

Polimerek mérés technikája

**Szakács, Hajnalka, Pannon Egyetem
Varga, Csilla, Pannon Egyetem
Nagy, Roland, Pannon Egyetem**

Polimerek mérés technikája

írta Szakács, Hajnalka, Varga, Csilla, és Nagy, Roland

Publication date 2012

Szerzői jog © 2012 Pannon Egyetem

A digitális tananyag a Pannon Egyetemen a TÁMOP-4.1.2/A/2-10/1-2010-0012 projekt keretében az Európai Szociális Alap támogatásával készült.

Tartalom

Előszó	viii
Rövidítésjegyzék	ix
1. A mérés technika jelentősége	1
2. A mérés technika fejlődése	3
3. Műanyagok és kompozitok fizikai tulajdonságai	5
1. Polimerek általános szerkezete	5
2. A polimerek fizikai állapotai és jellemzői	6
2.1. Polimerek molekulatömegének meghatározása	8
3. Keménységvizsgálat	10
3.1. Statikus keménységmérés	11
3.2. Dinamikus keménység mérés	14
4. Sűrűség	18
4.1. Szilárd anyag sűrűségének meghatározása piknométerrel	19
4.2. Szilárd anyag sűrűségének meghatározása hidrosztatikai módszerrel	20
4.3. Műanyagok sűrűségének meghatározása sűrűséggradiens csővel (ASTM D1505, ISO R 1183)	20
5. Nedvességtartalom meghatározása	21
6. Hamutartalom meghatározása	22
7. Ütőszilárdság	23
8. Elektromos vezetőképesség	27
9. Hővezető képesség	40
10. FT-IR spektroszkópia	40
4. Műanyagok és kompozitok morfológiai jellemzőinek meghatározása	44
1. Mikroszkópos vizsgálati módszerek	44
1.1. A mikroszkópos anyagvizsgálat	46
1.1.1. A mikroszkópos anyagvizsgálat eszközei és módszerei	46
1.2. Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)	50
1.3. Atomerő mikroszkópia (AFM)	53
2. Termikus analitikai módszerek	54
2.1. Differenciáltermoanalízis (DTA)	54
2.2. Differenciális pásztázó kalorimetria (DSC)	56
2.3. Termogravimetria (TGA)	57
2.4. Termomechanikai analízis (TMA)	58
5. Műanyagok és kompozitok mechanikai tulajdonságai	61
1. A feszültségek fajtái	61
2. Mechanikai igénybevételek	62
2.1. Próbatestek	69
3. Húzóvizsgálat	71
4. Hajlító vizsgálat	75
5. Nyomóvizsgálat	78
6. Fárasztásos vizsgálatok	81
6.1. Fárasztásos hajlítóvizsgálat	82
6.2. Fárasztásos húzóvizsgálat	83
6.2.1. Tönkremeneteli mechanizmusok	83
6.3. A fárasztásos húzóvizsgálatot befolyásoló tényezők és a vizsgálat korlátai	87
6. Reológiai vizsgálatok	89
1. A reometria definíciója	89
7. KAPILLÁRIS VISZKOZIMÉTEREK	90
1. Elméleti megfontolások	90
2. Alapelvek	90
3. Abszolút és relatív mérések	90
3.1. Abszolút mérések	90
3.2. Relatív mérések	91
8. ROTÁCIÓS VISZKOZIMÉTEREK	92
1. Elméleti megfontolások	92
9. Öregítés vizsgálatok	93

10. Szabványok	97
1. A mérés technikával kapcsolatos alapelvek és elvárások	98
1.1. Alapelvek	98
1.2. Specifikáció és szabványok	98
1.3. A specifikációk célja	100
1.4. Alapformátumok specifikációkra	100
1.4.1. Osztályozási rendszer	103
1.4.2. Igények	103
1.4.3. Mintavételezés és kondicionálás	104
1.4.4. Mérési módszerek	104
2. Nemzetközi szervezetek	104
11. Mérési adatok feldolgozása és kiértékelése	108
1. Mérőszámok és mértékegységek	108
2. Mértékegységrendszerek	108
3. Méréssel kapcsolatos alapfogalmak	110
4. Hibák	110
5. Statisztikai számítások	110
6. Hiba számítása	115
12. Irodalomjegyzék	117

Az ábrák listája

3.1. A polimerek jellemző molekulatömegei [60]	6
3.2. Amorf polimerek termomechanikai görbéje [60]	7
3.3. Kristályos polimerek termomechanikai görbéje ($T_m > T_f$) [61]	7
3.4. Nagyon nagy molekulatömegű kristályos polimer termomechanikai görbéje ($T_m < T_f$) [61]	8
3.5. A gélkromatográfias elválasztás mechanizmusa vázlatosan	9
3.6. Jellemző gélkromatogram	10
3.7. A statikus keménységmérő sematikus ábrája, ahol F az erő, benyomófej (1), próbatest (2) és alátámasztás (3) [7]	11
3.8. Brinell keménységmérés elvi vázlata [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]	11
3.9. Vickers-féle keménységmérés elve [7]	12
3.10. Knopp-féle keménységmérés sematikus ábrája [7] [6] [21] [22]	14
3.11. Poldi keménységmérő vázlata [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]	14
3.12. Hozzávetőleges kapcsolat a különböző keménységi skálák között polimerek esetében [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]	16
3.13. Sűrűségméréshez alkalmazott piknométer vázlata (1. csőtoldat; 2. szintjel; 3. próbatest; 4. mérleg; 5. üvegedény; 6. desztillált víz) [64]	19
3.14. Az Izod és a Charpy ütőszilárdság vizsgálat közötti különbség sematikus vázlata [18]	24
3.15. A próbatest elhelyezése az alap- és támasztólapokon [19]	25
3.16. Felületi ellenállás mérése [1] [42] [43] [44]	28
3.17. A digitális multiméterekben használatos R/U_{DC} konverter [42] [43] [44]	30
3.18. Ellenállásmérés feszültség-összehasonlítással [42] [43] [44]	31
3.19. Ellenállásmérés áram-összehasonlítással [42] [43] [44]	32
3.20. Ellenállásmérés Wheatstone-híddal [42] [43] [44]	32
3.21. Thomson híd [42] [43] [44]	33
3.22. Az anyagában vezető polimerek néhány jellegzetes képviselője [31]	34
3.23. LED gyártásához felhasználható polimerek [35]	34
3.24. Grafit	37
3.25. Nanocső	37
3.26. Különböző vezetőképességű adalékok hatása a fajlagos térfogati ellenállás változására néhány polikarbonát kompaund esetében [40]	38
3.27. Az elektromos ellenállás hőmérsékletfüggése szén-szálak esetében [41]	39
3.28. Tensor 27 típusú infravörös spektrométer	41
3.29. Infravörös spektrométer elvi vázlata [57]	42
3.30. Ismeretlen összetételű minta FT-IR spektrumának összehasonlítása a szoftveres adatbázissal	43
4.1. Mikroszkópok felépítésének összehasonlítása	44
4.2. ábra Az elektromágneses spektrum [46]	46
4.3. ábra Különböző fajta-fény-hullámformák [46]	47
4.4. Közeg hatása a numerikus apertúra értékére [48]	48
4.5. Pásztázó elektronmikroszkóp	50
4.6. Pásztázó elektronmikroszkóp elvi felépítése [64]	51
4.7. E-típusú üvegszárról készített EDAX felvétel	52
4.8. Üvegfelületről készített atomerő mikroszkópos felvétel ($20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m} \times 420\text{nm}$)	53
4.9. DTA készülék elvi vázlata [65]	55
4.10. DTA görbe [65]	55
4.11. Hipotetikus DSC görbe [57]	56
4.12. TGA berendezés	57
4.13. TMA berendezés [57]	59
4.14. Jellemző TMA görbe [57]	59
5.1. Statikus, tartós igénybevétel valós időbeli lefutása [2]	62
5.2. Rövid ideig tartó, terhelés elméleti és a valódi igénybevétel időbeli lefolyása	63
5.3. Periodikusan változó igénybevételek [2]	63
5.4. Sztochasztikus igénybevétel időbeli lefutása [2]	64
5.5. A terhelések alaptípusai [5]	64
5.6. Egy tipikus feszültség-megnyúlás görbe [1] [1]	67
5.7. Szakítódiaagramon látható feszültség-fajlagos méretváltozás viszonya [9]	67

5.8. A húzás hatására bekövetkező feszültség-megnyúlás diagramja különböző típusú polimerek esetében [8]	68
5.9. a, befogófej típusok; b, különböző típusú próbatestek; c, gyártmányokra jellemző próbatestek [12]	69
5.10. a, befogófej típusok; b, különböző típusú próbatestek; c, gyártmányokra jellemző próbatestek [12]	71
5.11. A feszültség-nyúlás görbék fajtái (a: rideg anyagok, b és c: folyáshatárral bíró szívós anyagok, d: folyáshatár nélküli szívós anyagok, e: elasztomerek) (MSZ EN ISO 527-1:1999) [10]	72
5.12. Univerzális szakítógépj	73
5.13. Szabványos próbatest [6] [12]	74
5.14. Hajlító vizsgálat sematikus ábrája [10]	75
5.15. A nyomószilárdság mérésénél használható próbatestek geometriája [10]	79
5.16. Nyomóvizsgálat [9]	80
5.17. Próbatestek kialakítása a nyomóvizsgálat esetében (ISO 3167) [10]	80
5.18. Fárasztási élettartam (S-N) görbe	82
5.19. Egyirányban erősített kompozitok fárasztási élettartam diagramja	83
5.20. PP mátrix fárasztási diagramja	85
5.21. Kompozitok fárasztási diagramjainak összehasonlítása (○ üvegszál/PP; ● üvegszál/MA-g-PP; -- üvegszál/epoxi)	86
9.1. Frissen fröccsöntött és különböző mértékben öregített minták viszkozitásának alakulása (1. adatlapon rögzített adat, 2. frissen fröccsöntött, 3. 175 °C/48 nap, 4. 175 °C/73 nap, 5. 200 °C/10 nap, 6. 100 °C/122 nap) [54].	94
9.2. Az öregedési vizsgálatok rendszerezése [55]	95
10.1. Kereskedelmi forgalomban lévő polimer adatlapja (1.oldal)	101
10.2. Kereskedelmi forgalomban lévő polimer adatlapja (2.oldal)	102
11.1. Mérési folyamat jel- és rendszerelméleti modellje	108
11.2. A Shore D keménység mérés értékei	111
11.3. A Shore D keménység mérési gyakorisága	112
11.4. A Shore D keménységmérés valószínűsége	114
11.5. A Shore D keménységmérés Gauss-görbéje	114
11.6. Kumulatív eloszlásgörbe	115

A táblázatok listája

3.1. Műanyagok szerkezetének általános ábrázolása	5
3.2. Rockwell-féle keménységmérés elvi vázlata [7] [6] [21]	13
3.3. Shore A, B, C, D keménységmérés szűrőszerszámjai [21]	15
3.4.	21
3.5. Feszültség és árammérők a.) kis ellenállások mérésére, b.) nagy ellenállások mérésére (ahol RV a voltmérő, RA az ampermérő belső ellenállása) [42] [43] [44]	29
3.6. Az analóg multiméterekben használatos R/I konverter. (Deprez műszer) (a) soros ohmmérő, b) párhuzamos ohmmérő [42] [43] [44]	30
3.7. In circuit (áramkörben történő) ellenállásmérés kétféle megvalósítása [42] [43] [44]	33
3.8. Vegyértékrezgések típusai [65]	40
3.9. Deformációs rezgések típusai [65]	41
4.1. A két legelterjedtebben alkalmazott DSC mérőcella [57]	56

Előszó

Ma közel 50 000 szerkezeti anyag ismert. Mivel széles a felhasználható anyagok skálája, a különféle problémák megoldására alkalmas anyagok kiválasztása, a fizikai, mechanikai, kémiai tulajdonságok ismeretében történhet.

A műanyagokhoz kapcsolódó iparágak igen intenzív fejlődésen/fejlesztésen mentek keresztül az elmúlt években, és intenzív fejlődés várható a jövőben is. Nem csak új alapanyagok, kompozit termékek, feldolgozó berendezések jelennek meg, hanem a termékek vizsgálatával, minősítésével kapcsolatban is találkozhatunk számos újdonsággal.

Mivel a polimerek alkalmazás technikája folyamatosan fejlődik, a jellemzők mérésére szolgáló berendezéseknek, mérési elveknek, módszereknek is fejlődnie kell, hogy az ipar számára fontos adatokat pontosan meg lehessen határozni.

E jegyzetben röviden bemutatjuk a polimerek legfontosabb tulajdonságainak meghatározására alkalmas mérési módszereket, berendezéseket. Kitérünk röviden a szabványokra, illetve a mérési adatok feldolgozási módszereire is. Bemutatjuk a polimerek mérés technikája területén az elmúlt évtizedben bekövetkezett változásokat is, hiszen a vizsgálatokkal foglalkozó szakemberek csak akkor tudnak az ipar számára megfelelő információval szolgálni, ha folyamatosan fejlesztik tudásukat az ipar elvárásaival, az új módszerekkel és fejlesztésekkel, amelyekkel a szükséges adatok megfelelő pontossággal meghatározhatók. A mérési adatok összehasonlíthatóságára és megbízhatóságára vonatkozóan szabványokat hoztak létre, amelyek természetesen folyamatosan fejlődnek. Ezekre egyre inkább szükség van, mert manapság egyre több vállalat veszi igénybe külső, vizsgáló laboratóriumok szolgáltatásait, hogy csökkentse a kihasználatlan készülékek beruházási költségeit, a drága üzemeltetési költségeket, hogy a fenntartott laboratóriumi személyzet a nagyobb értékű fejlesztésekre és probléma megoldó tevékenységére koncentrálhasson.

Rövidítésjegyzék

FT-IR	Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia
DMA	dinamikus mechanikai analízis
TG	ermogravimetria
DSC	differentiális pásztázó kalorimetria
SEM	pásztázó elektronmikroszkópia
TEM	transzmissziós elektronmikroszkópia
AFM	atomerő mikroszkópia
M_n	számátlagos molekulatömeg
M_w	tömegátlagos molekulatömeg
T_g	üvegesedési hőmérséklet
T_m	olvadáspont

1. fejezet - A mérés-technika jelentősége

Az elmúlt évtizedben jelentősen megváltozott a műanyagok vizsgálata. A műanyagok számos kutatásban és gyakorlatban tapasztalt előnyeinek hatására ugyanis az alkalmazásuk iránti egyre növekvő igény mellett az adatszolgáltatás területén is felmerült a globális egységesség igénye, hogy az alapanyagok megbízhatóan és könnyen, gyorsan összehasonlíthatók legyenek.

Az adatokat ma arra használják fel, hogy megtervezzék az adott anyag alkalmazási területét és körülményeit, illetve bonyolult modellekkel számítsák az előállított végtermékek tulajdonságait és illeszthetőségét. Ennek eredményeképpen a vizsgálati módszerek, technikák, amelyek korábban mind a feldolgozók, mind pedig a tervezők számára megfelelő információkat nyújtottak, néhány esetben már elavultnak számítanak, és a vizsgáló berendezések korszerűsítésével teljesen új jellegű műanyag laboratóriumok is alakultak ki.

Korábban a laboratóriumokban a fémekre vonatkozó szabványok és más iparágakból származó előírások alapján határozták meg a különböző műanyagok tulajdonságait. Alkalmasként voltak ugyan arra, hogy az alapvető hasonlóságokat és különbségeket megállapítsák az egyes anyagok összehasonlításakor, de nem tükrözték a polimerek jellemzőit befolyásoló tényezők hatását, például, a hőmérséklet hogyan befolyásolja a tulajdonságokat, vagy, hogy a polimer szerkezet alapvetően befolyásolja a végfelhasználási területen nyújtott teljesítményt.

A polimerek alkalmazása egyre összetettebbé vált, így egyre nagyobb szükség volt a korszerűbb mérési módszerek kidolgozására is. A mai, korszerűnek számító laboratóriumokban műszerezett vizsgáló berendezéseket alkalmaznak, amelyek nagy pontossággal képesek adatgyűjtésre is, vagyis nem csak az alapvető tulajdonságokat adják meg, hanem a különböző, külső tényezőknek a mechanikai tulajdonságokra gyakorolt összetettebb hatását is bemutatják.

Kiválóan illusztrálja a vizsgálatok fejlődését az univerzális szakítógéppé példája. Korábban ezeket a viszonylag egyszerű készülékeket, amelyek többek között húzó, nyomó és hajlító adatokat képesek számítani, leginkább szobahőmérsékleten, egyetlen adat, pl. szakítószilárdság, meghatározására alkalmazták. Ma azonban már részletes műszaki adatok számítására is alkalmazzák őket, pl. rugalmassági modulusz, feszültség-elmozdulás adatok meghatározására akár a környezetitől eltérő körülmények között a különböző számítógépes adatbázisokba való beépítéshez. Ez utóbbira vonatkozó szabvány pl. az ISO 11403. Egy másik alkalmazási terület a V-alakban bemetszett próbatesteken a nyírás mérése. Ennél a vizsgálatnál olyan elmozdulásmérőt használnak, amellyel pontosan meghatározható az elmozdulás, hogy a moduluszt precízen lehessen meghatározni a nagy száltartalmú, erősített kompozitokban. A legtöbb univerzális mérőberendezés Windows alapú szoftverek segítségével számítógépes adatgyűjtést alkalmaz, amely majdnem valamennyi szükséges mérnöki számítást elvégez, és többféle módszert is kínál a modulusz számításához szükséges egyenes szakítógörbéhez történő illesztésre. Az erőmérő cellák és az extenzométerek, azaz az elmozdulást mérő eszközök, egyetlen kattintással kalibrálhatók, a számítógéppel digitálisan beállítható a keresztfej-elmozdulási sebesség és a számítások elvégzése után valós idejű szakítógörbék jelennek meg a képernyőn. Az univerzális szakítógépekhez viszonylag új tartozékok a kéttengelyű extenzométerek, amelyekkel pontosan lehet mérni az axiális és transzverzális elmozdulást egyaránt, a Poisson-tényező kiszámításához, valamint az összekapcsolható elmozdulásmérők a rideg kompozitok jellemzőinek pontos számításához. Korábban az elmozdulás méréseire analóg mérési módszereket alkalmaztak, ma viszont az elmozdulást extenzométerekkel mérik, vagy a még pontosabb meghatározáshoz lézer elven működő extenzométereket alkalmaznak.

