetiliste omaduste määramine tulevikus teistsugust lähenemist.

5 JÄRELDUSED

Antud töö peamiseks ajendiks oli magnetiliste omadustega polümeerkomposiitmaterjali loomine induktsioonmootorite uurdekiilude valmistamiseks. Selle käigus koostati valim erinevate materjalstruktuuridega proovimaterjale ning vastavalt lähteülesande püstitusele, sai kõikide huvipakkuvate materjaliomaduste väärtused määratud. Projekti raames valminud kõrgeima rauasisaldusega proovimaterjali omadused on näidatud järgnevas tabelis,

Tabel 4.7. Kõrgeima rauasisaldusega proovikeha materjaliomadused.

Omadus	Väärtus, ühik	Standardhälve σ	Mõõtemetoodika
Füüsikalised omadused			
Tihedus	2,94 g/cm ³	0,07	
Struktuur			
Raua sisaldus	55, m%		Arvutuslik
Armatuuri sisaldus	26, m%		
Vaigu sisaldus	19, m%		
Elektrilised omadused			
Pinnaeritakistus	8·10 ⁴ , Ω	- *	IEC 93
Mahueritakistus	10 ⁵ , Ω -cm	- *	IEC 93
Mehaanilised omadused			
Paindemoodul	25, GPa		0.7 ISO 178
Paindetugevus	610, MPa		33 ISO 178
Magnetilised omadused			
Suhteline magnetiline läbitavus, μ_r	2,38 ; B=0,3T	- *	VSM
	2.31 ; B=0,5T	- *	
	2.16 ; B=0,7T	- *	

* - proovikehade valim ebapiisav

5.1 Materjali struktuurid

Võrreldes konkureeriva materjaliga (Lisa 1) jäi projekti kõrgeima rauasisaldusega proovimaterjali rauasisaldus oluliselt madalamaks – 55m% võrreldes 75m%, 70m% ja 70m%. Armatuuri ning sideaine osakaalude võrdlemiseks pole alust, kuna kõigi nelja materjali valmistamismeetodid on oluliselt erinevad. Võrreldes konkureeriva materjaliga ei olnud antud projekti proovikehades tagatud materjali ühtlus, s.o raua ühtlane jaotus üle proovikehade. Ebäühtlast jaotust kinnitab proovikehade tiheduse väärtuse hajuvus ja mikrostruktuuri vaatluse põhjal tehtud tähelepanekud.

Materjali mehaanilised, elektrilised ning magnetilised omadused on kõik sõltuvad materjali struktuurist. Kuna rauapulbri sisaldus on võrreldes konkureeriva materjaliga 15-20 m% madalam, saab olemasolevate tulemuste põhjal vaid ennustada, millised võiksid olla materjali omadused soovitud raua täiteaste juures.

5.2 Materjali isolatsioonitakistus

Juhtiva täiteaine mõju materjali isolatsiooniomadustele on kirjeldatud punktis 3.2.3. Proovikehade isolatsioonitakistuste mõõtmisel kasutati väikest proovikehade valimit, kuna rauapulbri jaotumine üle valmistatud proovikehade on suuresti kontrollimatu ning kaootiline, millest eeldati ka olulist kõikumist mõõdetud mahutakistustes.

Mõõdetud mahutakistus kõige kõrgema rauapulbri sisaldusega struktuuril jäi suurusjärku $10^5 \Omega\cdot\text{cm}$. Konkureeriva materjalide mahueritakistused on vastavalt $> 10^6 \Omega\cdot\text{cm}$, $> 10^2 \Omega\cdot\text{cm}$ ja $> 10^5 \Omega\cdot\text{cm}$. Huvitav on siinkohal asjaolu, et esimese materjali mahueritakistus on kolm suurusjärku kõrgem teistest. Kuna mahutakistust mõõdetakse plaadikujulise proovikeha kahe tasapinna vahelt voolu läbi juhtides, võiks arvata, et esimese konkureeriva toote pindmised kihid on kaetud paksema vaigukihiga, rauaosakesed on eelnevalt kaetud mittejuhtiva kihiga (nt. silikaat klaas) või on kasutatud pinnakangaid.

