

Öregítési vizsgálatok – még gyorsabban

A gyorsított öregítési vizsgálatoknak nagy a szerepük a műanyag termékek várható élettartamának meghatározásában, valamint a termékfejlesztés gyorsításában. Korábban az ún. természetes öregítési vizsgálatok is népszerűek voltak, azonban ezek jelentősége csökkent, éppen a folyamatok gyorsítási igénye miatt. Az alábbiakban a az erre szolgáló legújabb készülékeket mutatjuk be.

Tárgyszavak: műanyagok öregedése, természetes öregítés, mesterséges öregítés, vizsgálatok

Mesterséges öregítési vizsgálati módszerek

A gyártók a fejlesztéseket minél rövidebb idő alatt kívánják lebonyolítani, amihez az új termékek minősítését is gyorsítani kell. Másfelől a műszaki műanyagok és kompaundok várható élettartama egyre hosszabb. Jó példa az öregítési vizsgálatok problémájára, hogy pl. egyes műanyag csövek várható élettartama 100 év, amit vizsgálatokkal kellene alátámasztani. Napjainkban a gyorsított vizsgálatokat leggyakrabban emelt hőmérsékleten végzik, függetlenül attól, hogy a valós alkalmazás körülményei milyenek. Ez megrövidíti a műanyagok relaxációs idejét és meggyorsítja a fizikai és kémiai öregedési folyamatokat. A hőmérséklet emelkedése során a tönkremenetel mechanizmusa nem változik, az úgynevezett idő-hőmérséklet szuperpozíciós elv alkalmazható legalábbis mérnöki, műszaki célokra, és gyakran lehetséges sok műanyag esetében. Sokszor a gyorsító faktorok az Arrhenius összefüggéssel vagy a WLF (Williams-Landel-Ferry) összefüggéssel írhatók le. Az előbbit inkább az üvegesedési hőmérséklet alatt, az utóbbi felette alkalmazzák. Az úgynevezett eltolási faktorok úgy kaphatók meg, hogy a különböző hőmérsékleten felvett, az idő logaritmusának függvényében ábrázolt adatokat egy kijelölt referencia hőmérséklethez képest vízszintesen eltoljuk úgy, hogy az összes adat egyetlen „mestergörbére” essen. Végül ezeket a logaritmikus eltolási faktorokat ábrázoljuk a felvételnél használt abszolút hőmérséklet reciprokának függvényében. Az Arrhenius összefüggés esetében egyenest kapunk, amelynek meredeksége a folyamat aktiválási energiájával arányos. A WLF összefüggés esetében, amely görbült alakot mutat a fenti ábrázolásban, három paramétert kell megállapítani, ezek egyike a dilatometriás T_g , a másik két paraméter általában közel állandó. Mindkét összefüggés lehetővé teszi, hogy a magasabb hőmérsékleten felvett, rövidebb idejű adatokat szobahőmérsékletre vetítve hosszabb élettartamokat is megbecsüljünk.

Az utóbbi években a **Süddeutsche Kunststoff Institut**-ban (SKI) több gyorsított vizsgálati módszert fejlesztettek ki a műanyagok hosszútávú viselkedésének meghatározására. Ezek egyike a *Stepped Isothermal Method* (SIM) (lépcsőzetes izotermikus módszer), a másik a *Stepped Stress Method* (SSM) (lépcsőzetes feszültség módszer).

A folyási vizsgálatok során a mintákat lépcsőzetesen emelkedő hőmérséklet (SIM) és feszültség (SSM) éri, és az adatokból egy kúszási mestergörbét lehet felvenni a létrejövő feszültség álaszokból. A vizsgálat lehetővé teszi, hogy egy-két nap alatt a minta hosszútávú viselkedését, várható kúszási tulajdonságait meg lehessen becsülni.

A poliolefineknél jelentkező lassú repedések növekedésére két új vizsgálati módszert dolgoztak ki az SKI-ban. Ezek a *Cracked Round Bar* (repszett hengeres rúd, CRB) vizsgálat és a *Strain Hardening Test* (feszültségkeményedési vizsgálat, SHT), amelyeket hamarosan ISO szabványként fogadnak el.

Az SHT modulus arányos a közegekben mért tönkremeneteli időkkal. A hőkamrák helyett az öregítési vizsgálatokat nagynyomású autoklávokban végzik, hogy nagy sebességgel meghatározzák a műanyagok termooxidatív tönkremenetelét. A vizsgálatot az oxigén nyomásának növelésével gyorsítják.

Időjárásállóság

A műanyagokat, különösen a szabadban (kültéren), visszafordíthatatlan fizikai és kémiai változások érik, az UV sugárzás, a hő és a nedvesség hatására. Az UV sugárzás oxigén jelenlétében fotooxidációs folyamatokat indít.

Az összefoglalóan időjárásállóságnak nevezett tulajdonságot régóta vizsgálják a szabadban létrehozott vizsgálati állomásokon (1. ábra). Itt a mintákat látható fény (400–780 nm), UVA (400–315 nm) és UVB (315–280 nm) tartományú sugárzás éri. Az amerikai Atlas cégnek jelenleg is állomásai vannak az USA-ban, Indiában, Ázsiában, Ausztráliában és Európában. Ahogyan egyre nőtt a műanyag termékek élettartama, úgy felmerült az öregítés gyorsításának igénye is. Kifejlesztettek mesterséges öregítő berendezéseket is.



