

## 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 fontosá 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-*

*kalmassak* ezek a vizsgálatok, és az eredmények alapján eldönthető, hogy egy adott feladatra egyik vagy másik anyag az alkalmasabb, és arra is, hogy minőségbiztosítási vizsgálatokban ellenőrizték 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<sup>2</sup> felületű, hengeres fémcsőcs 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 kitétt 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 anyag kiválasztásban 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 hőmérsékletéhez, 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 olvadáspontonál 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 mozgékonyaságától, ill. a tégelyes 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 mérések 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  $\pm 0,002$  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 rendelkezésre 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 (még hozzá 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) fénné 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.