

MŰANYAGOK TULAJDONSÁGAI, VIZSGÁLATOK

Nem elhanyagolható terület a műanyagok vizsgálata

Az alapanyagokat a műanyag-feldolgozók ma már nemcsak az ömledékvizkozítás (Melt-index) mérésével ellenőrizhetik, hanem mélyebb szerkezetvizsgálatokat is végezhetnek. Ez utóbbiaknak különösen a reciklált anyagok feldolgozásánál van jelentősége. Másik szempont, hogy a vizsgálatoknak mind az alapanyagok, mind a feldolgozás, mind a késztermék minősítésére ki kell terjednie.

Tárgyszavak: műanyagok vizsgálata; ömledékvizkozítás; spektroszkópia; molekulasúly-eloszlás; spektrométer; automatizálás; felhőalapú rendszerek; reciklálás.

Fejlesztések a műanyagok vizsgálatában

A vizsgálatok fejlesztését meghatározó trendek a következők:

- a reciklált plimerek használatának növekedése,
- az in-line mérések növekvő alkalmazása,
- a mesterséges intelligencia szerepe,
- a műanyagok viselkedésének előrejelzése egyre inkább követelmény,
- a szigorú követelményeknek való megfelelés igazolására alkalmas tesztek iránti igény,
- az automatizálás és a digitalizálás térhódítása a laboratóriumokban is,
- eltolódás a papírmentes és a felhőalapú ellenőrző rendszerek felé.

A *reciklált anyagok alkalmazása* és annak kézbentartása különösen fontos a kompaundálók számára. Mivel egyre igényesebb termékek gyártásában is használják már a szekunder nyersanyagot, a vizsgálatok jelentősége nagy mind a folyamatirányításban, mind a késztermékek tanúsításában. A feldolgozás szempontjából a legfontosabb az ömledékvizkozítás, vagy a belső (intrinsic) viszkozitás rendszeres ellenőrzése, de más mérésekre is szükség lehet a minőség biztosításához. Ez azt jelenti, hogy a kompaundálásnál, de más feldolgozási technológiáknál is több mérésre van szükség reciklált anyagok használata esetén. A műszergyártóknak azt is figyelembe kell venni, hogy a feldolgozást végzők számára ez új kihívást jelent, mivel a vizsgálatok végzése korábban nem az ő feladatuk volt. A feldolgozók számára a számításokat is automatikusan elvégző, felhasználóbarát kezelő felülettel rendelkező ömledékmérő műszereket fejlesztettek az üzemi használatra. Legjobb megoldás erre a problémára az ömledékvizkozítás in-line mérésére alkalmas rendszerek, amelyeneket például az amerikai Dynisco cég fejlesztett főleg a kompaundálók részére. Az in-line

mérésekből kapható adatok teljes képet adnak a folyamatról, és lehetővé teszik a szükséges döntések azonnali meghozását.

Nagymértékben segítik a felhasználót az *intelligens műszerek*, amelyek főleg a kiértékelésnél helyettesítik a szakértelmet. Például az amerikai Agilent Technologies legújabb generációs ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer – induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria) elemvizsgáló rendszerében az érzékelők olyan szoftverhez kapcsolódnak, mint például az *IntelliQuant*, amely összegyűjti a teljes hullámhossztartományból az adatokat és ajánlásokat tesz a kiértékeléshez. Az *Agilent 5800 és 5900* ICP-OES rendszerek olyan intelligens algoritmust használnak, amely elvégzi a háttérkorrekciót, a görbe illesztését és az adatok analízise alapján az automatikus hibakeresést is. Az intelligens műszerekbe olyan szenzorokat is beépítenek, amelyek jelei alapján a szoftver követi a műszer állapotát és jelzi a karbantartás szükségességét. A polimerek feldolgozásánál az ICP-OES rendszer a nyomelemek (például a cink az adalékokban) azonosítására és mennyiségének meghatározására alkalmas.

A *molekulasúly eloszlásának mérésére* szolgáló GPC mérésekhez fejlesztette ki az Agilent új érzékelőjét, a High Temperature Evaporative Light-scattering Detectort (HT-ELSD). Ez a hagyományosan használt refraktív index detektoroknál (RI) megbízhatóbb eredményt ad a molekulasúly eloszlásra. A detektor jele ugyanis arányos az adott frakció koncentrációjával a molekulasúlytól és a polimer típusától függetlenül. Az új detektor beállási ideje egy óra, ami lényegesen rövidebb a DRI detektornál szükséges néhány óránál. Nagyobb az elérhető érzékenység is, ami különösen fontos az ultranagy molekulasúlyú PE-nél (PE-UHMW). További előny, hogy a rendszer sokkal rugalmasabb az oldószer megválasztásában, és magasabb hőmérsékleteken is használható. Ennek eredményeképpen többféle polimerre alkalmazható.