Pinnakangad on väga väikese eritihedusega ($10\text{-}50 \text{ g/m}^2$) kiudmatid, mida kasutatakse komposiitidele vaigurikka ning kosmeetilise pealmise pinna moodustamiseks. Pultrusioonmeetodil kasutatakse pinnakangaid peamiselt struktuuriprofiilide (nt. T, L, U profiilid) valmistamisel; peenikeste kiilude (keskmiselt 15-20 mm laiad) puhul on pinnakangaste kasutamine raskendatud kanga peenikeste rullide lõikamise ning peene kangariba sisestamisel vormisuudmesse kangast rebestamata.

5.3 Materjali mehaanilised omadused

Proovikehade paindetugevus suurima raua sisalduse juures mõõdeti 610MPa; konkureerivate toodetel $> 150 \text{ MPa}$, $>180 \text{ MPa}$ ja $> 370 \text{ MPa}$. Selal 21 on näidatud paindetugevuse ning -mooduli sõltuvus täiteaine sisaldusest. Tulevikus kõrgema rauapulbri osakaalu saavutamiseks tuleb klaasisisaldust vähendada ning selle arvel rohkem rauda materjali lisada. Ei saa küll eeldada, et paindetugevuse ning armatuuri mahulise osakaalu vahel jääb kehtima sarnane seos, küll aga võib eeldada, et paindetugevus jääks oluliselt kõrgem konkureerivate laminaatide paindetugevusest, kus on kasutatud bi-aktsiaalset armatuuri.

Bi-aktsiaalse armatuuri korral on tavaliselt kanga kummaski suunas võrdne kogus kiukimpe, seega tema tõmbetugevus kummaski suunas on enam-vähem võrdne. Oletades, et nii laminaat kui ka pultrusioontoode on armatuuri mahult enamvähem võrdsed, jääb pultrusioontoote paindetugevus piki kiilu oluliselt kõrgemaks kui seda on bi-aktsiaalse armatuuriga laminaadil.

Armatuuri mahust sõltuvad komposiidi painde- ning tõmbetugevus (vt. peatükk 4.4). Oluliselt kõrgem ühesuunalise kiu osakaal aitab edasi kanda suuremaid painde- ning tõmbepingeid piki pultrusioonprofiili kiilu uurdesse pressimise hetkel. Sellest tulenevalt kannatab pultrusioonmeetodil valmistatud uurdekiil palju suuremaid koormuseid, mille tulemusena toimub materjali purunemine. Magnetilise polümeerkomposiidi mehaaniliste omaduste olulisus on kirjeldatud peatükis 2.2

5.4 Materjali magnetilised omadused

Viidates nii kirjandusele (vt. peatükk 3.2.2) kui ka magnetiliste mõõtekatsete tulemustele, on näha suhtelise magnetilise läbitavuse tõusu magneetuva täiteaine sisalduse suurenedes. Kuna konkureerivate magnetiliste polümeerkomposiitide struktuur ning magnetilised omadused on tüüpiliselt sarnased – 70 m% raud, 15-20 m% vaik ja 15-20 m% klaaskiudarmatuur ning suhteline magnetiline läbitavus $\mu_r \sim 3$ ($B = 0,3-0,7T$) – võib eeldada raua osakaalu suurendades sama väärtuseni sarnast suhtelise magnetilise läbitavuse väärtust.

5.5 Lõppjärelus

Antud töö raames koostati valim proovimaterjali rauasisaldusega 20-55m%. Erinevate parameetritega täiteaineid ning protsessilisandeid uurides saavutati järjest kõrgem täiteaine sisaldus materjalis. Kuna materjali soovitud magnetilised omadused saavutatakse raua osakaalu 65-70m% juures, tähendab käesoleva töö raames saavutatu justkui töö algust.

Magnetiliste uurdekiilude valmistamine pultrusioonmeetodil võiks olla konkurentsivõimeline alternatiiv praegu peamiselt kuumpressitud toodetele ning hea võimalus tootmisettevõttel tulla rahvusvahelisele kaardile uudse lahendusega. Magnetilise pultrusioon uurdekiilu kaheks peamiseks eeliseks on esmalt kõrge vastupanu paindepingetele ning suurem töökindlus; teisalt pultrusioonmeetodi kui tootmisprotsessi oluliselt madalamad kulud võrreldes kuumpressimisega.

