A műanyag alapanyagok és a gyártott termékek tulajdonságainak ellenőrzése

Tárgyszavak: minőség-ellenőrzés; minőségbiztosítás; amorf anyagok; részlegesen kristályos anyagok; termikus tulajdonságok; Vicat hőállóság; terhelés alatti behajlás hőmérséklete; vastagságmérés.

A mai versenyhelyzet és a fokozott minőségi igények különösen fontossá teszik mind az alapanyagok, mind pedig a gyártott termékek jellemző tulajdonságainak ellenőrzését. Bizonyos tulajdonságok vizsgálatára jól bevált módszerek állnak rendelkezésre, ezek alkalmazásakor a mérési körülmények pontos meghatározására és betartására kell ügyelni. Más esetekben – elsősorban új termékek gyártásakor – szükség lehet új, megbízható módszerek kifejlesztésére. A következőkben mindkét esetre mutatunk be példát.

Műanyagok hőállóságának mérése

A termikus vizsgálatok rendkívül fontosak a laboratóriumban elvégezhető és a műszaki adatlapra felkerülő vizsgálatok közül. A hőre lágyuló anyagok esetében nagyon fontos adat a *Vicat-féle lágyuláspont* és a *terhelés alatti behajlás hőmérséklete (HDT*, heat deflection temperature). A következőkben röviden bemutatjuk az alkalmazott módszereket, illetve a kapott eredményeket befolyásoló szerkezeti tényezőket. Mindkét vizsgálatot ASTM vagy ISO szabvány szerint végzik, vagyis ezek szabványos vizsgálatok. Ez azt jelenti, hogy *a minták mérete, alakja, a mérés körülményei és a berendezés szigorúan szabályozott, ami lehetővé teszi a különböző laboratóriumokban kapott eredmények összehasonlítását. A mért értékek anyagtulajdonságok, és nem a termék viselkedésére vonatkoznak.* Az így kapott eredményekből nem lehet minden további nélkül a végtermékben mutatott viselkedésre következtetni, hiszen ott a mechanikai feszültség, a hőmérséklet, a méret, a mérési környezet stb. erősen eltérhet a szabványban előírtaktól. A másik fontos tényező, amelyet figyelembe kell venni, hogy a valóságos alkalmazási körülmények között az anyagot általában sokkal hosszabb ideig teszik ki a magas hőmérséklet hatásának, mint a szabványosított vizsgálatban, ami jóval komplexebb folyamatokat indít be (pl. fizikai, kémiai öregedés). *Összehasonlításra* azonban mindképpen *al-*

kalmasak ezek a vizsgálatok, és az eredmények alapján eldönthető, hogy egy adott feladatra egyik vagy másik anyag az alkalmasabb, és arra is, hogy minőségbiztosítási vizsgálatokban ellenőrizzék a gyártók által szavatolt adatok érvényességét.

A Vicat-féle hőállóság és a terhelés alatti behajlás hőmérséklete

A Vicat-féle lágyuláspont az a határhőmérséklet, ameddig az anyag rövid ideig terhelhető, de ez a vizsgálati érték nem alkalmas a tartós terhelési határ előrejelzésére. A méréssel *azt a hőmérsékletet határozzák meg, amelyen egy 1 mm^2 felületű, hengeres fémcsúcs 1 vagy 5 kg terheléssel 1 mm mélységig hatol be az anyagba.* A mérést 50 vagy 120 °C/h sebességgel fűtött termosztátban végzik. A termosztátot keringő folyadék melegíti fel. Az *ISO 306* és az *ASTM D 1525* szabvány a sima felszínű és planparallel felületekkel határolt minták minimális vastagságát rögzíti, amelynek legalább 3 mm-nek kell lennie. A minimális vastagságot több vékonyabb minta egymásra rétegezésével is el lehet érni.