Fontos megemlíteni azt is, hogy az adatgyűjtés pontosságának növekedésével a vizsgáló berendezések és adatgyűjtési módszerek pontossága iránti igény is előtérbe került a vizsgálati módszerek kapcsán. Például a húzó jellemzők meghatározására vonatkozó szabványok (ASTM D638 és ISO 527) mindegyike extenzométer használatát írja elő a modulusz meghatározásához szükséges elmozdulás méréseire. A korábbi elmozdulást mérő módszereket nem megfelelőnek nyilvánították a rugalmassági modulusz számításához, mert a kis elmozdulásokat nem mérték megfelelő pontossággal.

Az ütésvizsgálat szintén igen jelentős fejlődésen ment keresztül. Eredetileg az ütésvizsgálat vagy az Izod-ütésszilárdság meghatározására korlátozódott, amely a bemetszett próbatestben maradó energiát méri az ütés után, vagy pedig a nemműszerezett esősúlyos tesztre, amely minősítésre volt csak alkalmas, azaz annak

megállapítására, hogy a minta eltört-e vagy nem. Mindkét módszer alkalmas ugyan arra, hogy összehasonlítsa a termékeket, az ütés folyamatáról viszont meglehetősen kevés információt nyújt.

Ma olyan többtengelyű ütőberendezéseket lehet már kapni, amelyek nem csak a minta eltöréséhez szükséges erőt adják meg pl. N-ban, hanem teljes erő-idő görbét mérnek, amellyel vizuális adatokat is szolgáltatnak az ütés folyamatáról. Ezáltal az erő/idő (vagy erő/elhajlás) görbe bármely pontján kiválaszthatók az energia értékek. Az adatok a görbével együtt elegendő információt nyújtanak ahhoz, hogy meghatározzuk a tönkremeneteli módokat, pl. a kezdeti törési pontokat, vagy hogy képlékeny vagy rideg törésről beszélhetünk-e.

A polimerek azonosítására és összehasonlítására alkalmas egyszerűbb, ún. egy pontos vizsgálatok jelentősége ugyan megnőtt ezen a területen, amelyekkel gyorsan lehet egy-egy jellemző értékét meghatározni, mégis egyre inkább kiszorítják őket a korszerűbb, több adat mérésére és rögzítésére alkalmas ún. több pontos vizsgálatok, amelyek alkalmazása a polimerek tervezése során felmerülő egyedi problémák megoldásában nagy segítséget nyújt.

Ahogy korábban is említettük, a régebbi, egy pontos vizsgálatok többsége a fémiparból származó módszereken alapult. Ezek a módszerek közösek voltak a tekintetben, hogy feltételezték, az anyagok nem változnak számottevően a hőmérséklettel. Ez a fémek esetében helytálló is volt. Polimerek esetében azonban pl. pontosan a hőmérséklet, jelentős szerepet játszik a teljesítmény szempontjából, ha különböző feszültségnek, vegyi hatásoknak vagy ezeknek együttesen tesszük ki őket. A több pontos adatok iránti igény egyre nagyobb a nagy teljesítményt igénylő alkalmazási területeken, pl. autópárházban használt polimerek esetén, mivel a tervezőmérnököknek szimulálni kell a polimerek hőmérséklet hatására adott válaszait a mechanikai tulajdonságaik szempontjából. Pl. a dinamikus mechanikai vizsgálatok (DMA) információt nyújtanak a hőmérséklet és frekvencia hatására bekövetkező mechanikai tulajdonság-változásokról.

Az eddig felsorakoztatott példák elsősorban a mechanikai tulajdonságok szempontjából világították meg a fejlődést, igaz ez ugyanakkor valamennyi anyagvizsgálati módszerre, beleértve a termikus és analitikai módszereket is, például a lineáris hőtágulási együttható mérését és a Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópiát is.

A lineáris hőtágulási együtthatót, amely egy próbatest hosszának változását adja meg hőmérséklet-változás hatására, korábban analóg dilatométerekkel határozták meg, amely -30°C – 30°C -ra behatárolta a hőmérséklet-változást az alkalmazott termosztát miatt (ASTM D696). A kompozitok és nagy teljesítményű polimerek esetén a folyamatos alkalmazási hőmérséklet azonban -40°C – 250°C között változhat. Napjainkban ebből kifolyólag termikus mechanikai analízist (TMA) használnak. A TMA-berendezést számítógéppel vezérlik, amellyel a hőmérséklet hatására bekövetkező elmozdulás/tágulás precízen követhető széles hőmérséklet-tartományban. Az eredeti ASTM D696-os (ISO 11359) szabványt átdolgozták (ASTM E228, illetve ISO 7791), amely így most már széles hőmérséklet-tartományra vonatkozik, ezáltal tükrözi a lineáris hőtágulási együttható méréséhez szükséges szigorúbb körülményeket.

Az FT-IR analízis, amely az anyagok infravörös elnyelését és áteresztő képességét vizsgálja, elsősorban a spektrumok összehasonlítása területén fejlődött. Régebben az analitikus ismert, referenciákat tartalmazó könyveket használt az adott anyag azonosítására, amely gyakran rendkívül időigényes feladat volt. Manapság ezzel szemben a számítógépes adatfeldolgozás és a több ezer referenciaanyagot tartalmazó adatbázisok segítségével a számítógép elvégzi az abszorpciós csúcsok összehasonlítását, amely így sokkal kevesebb időt igényel, sokkal pontosabb és pl. összetett spektrumok kivonásával a mintában lévő szennyeződések is azonosíthatók.

A technológiai előnyök mellett a vizsgáló ipar tanúja lehetett annak, hogyan fogadták el és kezdték el alkalmazni egyre szélesebb körben a globális vizsgálati módszereket, amelyek újra hangsúlyosak lettek az ISO (Nemzetközi Szabványügyi Testület) és az IEC (Nemzetközi Elektrokémiai Bizottság) által kidolgozott vizsgálati módszereknek köszönhetően. Ezek az eljárásleírások valóban nemzetközileg elfogadottak, és közös vizsgálati nyelvet alkalmaznak a nemzetközi piacok által irányított iparnak. Az ISO és IEC adatai alapján kidolgozott CAMPUS (számítógépes anyagkiválasztás egységes szabványa) szabványosított formában tartalmazza az anyagok jellemzőit, így a mérnökök, tervezők és műanyag-értékesítők ma már egy komplett adatbázisban hasonlíthatják össze a rendelkezésre álló anyagokat [57].

2. fejezet - A mérés-technika fejlődése

Az ezredforduló után a vizsgálati módszerek fejlesztései az automatizálás, a gyorsaság javítása és a műszerezés tématerületeihez kapcsolódnak. A készülégyártók a konkurencia növekedése miatt egyre inkább olyan műszerek fejlesztésével próbálnak meg előnyhöz jutni, amelyek kevesebb emberi erőforrást igényelnek és gyorsabban működnek.

Az automatizálás területe a robotok alkalmazását foglalja magában. Ez a fajta automatizált rendszer bizonyítottan költséghatékony a nagy mennyiségű minták húzó-, hajlító- és ütővizsgálatához, mert így a vizsgálatok elvégzése helyett az emberi erőforrást ennél sokkal fontosabb feladatok megoldásában lehet alkalmazni. A mai modern technikák (webkamera, e-mail, sms) elterjedésével távirányítás és állandó folyamatellenőrzés is lehetővé válik. A készülék által számított adatokat lehet elemezni, majd más irodai programokban alkalmazni.

Az automatizálással nagyon pontos és reprodukálható próbatest előállításra és előkészítésre is lehetőség nyílt. Egy mikroprocesszorral vezérelt mintabemetsző készülék például akár 50 próbatestet is elő tud készíteni ütővizsgálathoz egyetlen műveletben. A bemetsző lineáris vágó mozdulatokat végez, amellyel csökkenthető a súrlódás és a hagyományos rotációs bemetszők által előidézett feszültség is.

Egyre több vállalat igényli a vizsgálati eredmények gyors visszacsatolását. A készülégyártók megfeleltek ennek a kihívásnak is a gyorsabb, nagyobb kapacitású készülékek, mint pl. a két dugattyús kapilláris reométer kifejlesztésével. A kéthengeres kialakítással egyetlen méréssel elvégezhető a Bagley-korrektúra, és megduplázza a hatékonyságot is azáltal, hogy gyakorlatilag két reométert építettek egyetlen készülékbe. Ez azt eredményezi, hogy a vizsgálati idő csökken, emellett a teszt automatikusan lefut, miközben az üzemeltető más feladatokat végezhet.

Növekszik az interneten keresztül továbbítható és hozzáférhető adatok iránti igény is az üzemeltetők részéről. Az üzemeltető ugyanis így a vizsgálat befejezését követően percekben belül megkapja az adatokat. Ennek előnye, hogy az alapanyag beszállítók tárolhatják és nyilvánossá is tehetik, vagy csak részben, kiválasztott partnerekkel közölhetik az adatokat a világ bármely részén meglehetősen rövid idő alatt.

Fejlődőben vannak a műanyagok ütő jellemzőinek tanulmányozására alkalmas készülékek is, és széles körben elterjedtek a műszerezett vizsgálatok is. A műszerezett készülékek sokkal több értékes információt képesek megadni, mint a hagyományos készülékek, sokkal jobban illeszkednek a kutatás-fejlesztési tevékenységekhez is, és valós körülmények között képesek szimulálni a különböző anyagok viselkedését. A hagyományos készülékek általában a próbatest eltöréséhez szükséges energiát mérik, a műszerezett ütőgépek viszont egy feszültség-elmozdulás görbének az adatait mérik. A feszültség-elmozdulás görbe alapján megkülönböztethetők a szívós és törékeny tönkremeneteli módok, illetve a repedések megjelenéséhez és terjedéséhez szükséges energiák is mérhetők. Ez utóbbi sokkal árnyaltabb képet mutat egy próbatest szívósságáról. A műszerezett berendezéseknél a kalapácsot vagy súlyt erőmérő cellával szerelik fel, és nagy sebességű adatrögzítő rendszer segítségével tárolják az ütés során mért erő-idő adatpárokat. Ezek az adatok pedig erő-idő, energia-idő, sebesség-idő és deformáció-idő diagramok szerkesztéséhez is alkalmazhatók a későbbiekben. Ezen görbék alapján megállapíthatók a.) az erő, energia és deformáció, amely a repedések kialakulásához, majd a teljes tönkremenetelhez szükséges; b.) az anyag sebességre való érzékenysége az ütő terheléseknél; és c.) a hőmérséklet, amelynél az anyag szívósból törékennyé alakul át.

A műanyagok ütővizsgálata kapcsán a legutóbbi fejlesztéseket már belefoglalták az ISO 17281 szabványba is, vagyis már lehetőség van a műanyagok ütő jellemzőinek valódi tanulmányozására is. Így a két fontos, végtermék geometriájától és méretétől független jellemző, a kritikus feszültség-intenzitási tényező (K1C) és az energia felszabadulási sebesség (G1C) hozzátartoznak a törési jellemzőkhöz.

A műanyagokat egyre nagyobb mértékben használják a nagyobb igénybevételű alkalmazási területeken is, emiatt olyan vizsgálati módszerek kifejlesztésére volt szükség, amelyekkel szimulálható a termékek valódi körülmények közötti viselkedése. A műanyagok tulajdonságainak összehasonlítására és az anyagok kiválasztására szolgáló hagyományos módszerek ma már nem elegendőek ezen a területen, mert az eredmények nem tükrözik a termék viselkedését a konkrét alkalmazási körülmények között. A laboratóriumok arra fókuszálnak tehát, hogy a termékeket speciális körülmények között vizsgálják. Pl. az új szabályozások arra ösztönözték az autógyártókat és a beszállítókat, hogy jellemezzék és vizsgálják a műszerpanelekben és más termékekben felhasznált anyagok energia elnyelő tulajdonságait, amelyekkel a vezetők és az utasok egy baleset

során esetlegesen érintkezésbe kerülhetnek. A hagyományos ütővizsgálatokhoz képest a nagysebességű ütőberendezések sokkal jobban szimulálják egy ütközés dinamikus jellegét.

A környezeti hatások tanulmányozására kifejlesztették a mesterséges öregítő kamrákat. Természetes öregítést is végeznek a szabadban különböző üvegfalak mögé helyezett termékekkel, próbatestekkel. Vizsgálják a színváltozást, fényesség változását és vizuálisan értékelik, vagy a mechanikai és feldolgozási jellemzőket mérik.

Újfajta vizsgálatot dolgoztak ki a műszaki műanyagok jellemzésére, amelyek szimulálják az extrúziót és az öntéses eljárásokat, pl. fröccsöntést. Ennek segítségével bemutatható, hogy a nyírás, hőmérséklet, nyomás és a tartózkodási idő, mint deformációs tényezők hatására a polimerek hogyan viselkednek. Ezzel még a feldolgozás előtt előrejelezhető az adott összetételű anyag viselkedése. Egy on-line reométer folyamatosan méri a polimer viszkozitását, és az adatokat a csigasebesség folyamatos korrigálásához használják, hogy állandó értéken tartsák a viszkozitást.

3. fejezet - Műanyagok és kompozitok fizikai tulajdonságai

Az alapanyagok fizikai tulajdonságai, és azok mérésére szolgáló analitikai vizsgálatok az alapanyag beszállítók és feldolgozók számára egyaránt fontosak. Ezek a vizsgálatok alapvető információkkal szolgálnak az anyag jellemzéséhez és minősítéséhez.

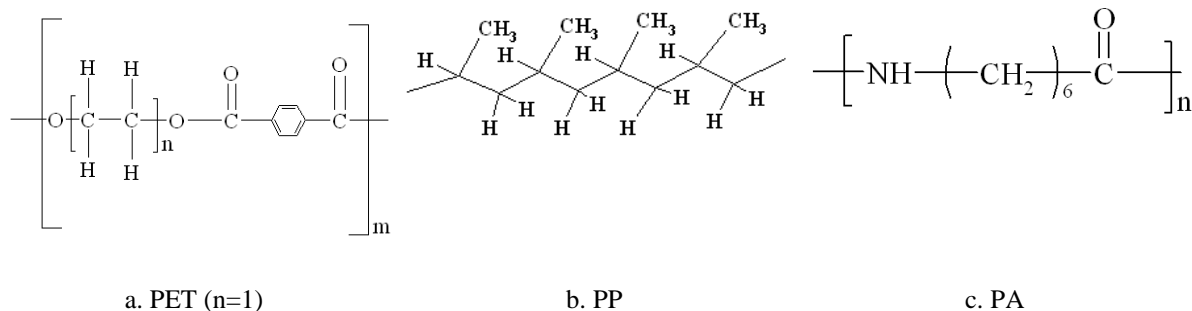
A termék egységességének biztosítására/bizonyítására az analitikai módszerek közül a sűrűség méréseket alkalmazzák. Mivel nagyon kevés műanyagot forgalmaznak adalékok és módosítók nélkül napjainkban, és ezek az adalékok és módosítók a típustól és a koncentrációtól függően megváltoztatják az alapanyag fizikai tulajdonságait, a sűrűségekre vonatkozó adatok a termékspecifikáció részét képezik.

A fémekkel és kerámiákkal ellentétben a műanyagok vizet vesznek fel, amelynek a mennyisége a műanyag típusától függ. Ez azonban komolyan befolyásolja a kulcsfontosságú tulajdonságokat, vagyis a mechanikai, elektromos és optikai jellemzőket. A víz ugyanakkor lágyítóként is viselkedhet, és emiatt csökkenti a termék lágyulási hőmérsékletét. Azoknál a műanyagoknál, amelyek nagy mennyiségű vizet vesznek fel, a termék méretstabilitását általában nagymértékben befolyásolja. A műanyagterméket tervezőknek tehát a műanyag vízfelvételi jellemzőit is számításba kell venni az ebből adódó tönkremenetelek elkerülése érdekében. Emiatt az iparban gyakran alkalmazzák a nedvességtartalom vizsgálatot. Ez az egyszerű, mégis hatékony mérés hasznos információt nyújt a műanyag feldolgozása szempontjából. A nagy nedvességtartalom számos feldolgozási és vizuális problémát tud okozni, pl. érdes felületet.

1. Polimerek általános szerkezete

A polimerek esetében elsődleges, másodlagos és aggregációs szerkezeteket különböztetünk meg. Az **elsődleges szerkezet** a monomerek fajtáit és azok polimerláncon belüli elhelyezkedését adja meg. Hosszúsága miatt a láncnak mindig csak egy részét, a kiindulási monomerek kapcsolódását ábrázoljuk (3.1. ábra). Ez azt jelenti, hogy az ideális szerkezetet adjuk meg.

3.1. táblázat - Műanyagok szerkezetének általános ábrázolása



Az elsődleges szerkezetnek a műanyag tulajdonságaira döntő hatása van. Megkülönböztetjük a homopolimereket, amelyek azonos monomerekből állnak, és a kopolimereket, amelyek különböző monomerekből épülnek fel. A monomerek sorrendje a kopolimerekben (pl. ABS) váltakozó, statisztikus vagy blokkyszerű lehet. A lineáris vagy térhálós polimerláncok hálózatokat képeznek.

A műanyagok **másodlagos szerkezete** az egyes polimerláncok hosszát, alakját és mozgékonyágát foglalja magában. A műanyag makroszkopikus tulajdonságait, pl. viszkozitást, ezáltal a feldolgozhatóságot a másodlagos szerkezet is nagymértékben befolyásolja.

A polimer szilárdsága a molekula hosszúságának növekedésével nő, viszont a megmunkálás is nehezebbé válik az olvadék növekvő viszkozitása miatt. Az optimális lánchosszat a felhasználás célja határozza meg. A lánchossz, pl. a viszkozitás mérésével határozható meg. A polimerlánc legtöbbször gombolyag alakú, mivel a molekula entrópiája ebben az esetben a legnagyobb. A gombolyag méretét általában a fényszóródás vagy a viszkozitás mérésével határozzák meg.