Kõrgema rauasisalduse saavutamiseks tuleb tootmisprotsessi üksikuid elemente eraldi analüüsida ning erinevate tegurite omavahelist koosmõju uurida. Protsessiarendus vajab põhjalikku teadmist protsessiparameetrite mõju ulatusest ning kaalutletud arutelu püstitatud hüpoteeside ning majanduslike riskide vahel. Käesolev magistritöö andis autorile suurepärase võimaluse tutvumaks erinevate ettevõtteväliste võimalustega, läbi mille saavutati oluliselt sügavam arusaam materjali iseärasustest ning tähelepanu detailide üle, mis muidu oleks tõenäoliselt märkamata jäänud.

KOKKUVÕTE

Käesoleva lõputöö raames uuritakse rauapulbriga täidetud magnetiliste omadustega klaaskiudarmeeritud polümeerkomposiitmaterjali valmistamist uudsel meetodil. Töö sai algatuse autori töökohast, mis on pultrusioontoodete valmistamisele spetsialiseerunud ettevõtte. Lõputöö raames tutvutakse kirjeldatud materjali tootmismeetodiga, komponentide valikuga, tootmise majanduslike ning tehniliste parameetritega ning valmistatud proovikehade materjaliomadustega.

Lõputöö ajendiks oli optimeeritud struktuuriga magnetiliste omadustega polümeerkomposiitmaterjali struktuuri loomine induksioonmootorite magnetiliste uurdekiilude valmistamiseks, mis vastaks elektrotehnilise valdkonna nõuetele ning omaks konkurentsieelist alternatiivsetel meetoditel valmistatud sarnasele materjalile. Lõputöö eesmärgiks antud projektis oli uurida metallipulbri kõrge täiteaste teostatavust ning otstarbekust pultrusioonmeetodil.

Töö jaguneb sissejuhatavaks ning teoreetiliseks osaks, ja eksperimentaalseks osaks. Eesmärgi selgitamisel töö esimeses osas tutvuti lähemalt olemasoleva sarnase materjaliga ning võrreldi nende tootmistehnoloogiate majanduslikke ning tehnilisi parameetreid pultrusioonmeetodiga. Samuti on uuritud magnetiliste uurdekiilude valukohti. Sellele järgnevalt on kirjeldatud peamiste vaigusegu komponentide – sideaine, täiteaine ning protsessi lisandid – valikut ning nende mõju erinevatele materjaliomadustele. Rohkem tähelepanu osutati rauapulbrile kui uudsele täiteainele pultrusioonmeetodil – parema arusaama loomiseks uuriti erinevaid peene pulbri saamise meetodeid ja koostati kokkuvõtte uuringutes leitud rauapulbri erinevate parameetrite mõjust magnetilistele ning elektrilistele materjaliomadustele polümeermaterjalis.

Töö eksperimentaalne osa jagunes eelkatseteks, erinevate struktuuridega proovimaterjali valmistamiseks ning proovimaterjali materjaliomaduste määramiseks. Eelkatsete käigus tutvuti materjalinäidistega, mis valiti välja komponentide valikul. Komponente omavahel segades tutvuti erinevate seguformulatsioonidega, mille viskoossust uuriti reomeetri voolavuskõverate abil.

Järgnevalt valmistati hulk erinevate materjalstruktuuridega proovikehasid rauapulbri massisisaldusega 20-50 m% ning uuriti materjali mehaanilisi, elektrilisi ning magnetilisi omadusi sarnastel meetoditel nagu seda on tehtud kasutuseloleva materjali puhul ning võrreldakse valmistatud proovikehade omadusi nendega. Proovimaterjali valmistamist

tootmise protsessispetsiifiliste parameetrite ning meetodite konfidentsiaalsuse tõttu pole töös käsitletud.

Määratleti proovimaterjali struktuuride tihedused, komponentide arvutuslikud jaotused erinevates struktuurides ning uuriti materjali koostist ning mikrostruktuure SEM kujutistelt. Nende tulemuste põhjal valiti välja huvipakkuvad materjali struktuurid, millistel mõõdeti paindetugevus ning –moodul ISO 178 standardi kolme punkti katse kaudu; mahu- ning pinnaeritakistused sarnaselt standardi IEC 93 isolatsioonitakistuste katse ülesseadele; suhtelise magnetilise läbitavuse väärtused huvipakkuvate magnetväljatugevuste juures VSM magnetomeetria lisaseadme abil.