A terhelés alatti behajlás hőmérséklete (HDT) azt a hőmérsékletet jelzi, ahol egy mechanikailag terhelt, viszonylag magas hőmérséklet hatásának kitett minta nagy valószínűséggel meghajlik – ami valós alkalmazásban a tartófunkció elvesztését jelenti. A merőleges felületekkel határolt próbatestet egymástól 100 mm távolságban levő alátámasztások között középen terhelik (0,45 vagy 1,82 MPa nyomással) *és azt mérik, hogy milyen hőmérsékleten éri el a behajlás a 0,25 mm* (vagy egyéb, a szabványban rögzített) *értéket*. A HDT vizsgálatban a termosztáló folyadék fűtési sebessége 120 °C/h, és a Vicat méréshez hasonlóan ez is szobahőmérséklettől indul. A HDT-hez kapcsolható európai, ill. amerikai szabadalmak az *ISO 75* és az *ASTM D 648*. Mivel a vizsgálatok körülményei különbözőek lehetnek, és még egy mérésen belül is eltérhetnek a terhelések, ill. a Vicat esetében különböző fűtési sebességekkel dolgozhatnak, a körülményektől és a mérés típusától függően az egyazon anyagra kapott eredmények is eltérőek lesznek. Összehasonlítani csak a teljesen azonos paraméterekkel végzett mérések eredményeit lehet. Célszerű olyan mérési körülményeket teremteni, amelyek lehetőleg minél közelebb vannak a majdani alkalmazás körülményeihez. Bizonyos műszaki alkalmazásokban (pl. az autógyártásban) egyre fontosabbak a hőálló polimerek (pl. PEEK, PPS stb.). Itt különösen fontos a Vicat vagy a HDT módszer felhasználása az anyagkiválasztásban vagy a minőség-ellenőrzésben. A hőálló polimerek sokszor lehetővé teszik fémek vagy kerámiák helyettesítését egyes szerkezeti elemekben.

A hőállóság összefüggése szerkezeti és egyéb paraméterekkel

Általánosságban azt lehet mondani, hogy *az amorf polimerek Vicat lágyuláspontja az üvegesedési hőmérséklethez, a részlegesen kristályos polimereké pedig az olvadásponthoz van közel.* Az amorf polimerekben a makromole-

kulák eloszlása véletlenszerű, a részlegesen kristályos polimerekben viszont bizonyos fokú rendezettség van. A két polimercsoport az üvegesedési hőmérsékleten, ill. az olvadáspontnál kezd szilárdból folyékony állapotba átmenni. A részlegesen kristályos polimerekben a kristályos mellett amorf fázis is található, amelynek megvan a maga üvegesedési hőmérséklete, de ez mindig jóval alatta marad a kristályosodási hőmérsékletnek, ezért a hőállóságot mindig az olvadáspont határozza meg. Az amorf polimerek esetében csak üvegesedési hőmérséklet van, ezért a Vicat hőállóságot is ez határozza meg.

A amorf polimerek hőállósága a főlánc mozgékonyságától, ill. a térigényes oldalcsoportok jelenlététől függ. Minél merevebb a főlánc (pl. PPS) és minél erősebbek a láncok közötti másodlagos kötőerők (pl. hidrogénhidak a poliamidokban), annál magasabb a hőállóság. A behajlási hőmérsékletnél a modulusnak is szerepe van, ezért az egyébként azonos összetételű anyagok közül a nagyobb molekulatömegű vagy a nagyobb kristályossági fokú mutat jobb hőállóságot.

A HDT-t és a Vicat lágyuláspontot összehasonlítva a HDT mérésekor erősebb az igénybevétel, mert itt mechanikai és termikus terhelés egyaránt hat az anyagra, ezért *az amorf polimerek (pl. polikarbonát, ABS) HDT-vel meghatározott hőállósága általában kb. 10 °C-kal alacsonyabb, mint a Vicat lágyuláspont. A részlegesen kristályos polimerek (poliamidok, PET, PBT) HDT értékének és Vicat lágyuláspontjának különbsége jóval nagyobb, akár a 100 °C is lehet.* A részlegesen kristályos műanyagok amorf fázisának üvegesedési hőmérséklete ugyanis jóval alacsonyabb, mint a kristályos fázis olvadáspontja, és hiába van még a kristályos fázis nagyon távol az olvadásponttól, a meglágyult üveges fázis már lehetővé teszi a terhelés alatti deformációt. A poliamidokon belül a PA 46 kiemelkedően magas HDT értéket mutat (160 °C), amely nem azért magasabb a PA 6 vagy a PA 66 megfelelő értékénél, mert ennek a polimernek sokkal nagyobb az olvadáspontja, hanem azért, mert nagyobb a kristályossági foka.

A Vicat és a HDT érték fontos információt szolgáltat a műanyagok hőállóságáról. A mért értékekből nyilvánvaló, hogy miért választanak szívesen üvegszál-erősítésű PA 6 vagy PA 66 alapanyagot olyan termékhez amelyet magas hőmérsékleten mechanikai terhelés alatt használnak. Az erősítőszálak növelik az anyag merevségét, ami ellensúlyozza az amorf fázis meglágyulását, így a HDT érték közelebb kerül az olvadásponthoz. Az amorf polimerek hőállóságát ezzel szemben az erősítőszálak alig változtatják meg, hiszen ott az üvegesedési átmenet közelében az egész mátrix meglágyul.