A polimerlánc mozgékonyaságán a lánc egyes részleteinek láncon belül való mozgását értjük, azaz elsősorban a C-C kötés körüli szabad forgás lehetőségét, amelynek ömledék állapotban van jelentősége. A szubsztituensek, pl. a PVC-t felépítő vinil-klorid esetében a klór, a lánc mozgékonyaságát térben akadályozzák. Az üvegesedési hőmérséklet alatt a mozgékonyaság megszűnik, hiszen a polimer megszilárdul.

A műanyagok **aggregációs szerkezete** az egyes polimerláncok egymáshoz viszonyított elrendeződését jelenti. Négy állapotot különböztetünk meg e szempontból. Gélállapotban a polimergombolyag rendelkezésre álló térfogatát oldószer tölti ki, óriásgombolyag keletkezik. A gumirugalmas állapot a polimerláncok térbeli hálózatának eredménye, amelyet a térhálósodási pontok sűrűsége és a polimerizációs foka határoznak meg. A műanyagok üveges állapota az üvegesedési hőmérséklet alatt jelenik meg, ahol a műanyag üvegszerű, de még szilárd állapotban van. Az egyes polimergombolyagok kölcsönösen áthatolnak egymáson, de a molekulaláncok ebben az állapotban rendezetlenek maradnak. Kristályos állapot a polimerláncok szabályos elrendeződése esetén lép fel, de a legtöbb esetben csak részben kristályos állapotról lehet beszélni.

2. A polimerek fizikai állapotai és jellemzői

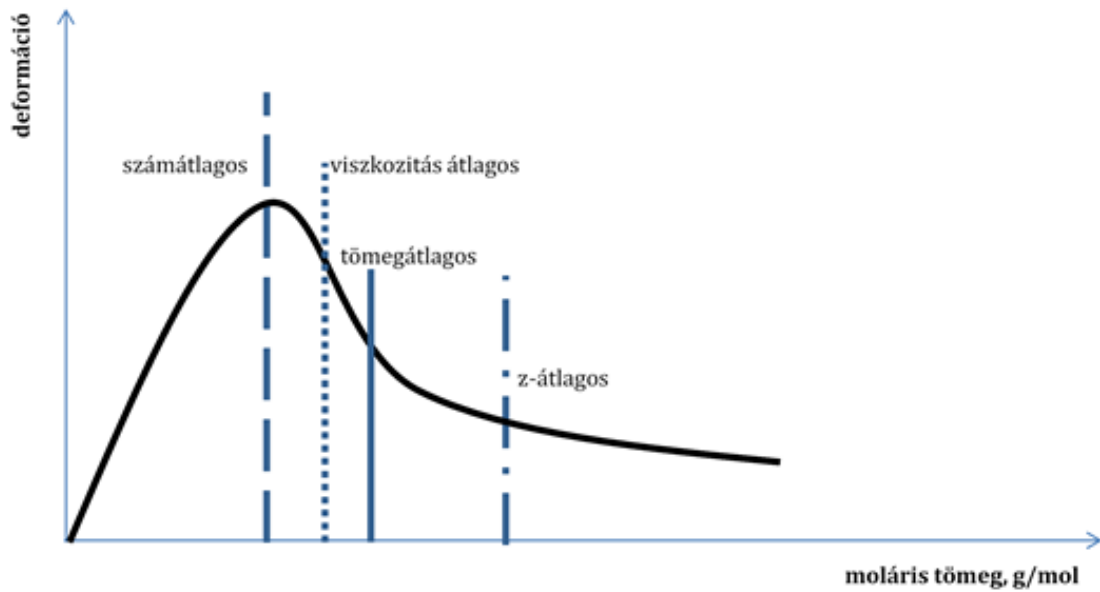
A polimereknek számos sajátos tulajdonsága van fizikai jellemzőikből és kémiai felépítésükből adódóan. A molekulák mozgékonyasága a nagy méretből adódóan nagyságrendekkel kisebb, mint más anyagoknál. Ezzel összefügg az is, hogy a molekula halmazállapotainak száma csupán kettő (szilárd és ömledék), mivel nem vihetők gáz halmazállapotba bomlás nélkül. Nem szublimálhatók, nem desztillálhatók, és nehezen vihetők oldatba. Nincs olvadáspontjuk, csak olvadási tartományuk van, aminek oka, hogy a műanyagoknak sohasem 100% a kristályosági foka [59, 60].

A lineáris polimerek fizikai állapotai két fő csoportba oszthatók: Eszerint beszélhetünk amorf és kristályos polimerekről. Az amorf polimerekre három különböző fizikai állapot lehet jellemző: üveges, elasztikus és viszkózan folyós (ömledék). A makromolekula hosszú láncai között sok esetben másodlagos kötések alakulnak ki, pl. van der Waals kötés és/vagy hidrogénhid kötés.

A polimereknek nincs egyetlen számként definiálható molekulatömege, mert a polimerizáció során nem csak egy adott polimerizációs fokú polimer, hanem különböző mértékben polimerizálódott molekulák elege keletkezik, a polimerláncok eltérő hossza miatt pedig a molekulatömegnek eloszlása van. Ez azt jelenti, hogy a jellemzéshez az átlagos molekulatömeget és az eloszlást jellemző ún. polidiszperzitási tényezőt/fokot (α) adjuk meg [61-63].

Különböző molekulatömegeket lehet meghatározni a molekulatömeg-eloszlás görbe alapján (3.2 ábra), így beszélhetünk számátlagos, viszkozitásátlagos, tömegátlagos és Z átlagos molekulatömegekről. Gyakorlati jelentősége a tömeg- és a számátlagos molekulatömegeknek és a kettő hányadosából képzett polidiszperzitási foknak (α) nevezett hányadosnak van. Minél kisebb az α értéke, annál kedvezőbbek a polimer tulajdonságai, és annál szűkebb az eloszlásgörbe alakja is.

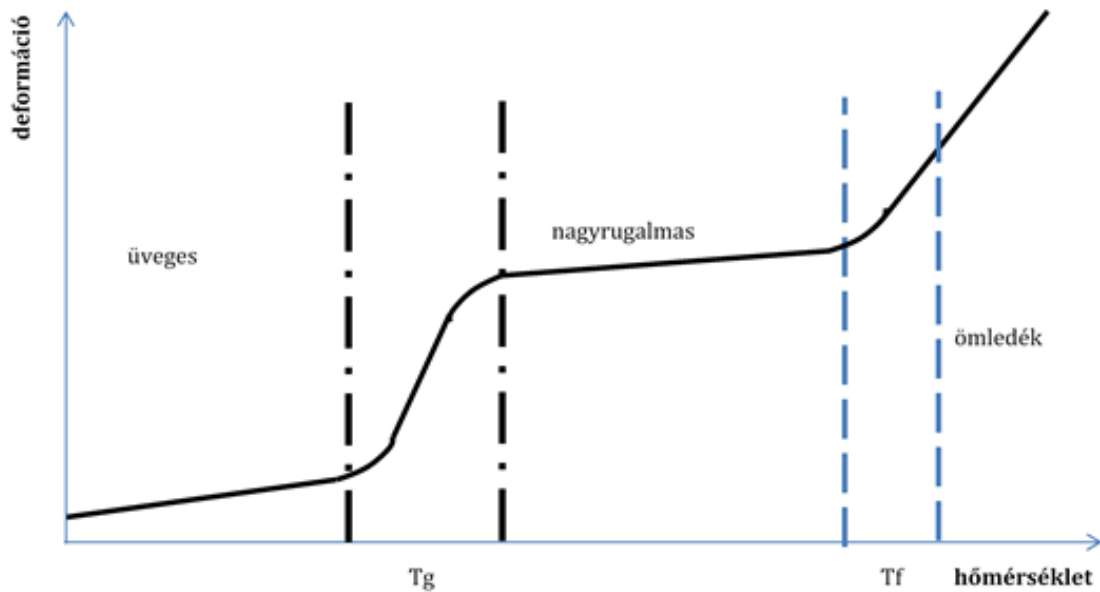
3.1. ábra - A polimerek jellemző molekulatömegei [60]



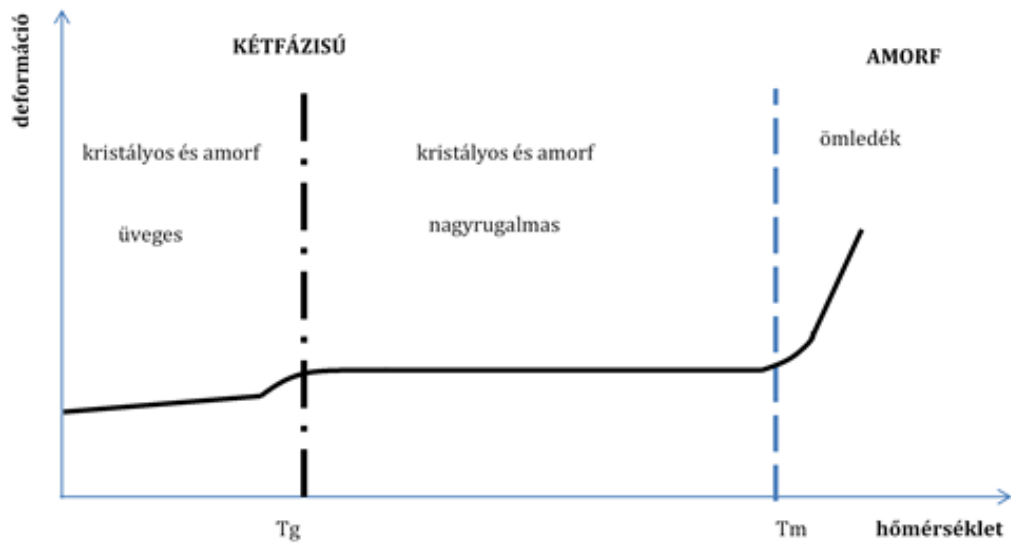
A műanyag olvadéknak általában nagy a viszkozitása. A szilárd halmazállapotú műanyag kristályos és amorf fázisokat is tartalmaz. A két fázis aránya határozza meg, hogy amorf vagy részlegesen/részben kristályos műanyagról beszélünk-e. A két műanyagtípus eltérően viselkedik melegítés hatására abból a szempontból, hogy míg amorf műanyagoknál halmazállapot változást tapasztalunk (szilárból ömledék lesz), a részben kristályos polimerek esetén ugyanakkor emellett a kristályos szerkezet összeomlása is megfigyelhető, amely hőelvonással jár.

A polimerek fázis- és fizikai állapotváltozásait a termomechanikai görbén lehet nyomonkövetni, amely a polimer feszültség hatására bekövetkező degradációját mutatja a hőmérséklet függvényében. Az amorf és kristályos polimerek görbéinek lefutása eltérő (3.3 ábra- 3.5. ábra).

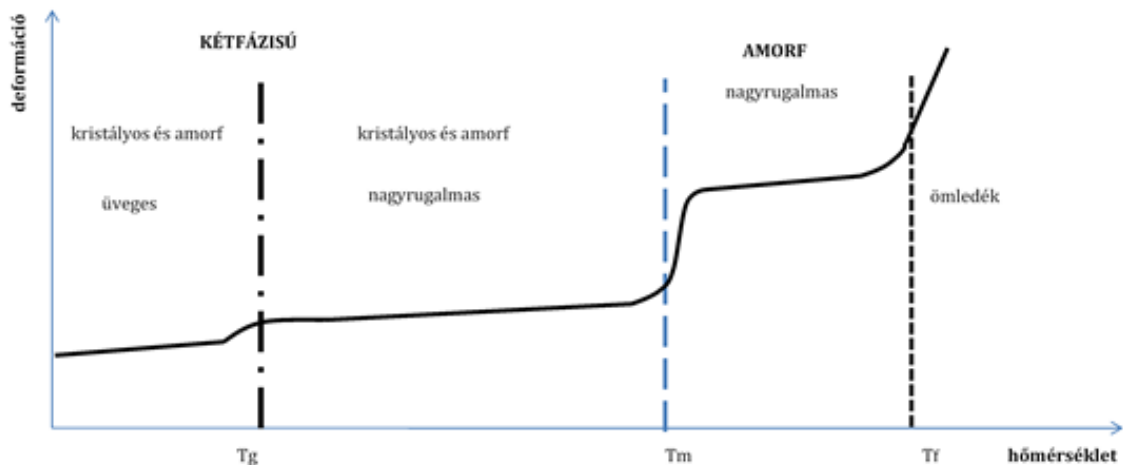
3.2. ábra - Amorf polimerek termomechanikai görbéje [60]



3.3. ábra - Kristályos polimerek termomechanikai görbéje ($T_m > T_g$) [61]



3.4. ábra - Nagyon nagy molekulatömegű kristályos polimer termomechanikai görbéje ($T_m < T_g$) [61]



A polimer az üvegesedési hőmérséklete (T_g) alatt üveges állapotban van. Ezt a tartományt elasztikus tartománynak is szokás nevezni. Az üveges állapot azt jelenti, hogy az atomok, illetve atomcsoportok csak rezgőmozgást végeznek, oldalláncok esetében rotáló mozgás figyelhető meg. Az amorf polimereknél az üveges és viszkozusan folyós állapotban is amorf a szerkezet. Kristályos vagy részben kristályos polimereknél a kristályok olvadási hőmérséklete alatt a kristályos és az amorf fázis együtt van jelen. A molekulatömegtől függően a kristályos polimereknél kétféle termomechanikai görbe fordulhat elő (3.4. ábra - 3.5 ábra), mivel a folyási hőmérsékletük (T_f) lehet az olvadási hőmérséklet (T_m) alatt és felett is. A T_g , T_f , és T_m hőmérsékletek a műanyagok feldolgozhatóságát befolyásolják nagymértékben.

2.1. Polimerek molekulatömegének meghatározása

A nagy molekulatömegű anyagok ($M > 2000 \text{ g/mol}$), pl. polimerek elválasztására, molekulatömegének meghatározására előnyösen alkalmazható a gélikromatográfia. Gyakran alkalmazzák polimerek molekulatömeg-eloszlásának meghatározására is.

A gélikromatográfias töltetek olyan kisméretű ($\sim 10 \mu\text{m}$) szilikagél vagy pl. sztirol-divinil-benzol alapú polimer részecskékből állnak, amelyek széles mérettartományba eső pórusrendszerrel rendelkeznek. A gélikromatográfias elválasztás során a mintát ezen a különböző méretű pórusokkal rendelkező szemcséken áramoltatjuk keresztül (3.6 ábra) [63].

A minta különböző méretű molekuláit különböző nagyságú fekete pöttyökkel jelöltük. A molekulák egy része egyetlen pórusba sem fér bele, erre azt mondjuk, hogy a szemcséből teljesen kizáródik. A minta ezen frakciója közvetlenül áthalad az oszlopon, és létrehozza a kromatogram első csúcsát. A minta egy másik frakcióját pl. olyan kisméretű molekulák alkotják, amelyek minden pórusba beférnek, vagyis az egész szemcsét átjárják. Ezeknek a vegyületeknek a legnagyobb a retenciója, vagyis ezek haladnak végig az oszlopon a leglassabban, így ezek a molekulák alkotják a kromatogram utolsó csúcsát. A közbenső méretű molekulák a pórusok egy részébe be tudnak hatolni, másik részébe nem. Ezek tehát az előző két esethez képest valamilyen közbenső sebességgel haladnak végig az oszlopon. Ideális esetben a gélkromatográfias elválasztás tehát kizárólag a molekulaméreten alapul. A folyadék-folyadék megoszlás vagy az adszorpció általában nem kívánatos jelenség, megfelelően kialakított rendszerekben nem is jön létre. A kereskedelmi forgalomban kapható gélkromatográfias töltetek 10^2 - 10^8 molekulatömeg-tartományban alkalmasak elválasztásra. A gélkromatográfias töltet hasznos molekulatömeg-tartománya kalibrálással határozható meg.

3.5. ábra - A gélkromatográfias elválasztás mechanizmusa vázlatosan



A gélkromatográfianak számos előnye van a többi folyadék kromatográfias módszerrel szemben:

1. könnyen detektálható, keskeny csúcsok alakulnak ki;
2. gradiens elúció nélkül is rövid elválasztási idők érhetők el;
3. a komponensek retenció ideje (t_R) a molekulák méretéből jó közelítéssel előre megadható;
4. az elválasztás során nem megy végbe kémiai reakció, és nem következik be mintaveszteség;
5. az oszlop elválasztás közben nem dezaktiválódik.

A gélkromatográfianak néhány hátránya is felsorolható:

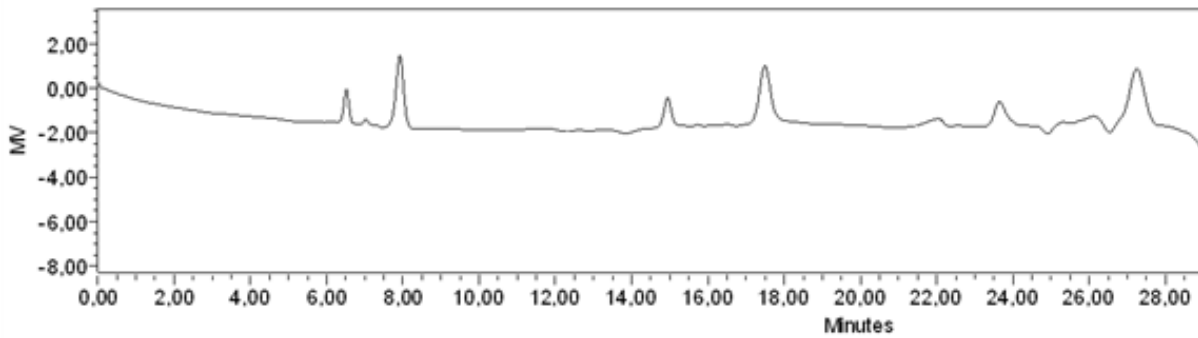
1. a csúcskapacitás korlátozott;
2. hasonló molekulaméretű alkotókat tartalmazó minták vizsgálatára a gélkromatográfia nem alkalmazható;
3. az elválasztási mechanizmus eltér a többi folyadék kromatográfias elválasztási mechanizmustól.

A hátrányos tulajdonságok közül a legtöbb nehézséget a korlátozott csúcskapacitás okozza, mert a teljes kromatogramra csak néhány csúcs fér bele. A többi folyadék kromatográfias módszerrel egyetlen elválasztás során akár 10-100 komponens is elválasztható. Ezzel szemben a gélkromatogramban ritkán látható 5-6 csúcsnál több. Polimer minták vizsgálata során a molekulatömeg-eloszlás meghatározásához azonban nem is kell teljes elválasztás.