Töö käigus saavutati raua täiteaste 55 m%, erinevate tootjate poolt nõutud 65-75 m% sisalduse saavutamine vajab veel hoolikat arutelu. Määratletud materjaliomaduste põhjal ennustab autor majanduslikku ning funktsionaalset edu pultrusioonmeetodil valmistatud magnetiliste uurdekiilude kasuks. Kõrge rauapulbri täiteastega pultrusioonitoodete tootmise edukust toetavad lisaks käesoleva töö leiud, teoreetiline arutelu ning majanduslike parameetrite võrdlemise tulemused. Põhimõtteliselt on pultrusioonmeetodil võimalik kasutada samu keemilisi komponente nagu kuumpressimisel, kuid oluliseks erinevuseks on lõpptoote omadused, mis on protsesside fundamentaalsetest erinevustest tingitud. Uurdekiilude valmistamiseks omab pultrusioon oluliselt suuremat tootlikkust, väikesemaid energiakulutusi ning puuduvat vajadust edasiseks töötamiseks; teisalt kõrgema kiilusuunalise orientatsiooniga klaaskiudarmatuuri osakaalu tõttu saavutatakse kõrgem vastupanu mehaanilistele pingetele kiilu paigaldusel ning seeläbi suurem töökindlus.

Metalse täitepulbri kasutamisest tulenevad tehnoloogilised probleemid pultrusioonmeetodil, mis põhjustavad materjali ebaühtluse ning täitepulbri keerulise käitlemise. Soovitud kõrgema rauasisalduse saavutamiseks tuleb töö käigus omandatud teadmiste ning kogemuse põhjal tootmisprotsessi üksikuid elemente – lähtematerjalidest protsessi muudatusteni – eraldi analüüsida ning erinevate tegurite omavahelist koosmõju uurida. Järgnevad analüüsitulemused ning arendusettepanekud vajavad hoolikat põhjendust, et edasised investeeringud tehnoloogia ümberseadistamises majanduslikku riski õigustaks. Autor usub, et pultrusioonmeetodi on võimalik ümber häälestada soovitud omadustega kvaliteetse materjali loomiseks ning konkurentsieelisega tootmismeetodi loomiseks.

SUMMARY

The present thesis studies the feasibility of manufacturing metal powder filled magnetic pultrusion profiles for electro-technical applications. The project was initiated by autor's workplace, a company specialized on manufacturing pultrusion profiles. This thesis gives an overview of incorporating fine metal powders as fillers into the process (including the technical challenges) and the experimental work done in the project - the selection and analysis of components, economic and technological parameters of pultrusion have been discussed along with the results of material tests conducted on prepared composite test specimen. Mechanical, dielectric and magnetic properties were studied at different filler loadings and compared to the properties of iron powder filled compressed laminates.

The aim of the project was to present an optimized composite structure with high metal powder content meeting the requirements of the electro-technical field and outperforming the products currently available made by alternative technology. Such material would find use as magnetic slot wedges in induction engines.

The work divides into introductory and theoretical part, and experimental part. As a first step, similar material manufactured by alternative methods was studied. The economic and technological parameters of the alternative methods were analysed in comparison to pultrusion. Following is described the selection of materials of the resin system – the binder, filler and process additives – and their impact on various material properties. Iron powder as a novel filler in pultrusion received majority of attention. Different manufacturing methods of fine iron powder have been briefly discussed and an overview of iron powder particle parameters affecting iron powder filled polymer's electrical and magnetic properties has been presented.

The experimental part composes of preliminary tests, manufacturing of test material with different structures and a description and analysis of conducted material tests. During preliminary testing the resin system compounds were studied, which were chosen as a result of an earlier stage, the material selection. Various formulations were studied and their flow curves were analysed with a rheometer.

Following a set of test material with iron content from 20 wt% to 55 wt% was prepared. Mechanical, electrical and magnetic properties of the prepared material were studied according to similar methodologies as the competitive material is being controlled.

Manufacturing of the test material has not been described in this work due to the confidential process-specific parameters and methods of the company.

The contents of the three major components were derived computationally from the known physical properties (weight, density, dimensions, glass content, etc.) of the test specimen. The test specimen microstructures were further studied with SEM. Based upon that six material structures were selected for further material testing. Flexural strength and modulus were determined according to ISO 178 standard, a three point bending. Insulation resistivity i.e. volume and surface resistivity was tested according to IEC 93 standard. VSM was used to determine magnetic properties of the test specimen and express their relative permeability values.