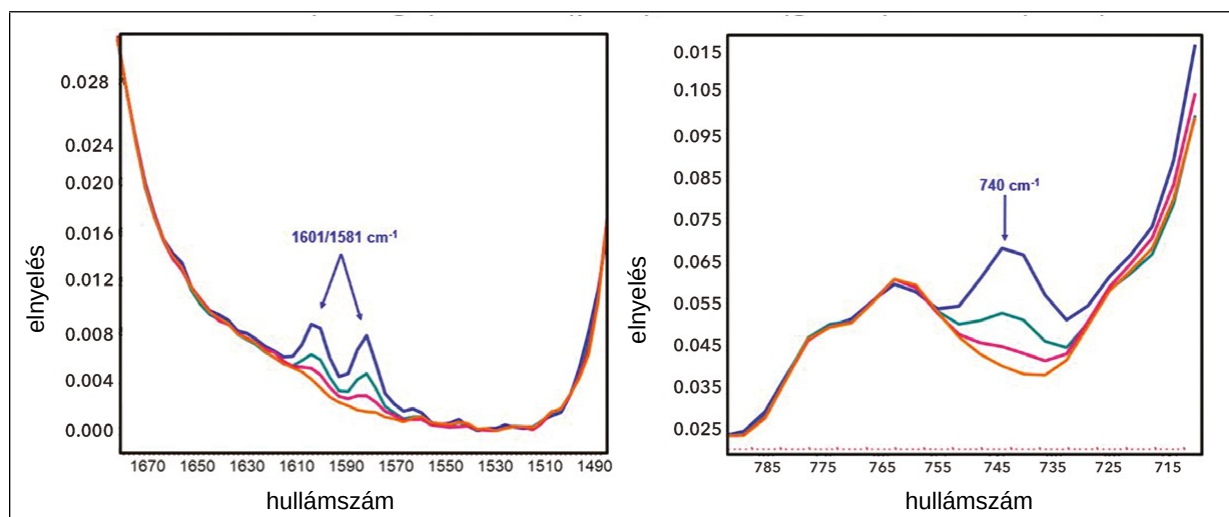
A német Spectro cég (az amerikai Ametek leányvállalata) *spektrométereket* gyárt *elemvizsgálás* céljára. 2018-ban vezette be *ICP Analyzer Pro* néven új szoftvercsomagját, amely egyszerűsíti a használatot, és az adatfeldolgozás gyorsabb a korábbi változatoknál. Új röntgen fluoreszcencia spektrométere (XRF) különböző anyagok kémiai összetételének meghatározására szolgál, beleértve az adalékanyagok – töltőanyagok, pigmentek, égésgátlók és stabilizátorok – meghatározását a kompaundokban, egészen kis koncentráció esetén is. Az XRF műszerek hordozható változatban is készülnek, és mind a minőség, mind a folyamat ellenőrzésére alkalmasak. Jelzi és mennyiségileg is meghatározza a nehéz fémeket (ólom, króm, kadmium) és alkalmas a felületi hibák kimutatására is.

Vezető szerepet játszik az anyagvizsgáló műszerek területén az amerikai Thermo Fisher Scientific cég, amely a közelmúltban hozta ki legújabb *FTIR (Fourier transzformációs infravörös) spektrofotométere*t. Ez a spektroszkópia jól használható a keverékek összetevőinek kvalitatív és kvantitatív meghatározására. Előnye, hogy gyors: elegendő a vizsgálandó anyag egy darabját a készülék ATR („Attenuated Total Reflectance” – gyengített teljes reflexió) kristályára helyezni, és az analízis egy percen belül elkészül. A legújabb *Fisher Scientific Nicolet Summit iS50* típus a műszer részét képező számítógépen keresztül összeköthető a laboratóriumi adatkezelő rendszerrel, vagy a *Thermo Scientific OMNIC Anywhere* nevű felhőbázisú spektroszkópai alkalmazással. Ez a fejlesztés a felhasználóknak azt az igényét kívánja kielégíteni, hogy az adatfeldolgozás, sőt a mérés működtetése is a felhőben történjen. Így megoldható, hogy egy központi laboratórium által kifejlesztett rendszert a felhőn keresztül használják a világon bárhol. Egy ilyen rendszerben a központi