Nagyon kis vastagságok mérése

Vékony minták vastagságának mérése ultrahanggal

Az **Elsometer** cég *207* és *207DL* típusnéven kínálja anyagvastagság mérésére alkalmas ultrahangos műszereit. *A készülékek újdonsága, hogy vékony*

rétegek vastagságának mérésére is alkalmasak. Ehhez újszerű, grafitot tartalmazó mérőfejet kellett kifejleszteni. A kalibrálás néhány másodpercen belül elvégezhető ismert vastagságú etalon segítségével. Ezután könnyen meghatározható az ugyanilyen anyagból készült minták vastagsága. *A vékony anyagokon az ún. visszhangok közti eltérés módszerét, vastagabb anyagokon pedig a visszaverődési visszhang módszerét alkalmazzák. A vastagságmérés tartománya 0,15–5 mm*, *a pontosság ±0,002 mm.*

UV-védőrétegek vastagságának mérése átlátszó lemezeken

A Nischwitzben működő **Barlo Plastics** cég összehasonlító vizsgálatokat végzett olyan módszerekkel, amelyek lehetővé tennék *átlátszó műanyagokra mindkét oldalon felvitt UV-védőrétegek vastagságának meghatározását.* Az átlátszó műanyag lemezeket polikarbonátból (PC) vagy glikollal módosított poli(etilén-tereftalát)-ból (PETG) állították elő úgy, hogy koextrúzióval a lemezek mindkét oldalára UV védőanyagot tartalmazó felületi réteget vittek fel. *A védőréteg vastagságát pontosan be kell tartani*, mert a túl vékony réteg nem nyújt elegendő védelmet, a túl vastag pedig indokolatlanul növeli a költségeket.

Szabadtéri használatkor a napsugárzás UV sugarai változást okoznak a makromolekulák szerkezetében, és rontják a műanyag tulajdonságait. Az UV-abszorberek hatása arra épül, hogy elnyelik és nagyobb hullámhosszon újra kisugározzák az elnyelt fotonokat, amelyek így már nem károsítják a polimer szerkezetét. A hatékony UV abszorberek sok konjugált kettős kötést tartalmaznak. Ilyen pl. a 2-hidroxi-benzofenon. A rendelkezére álló sokféle optikai vizsgálati módszer közül jónéhány (interferometria, ellipszometria, különféle intenzitásmérések) nem ad értékelhető eredményt a két réteg közötti csekély optikai különbség miatt. Ugyanez érvényes az ultrahangos vagy a szokványos termikus módszerekre is. Az elnyelésre épülő módszerek is csak az egyik oldalon bevont lemezeknél váltak be.

A radiometriás módszerek közül a röntgensugár-visszaszórás bizonyult valamennyire használhatónak. Ez a módszer azonban még csak a fejlesztés szakaszában van, ezért további módszereket is vizsgálnak, mint amilyen az *impulzustermográfia* vagy a *keresztmetszet videomikroszkópos vizsgálata*.

A termikus vastagságmérés alapját az képezi, hogy az alapanyag és a védőréteg hővezető képessége nem egyforma. Egy on-line alkalmazható módszer egy *infravörös (IR) impulzus utáni hőterjedést vizsgálja mikroszekundumos időtartományban*. Az UV-elnyelő festékek abszorbeálnak bizonyos mennyiségű IR sugárzást is (méghozzá jobban, mint az UV abszorbenst nem tartalmazó anyag), és a hőterjedés a két oldalon bevont anyag esetében is vizsgálható.

Az UV abszorber működése során az UV fotonok a fluoreszcencia miatt látható (kék) fénnyé és IR sugárzássá alakulnak, amely már nem veszélyes a

műanyagra. Ezt kihasználva *a minta keresztmetszetét mikroszkóp alatt UV sugárzással megvilágítva a fluoreszcens fény miatt elkülöníthető a védőréteg és a középső műanyag réteg. A kép digitalizálása után a vastagság könnyen meghatározható.* Ez az eljárás ráadásul jóval olcsóbb, mint az impulzus-termográfia.

Dr. Bánhegyi György

Berucci, M.: Thermal tests and polymer structure. = Macplas International, 2004. 2. sz. máj. p. 41–42.

Ultraschall-Messung für dünne Materialien. = KunstStoffTrends, 2003. 3. sz. szept. p. 30.

Dorn, K.-H.; Schenk, J.: Sichtbare Strahlung. = Plasverarbeiter, 55. k. 4. sz. 2004. p. 78–79.