Iron powder content of 55 wt% was achieved, whereas 65-75 wt% is commonly required by different engine manufacturers. Achieving required iron content will require further investigation. Based on the material properties of the prepared test specimen, author predicts a significant advantage in economic and functional aspects to pultruded magnetic slot wedges, should it be able to process them with optimal quality. In principle similar chemical compounds are used in pultrusion as in compression moulding, the major difference are the mechanical properties, which are dependent on the manufacturing method. For manufacturing of slot wedges, pultrusion presents considerably higher productivity, lower energy consumption and no need for further machining; due to the higher content of fibers in the direction of force applied during the insertion of the wedges, pultruded profiles present higher required mechanical properties and higher reliability.

The main challenge to overcome is the sedimentation of iron powder in the resin system, which leads to difficulties in handling and uneven filler distribution in the product. To achieve the desired iron content, each element of the production process has to be analysed separately and their relation to other elements must be studied. The following results and development propositions require solid argumentation to justify the risks of further investment into redesign of the process. Author believes that it is possible to reconfigure pultrusion process to create an alternative method for manufacturing magnetic slot wedges with high quality.

KASUTATUD KIRJANDUS

Simbürger, H. (2010). Technical Report – Investigation of metal powder filled, glass fiber reinforced resin, used as slot wedges in electrical engineering industry. Institute of Materials Science and Technology, Vienna University of Technology

Talvari, A. (2006). Ohtlikud ained. Teine, täiendatud trükk. Tallinn : Sisekaitseakadeemia

Strong, A. B. (2008). Fundamentals of Composites Manufacturing – Materials, Methods and Applications. 2nd ed. Dearborn, MI, USA : Society of Manufacturing Engineers

Meyer, R. W. (1985). Handbook of Pultrusion Technology. 1st ed. New York : Chapman and Hall

Quinn, J. A. (1998). Composites – Design Manual. 2nd ed. Liverpool : James Quinn Associates Ltd

Dems, M. (2012). Analysis of effects of magnetic slot wedges on characteristics of large induction motor. Institute of Mechatronics and Information Systems, Technical University of Lodz. PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY (Electrical Review), ISSN 0033-2097, R. 88 NR 7b/2012

Davis, M. (2007). Problems and Solutions with Magnetic Stator Wedges. Iris Rotating Machine Conference. San Antonio, TX

Lee, K. W. (2013). Detection of Stator Slot Magnetic Wedge Failures for Induction Motors without Disassembly. Diagnostics for Electric Machines, Power Electronics and Drives (SDEMPED), 2013 9th IEEE International Symposium. Valencia

Mallik, P. K. (2007). Fiber Reinforced Composites – Materials, Manufacturing and Design. 3rd ed. Boca Raton, FL : Taylor & Francis Group

Saarela, O. (2003). Komposiittirakenteet. Helsinki : Muoviyhdistys ry

CMH-17, (2002). Composite Materials Handbook – Volume 3. Polymer Matrix Composites. Material Usage, Design and Analysis. 2nd ed. SAE International

Gurit (2012). Guide to Composites. Gurit SP Support Materials : <http://www.gurit.com/guide-to-composites.aspx>

- Bicerano, J. (2002). Prediction of polymer properties. 3rd ed. New York : Marcel Dekker, Inc.
- Anhalt, M. (2008). Systematic investigation of particle size dependence of magnetic properties in soft magnetic composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320 (2008) e366–e369
- Li, Z. W. (2014). Effect of milling time on dynamic permeability values of reduced carbonyl iron filled composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 369 (2014) 147–154
- Wu, G. (2014). Effect of iron particle size and volume fraction on the magnetic properties of Fe/silicate glass soft magnetic composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 378 (2015) 232–238
- Xanthos, M. (2007). *Functional Fillers for Plastics*. 1st ed. Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA
- Pissis, P. (2002). Electrical and thermal conductivity of polymers filled with metal powders. *European Polymer Journal* 38 (2002) 1887–1897.
- Apekis, L. (2003) Influence of pressure on the electrical conductivity of metal powders used as fillers in polymer composites. *Powder Technology* 140 (2004) 49– 55.
- Xue, Q. (2003). The influence of particle shape and size on electric conductivity of metal–polymer composites. *European Polymer Journal* 40 (2004) 323–327
- Blythe, A. R. (1980). *Electrical Properties of Polymers*. 1st ed. New York : Press Syndicate of the University of Cambridge – Cambridge University Press
- Höganäs AB tehniline õppematerjal, Production of Iron and Steel Powders.
- Walther, G. (2014). Properties and sintering behaviour of fine spherical iron powders produced by a new hydrogen reduction process. Fraunhofer Institute for Manufacturing Technology and Advanced Materials, Germany
- Shah, V. (1998). *Handbook of Plastic Testing Technology*. Second ed. USA : A Wiley-Interscience Publication.
- EVS-EN ISO 178 (2010). *Plastics – Determination of flexural properties (ISO 178:2010)*. European Committee for Standardization