szolgáltató távirányítással képes hibát keresni, vagy szoftvert fejleszteni a hálózat minden tagjánál. Ez segíti a spektrométerek beépítését olyan folyamatokba is, ahol a szakemberek nem rendelkeznek speciális spektroszkópiai tudással, és lehetővé válik pl. a lágyítók folyamatos automatikus azonosítása és mennyiségének meghatározása. Újítás az is, hogy beépítenek egy több színű LED jelzőrendszert, amely azonnal jelzést ad a mérési eredmény megfelelőségéről vagy eltéréséről.

Tovább fejlesztette *Raman spektroszkóp* családját is a Thermo Fisher cég. Legújabb modelljei a *Thermo Scientific DXR3xi Raman Imaging* mikroszkóp, a *Thermo Scientific DXR3 Raman* mikroszkóp és a *Thermo Scientific DXR3 SmartRaman* spektrométer. Míg az FTIR a felületről kapja az információt, a Raman spektroszkópiával az anyag belsejét vizsgálják, feltéve, hogy az anyag a lézersugár számára transzparens. A Raman spektroszkópia elsősorban kvalitatív eredményt ad, például az erősítő szálak vagy a töltő anyagok eloszlásáról.

Napjainkban egyre fontosabb a különböző egészségkárosító anyagok jelenlétének kizárása. Ezek közül is az egyik legfontosabb a lágyítóként használt és károsnak talált *ortoftalátok* használatának kimutatása. Az amerikai Actus Analytical cég az FTIR spektroszkópián alapuló módszert fejlesztett ki, amely 0,1%-ig ki tudja mutatni az ortoftalátok jelenlétét. A módszer nem igényli a minta roncsolását. A méréshez az *Agilent 4500 FTIR* műszert használja, amelynek a kezelése kifejezetten egyszerű. Az Actus módszere a mintában az ortoftalátokra jellemző rezgéseket mutatja ki, ahogy ezt az *1. ábra* mutatja. A cég szerint nem fordul elő hamis negatív eredmény, mivel a referenciában minden ortoftalát szerepel, és a kimutatás a szabályozásban előírt 0,1% alatt is lehetséges. A módszer csak az ortoftalátokat mutatja ki, a többi ftalátot és más lágyítót nem. Nem képes azonban specifikálni a talált ortoftalát típusát, ehhez további mérésre, pl. gázkromatográfiára van szükség.



1. ábra: Ortoftalátok kimutatása FTIR spektroszkópiával két hullámszám-tartományban (Actus cég módszere, Agilent 4500 FTIR műszer)

A mérések területén is végbemegy a *digitalizáció*, azaz az adatokat egyre inkább digitálisan jelenítik meg a papír helyett. A német Anton Paar cég *AP Connect* néven olyan szoftvert fejlesztett, amely a különböző laboratóriumi eszközöket összeköti egy szoftver rendszerrel, amely az adatokat továbbítja a központi adatbázisba, illetve az adatfeldolgozás rendszerébe.

Automatizált mérőműszereket fejleszt a kanadai LabsCubed cég. Az új *CubeOne* szilárdságmérő műszer és a hozzátartozó szoftver automatikusan gyűjt és analizál több mintát emberi beavatkozás nélkül. Egy robotkar végzi a minta precíz befogását, majd kiemelését. A cég szerint az automatikus vizsgálat négyszer pontosabb és hússzor gyorsabb a kézi vizsgálatnál.

A *molekuláris szerkezet* és az anyagban jelenlevő kötések megismerését teszik lehetővé az amerikai TA (Thermal Analysis) Instruments cég műszerei, illetve az azok segítségével mérhető termikus tulajdonságok. Legújabb fejlesztésük a DHR (Discovery Hybrid Rheometer) viszkoziméterekhez csatlakoztatható *Rheo-Raman Accessory* tartozék, amely lehetővé teszi a reológiai (folyási) és a Raman spektroszkópiai adatok szimultán gyűjtését. A kétféle adatcsoport kombinációja összefüggéseket ad a kémiai szerkezet és az anyag tulajdonságai között. A *hőmérséklettől függő méretváltozásokat* lehet vizsgálni a cég *Discovery TMA 450* (Thermomechanical Analyzer) típusú műszerével 150-100°C között. A műszer valamennyi dimenzióváltozást képes mérni: nyújtásnál, összenyomásnál és hajlításnál. A műszerrel meghatározható a lineáris hőtágulás, a zsugorodás, a lágyulási és üvegesedési hőmérséklet, sőt opcióként a merevség, a csillapítási tulajdonságok, valamint a kúszás és a feszültség relaxációja.