Célszerű a gélkromatográfiát különböző szempontok szerint csoportokra osztani. A gélkromatográfia során az elválasztás történhet vizes és szerves eluenssel is a minta oldhatóságától függően. A vizes mozgófázist (oldószert) és hidrofíl töltetet alkalmazó módszer a gélfiltrációs technika. A gélpermeációs módszer apoláros szerves oldószert és hidrofób töltetet alkalmaz. A töltet lehet kemény vagy lágy gél. A nagynyomású gélkromatográfiahoz mechanikailag ellenálló, kemény gélekre van szükség, vannak azonban olyan vegyületek, amelyek lágy gélen jobban elválaszthatók.

Olefin-maleinsav-anhidrid kopolimer típusú vegyületről készített gélkromatogramot mutat be a 3.7 ábra .

3.6. ábra - Jellemző gélkromatogram



3. Keménységvizsgálat

A keménység fontos anyagi jellemző. A szerkezeti anyagok különböző helyeken történő alkalmazásának eldöntésében igen nagy szerepe van ennek a jellemzőnek. Különböző keménység mérési módszer ismeretes. Általánosan megfogalmazva keménységen a szilárd anyagok egy behatoló testtel szemben tanúsított ellenállását értjük. 1822-ben F. Mohs által kifejlesztett keménységi skála képezi a keménység mennyiségi meghatározásának alapját [7].

10. Táblázat Mohs féle skála [7]

Mohs skála	Mohs standard ásványok	Knopp keménységgel megegyező szám
1	Talkum	2
2	Gipsz	32
3	Kalcit	120
4	Fluorit	150
5	Apatit	400
6	Földpát	560
7	Kvarc	700
8	Topáz	1300
9	Korund	1800
10	gyémánt	6000

1900 körül további vizsgálati módszereket fejlesztettek ki. Ezeknél a módszereknél a keménység meghatározása nem karcolásos elven történik, hanem egy nagyon kemény, meghatározott méretű és alakú eszközzel. A Brinell, Rockwell, Vickers és Knopp keménység vizsgálati módszerek a legismertebbek ezek közül [7].

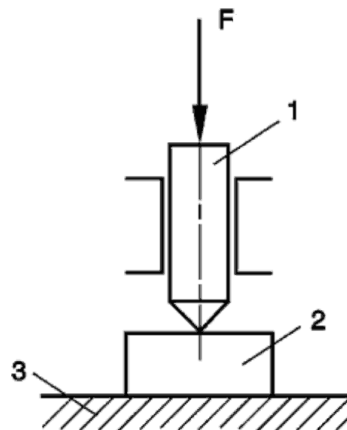
A terhelőerő időbeni változása alapján beszélhetünk statikus és dinamikus keménységmérésről. Statikus keménységmérés során a behatoló test lassan növekvő erővel nyomódik a vizsgálandó anyagba és a terhelés ezután állandó értéken marad. Dinamikus esetben rövid idő alatt nyomódik a benyomófej a vizsgálandó anyagba. Statikus keménységmérési eljárások közé tartozik például a Brinell, Vickers, Rockwell és Knopp, dinamikus pedig a Poldi, Leeb és Shore keménységmérés [21].

3.1. Statikus keménységmérés

A statikus keménységmérés esetében egy kemény, meghatározott geometriával (gömb, kúp, stb.) rendelkező benyomófejet meghatározott nagyságú, felületre merőleges erővel a vizsgálandó mintába nyomnak. A benyomófej alakja és mérete meghatározó a benyomódásos ellenállás szempontjából. Ha a minta kemény, akkor kisebb, ha lágy, akkor pedig nagyobb nyom keletkezik. Szöglet bezáró, vagy tú alakú benyomófejek okozhatnak esetleg repedéseket a törékeny anyagok vizsgálata során (például kerámiák esetében). A keménység az anyagok egy megkülönböztető jellemzője. Mérése általában mennyiségileg történik a következő összefüggés alapján [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]:

Keménység = vizsgáló erő (F)/ a mintában keletkezett lenyomat (A)

3.7. ábra - A statikus keménységmérő sematikus ábrája, ahol F az erő, benyomófej (1), próbatest (2) és alátámasztás (3) [7]



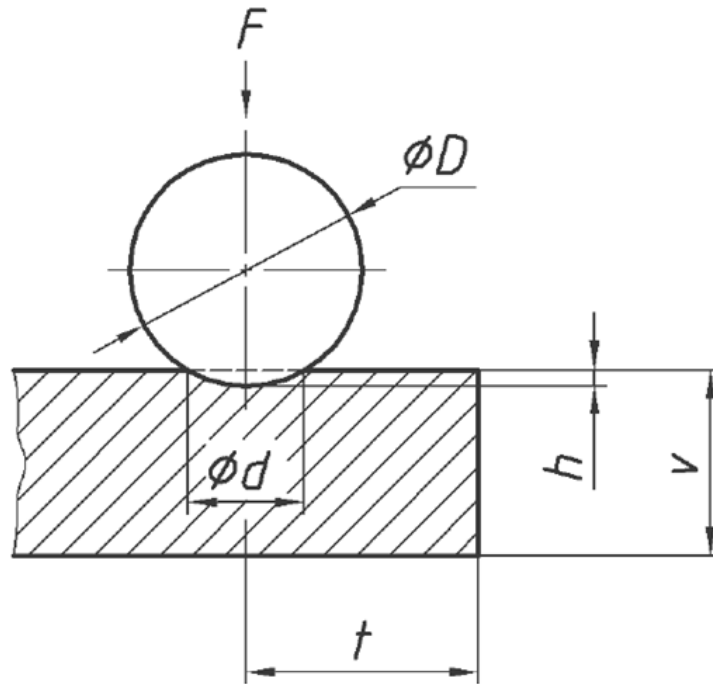
Brinell keménységmérés

Brinell keménységmérés során egy meghatározott D átmérőjű golyót F terhelőerővel a vizsgálandó próbatest felületére nyomnak. A terhelés megszűnése után mérik a göbbsüveg alakú lenyomat átmérőjét. Fontos, hogy a mérés során a terhelést lökés- és rezgésmentesen kell közölni a vizsgálni kívánt próbatesttel. A Brinell keménység jele HB, értéke pedig a F terhelőerő (N) és a d átmérőjű benyomódás göbbsüveg felületének (mm²) hányadosa. Számítása az alábbi összefüggéssel történik [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]:

$$HB = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (23)$$

Ahol D a golyóátmérő (szabványos golyók: 10; 5; 2,5; 2; és 1mm átmérőjű minimum 850HV keménységű edzett acélgolyó), d a lenyomat átmérője mm-ben. A 0,102-es szorzó a kp mértékegységről a N SI mértékegységre való áttérés után került az összefüggésbe (1 N= 0,102 kp). A keménység megadásakor szabvány szerint meg kell adni a keménység értéke mellett a használt golyó átmérőjét, a terhelési erő nagyságát és idejét (ezeket az adatokat pedig / vonallal kell elválasztani egymástól). A vizsgálat során a terhelés nagysága és ideje, valamint a golyó átmérője is a vizsgálni kívánt anyag függvénye. A golyóátmérőt és a terhelést úgy kell megválasztani, hogy a lenyomat átmérője $0,24 D \leq d \leq 0,6 D$ legyen. A Brinell keménységmérésnél betartandó szabályokat szabvány rögzíti. A Brinell keménységmérés lágy és kemény fémek anyagokra egyaránt használható. A Brinell keménység jelölése HBW, ha a vizsgálat keményfém golyóval történt, acél golyó esetében pedig HB-, vagy HBS jelölést alkalmaznak [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

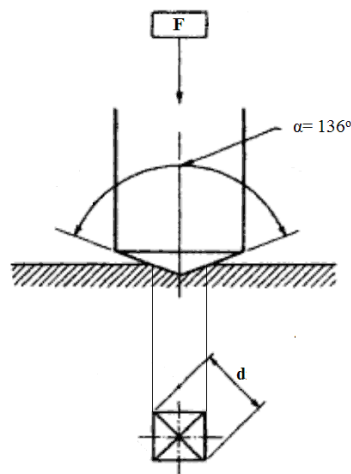
3.8. ábra - Brinell keménységmérés elvi vázlata [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]



Vickers keménységmérés

A Vickers keménységmérést 450 HB feletti keménységű próbatestek mérésére is alkalmas. A nyomófej csúcsa gyémánt (emiat minden szilárd anyag keménységmérésére alkalmas), alakja négyzet alapú gúla, amelynek oldallapjai 136° -os szöget zárnak be egymással. A mérés során a négyzet alapú gúlát egy meghatározott F erővel nyomják az anyagba és meghatározott ideig ott tartják. A terhelés megszüntetése után a keletkezett gúla alakú benyomódás átlóinak mérésével és azt követő számítással határozzák meg a lenyomat felületét [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]..

3.9. ábra - Vickers-féle keménységmérés elve [7]



A Vickers-féle keménység (HV) meghatározása az alábbi összefüggéssel történik:

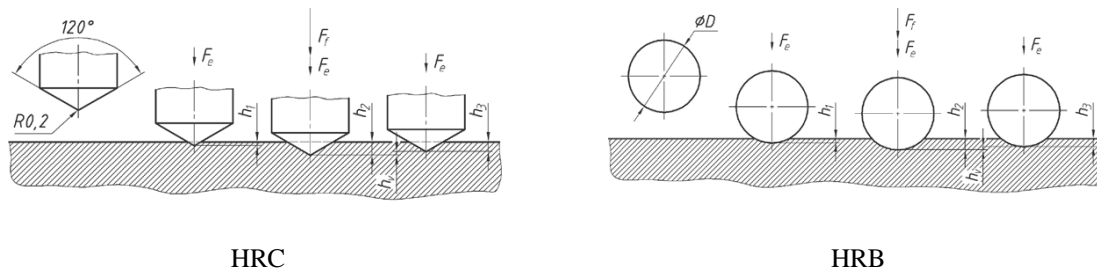
$$HV = 0,102 \cdot \frac{1,854 \cdot F}{d^2} \quad (24)$$

Ahol F (N) a terhelőerő, d a lenyomat átlóhosszúságának átlaga (mm). Az így kapott Vickers-féle keménység mértékegysége pedig daN/mm^2 , de nem tüntetjük fel a mérőszám után. A mérés során, ahogy a Brinell eljárásnál, itt is teljesülnie kell a szabványban rögzített mérési feltételeknek [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]..

Rockwell keménységmérés

A Brinell és Vickers-féle keménységmérés a nyom leolvasása miatt kicsit szubjektív. Ennek következtében 1922-ben kidolgozták a Rockwell-féle keménységmérést, amely általában közvetlenül mérőóráról leolvasható keménység, és mérőszáma a szűrőszerszám bemélyedésének függvénye. A szűrőszerszám kialakításától függően kúp alakúval Rockwell C (HRC) eljárás szerint lehet mérni, gömb végű szűrőszerszámmal pedig Rockwell B (HRB) keménység mérhető [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

3.2. táblázat - Rockwell-féle keménységmérés elvi vázlata [7] [6] [21]



Sokféle Rockwell keménységmérési mód ismert a HR utáni betűjelzés T jelig tart (minden betű eltérő szűrőszerszám geometriát és eltérő terhelőerőt jelent), de a mérnöki gyakorlatban HRC keménységmérés használják. A legtöbb Rockwell keménységmérőn a mérőórát a keménységre skálázzák, így nincs szükség átszámításra. Az egyes szilárd testen végzett keménységvizsgálat mérőszámai egymással összehasonlíthatóak, az átszámítás táblázatát szabvány rögzíti [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

A Rockwell keménység megállapításánál szűrőszerszámot egy úgynevezett előterheléssel megnyomják (a vizsgált minta felületi egyenetlenségének kiküszöbölése miatt). A továbbiakban ez lesz a kiindulási mélység. Ezt követi a főterhelés (30 másodperc). A főterhelés megszűnése után (az előterhelést nem szüntetik meg) leolvasható a benyomódás mértéke [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

A polimerek keménységét a Rockwell B eljáráshoz hasonló golyóbenyomódási módszerrel is meg lehet határozni (a másik, legelterjedtebb módszerről, a Shore keménységmérésről a későbbiek esik majd szó). Ezen vizsgálat során a Brinell keménységméréstől eltérően a lenyomat gömbsüveg felszínét a nyomódás mélységéből számítják ki. A golyóbenyomódási keménységet a benyomódó golyóra meghatározott ideig ható erő és a golyó által benyomott gömbsüveg felszínének hányadosa adja meg N/mm^2 mértékegységben. A vizsgálatához 5mm átmérőjű polírozott acélgolyót használnak. A golyó terhelését a kezdeti nulláról (F_0) 9,8N-ra emelik. A berendezés mérőóráját nullázzák majd, ráadják a fő terhelést (F_m), ami meghatározott értékű (49; 132; 358; vagy 961N) lehet. A terhelő erőt úgy kell megválasztani, hogy a lenyomat mélysége a főterhelés hatására 0,15-0,35mm közé essen. A főterhelés hatására a golyó a mintában tovább süllyed. A beépített mikrométer pontosságú mérőóra követi a behatolás mértékét a kezdeti nulla pontról adott h_1 benyomódási mélységgig. A polimerekre jellemző viszko-elasztikus viselkedés miatt a 30 másodperces terhelési időt be kell tartani. Abban az esetben, ha a vizsgálati idő alatt a nyomtat mélysége túllépi a 0,35mm értéket, akkor a főterhelés nagyságát csökkenteni kell. A golyóbenyomódás mértékét 30 másodperc után kell leolvasni. A lenyomatok egymáshoz 10 mm-nél közelebb nem eshetnek. Emellett azt is figyelembe kell venni, hogy a vizsgálandó próbatest vastagsága nem lehet kisebb, mint 4 mm. A vizsgálat során a terhelő keret deformációját réz hasáb segítségével legalább egyszer meg kell mérni (h_2). Ezt, mint levonandó tagot figyelembe kell venni a benyomódási mélység (h) kiszámításakor. A terhelőkeret deformációjának meghatározásához, úgy használjuk a réz hasábot, mintha az a vizsgálandó próbatest lenne. Kétszer megmérjük azonos ponton a réz keménységét, a második mérésnél nullázzuk a mérőórát, ezáltal csak a keret terhelés irányú deformációját fogja mérni. A golyóbenyomódási keménység meghatározása az alábbi összefüggéssel történik:

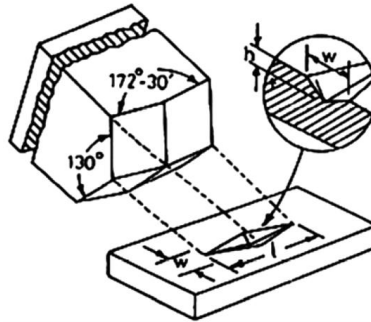
$$HB = \frac{0,21 \cdot F_m}{\pi \cdot D \cdot 0,25 \cdot (h - 0,04)} \quad (25)$$

ahol HB a polimerek golyóbenyomódási keménysége, D a golyó átmérője, h pedig a redukált golyóbenyomódási mélység (mindkettő mm-ben). Ez a vizsgálati módszer alkalmas a tömegműanyagok és egyes műszaki műanyagok (például teflon) keménységének meghatározására [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]..

Knopp-féle keménységmérés

A mikro-Vickers mérési módszer legelterjedtebb változata, de a Knopp-féle keménységmérés esetében a szűrőszerszám lenyomata nem négyzet alakú, hanem rombusz és az átlók méretében jelentős különbség van [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]..

3.10. ábra - Knopp-féle keménységmérés sematikus ábrája [7] [6] [21] [22]



Ahogy a 3.12-es ábra is mutatja a gyémánt szűrőszerszám élszöge egyik irányban 130°, a másik irányba pedig 172°30'. A terhelés 0,98-49N között változtatható. A keménységet ennél a módszernél is a terhelőerő és a lenyomat felületének hányadosa adja meg. A keménység meghatározására az alábbi összefüggés szolgál:

$$HK = 0,102 \cdot \frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{1,14484 \cdot F}{l^2} \quad (26)$$

ahol F a terhelőerő (N), A a lenyomatfelület (mm²), l pedig a lenyomat hosszabbik átlója (mm) [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

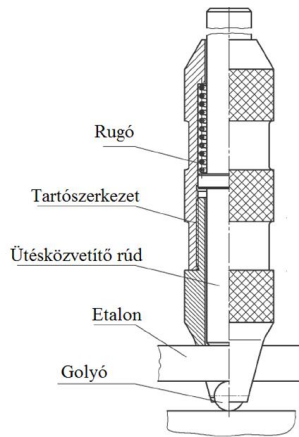
3.2. Dinamikus keménység mérés

A dinamikus vizsgálati módszer során a benyomófejet meghatározott távolságból a vizsgálandó anyaghoz ütjük, illetve az anyagra ejtjük, ezáltal az anyag rugalmas, illetve nem rugalmas alakváltozást szenved. Az alakváltozást benyomófej kinetikus energiája idézi elő [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

Poldi keménységmérés

A Poldi keménységmérés tulajdonképpen egy összehasonlító keménységmérési eljárás. A vizsgálat során kalapács segítségével dinamikus terhelés jön létre, amellyel egyforma nagyságú, de ismeretlen terheléssel történik a szűrőszerszám benyomása a vizsgálandó anyagba és egy ismert keménységű etalonba.