ASTM D257 (1991). Standard Test Methods for DC Resistance or Conductance of Insulating Materials. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014

DuPont, (2010). Tests for thermoplastic materials used in the electrical and electronic industries – Technical Report. DuPont Engineering Polymers, Basel, Switzerland.

IEC 60093 (1980). Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials. 2nd Ed. International Electrotechnical Committee, Toronto, Canada.

Cullity, B. D. (2008). Introduction to Magnetic Materials, 2nd Edition. Wiley-IEEE Press

Carlsson, L. A. (2014) Experimental Characterization of Advanced Composite Materials. 4th ed. Boca Raton, FL : CRC Press, Taylor & Francis Group (raamat)

LISAD

Lisa 1. Konkureerivate magnetiliste omadustega isolatsioonmaterjalide andmekaardid



MAGNOVAL® 2067

TECHNICAL DATA

Properties	Norm	Unit	Value						
Magnetic induction	IPV Nr. 11	Tesla	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7
Relative permeability [$\mu(B)$] Tolerance: $\pm 10\%$	IPV Nr. 11	-	2.8	2.9	2.9	2.8	2.6	2.5	2.4
Magnetic field strength	IPV Nr. 11	A/cm	500	1000	1500	2000	2500		
Magnetic induction [B(H)] Tolerance: $\pm 10\%$	IPV Nr. 11	Tesla	0.18	0.35	0.5	0.63	0.73		

Properties	Norm	Unit	Value
Density	ISO 1183	g/cm ³	3.5 \pm 0.2
Flexural strength at 23°C / 150°C	ISO 178	MPa	≥ 150 / ≥ 120
Modulus of elasticity at 23°C / 150°C	ISO 178	GPa	approx. 12 / approx. 9
Resistivity	IEC 60167	Ohm x cm	$\geq 1 \times 10^6$
Iron content		%	approx. 75
Glass content		%	approx. 7
Resin content		%	approx. 18
Temperature index	IEC 60216	°C	approx. 155

All information given here is based on currently available facts and on the results of experiments performed with all due care in our laboratories. It does not in any way reduce the responsibility of the user for carrying out further tests in order to ensure successful processing and use in specific applications.

ISOVOLTA AG | 2355 Wiener Neudorf Austria
T: +43 5 9595 0 | F: +43 5 9595 9050 | headquarters@isovolta.com | www.isovolta.com
Company No.: 80592 v | Commercial register: Wr. Neustadt | VAT: ATU 142 43 102 | DPR: 8028

V.03/12 | 2012-04-11

Page 2 of 2

MEMBER OF *Consolidated* INDUSTRIES

Sele 29. Isovolta Magnoval 2067 laminaadi andmekaart

laminates

VETROFERRIT

- ▶ High Pressure Laminate with good magnetic permeability
- ▶ High mechanical strength

General description

Vetroferrit is laminate based on epoxy resin and glass fabric with iron powder (approx. 70%) as additive.

Colour
grey/black

Application
Magnetic slot wedges

Former denominations
Vetroferrite
Vetroferrit 432.20

Form of delivery
Sheet sizes 1170 x 1070 mm, for bigger demand also 2070 x 1070 mm
Tolerance of formats 0 / - 30 mm
Thickness in range of 2 to 7 mm
Thickness tolerance - 0 / + 0,8 mm
Ground tolerance - 0 / + 0,2 mm

Material also available as cut to size panels and machined slot wedges acc. to drawing.

Processing

Machining with carbide or diamond tools.