1. ábra. Az Atlas természetes öregítési táblái Phoenixben (Arizona).

Az amerikai Atlas Material Testing Solutions cég vezető gyártója az ilyen berendezéseknek, immár 100 éve. A legújabb típus a sokoldalú Xenotest 440, amely két 2200 W-os xenon lámpával van felszerelve. Ezek jelentős mértékben gyorsítják az öregedést.

Kínálatukban szerepel a Suntest XXL+, amely teljesíti a műanyagokra és bevonatokra vonatkozó szabványokat, vizsgálati felülete 3000 cm². A Suntest XLS+ 1170 cm² vizsgálati felülettel rendelkezik. Mindkét berendezésben lehetőség van 3D minták elhelyezésére.

Az Atlas VIEW (Virtual Inspection and Evaluation of Weathering) néven bevezetett szolgáltatása keretében műszaki segítséget nyújt partnereinek az öregítési eredmények kiértékelésében. A szolgáltatást hamarosan világszerte igénybe lehet majd venni.

Applied Optix cég UV lámpákkal felszerelt berendezéseket kínál EYE Super UV Tester néven. Ezekben a 295 nm-nél (UVC) kisebb sugarak hiányoznak, de a megmaradók intenzitása 30-szor nagyobb a napsugárzásnál. Az így kapott eredmények jól megfelelnek a természetes öregítés eredményeinek. 5 évig tartó természetes öregítést a berendezésben 10 nap alatt el lehet érni. További előny, hogy a berendezés nemcsak vizsgálati minták, hanem bevonatok, autóipari, építészeti stb. alkalmazások minősítésére használható.



2. ábra. SUNTEST XXL+ mesterséges öregítő berendezés.

UVC besugárzás meghatározása

Habár az UVC (280–180 nm) besugárzás nem ér le a Föld felszínére, előfordul, hogy a műanyagokat ilyen igénybevétel éri. A műanyag adalékokat fejlesztő angol Radical Materials cég szerint vízfertőtlenítő eszközök, gyógyászati termékek és más felületek igénylik az UVC besugárzás vizsgálatát. Erre

fejlesztették ki az *Ultraviolet Germicidal Irradiation* (UVGI) (UV fertőtlenítő besugárzás) nevű eljárást. A COVID még jobban megerősítette, hogy sok esetben, pl. szállítás, élelmiszerfeldolgozás, egészségügy, szükség van a baktériumok és vírusok jelenlétének kimutatására.

Amíg az UVA és az UVB sugárzás eléri a Föld felszínét, addig az UVC-t az ózón réteg kiszűri. Emiatt a műanyagok ellenállását UVC sugárzással szemben általában nem is vizsgálják. Pedig ez a tartomány nagyobb energiájú és nagyobb mértékben degradáló hatású. Ma már van készülék ennek a vizsgálatára, amelyben például egy egyéves UVC besugárzást 17 órás ciklussal lehet elérni. Az eljárás szabványosítására az ASTM International szabványosító hivatal az ASTM G224 publikációt jelentette meg. A még fennálló problémák megoldásában az anyagvizsgálatokban tapasztalt **Q-Lab Corporation** cég vesz részt.

Gyorsított és valós idejű öregítés

Általánosságban célszerű megjegyezni (és sok területen meg is követelik, pl. az egészségügyi alkalmazások esetében), hogy a gyorsított vizsgálatok alkalmasak ugyan az anyagfejlesztésre és még a termékek várható élettartamának becslésére is elfogadják őket a hatóságok, de célszerű a valós idejű használat során mérhető paramétereket időszakosan összehasonlítani a gyorsított vizsgálatok eredményeivel, és sok esetben a végleges várható időtartam értéket csak akkor fogadják el a hatóságok, ha a gyorsított öregítési adatok mellett már valós idejű adatok is rendelkezésre állnak. Az esetleges eltéréseknek sokféle oka lehet. Az egyik az, hogy a kémiai öregedés mellett fizikai öregedés is lezajlik (részben kristályos polimerek esetében átkristályosodás, amorf polimerek esetében az üvegesedési hőmérséklet alatt a szerkezet fokozatos „tömörödése”), ami a gyorsított öregítés körülményei között nem alakul ki. A magasabb hőmérsékletű adatok extrapolációja szobahőmérsékletre csak akkor megengedett, ha nincs közben fázis- vagy relaxációs átmenet az anyagban, ami megváltoztatja az aktiválási energiát. Végül a kémiai reakciók Arrhenius modellje csak akkor megbízható, ha van egy olyan sebességmeghatározó reakció, amely „legszűkebb keresztmetszetként” viselkedik, és ennek aktiválási energiáját használjuk a számításoknál. Ha viszont több párhuzamos reakció fut, a hőmérséklet emelésével olyan reakciót „gyorsíthatunk ki”, amely teljesen jelentéktelen a szobahőmérsékletű folyamatokban. Ha tehát gyorsított tesztekkel használunk az anyagfejlesztéshez vagy a várható élettartam megállapításához, mindig ellenőrizni kell kapott eredményeket a folyamatosan növekvő valós idejű tesztek eredményeivel.

Összeállította: dr. Orbán Sylvia

www.compoundingworld.com, 2023. szeptember, p. 43-48.

www.atlas-mts.com

<https://www.atlas-mts.com/knowledge-center/atlas-weathering->