3.11. ábra - Poldi keménységmérő vázlatja [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]



A Poldi keménység meghatározása a következő összefüggéssel történik:

$$H_a = H_s \cdot \left(\frac{d_s}{d_a}\right)^2 \quad (27)$$

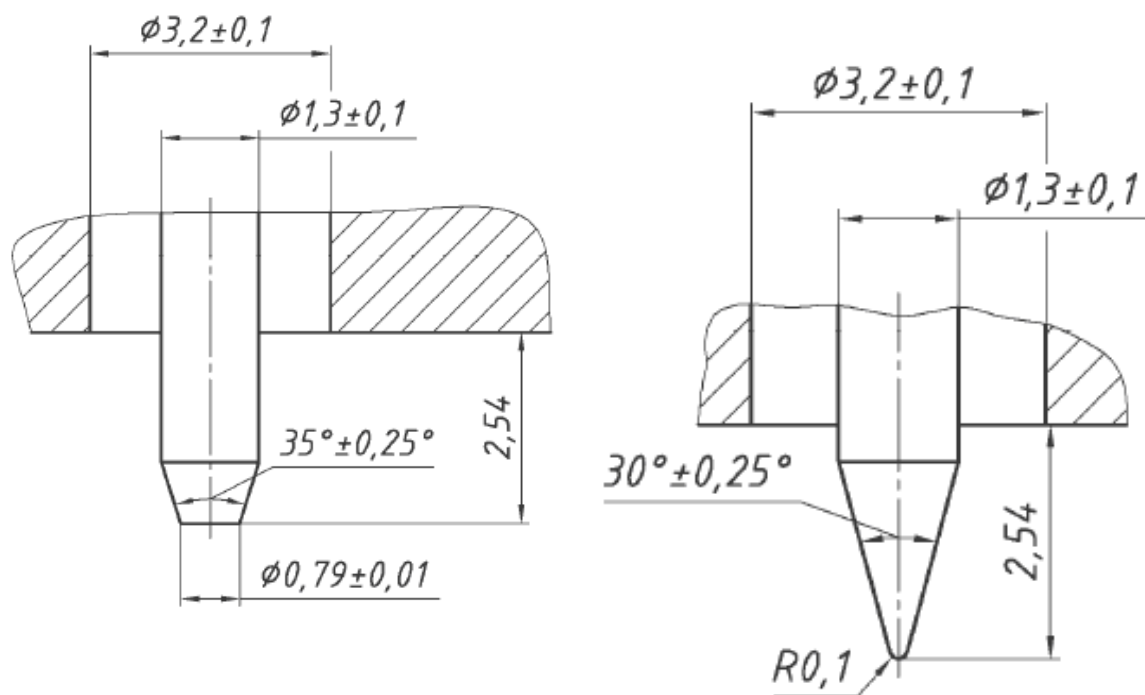
Ahol: H_a a vizsgálandó anyag keménysége, H_s az etalon keménysége, d_s a vizsgálandó anyag lenyomat-átmérője, d_a pedig az etalon lenyomat-átmérője [23].

Shore-keménység mérés

Definíció szerint a polimerek keménységén a szilárd anyag alakváltozással szemben kifejtett ellenállását értjük. A polimerek esetében a legelterjedtebb keménységmérési módszer a Shore-keménység, amely egy dinamikus keménységmérési módszer. A keménység értékét a rugóval terhelt szűrőszerszám rugalmas benyomódásának mélységéből határozzák meg. A Shore-keménység több betűjelzéssel ellátott változata is ismert. Leggyakrabban az A és D változatát használják. A Shore-keménység mindegyik változata a benyomódás mélységének mérése alapján működik. A keménység mértéke fordítottan arányos a benyomódás mélységével. A mérés során a keménység értéke egy mérőóra segítségével közvetlenül leolvasható. A keménységmérő berendezést célszerű állványba befogva használni, azért, hogy a rugó megbízhatóan középpontosan terhelje a vizsgálandó próbatestet. Gyakorlatban lágyabb polimerek és gumik keménységének meghatározásához a Shore A típusú vizsgálat alkalmas, a keményebb polimerek esetében pedig a Shore D keménységmérési eljárást alkalmazzák [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

A Shore-keménység mérés esetében a behatoló szerszám csonkakúp alakú, azért, hogy ha a vizsgálandó anyag lágy, akkor se tudjon túlzottan mélyre hatolni benne. A Shore keménységmérés szűrőszerszámainak sematikus ábráját a 3.14 ábra szemlélteti.

3.3. táblázat - Shore A, B, C, D keménységmérés szűrőszerszámjai [21]



SHORE A, C

SHORE B, D

Shore D keménységmérés esetében a behatoló tű nem csonkakúp, hanem olyan ép kúpfelület, aminek hegyét 0,1 mm méretű csúcsrádiusszal látták el. A vizsgálatok összehasonlíthatósága miatt a tű átmérőjét és kinyúlási hosszát szabvány rögzíti. A polimerek keménysége jóval elmarad a fémekétől, így esetükben nincs szükség arra, hogy a behatoló szerszámot gyémánt betéttel lássák el. A behatoló szerszám minden esetben acél. A terhelő erő csökkentése azonban elengedhetetlen, ezért a terhelőerőt pontosan kalibrált rugóval adják a behatoló tűre. A rugóerő a benyomódás függvényében növekszik, ezért az összehasonlíthatóság miatt a rugókarakterisztika Shore A és Shore D mérés esetében rögzített matematikai összefüggéssel adódik. A Shore A keménységmérés esetén ez 0 és 8,05 N közé eső benyomóerő értéket jelent az alábbi összefüggés szerint:

$$F = 550 + 75 \cdot H_A \text{ (mN)}_{(28)}$$

ahol F a terhelő erő mN-ban H_A pedig az anyag Shore A keménysége a skáláról leolvasva [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

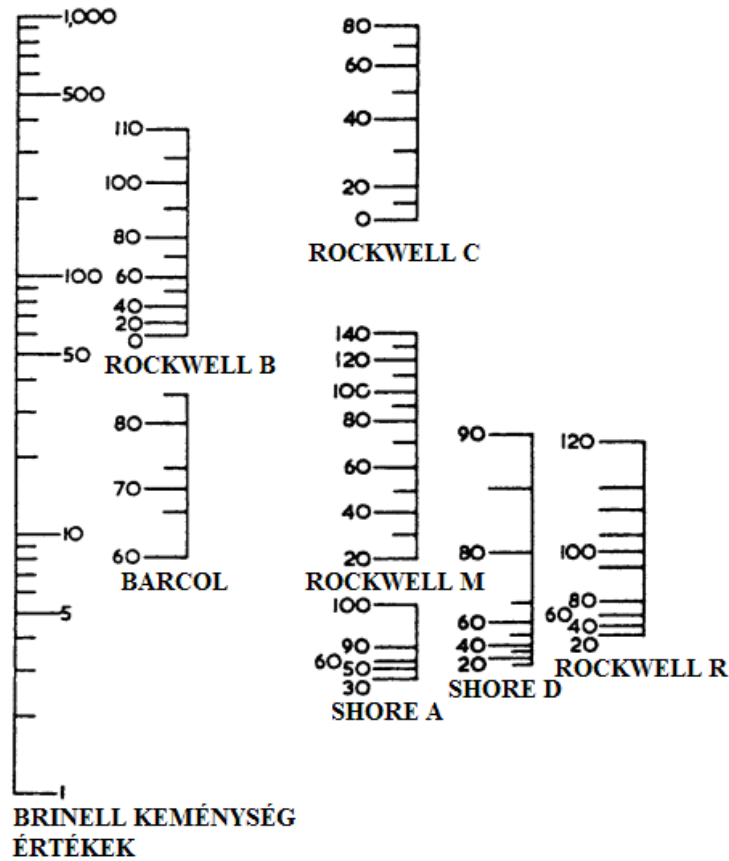
Hasonló módon adódik a Shore D mérés terhelés karakterisztikája is az alábbi összefüggés szerint:

$$F = 445 \cdot H_D \text{ (mN)}_{(29)}$$

ahol H_D a keménység Shore D keménységmérőn leolvasva [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

A keménység fordítottan arányos a szerszám benyomódásával. A mérési eredményt befolyásolja a terhelőerő, a behatoló szerszám formája, a hőmérséklet, valamint a behatolás időtartama. A Shore keménységmérőben elhelyezett kijelző műszer méri a nyomólap felfekvő síkjából kiálló behatoló tű kiállási hosszát, azaz a vizsgálati kráter mélységét. Amennyiben skálával ellátott Shore-keménységmérőt tanulmányozunk ott a skálázás olyan, hogy arról közvetlenül a Shore-keménység olvasható le, amennyiben pedig digitális eszközzel van szó, ott a kijelzett érték a Shore-keménység. A behatolószerszám teljes (2,5mm) kiállásakor 100 értéket mutat a berendezés. A Shore keménységmérők készülhetnek kézi vagy állványos kivitelben [6] [7] [20][21] [22] [23] [24].

3.12. ábra - Hozzávetőleges kapcsolat a különböző keménységi skálák között polimerek esetében [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]



11. Táblázat Néhány polimer keménysége [6] [7] [20][21] [22] [23] [24]

Polimer	Rockwell		Shore D	Barcol
	HRM	HRR		
Hőre lágyuló				
Acetál	94	120	-	-
Akril	85-105	-	-	-
Cellulózok	-	30-125	-	-
Poli(fenilén-oxid)	80	120	-	-
Nylon	-	108-120	-	-
Nagy sűrűségű polietilén	-	-	60-70	-
Kis sűrűségű polietilén	-	-	40-50	-
Polipropilén	-	-	75-85	-
Polisztirol	68-70	-	-	-

Műanyagok és kompozitok fizikai tulajdonságai

Poli(vinil-klorid)	-	115	-	-
Poliszulfon	70	120	-	-
Hőre keményedő				
Fenol (cellulózzal)	100-110	-	-	
Fenol (ásványi töltőanyaggal)	105-115	-	-	
Telítetlen poliészter	-	-	-	34-40
Epoxi (üvegszállal erősített)	106-108	-	-	-

4. Sűrűség

A szilárd anyagok tömeggel és térfogattal rendelkeznek. Mindkettő nagy pontossággal mérhető. A testek tömege nem, de térfogata hőmérséklet- és nyomásfüggő, ebből kifolyólag a testek sűrűsége is hőmérséklet- és nyomásfüggő. A hétköznapi emberek általában ezt nem érzékelik, a mérnökök számára azonban mindhárom jellemző igen fontos [64]. Manapság, amikor a műanyagipari fejlesztések kapcsán az elsődleges igény a tömegcsökkentés, a sűrűségnek, ezáltal meghatározhatóságának igen fontos szerep jut.

Definíció szerint **sűrűségnek** nevezzük a térfogategységben lévő tömör (pórusmentes), száraz anyag tömegét. Betűjele a görög ρ (rho), mértékegysége kg/m^3 . A tömeg és a térfogat ismeretében egymás hányadosaként a sűrűség számítható (1. egyenlet):

$$\rho = \frac{m}{V} \text{ (1. egyenlet)}$$

Testsűrűség a vizsgálandó anyag tömegének és a geometriai méretéből számított térfogatának hányadosát értjük, azaz a pórusokkal együtt mért térfogategységnyi száraz test tömegét. Tömör test esetén a testsűrűség értéke megegyezik a valódi sűrűség értékével. Porózus szerkezet (pl. porok) esetében a testsűrűség mindig kisebb a sűrűségnél. A testsűrűség meghatározása tömeg- és térfogatomérésre vezethető vissza. A tömegmérés egyszerű, minden esetben végrehajtható. A nehézséget tulajdonképpen a test térfogatának meghatározása okozza.

Gyakran használt mérőszám a **fajtérfogat** (v), ami a sűrűség reciproka (2. egyenlet), mértékegysége m^3/kg .

$$v = \frac{1}{\rho} = \frac{V}{m} \text{ (2. egyenlet)}$$

Minden sűrűségmérésnél regisztrálnunk kell a nyomást és a hőmérsékletet is, mivel a térfogaton keresztül a sűrűség is hőmérséklet- és nyomásfüggő.

A műanyagok fajlagos sűrűségét 23°C -on határozzák meg. Fajlagos sűrűség alatt a meghatározott térfogatú műanyag tömegének és az ugyanolyan térfogatú víz tömegének hányadosát értjük. A fajlagos sűrűség értékek mutatják a műanyagok legnagyobb előnyét a többi anyaghoz képest, nevezetesen a könnyű súlyt. Mivel ma valamennyi műanyagot ár/tömeg alapon értékesítenek, és nem ár/térfogat alapon, a fajlagos sűrűség meghatározásának jelentősége megnövekedett mind az értékesítés, mind pedig a termelés szabályozás területén.

A sűrűség mérésére szolgáló eszközök három fő csoportba sorolhatók:

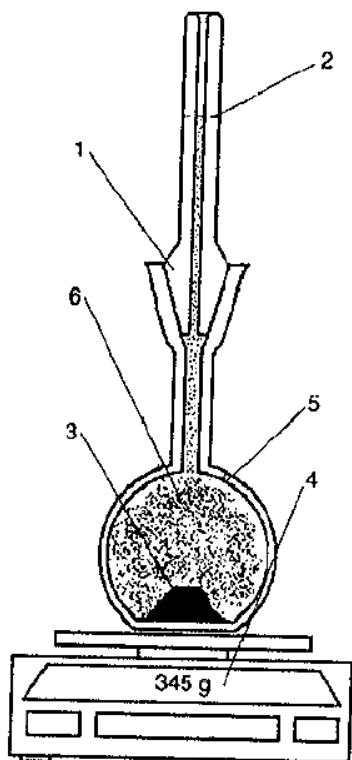
1. piknométerek
2. hidrosztatikai (Archimedes) -elven működő berendezések: hidrosztatikai mérlegek
3. egyéb fizikai elven működő mérőberendezések: elektromos, optikai... műszerek.

Az eszközök által meghatározott mérési elvek alapján dolgozták ki a megfelelő szabványos vizsgálati módszereket (ISO 1183, illetve ASTM D792), amelyeknek alkalmazhatóságát és kidolgozását a vizsgálandó anyag formája is meghatározta.

4.1. Szilárd anyag sűrűségének meghatározása piknométerrel

Piknométerrel (3.16 ábra) gyorsan lehet porok vagy szabályos geometriával nem rendelkező minták (pl. granulátumok) sűrűségét meghatározni. A valódi sűrűség meghatározásához a vizsgálandó anyagnak pórusmentesnek kell lennie.

3.13. ábra - Sűrűségméréshez alkalmazott piknométer vázlat (1. csőtoldal; 2. szintjel; 3. próbatest; 4. mérleg; 5. üvegedény; 6. desztillált víz) [64]



A gondosan kitisztított, kiszáritott, üres, lehetőleg hőmérős piknométer tömegét analitikai mérlegen négy tizedes pontossággal lemérjük (m_1). A kiszáritott anyagból 1-5g mennyiséget töltünk a lemért piknométerbe, majd a piknométer és az anyag együttes tömegét lemérjük (m_2). A bemért minta tömege (m_m) tehát: $m_m = m_2 - m_1$ (g). A bemért anyagot tartalmazó piknométert fél magasságáig feltöltjük a mérőfolyadékkal. Az anyaghoz tapadó levegő eltávolítására a piknométert vákuum exsziátorba helyezük és felváltva vákuum, illetve légköri nyomás alatt tartjuk mindaddig, amíg a légbuborékok távozása megszűnik. Ezután a piknométert a mérőfolyadékkal (ρ_f) óvatosan, az anyag felrázása nélkül feltöltjük, majd behelyezzük a hőmérőt. Megfelelő termosztálás [$23^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$ (vagy $27^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$)] után lemérjük a piknométer, az anyag és a mérőfolyadék együttes tömegét (m_3). Ezt követően a piknométert kiürítjük, kitisztítjuk, mérőfolyadékkal feltöltjük, és az előbbivel megegyező hőmérsékleten mérjük a piknométer és a mérőfolyadék együttes tömegét (m_4).

A mérési adatokból az anyag sűrűségét g/cm^3 egységben az alábbiak szerint (3. egyenlet) számoljuk:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_4 + m_2 - m_1 - m_3} \times \rho_f = \frac{m_m}{m_4 + m_2 - m_1 - m_3} \times \rho_f \quad (3. \text{ egyenlet})$$

A méréshez általában desztillált vizet használunk mérőfolyadékként. Olyan esetekben azonban, amikor a víz a mérendő anyaggal pl. kémiai reakcióba lép (cement, gipsz, mész), valamilyen közömbös folyadékot, pl. izopropil-alkoholt használunk.

Granulátumok sűrűségének meghatározása tulajdonképpen a szabálytalan alakú test sűrűségének meghatározására vezethető vissza, ez esetben a térfogat meghatározását a test által kiszorított folyadék térfogatának mérésére vezetjük vissza.

4.2. Szilárd anyag sűrűségének meghatározása hidrosztatikai módszerrel

A **hidrosztatikai módszerrel** történő (test)sűrűség meghatározásakor a térfogatot úgy határozzuk meg, hogy megmérjük a testre ható erőt levegőben és vízben. A kettő különbsége a felhajtó erő, amelynek számértéke megegyezik a test térfogatával.

A módszert egyszerűsége és gyorsasága miatt elterjedten alkalmazzák polimerek és kompozitok sűrűségének meghatározására, mert a méréshez az analitikai mérleg mellett egy speciális, a mérleg árához képest nem drága feltét szükséges csupán.

Tulajdonképpen ez egy olyan mérleg, amelynek a tányérjához vékony drótszál segítségével speciális tartót függesztenek fel a minta mérőfolyadékba (elsősorban vízbe) történő bemerítéséhez [$23^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ (vagy $27^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$)]. A tartó alatt helyezkedik el a mérőfolyadékkal megtöltött edény (főzőpohár), amibe bele lehet meríteni a mintát. A mérés során arra kell ügyelni, hogy a vizes edénybe való merítéskor a minta se a pohár falához, se az aljához ne érjen. Először a minta tömegét szárazon, levegőben mérjük (m_1), majd a mérőfolyadékba (ρ_f) merítjük, és szintén megmérjük a tömegét (m_2). A 4.egyenlettel számítható a sűrűség.

$$\rho_t = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \times \rho_f \text{ (4.egyenlet)}$$

ahol

- m_1 : a tömegállandóságig szárított minta tömege levegőben g-ban,
- m_2 : a minta mérőfolyadékba merített tömege g-ban.

A mai modern mérlegekkel a két tömeg mérése után rögtön megjelenik a kijelzőn a sűrűség értéke.

Olyan anyagok esetében, amelyeknek a sűrűsége kisebb, mint a mérőfolyadék sűrűsége, a fentiekben ismertetett metódust alkalmazzuk egy kivétellel. A mintatartóhoz ólom vagy más nagy sűrűségű nehezéket rögzítünk, hogy a mérés során végig a mérőfolyadék szintje alatt maradjon. A sűrűséget pedig az 5.egyenlet szerint határozzuk meg.

$$\rho_t = \frac{m_1}{m_1 + m_2 - m_3} \times \rho_f \text{ (5.egyenlet)}$$

ahol

- m_1 : a tömegállandóságig szárított minta tömege levegőben g-ban,
- m_2 : a nehezék mérőfolyadékba merített tömege g-ban.
- m_3 : a minta és a nehezék mérőfolyadékba merített tömege g-ban.