The product properties set forth in this data sheet are based on the results of testing of typical material produced by the affiliated companies of Von Roll Holding Ltd. (underneath referred as Von Roll). Some variation in product properties is typical. Comments or suggestions relating to any subject other than product properties are offered only to call the end-user's or other person's attention to considerations which may be relevant in the independent determination of the use and/or manner of use of product. Von Roll does not claim or warrant that the use of its product will have the results described in this data sheet or that the information provided is complete, accurate or useful. The user should test the product to determine its properties and its suitability for the intended use. Von Roll expressly disclaims any liability for any damage, harm, injury, cost or expense to any person resulting directly or indirectly from that person's reliance on any information contained in this data sheet. Nothing contained in this data sheet constitutes representation or warranty as to any matter whatsoever. Von Roll makes no warranties whatsoever in this data sheet, expressed or implied, including any implied warranty of fitness for a particular use or purpose. Von Roll shall in no event be liable for incidental, exemplary, punitive or consequential damages.

	Value	Test norm
Mechanical properties		
Flexural strength	MPa 180	ISO 178
Flexural strength at 150°C / 1h	MPa 150	ISO 178
Modulus of elasticity in flexure at 23°C, flatwise	MPa 15000	ISO 178
Modulus of elasticity in flexure at 150°C, flatwise	MPa 10500	ISO 178
Electrical properties		
Volume resistivity	Ω mm ² /m >1.0E+6	IEC 60093
Rel. permeability at induction 0,3 Tesla	2.85	
Rel. permeability at induction 0,5 Tesla	2.50	
Rel. permeability at induction 0,7 Tesla	2.21	
Magnetic induction at field intensity of 1000 A/cm	Tesla 0.39	
Magnetic induction at field intensity of 2000 A/cm	Tesla 0.70	
Magnetic induction at field intensity of 3000 A/cm	Tesla 0.95	
Thermal properties		
Thermal conductivity	W/m.K 1.0	DIN 52612
Coefficient of thermal expansion	1.0E-6 / K 22/24/54 (x/y/z)	VDE 0304
Temperature index (TI)	°C 155	IEC 60216
Physical properties		
Glass transition temperature	°C >150	IEC 1006
Density	g/cm ³ 3.5 + - 0.2	ISO 1183



Von Roll Deutschland GmbH
D-86199 Augsburg
www.vonroll.com

VETROFERRIT

WH OGEKA 14-01-2008

Sele 30. VonRoll Vetroferrit magnetiliste omadustega laminaadi andmekaart

SPInduwedge F HP (High Performance)

Magnetically Conducting Slot Wedges
Temperature Class F (155°C)

Properties:

Spinduwedge is a rolled and pressed slot wedge made of a special epoxy-glass-prepreg which has good magnetic conductivity and high electrical resistance combined with excellent mechanical strength.

Application:

Magnetic wedges can be used for example as induction motor, Wind Generator and Traction Motor slot closure key.

Properties	Unit	Value	Sigma	Standard	Value after prolonged Heating** (14 days at 210°C)	Sigma
<u>Composition</u>						
Glass cloth content	%	~10				
Epoxy Resin content	%	~20				
Iron Powder content	%	~70				
<u>Mechanical Properties</u>						
Flexural strength 23°C	MPa	370	±50	ISO 14125*	370	±20
Flexural strength 155°C	MPa	210	±10	ISO 14125*	290	±20
Module of elasticity 23°C	MPa	24600	±1300	ISO 14125*	23900	±1400
Module of elasticity 155°C	MPa	14400	±400	ISO 14125*	18200	±1500
Impact strength	KJ/m2	146	±8	ISO 179		
<u>Electrical Properties</u>						
Volume resistance	Ohm/cm	>105		DIN 53482		
Magnetic induction	at 1000A/cm / Tesla	0,32				
	at 2000A/cm / Tesla	0,61				
	at 3000A/cm / Tesla	0,87				
<u>Relative permeability</u>						
	at 0,3 Tesla	3,4				
	at 0,5 Tesla	3,2				
	at 0,7 Tesla	2,9				
<u>Thermal Properties</u>						
Temperature index	°C	155		IEC 216		
Glass transition temperature	°C	164		IEC 1006		
<u>Other Properties:</u>						
Density	g/cm3	3,5 ±0,2		DIN 53479		
Thickness	mm					
Color		gray-black				

Dimensions and Tolerances:

According to drawings, as agreed. Pressed to different shapes, with or without cooling channels.