Kifáradási vizsgálatok céljaira két új műszert ajánl a TA Instruments. Mindkét műszer súrlódásmentes motort használ, ami biztosítja a stabilitást a nagy ciklusszámú vizsgálatoknál. Az *ElectroForce 3300 Series III* 100Hz terhelési frekvenciáig mér 1000 vagy 3000N erővel. Az *MSF16* (Multi-Specimen Fatigue) műszer egyszerre 16 mintát képes vizsgálni.

Az *atomerő-mikroszkóp* (AFM – atomic force microscopy) nagyon jól alkalmazható a polimerek szerkezetének és tulajdonságainak meghatározására. A brit Oxford Instruments amerikai leányvállalata, az Asylum Research új fejlesztése a *Jupiter XR AFM* nagyobb, akár 200 mm-es minták vizsgálatára is megfelel. A cég új szoftver platformot is fejlesztett AFM műszereihez. Ez az *Ergo* szoftver platform kiemelten felhasználóbarát, ugyanakkor képes arra, hogy automatikusan kiszámítsa a vizsgálatához optimális beállításokat.

A *mesterséges intelligencia használata* várhatóan a polimeranalízisben is szerepet kap. A brit Malvern Panalytical műszergyártó cég együttműködési szerződést kötött a Bristoli Egyetemmel, amelynek célja közös fejlesztés az adatelemzés, a gépi tanulás és a mesterséges intelligencia területén. A cég a kooperáció keretében nyitotta meg adatközpontját (Data Science Hub) az egyetem Engine Shed innovációs központjában. A partnerek közös célja az innovatív eszközöket alkalmazni képes szakemberek képzése és a műszergyártó cég termékeinek fejlesztése.

A vizsgáló kapacitás működése egy műanyag feldolgozó cégnél

Nem lehet vitás, hogy a feldolgozásra kerülő polimer tulajdonságainak és a feldolgozási körülmények közötti viselkedésének ismerete egyértelműen javítja a feldolgozó cég

teljesítményét. Ennek alapján alapvető jelentőségű egy jól felszerelt és jól képzett személyzettel rendelkező laboratórium megléte. Jól illusztrálja ezt az amerikai Teel Plastics cég, amely elsősorban extrúziós termékeket – csöveket, profilokat – gyárt, de 2017 óta fröccsöntő üzeme is van. A cég 2010-ben külön üzletágként hozta létre vizsgáló laboratóriumát az ISO 17025 szabvány szerint tanúsított Teel Analytical Laboratories-t.

A laboratórium méréseket végez az alapanyagnál, a feldolgozás során és a végterméknél is. A legfontosabb vizsgálatok a három fázisban:

- Alapanyag: termikus analízis (DSC), fizikai vizsgálatok (sűrűség, folyásindex, részecskeméret, keménység), kémiai elemzés (FTIR),
- Feldolgozásnál: kémiai analízis (nedvesség, folyadékkromatográfia) termikus analízis (TGA), mikroszkópia többek között habosított termékeknél a cellaméret meghatározására,
- Végtermék: mechanikai vizsgálat (húzó,- hajlító,- ütővizsgálatok), folyadékkroma-tográfia, mikroszkópia, valamint a vevők által előírt egyéb vizsgálatok.

A laboratóriumban évente 75–100 műanyagot vizsgálnak széles spektrumban a PE-HD-től a PEEK-ig, vagy a poliszulfonig. Ennek alapján jelentős anyagismerettel rendelkeznek, amellyel segítenek a vevőknek az alapanyag optimális megválasztásában. Az alapanyag ellenőrzésére tételenként 5-10 mintát vizsgálnak. A laboratórium a műszerek mellett kísérleti feldolgozó gépekkel is rendelkezik, és így a vizsgálatok segítségével képesek a különböző feldolgozási és alkalmazástechnikai problémák megoldására is.

Összeállította: Máthé Csabáné dr.

Markarian, J.: Polymer analysis adapts to a changing world = Compounding World, www.compoundingworld.com, 2020. január, p. 41–48.

Materials Knowledge Pays Off at Teel Plastics = www.ptonline.com 2020. november.