4.3. Műanyagok sűrűségének meghatározása sűrűséggradiens csővel (ASTM D1505, ISO R 1183)

Ez, a műanyagok sűrűségének nagyon pontos meghatározásához kifejlesztett módszer azon alapul, hogy egy vizsgálati próbatest folyadékoszlopba merítésekor sűrűségkülönbség jön létre az ismert sűrűségű standard próbatesthez képest. Több, kalibrált precízen meghatározott sűrűségű üvegcsónakot merítenek a sűrűséggradiens csőbe, és addig hagyják az oszlopban süllyedni, amíg a sűrűsége az oldatével meg nem egyezik. Ilyen, az oszlop mérési tartományába eső, különböző sűrűségű csónakok sorozatával lehet kalibrálni az oszlopot. A pozíció/csónak sűrűség kapcsolatát ábrázolják olyan felbontással, hogy $\pm 1\text{mm}$ pontossággal meg lehessen határozni az értékeket, és ez képezi a kalibrációs egyenest. Ha ismeretlen sűrűségű mintát helyezünk az oszlopba, az egyensúlyhoz tartozó pozíciónak a kalibráló egyeneshez való viszonyításával pontos sűrűségértéket kapunk.

A sűrűséggradiens csövekben különböző típusú oldószereket alkalmaznak, amelyeket az 1. táblázat foglal össze. A műanyag, illetve kompozit típusa alapvetően befolyásolja a méréshez alkalmazható oldószert, amelynek kiválasztásával körültekintően kell eljárni.

1. táblázat Sűrűséggradiens csövekhez javasolt oldószerszerrendszerek és méréstartományuk

oldószer rendszer	sűrűségtartomány (g/cm ³)
metanol/benzil-alkohol	0,79-1,05
izopropanol/víz	0,79-1,00
izopropanol/dietilén-glikol	0,79-1,11
etanol/szén-tetraklorid	0,79-1,59
etanol/víz	0,79-1,00
toluol/szén-tetraklorid	0,87-1,60
víz/nátrium-bromid	1,00-1,41
víz/kalcium-nitrát	1,00-1,60
cink-klorid/etanol/víz	0,79-1,70
szén-tetraklorid/1,3-dibróm-propán	1,60-1,99
1,3-dibróm-propán/etilén-bromid	1,99-2,18
etilén-bromid/bromoform	2,18-2,89
szén-tetraklorid/bromoform	1,60-2,89
izopropanol/metil-glikol-acetát	0,79-1,00

5. Nedvességtartalom meghatározása

Mivel a nedvességtartalom jelentősen befolyásolja a mechanikai, elektromos és optikai tulajdonságokat, a nedvességtartalom meghatározása fontos. A vízfelvétel nagysága nagymértékben függ a polimer típusától és a termék végső összetételétől (2. táblázat). Például azok az anyagok, amelyek csak hidrogént és szenet tartalmaznak, mint pl. a polietilén és a polisztirol, vízállóak, viszont azok a polimerek, amelyek oxigént és hidroxil-csoportot tartalmaznak jelentős mennyiségű vizet képesek felvenni. A műanyagok nedvességtartalmának meghatározása viszonylag egyszerű. Mindössze két berendezés szükséges hozzá: egy analitikai mérleg és egy szárítószekrény. Meghatározzuk a minta tömegét szárítás előtt és szárítás után.

2. táblázat Műanyagok vízfelvétele

3.4. táblázat -

műanyagok	vízfelvétel, %
ABS	0,20-0,45

acetál	0,22-0,25
alkid	0,50-0,25
akril	0,30-0,40
cellulóz-acetát	2,00-7,00
epoxi	0,08-0,15
PA6	1,30-1,90
PA66	1,50-2,00
PA610	0,40
PA612	1,50
PA11	1,10
PC	0,15-0,35
PET	0,8-0,38
PE	0,01
PP	0,01
PS	0,03-0,06
SAN	0,20-0,30
PVC	0,07-0,75

6. Hamutartalom meghatározása

A kompozitok erősítő- és/vagy töltőanyag-tartalmát háromféleképpen lehet szabványos módon meghatározni.

1. közvetlen kalcinálás (A módszer), ami a szerves anyag (pl. polimer mátrix) elégetését, és a maradék tömegállandóságig történő hevítését jelenti;
2. szulfatózás utáni kalcinálás, amelyet kétféle eljárással is lehet kivitelezni:
 - a. elégetés utáni kénsavas kezelés (B módszer)
 - b. b.elégetés előtti kénsavas kezelés (C módszer).

Az elégetés utáni kénsavas kezelés azt jelenti, hogy a szerves anyagot elégetjük, majd a szerves maradványokat szulfátokká alakítjuk át tömény kénsavval. Ez utóbbi maradványokat, amelyet szulfáthamunak is neveznek, magas hőmérsékleten tömegállandóságig hevítjük.

Az elégetés előtti kénsavas kezelés során a vizsgálandó mintát a tömény kénsavval együtt addig hevítjük, amíg a szerves anyag füstöl és elég, majd a maradványokat magas hőmérsékleten tömegállandóságig hevítjük. Ezt a módszert akkor lehet alkalmazni, ha az illó komponensek, pl. fémhalogénidek a szerves anyag elégetése során el tudnak párologni.

A hamutartalom mérése során a kalcinálást több különböző hőmérsékleten lehet végezni 600°C-on, 750°C-on, 850°C-on vagy 950°C-on.

7. Ütőszilárdság

A szerkezeti anyagokat érhetik olyan erőhatások, amelyek törést idéznek elő. A dinamikus anyagvizsgálati módszerek a törést okozó igénybevételeket modellezik és az adott szerkezeti anyag szívósságának meghatározására szolgálnak. A szerkezeti anyagok szívósságát leggyakrabban ütőszilárdság mérésére alkalmas berendezésekkel határozzák meg. A polimerek esetében a szívósság nem más, mint az energia elnyelő képességük. A szerkezeti anyagok esetében megállapítható, hogy annak az anyagnak, amely magasabb ütési energiával rendelkezik, nagyobb a szívóssága is. Így tehát elmondható, hogy az anyagok töréssel szembeni viselkedése, vagy a nagy sebességgel rájuk irányuló törésnek való ellenállásuk nem más, mint az úgynevezett ütőszilárdságuk. A polimerek szívóssága mögött álló elmélet meglehetősen nehéz és bonyolult. A polimer molekulák rugalmasságának meghatározásában fontos szerepet játszik a szerkezeti anyag relatív törékenysége, vagy szívóssága [6] [11].

A szerkezeti anyagok akkor felelnek meg a műszaki és gazdasági követelményeknek, ha a rájuk ható terhelésekkel szemben az egyensúlyt képesek biztosítani és törés, valamint károsodás nélkül képesek azokat elviselni. A legtöbb polimer esetében, amikor ütésterhelés éri akkor a repedés, amelyet az ütés okozott, a polimer felületén keletkezik. A repedést kiváltó energiát ütési energiának hívják. Abban az esetben, ha az energia megegyezik a repedést kiváltó energiával, a repedés továbbterjed. A szerkezeti anyag teljes károsodása akkor következik be, amikor a terhelés meghaladja repedés továbbterjedéséhez szükséges energiát. Az ütési tulajdonságok esetében használt néhány fogalmat az alábbi táblázat (7. Táblázat) mutatja be [3].

7. Táblázat Az ütés tulajdonságok esetében használt néhány fogalom [6] [17]

Fogalmak	Meghatározás
Rideg törés	Ez olyan törést jelent, melynek során a szerkezeti anyag törése megnyúlás nélkül következik be.
Gyenge törés	Olyan kicsi repedés következik be, hogy a szerkezeti anyag nem veszíti el sem alakját, sem pedig integritását.
Megnyúlás	Jól látható, erő hatására bekövetkező nyom látható a vizsgált mintán, de repedés nem következett be.

A klasszikus mechanikus ütőszilárdság mérésére alkalmas berendezések nem túl bonyolultak. A gravitációs erőter segítségével működnek. A kalapács körmozgást végez. Ez a körmozgás kezdetben gyorsul, majd a törést követően lassul. A magasan a forgáspont felett rögzített, a vizsgálat kezdetekor elengedett kalapács esés közben mozgási energiával rendelkezik, és ezzel az energiával tudja eltörni a mozgáspályája legalsó pontjában elhelyezett próbatestet. A kalapácsot egy meghatározott helyzeti energiával rendelkező felső pontból kell elindítani. Ezen a ponton az alábbi összefüggés szerinti helyzeti energiával rendelkezik az ütőmű:

$$m_0 \cdot g \cdot h_0 = G_0 \cdot h_0(18)$$

ahol m_0 a kalapács tömege, g a nehézségi gyorsulás, h_0 az ejtőmagasság. Az összefüggésből v_0 értékét kifejezve kapjuk a törés pillanatában előállt sebesség meghatározására használható összefüggést:

$$m_0 \cdot g \cdot h_0 = \frac{1}{2} \cdot m_0 \cdot v_0^2(19)$$

$$v_0 = \sqrt{2 \cdot g \cdot h_0}(20)$$

ahol v_0 a holtpontra a kalapács sebessége. A kalapács mozgási energiája lecsökken, amikor az útjába helyezett próbatestet eltörli. Az energia változás a törési munkát adja meg. A lecsökkenő mozgási energia ismét helyzeti

energiává alakul és a kalapács h_1 magasságig lendül. A vizsgálat mérőszáma pedig nem más, mint a kalapács ütés előtti és ütés utáni helyzeti energiájának különbsége, mértékegysége pedig J [6] [11].

8. Táblázat Az ütőszilárdság vizsgálat során alkalmazott jelölések és mértékegységük [17]

Elnevezés	Mértékegység
A próbatest vastagsága	mm
A próbatest szélessége	mm
A próbatest vastagsága a bemetszés helyén	mm
Bemetszési szög	mm
A bemetszés tövének lekerekítési sugara	fok
Az ülékek támaszai közötti távolság	mm
A támaszok lekerekítési sugara	mm
A támaszok hátrametszési szöge	fok
A próbatest hossza	mm
A ütőék élszöge	fok
Az ütőél lekerekítési sugara	mm
A kalapács szélessége	mm
A mért ütőmunka (KU vagy KV)	joule

A vizsgálandó próbatestek lehetnek bemetszettek, illetve bemetszetlenek. A bemetszés alakja szerint lehet U alakú, vagy V alakú. Ennek megfelelően a vizsgálat mérőszámának jele KU, illetve KV.

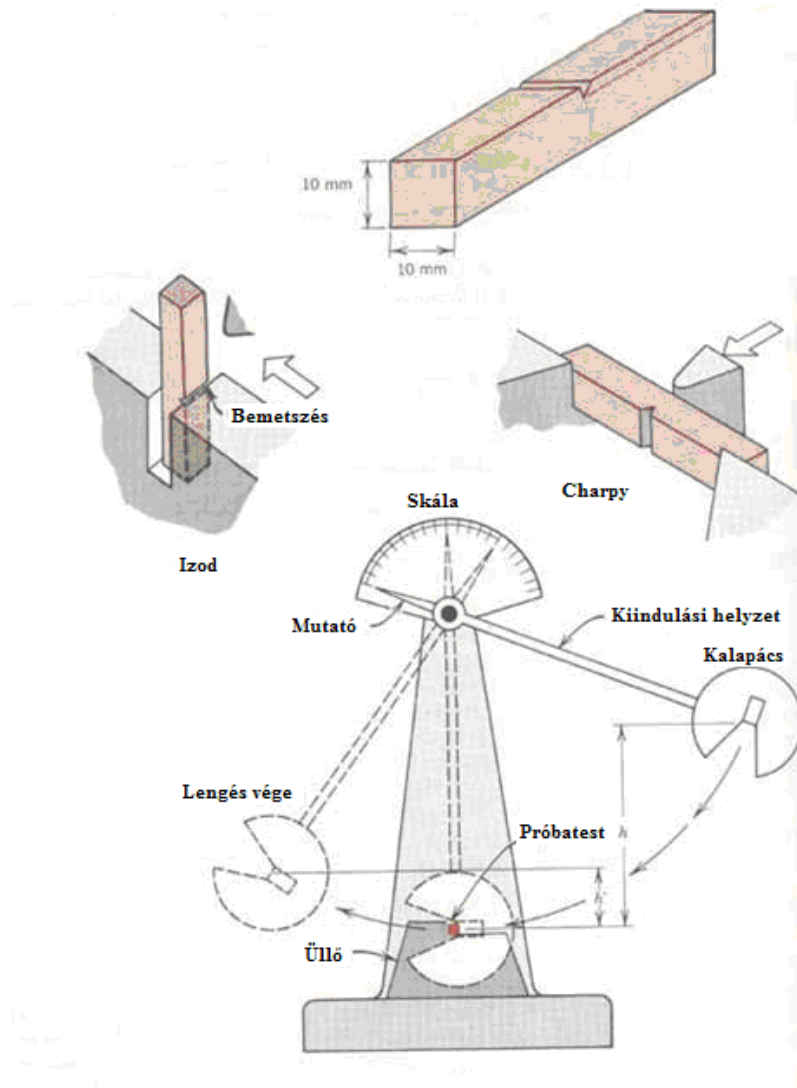
$$KV = m_0 \cdot g \cdot (h_0 - h_1)_{(21)}$$

$$KU = m_0 \cdot g \cdot (h_0 - h_1)_{(22)}$$

A szabvány által meghatározott normál próbatest 55 mm hosszú, 10 mm élhosszúságú, négyzetes keresztmetszetű kell, hogy legyen. A bemetszést a próbatest közepén kell kialakítani. A bemetszés lehet V-bemetszés, amely 45°-os bemetszési szöggel, 2 mm-es bemetszési mélységgel és 0,25-es mm lekerekítési sugárral rendelkezik. Előfordulhat, hogy a vizsgálandó anyagból nem lehetséges az említett méretű (normál) próbatestet kivágása. Ilyen esetben 7,5 vagy 5mm széles, kisméretű próbatestet kell kimunkálni. Manapság az ütőszilárdság mérésére alkalmas berendezések esetében az ütőmunka közvetlenül leolvasható [19].

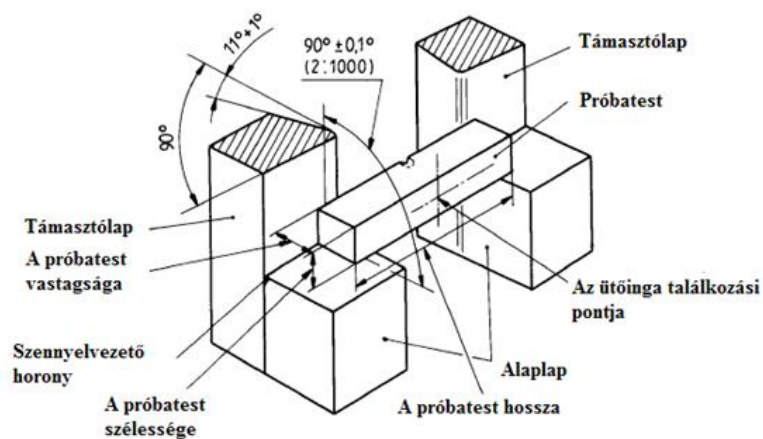
Szélesebb körben alkalmazott ütőszilárdság mérésére alkalmas módszer a Charpy-, illetve az Izod- módszer. Ez a két módszer a minta befogásától és a feszültség alkalmazásától különbözik egymástól. Izod vizsgálati módszer esetében a vizsgálandó próbatest befogott rúdként van megtámasztva. A próbatest a befogástól meghatározott távolságban, az ütés középpontjában törik el [17]. A két módszer közötti különbségét a szemlélteti.

3.14. ábra - Az Izod és a Charpy ütőszilárdság vizsgálat közötti különbség sematikus vázlat [18]



A Charpy vizsgálati módszer esetében a vizsgálandó próbatest rúdként van megtámasztva. Az inga egyetlen lendülésével törik el, az ütés vonala a két megtámasztás között középpontosan helyezkedik el [17].

3.15. ábra - A próbatest elhelyezése az alap- és támasztólapokon [19]



A Charpy vizsgálat tehát azon alapul, hogy a vizsgálat során meghatározásra kerül a próbatest eltöréséhez szükséges energiamennyiséget J-ban. Ahogy már korábban szó volt róla ismert az inga maximális helyzeti

energiája, ami az alkalmazott kalapács súlyával és az ejtés magasságával van kapcsolatban. Ez utóbbi függ az indítás szögétől, aminek következtében a vizsgált minta eltöréséhez szükséges elnyelt energia abból a szögből meghatározható, amilyen magasra emelkedik a kalapács az ütközés után. Ezt az értéket más paraméterek is befolyásolják. Ilyen érték lehet többek között például a kar rezgése, a kar szerkezete, az egyes mozgó részek közötti súrlódás, aerodinamikai súrlódás stb. A mérések összehasonlíthatósága miatt ezeket a zavaró tényezőket a szabvány előírásainak megfelelő tűrésen belül kell tartani. A törés során elnyelt energia három alapvető szakaszra bontható:

1. A repedés elindításához szükséges energia
2. A repedés továbbterjesztéséhez felhasznált energia
3. A minta teljes szétválásához szükséges energia.

Egyes berendezések ezeket az energiákat nem képesek a fenti három szakaszra bontani, így a mérés során a három energia összegét jelenítik meg [11] [17].

A vizsgálat során használt berendezés kalapácsa hengeres száron függ. A szár jól csapágyazott tengelyen forog. A kalapácsot nem lehet teljesen körbefordítani, csak lengésre képes. A berendezés a legtöbb esetben úgy van kialakítva, hogy kalapács az alsó holtpontra fékezhető és a törést követően a lengés csillapítható. A polimerek esetében használt berendezés kisebb méretű, mint a fémek esetében alkalmazott. Az ütőmű ütési energiája kalapács cserével változtatható. Az ütésre használt lengőkalapács kiindulási helyzetében egy retesszel rögzíthető, aminek oldásával a kalapács körív pályát ír le. A próbatestet ennek a körívpályának a legalsó pontjában található támaszra kell helyezni. A próbatestet a kalapács mozgási energiájának maximumához helyezik, ahol a helyzeti energiája a legkisebb. A nem rögzített próbatestet (Charpy esetében) a retesz kioldása után a nagy sebességgel mozgó kalapács a bemetszéssel ellentétes oldalon éri. A bemetszés manapság kizárólag U vagy V alakúra munkált [6].