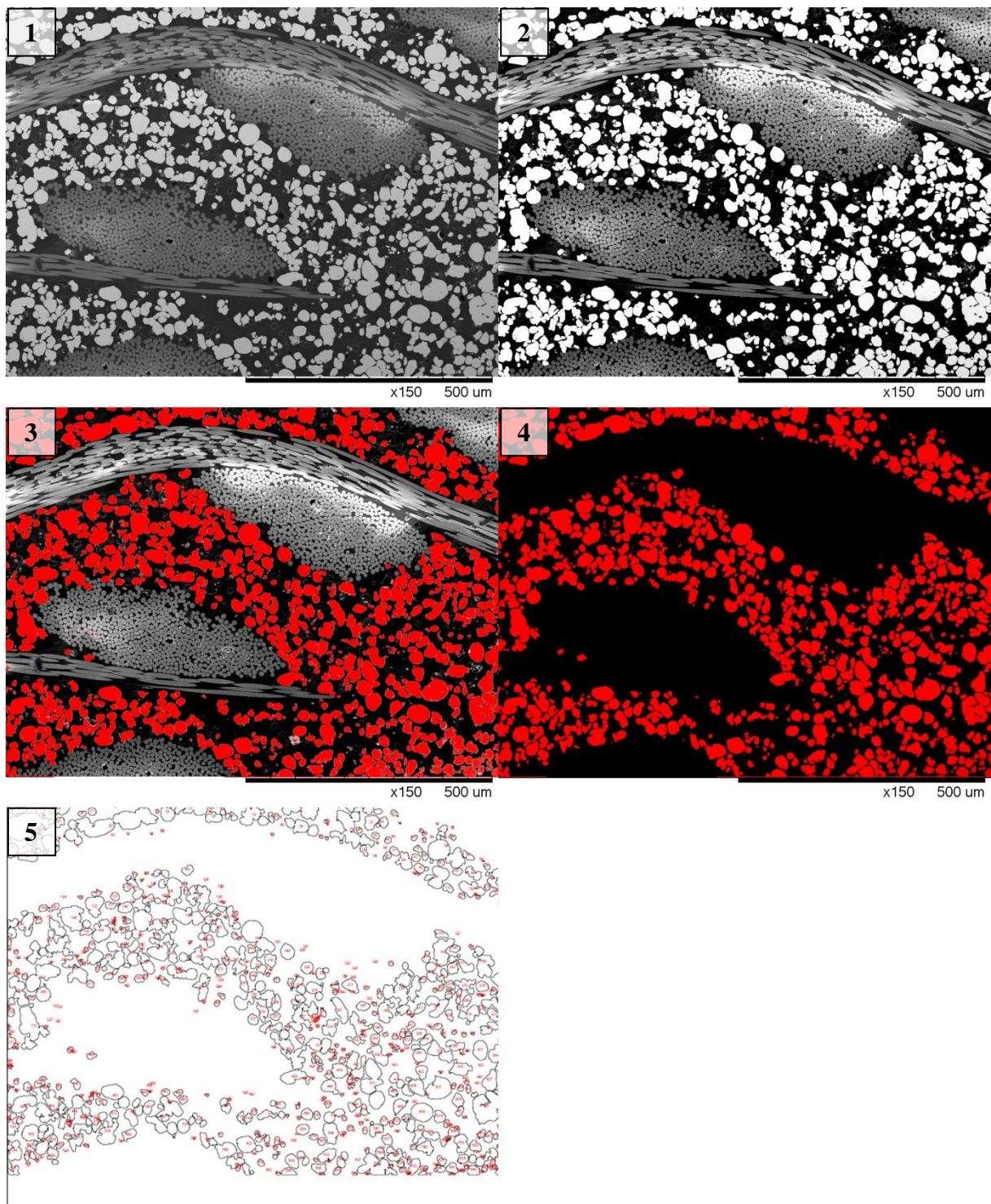
* Similar to ISO 178, which is applied to unfilled fiber-reinforced Materials.

**Due to post curing effects the material properties are increasing on prolonged Heating.

The given Information is based on Test results that have been done with the necessary care and according to actual standards. The user is responsible for correct use in specific applications. Results may vary and are only indicators.

Sele 31. SPIndustries SPInduwedge F andmekaart

Lisa 2. Struktuuri koostisosade eraldamine



Sele 32. Sammud struktuuriosakeste eraldamisel SEM pildil. (1) originaal pilt; (2) kontrast tekitatud erinevate faaside vahele : valge - raud, must- vaik, hall – armatuur. (3), (4) raua osakeste eraldamine muust; (5) pilditöötlus programmi abil on leitud eraldatud kontuuride pindalad – osakeste suurused – ning kogupindala.