9. Táblázat Charpy ütőszilárdság és bemetszett Charpy ütőszilárdság (ISO 179) [10]

Hőre lágyuló (nem erősített)	Nem bemetszett Charpy ütőszilárdság (KJ/m ²)	Bemetszett Charpy ütőszilárdság (KJ/m ²)	Hőre lágyuló (erősített)	Nem bemetszett Charpy ütőszilárdság (KJ/m ²)	Bemetszett Charpy ütőszilárdság (KJ/m ²)
HDPE	-	4,9	PP+ üvegszál	45	15
LDPE	-	-	PA6+ 30m/m% üvegszál	85	19
PP	100	10	PA+ szénszál	70	15
PS	21,5	-2,8	PP+ 20 m/m% talkum	40	3,5
SAN	19	2,5	PP+ 20 m/m% kalcium-karbonát	40	3,5
ABS	120	20	PVC+ kalcium- karbonát		9
PC	-	18			
PMMA	25	2,9			
PVC-U	80	3,2			

PVC-P	-	50		
PA	-	50		
POM	-	12		
PET	-	3,9		
PTFE	-	16		

Az Izod ütőszilárdság vizsgálatot használják a polimerek ütőszilárdságának meghatározásakor. Ennél a vizsgálatnál a lengősúlyos berendezések közkedveltek, mert a kalapács U alakú kiképzésű, a próbatest az alappal van befogva, úgy, hogy a vizsgálat során nem tud kitérni a kalapács elől. A kiképzése miatt tehát az ingás ütőmű különösen alkalmas a szívós viselkedésű polimerek esetében. Az alkalmazott terhelési mód kétpontos dinamikus hajlításnak felel meg. Ennél a módszernél a Charpy vizsgálattal ellentétben a próbatestet a bemetszett oldaláról üti meg az ütőmű. A próbatest függőlegesen van elhelyezve a mérés során. A vizsgálat egyszerű, megbízható mérést biztosít. A befogás gyors, a hátralendülés magassága pedig könnyen mérhető. A polimereknél használatos próbatest szabványos méretei 8x4x10mm. A vizsgálat abban különbözik általában a Charpy ütőszilárdság méréstől, hogy a próbatestet szorosan be kell fogni a próbatartóba. Az ütővizsgálat során először kézzel, vagy felhúzómotor segítségével a kalapácsot a felső állásba helyezik, a mérőórát lenullázzák, majd rögzítik, végül megtörténik a próbatest elütése [6].

8. Elektromos vezetőképesség

A polimerek elektromos tulajdonságai

A kereskedelmi polimerek általában nagyon jó elektromos szigetelők. Az elektromos tulajdonságok megváltozhatnak a környezeti paraméterek (például a nedvesség és/vagy a hőmérséklet) változásával [4].

Az elektromos áramot az elektromos potenciálkülönbség hatására elmozduló elektronok idézik elő anélkül, hogy a vezető anyagban kémiai változás következne be. A fémek rendelkeznek szabad elektronokkal, ezért alkalmasak az elektromos áram vezetésére, azonban a polimer molekulák esetében nincsenek ilyen szabad elektronok, és így nem teszik lehetővé az elektronok áramlását, így a polimerek szigetelők [1] [42] [43] [44].

Általánosan megfogalmazva, elektromos áram minden töltésmozgás. Gyakorlatban a töltéshordozók rendezett mozgását nevezzük elektromos áramnak. Az elektromos áramerősség az adott keresztmetszeten áthaladó összes töltésmennyiség és a közben eltelt idő hányadosával jellemzett fizikai mennyiség (jele: I; mértékegysége amper, amelynek jele A). Az áramerősség az alábbi összefüggés szerint határozható meg (az átáramlott töltés és az átáramlási idő hányadosa) [1] [42] [43] [44].

$$I = \frac{Q}{t} \quad (30)$$

ahol Q az elektromos töltés (mértékegysége Coulomb), t az idő (mértékegysége másodperc). Az áramerősség számértéke megmutatja, hogy a vezető keresztmetszetén egységnyi idő alatt mekkora töltésmennyiség áramlik át [1] [42] [43] [44].

Az elektromos töltés (villamos töltés) az anyag alapvető tulajdonsága, akár csak a tömeg, egyes elemi részecskék jellemzője. Kétféle elektromos töltés létezik, pozitív és negatív. Az elektromos töltések elektromos teret hoznak létre. Az elektromos töltést leíró fizikai mennyiség előjeles, skaláris mennyiség [1] [42] [43] [44].

Az áram lehet egyenáram, vagy váltóáram. Az elektromos áram akkor egyenáram (Direct Current/DC), ha az áramkörben a töltéshordozók állandó vagy változó mennyiségben, de egyazon irányban haladnak. Váltó áram (Alternating Current/AC) olyan elektromos áram, amelynek erőssége és iránya periodikusan változik [1] [42] [43] [44].

Az elektromos tér egy adott pontjához viszonyított munkavégző képességet potenciálnak, két pont munkavégző képességének különbségét potenciálkülönbségnek vagy feszültségnek nevezik. Az elektromos feszültség vagy potenciálkülönbség jele: U, mértékegysége a volt (V).

Az elektromos ellenállás mértéke azt jelzi, mekkora munkát kell végeznie az elektromos térnek, amíg egy adott tárgyon egy egységnyi elektront áramoltat. Azért keletkezik az egyenáramú ellenállás, mert a töltést hordozó részecskék ütköznek az adott anyag atomjaival. Az ellenállás jele: R, mértékegysége az ohm (Ω) [1] [42] [43] [44].

A vezetők a töltések mozgásával szemben ellenállást fejtenek ki.

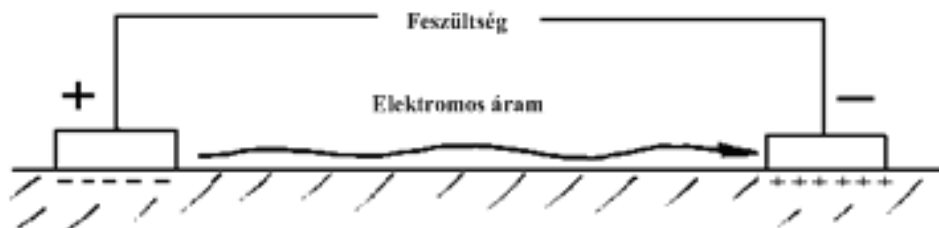
$$R = \rho \cdot \frac{l}{A} \quad (31)$$

ahol l a vezető hossza, A (mm^2) a keresztmetszete és ρ a vezető fajlagos ellenállása [1] [42] [43] [44].

Fajlagos térfogati ellenálláson az 1 cm él hosszúságú kocka két szemben fekvő lapja között mérhető ellenállást értjük, ha áram csak az anyag belsejében folyik és a tér homogén. A mértékegység általában ohm/cm^3 . Ohm-törvénye kimondja, hogy a feszültség (V) és az áramerősség (A) hányadosa egyenlő az ellenállással (ohm) vagyis $V/I = R$. A műanyagok általában természetesen jó szigetelők és nagyon nagy az ellenállásuk. A fajlagos térfogati ellenállás változhat a hőmérséklettel, valamint befolyásolja a nedvesség vagy páratartalom [1] [42] [43] [44].

Felületi ellenálláson a szabvány szerint a szigetelőanyagra fektetett 2 db 100 mm hosszúságú egymástól 10 mm távolságra levő párhuzamos elektród között mért ellenállásértéket értjük. A felületi ellenállás nem egyértelmű anyagi jellemző, ugyanis semmilyen elektródrendezéssel nem tudjuk kiküszöbölni, hogy a felületen kívül az anyag belsejében áram folyjon. A külső tényezők igen nagy mértékben befolyásolják a felületi ellenállást. Erősen függ az anyag hőmérsékletétől, a felület állapotától, tisztaságától, a környező levegő nedvességtartalmáról. Emiatt csak alaposan megtisztított, száraz felületen lehet mérni a levegő $65 \pm 5\%$ relatív nedvességtartalma mellett. Ohm törvénye szerint a felületi ellenállás az az érték, amely megmutatja, hogy az anyag felülete mennyire áll ellen az elektromos áramnak [1] [42] [43] [44].

3.16. ábra - Felületi ellenállás mérése [1] [42] [43] [44]



A **dielektromos állandó** értéke megmutatja, hogy egy anyagra ható feszültség hatására tárolt elektromos energia milyen mértékben változik a vákuumhoz képest. Másképpen megfogalmazva tehát, a dielektromos állandó egy kondenzátor kapacitásának aránya ahhoz képest, hogy ha ugyanez a kondenzátor lemezei között vákuum lenne, azaz a relatív dielektromos állandó azt mutatja meg, hányszorosára nő egy kondenzátor kapacitása, ha a fegyverzetei közötti teret vákuum helyett a vizsgált dielektrikummal töltjük ki. Több módon határozható meg egy anyag dielektromos állandója. A legegyszerűbb módszer a kapacitás mérésén alapul. A kapacitásmérésen alapuló mérés során kondenzátort töltenek fel ismert feszültségre, majd annak töltését galvanométerrel határozzák meg. A kondenzátor méreteinek ismeretében a kapacitás értékéből számítják a dielektromos állandót. Az állandó U feszültségre töltött kondenzátor töltése a levegővel (vákuummal) kitöltött esetben mérhető Q_0 -hoz képest a vizsgált szigetelő anyaggal kitöltve $Q = Q_0 \cdot \epsilon_r$ értékre változik. A dielektromos állandó (relatív permittivitás) így a mért kapacitások hányadosával egyezik meg [1] [42] [43] [44]:

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \quad (32)$$

A dielektromos állandó elektromágneses hullámhossz mérésével is megállapítható. Ha egy szigetelőanyag relatív mágneses permeabilitása 1, akkor ugyanazon frekvenciájú elektromágneses hullám hullámhosszainak aránya a vizsgált anyagban, illetve levegőben megegyezik az anyag dielektromos állandója gyökének reciprokával. A frekvencia mértékegysége általában HERTZ (Hz) ami ciklus/szekundumot jelent [1] [42] [43] [44]:

A **dielektromos erő** az a két elektróda között létrejövő feszültség különbség, amelynél elektromos bomlás lép fel. Ez egy jelzőszám, hogy a vizsgált anyag mennyire szigetelő.

A mérési módszer hasonlít a fajlagos térfogati ellenállás méréséhez leszámítva azt, hogy a feszültséget egészen addig növelik, amíg az elektromos áram képes nem lesz áthatolni a vizsgált anyagban [1] [42] [43] [44].

Váltakozófeszültség rákapcsolása esetén a kialakuló térerősség hatására a töltéshordozók elmozdulnak, megindul a vándorlásuk. A szigetelőanyagban váltakozófeszültségen is létrejön a vezetés, valamint a polarizáció. Egy-egy félperiódus alatt a vezetés és a polarizáció is olyan mértékig alakulhat ki, amire az adott idő alatt lehetőség van. Mind a vezetés, mind a polarizáció energiát használ el, ezáltal a szigetelésben veszteség keletkezik. Definíció szerint tg δ veszteségi tényező (más néven D: disszipációs faktor) a hatásos és a meddő áram-komponensek hányadosa. Fizikailag a kondenzátor feltöltése majd kisütése során a villamos energia egy része hővé alakul, ennek jellemzésére alkalmas a veszteségi tényező. Ez jelzi az energia elvesztését, amikor a molekulák az anyagban megpróbálnak újrendeződni minden egyes alkalommal, amikor az adott feszültség iránya megváltozik. Ez az érték változhat a nedvesség, a hőmérséklet, és a frekvencia értékek változásával [1] [42] [43] [44].

Az **ív ellenállás** az az eltelt időmennyiség, ameddig az anyag felülete ellen tud állni egy folyamatos vezető áram kialakulásának, mielőtt ki van téve egy magas feszültségű, gyengeáramú ívnek meghatározott körülmények között [1] [42] [43] [44].

Az ellenállásmérés módszerei

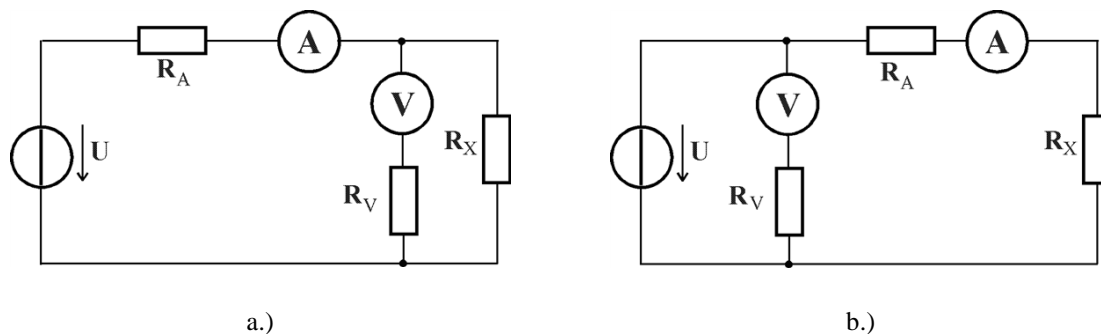
Az ellenállás mérése történhet V-A mérővel, közvetlen mutatós ohmmérővel, feszültség-összehasonlítással, áram-összehasonlítással, egyenáramú hidakkal, négyvezetékes módszerrel (four wire), kétvezetékes ellenállásméréssel, in circuit (áramkörben történő) ellenállásméréssel [1] [42] [43] [44].

A **V-A mérővel** történő ellenállásmérés Ohm törvényét használja fel ($R = \frac{U}{I}$) az ellenállás meghatározására. Az ellenállásmérés hibája két részből áll. Az ellenállásmérés hibájának egyik összetevője (relatív hibák összege):

$$h_{Rx} = h_i + h_u(33)$$

A másik összetevője pedig a mérési elrendezésből adódó hiba. A feszültség és árammérők nem ideálisak, emiatt pedig belső ellenállásukat figyelembe kell venni. Ez korrigálható rendszeres hibát jelent [1] [42] [43] [44].

3.5. táblázat - Feszültség és árammérők a.) kis ellenállások mérésére, b.) nagy ellenállások mérésére (ahol RV a voltmérő, RA az ampermérő belső ellenállása) [42] [43] [44]



A 3.20 ábra a) ábráján az ampermérő a feszültségmérőn és az ismeretlen ellenálláson átfolyó áramot méri [42] [43] [44].

A tényleges R_x értéke:

$$R_x = \frac{U}{I - \frac{U}{R_v}} \quad (34)$$

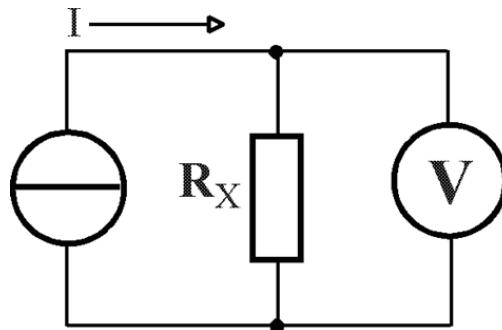
Amennyiben $R_x \ll R_v$, feltétel teljesül, akkor a hiba elhanyagolható. Ilyen esetben nem kell korrekciót végezni, így tehát kis ellenállások mérésére alkalmas a kapcsolás. A 3.30 ábra b) ábráján a tényleges R_x értéke:

$$R_x = \frac{U}{I} - R_A \quad (35)$$

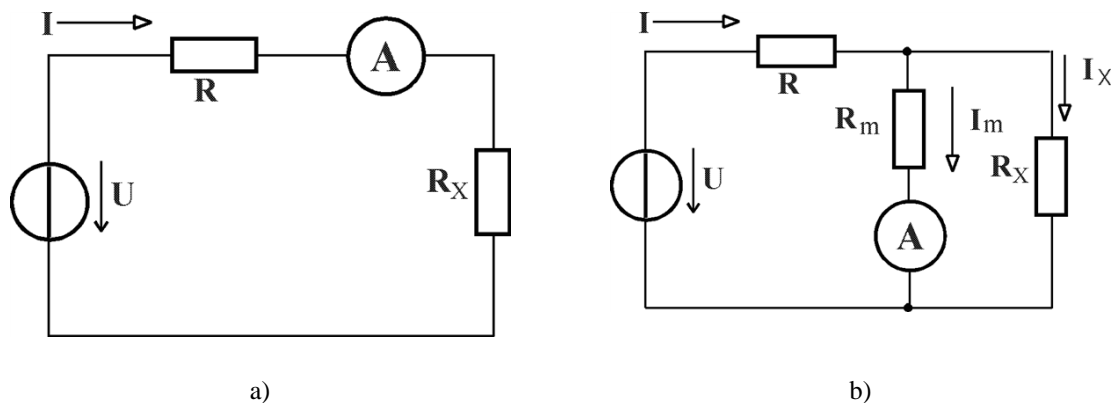
Amennyiben $R_x \gg R_A$, a hiba elhanyagolható (az ampermérő belső ellenállásából adódik). Nagy ellenállások mérésére használják ezt a kapcsolást [42] [43] [44].

Mind az analóg, mind pedig a digitális multiméterekben van lehetőség ellenállásmérésre, ahol az ellenállást közvetlenül olvashatjuk le. A **közvetlen mutatós ohmmérők** esetében kétféle felépítés lehetséges. Az egyik a digitális multiméterekben használatos R/U_{DC} konverter (3.21 ábra), ahol: $U_x = I \cdot R_x$ ($I = \text{állandó}$), U_x arányos R_x -szel (lineáris skála), valamint az analóg multiméterekben használatos R/I konverter (3.22 ábra). Feszültséggenerátorként szárazelemet használnak [42] [43] [44].

3.17. ábra - A digitális multiméterekben használatos R/U_{DC} konverter [42] [43] [44]



3.6. táblázat - Az analóg multiméterekben használatos R/I konverter. (Deprez műszer) (a) soros ohmmérő, b) párhuzamos ohmmérő) [42] [43] [44]



Soros ohmmérőnél a körben folyó áramot egy Deprez műszer érzékeli:

$$I = \frac{U}{R + R_x} = \frac{U}{R} \cdot \frac{1}{1 + \frac{R_x}{R}} \quad (36)$$

A műszer kitérése pedig (a Deprez-műszer skálaegyenletét figyelembe véve):

$$\alpha = k \cdot I = k \cdot \frac{U}{R} \cdot \frac{1}{1 + \frac{R_x}{R}} \quad (37)$$

Az összefüggésből jól látszik, hogy a skála hiperbolikus. Az $R_x=0$ esetén a kitérés maximális ($I_{\max}=U/R$), $R \rightarrow \infty$ esetén $\alpha=0$. Az ilyen felépítésű ohmmérők skálája fordított állású és végtelen végértékű [42] [43] [44].

A párhuzamos ohmmérők esetében az $R_x=0$ -hoz $\alpha=0$ tartozik, $R_x \rightarrow \infty$ esetén van maximális kitérés. A skála itt is hiperbolikus, végtelen végértékű, valamint egyenes állású [42] [43] [44].

Az analóg multimétereknél ellenállásmérés üzemmódban használat előtt a műszert kalibrálni kell. A hitelesítést minden esetben a maximális kitéréshez végzik (soros ohmmérők esetében rövidzár, párhuzamosaknál szakadás). A Deprez-típusú alpműszert tartalmazó analóg multiméterek az ellenállást legpontosabban a skála közepén mérik. Az ellenállásmérő hiperbolikus skálamenete miatt az ellenállás hibafüggvénye:

$$h_{Rx} = h_p \frac{(1 + \lambda_x)^2}{\lambda_x} ; \quad \lambda_x = \frac{R_x}{R} \quad (38)$$

Az ellenállásmérés hibája mindig nagyobb az alpműszer osztálypontosságánál [42] [43] [44].

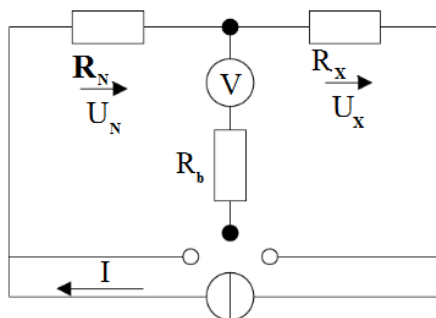
Ellenállásmérés feszültség-összehasonlítással

Az ellenállásmérés pontossága függ:

- az R_N ellenállás pontosságától,
- a feszültségmérés pontosságától,
- az áramgenerátor áramának állandóságától.

$$\begin{aligned} U_N &= I \cdot R_N; \\ U_x &= I \cdot R_x \\ R_x &= R_N \cdot \frac{U_x}{U_N} \end{aligned} \quad (39)$$

3.18. ábra - Ellenállásmérés feszültség-összehasonlítással [42] [43] [44]



Kis ellenállásoknál, ha $R_b \gg R_x, R_N$, a feszültségmérő belső ellenállásából eredő hiba elhanyagolható. A digitális multiméterekben az ellenállásmérésére ezt az elvet használják [42] [43] [44].

Ellenállásmérés történhet **áram-összehasonlítással**. A mérés pontossága függ:

- R_N ellenállás pontosságától,
- az árammérés pontosságától.

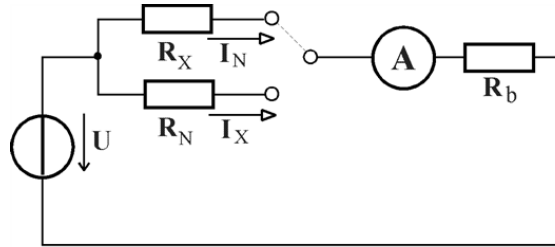
Nagy ellenállások esetén, ha $R_b \ll R_x, R_N$ feltétel teljesül, akkor az ampermérő belső ellenállása okozta hiba elhanyagolható [42] [43] [44].

$$I_x = \frac{U_x}{R_x}, \quad I_N = \frac{U_N}{R_N}$$

$$I_x R_x = I_N R_N$$

$$R_x = R_N \frac{I_N}{I_x} \quad (40)$$

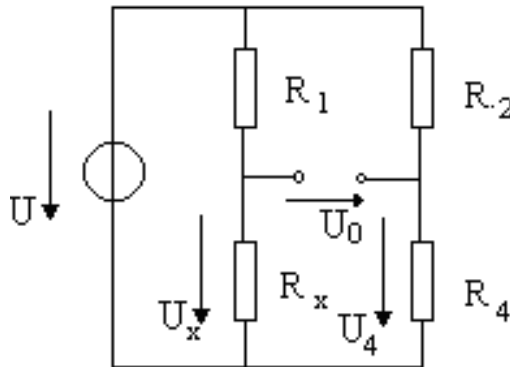
3.19. ábra - Ellenállsmérés áram-összehasonlítással [42] [43] [44]



Ellenállsmérés történhet **egyenáramú hidakkal**. A Wheatstone-híd esetében a feszültség-összehasonlítás elvét alkalmazzák, mivel $U_x=U_d$ beállítására törekszünk [42] [43] [44]..

Ekkor $U_0=0$

3.20. ábra - Ellenállsmérés Wheatstone-híddal [42] [43] [44]



Így tehát a Wheatstone-hídiban az átlósan egymással szemben lévő ellenállások szorzata egyenlő. A hídában nullindikátort (érzékeny feszültségmérő) helyeznek el $U_0=0$ érzékelésére. A gyakorlatban a megadott pontosság a 10Ω - $10^6\Omega$ közötti ellenállás tartományban érhető el [42] [43] [44].

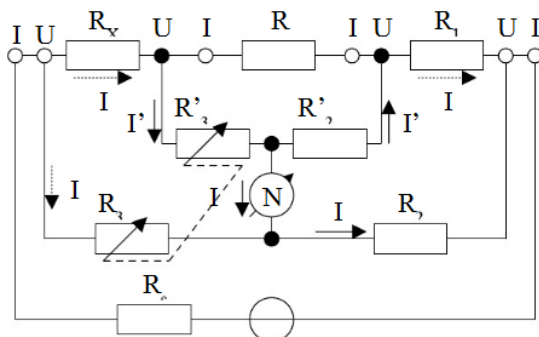
Egyenáramú hidak pontossága esetében a hídmérés pontossága függ:

- a nullindikátor véges érzékenységtől,
- a kiegyenlítő elemek pontosságától,
- a külső, illetve belső hőmérséklet-változás hatására létrejövő ellenállás változástól,
- kis ellenállások mérésénél a bekötő vezetékek ellenállásától,
- nagy ellenállások mérésénél a szivárgási áramtól.

Így tehát az egyen-áramú híddal történő ellenállsmérés relatív hibája: $h_{R_x} < 0.5\%$ [42] [43] [44].

Thomson-híddal történő ellenállás mérést. Ezt a módszert kis ellenállások mérésénél használják, ahol jelentős hibát okozhat a hozzávezetések ellenállása, mivel nagyságuk összemérhető a mérendő ellenállás nagyságával. A Thomson-hídat a 3.26 ábra szemlélteti [42] [43] [44].

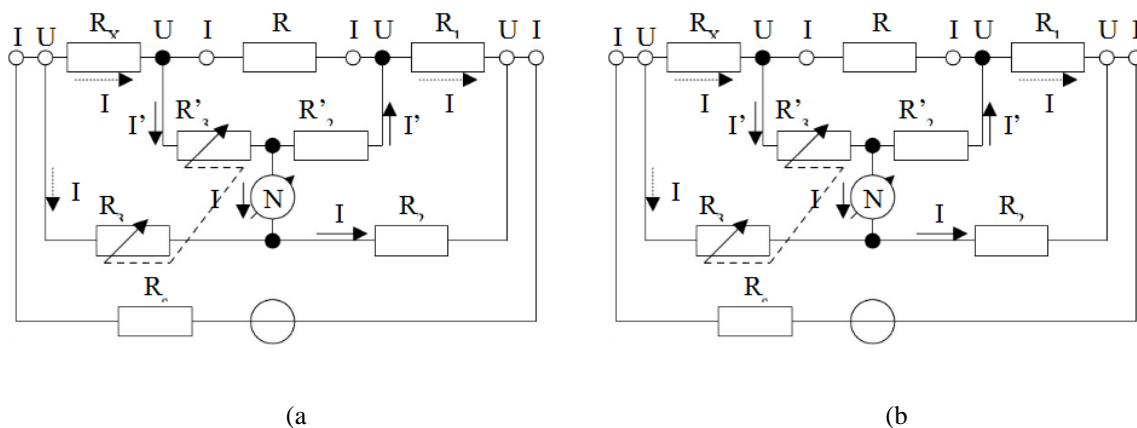
3.21. ábra - Thomson híd[42] [43] [44]



A Thomson-híd segítségével $10^{-5}\Omega$ -1 k Ω közötti ellenállás mérhető. Pontossága és érzékenysége azonos mint a Wheatstone-híd esetében [42] [43] [44].

In circuit (áramkörben történő) ellenállásmérést is szokás alkalmazni. Nagy alkatrész-sűrűségű nyomtatott áramkör (NYÁK) lemezek vizsgálatára szolgál. Ezzel a módszerrel ellenállást, kapacitást mérnek, ellenőrzik az aktív elemek bekötésének és működésének helyességét. Passzív áramköri elemek (ellenállás) mérése is az úgynevezett földelt impedancia módszerrel történik. A földelt impedancia módszerét a gyakorlatban műveleti erősítők virtuális földpontjának felhasználásával valósítják meg (3.27 ábra). A 3.27 ábra a) ábráján az impedancia a visszacsatoló ágban van, míg a b) ábráján a bemenetre csatlakozik. [42] [43] [44].

3.7. táblázat - In circuit (áramkörben történő) ellenállásmérés kétféle megvalósítása [42] [43] [44]



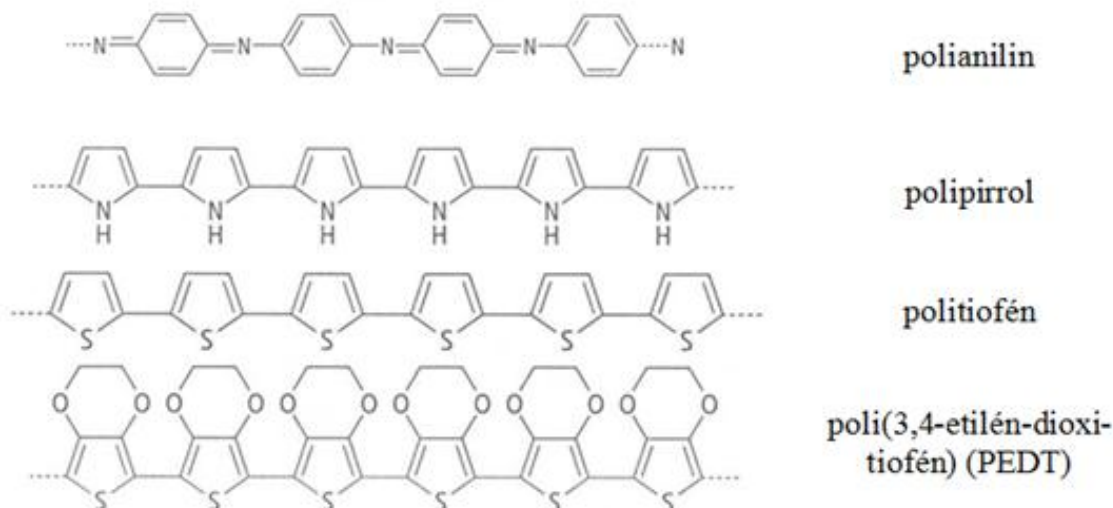
Ahogy már említettük, a szerves polimerek ugyan alapvetően szigetelők, azonban napjainkban megnőtt az érdeklődés a vezető polimerek, illetve a vezető polimer kompozitok iránt. Számos területen szükség van elektromosan vezető (ECP) polimerekre, amelyek hasonlóképpen viselkednek, mint a fémek. A polimereket napjainkban egyre több esetben eredetileg fémről, üvegből vagy kerámiából készített tárgyak helyett használják [31].

Vezető polimerek

Léteznek vezető, vagy azzá tehető polimerek. A vezetőképes polimerek fajlagos térfogati vezetőképessége a hagyományos szigetelők (10^{-12} S/cm) és a fémek (10^5 S/cm) között helyezkedik el. A vezetőképes polimereken belül is különbség van a félvezető ($<10^{-5}$ S/cm) és a valóban vezető ($>10^{-5}$ S/cm) polimerek között, ugyanis ezek jellemzőikben és funkcióikban is eltéréseket mutatnak. Az „igazi” vezető polimerek általában szennyezettek, azaz dópoltak. Már az 1960-as években vizsgálták, hogy a konjugált kettős kötés-rendszert tartalmazó polimerek

vezetőképessége oxidálószer (pl. jód, bróm, klór) hatására több nagyságrenddel megnő. A dópolás hatására többlet töltéshordozók (amelyek mozgékonyak) jutnak be a polimer láncba, ezáltal növelik a vezetőképességet. A dópolt polimer vezetők általában pozitív (lyuk) töltéshordozókat tartalmaznak. Az ipar az 1980-as évektől fordít komolyabb figyelmet a vezető polimerekre. A folyamatos kutató-fejlesztő munka eredményeként egyre több vezető polimer kereskedelmi forgalomban is megjelent és folyamatosan nő a sikeres alkalmazások száma is [31].

3.22. ábra - Az anyagában vezető polimerek néhány jellegzetes képviselője [31]



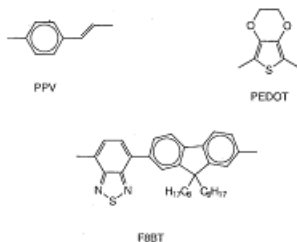
Az ipari alkalmazásokban (antisztatikus, villamos és elektronikai területen) a polianilin, a polipirrol és a poli(3,4-etilén-dioxi-tiofén) (rövidítve PEDT) játszik fontos szerepet. Az előállításához szükséges monomerek és maguk a polimerek is kereskedelmi forgalomban megtalálhatóak. A polimerek rendszerint vizes diszperziók vagy szerves oldószerben készített oldatok formájában kaphatók. Ezek elsősorban antisztatikus vagy vezető polimer bevonatok készítésére alkalmasak. Mivel a vezető polimerek üvegesedési hőmérséklete, olvadáspontja gyakran magas (vagy egyáltalán nem ömlenek meg), így hagyományos műanyag-feldolgozási módszerekkel (fröccsöntés, extrudálás stb.) általában nem dolgozhatók fel [34].

A poliacetilén volt az első vezető polimer, amelyet részletesen vizsgáltak. Ennek vezetőképessége dópolást követően a rézét is megközelítheti, azonban gyakorlatilag nem dolgozható fel, valamint a levegővel érintkezve nagyon hamar elveszíti vezetőképességét. A további kutatómunka során azt tapasztalták, hogy gyakorlatban a polianilin, a polipirrol és a politiofén-származékok használhatóbbnak bizonyultak. Az utóbbi két esetben lényegében megmaradt a poliacetilén polién lánc, amelyet NH-csoportok vagy S-atomok hidálnak át [34].

A vezető polimerek felhasználása ott kedvező, ahol vékony, átlátszó, de antisztatikus bevonatokat kell létrehozni. Ebben az esetben félvezető fémoxid-bevonatokkal kell felvenni a versenyt. Előnyös tulajdonságuk, hogy vizes oldatból felhordhatók és kevésbé ridegen viselkednek. A vezető polimerek kedvező tulajdonsága, hogy jól használhatóak pl. polimer fóliák antisztatizálásánál (elektronikai csomagolóanyagok, buborékcsoomagolás, katódsugárcsővek bevonatai stb.). A felhasználás során jellemző, hogy kis áramokat kell elvezetni, esetenként nagy feszültség mellett. Ilyenkor 10^5 – 10^9 ohm nagyságrendű fajlagos felületi ellenállás is elegendő. A diszperziók számos komponensét optimalizálni kell ahhoz, hogy az antisztatikus alkalmazások követelményeit teljesítsék. Így tehát optimalizálni kell az oldószert és az alkalmazott tenzideket, kötőanyagot kell alkalmazni a jobb filmképzés érdekében, adott esetben további térhálósító szereket (pl. tetraetoxi-szilán) kell alkalmazni az oldószerállóság javítása és a keménység növelése érdekében, növelni kell a tapadás mértékét (pl. epoxi-szilán tapadásközvetítő alkalmazásával), valamint vezetőképesség-javító adalékokat kell alkalmazni. A vezetőképességet-javító adalékok olyan magas forráspontú vegyületek (pl. etilén-glikol, N-metil-pirrolidon, dimetil-szulfoxid, szorbit) amelyekről feltételezik, hogy a bevonat morfológiáját változtatják meg, és ez eredményezi a vezetőképesség kb. két nagyságrendnyi javulását [34].

A vezető polimerek jól használhatóak például LED (fénykibocsátó dióda) gyártásához (például a poli(p-fenilén-vinilén) (PPV) poli(etilén-dioxi-tiofén) (PEDOT) vagy a F8BT) (3.29 ábra).

3.23. ábra - LED gyártásához felhasználható polimerek [35]



Egyre növekszik az igény a különleges polimer blendek iránt is, amelyek a hagyományos polimerekkel nem kivitelezhető tulajdonságokkal is rendelkezhetnek. Ilyen tulajdonság lehet a villamos vezetőképesség, a jó mágnesezhetőség, a megnövelt hővezető-képesség, a nagy sűrűség, a különleges mechanikai tulajdonságok (pl. nagy szilárdság) és a nagy akusztikus csillapítás. Ilyen polimer kompozíciókat (keverékeket, kompaundokat, kompozitokat) elsősorban ún. funkcionális töltőanyagok hozzáadásával lehet készíteni. Az úgynevezett ESD anyagok felületi ellenállása $10^{12} \geq R \leq 10^5 \Omega \text{ cm}$. A ECP ellenállása lehet: $10^{12} \geq R \leq 10^2 \Omega \text{ cm}$ [35].

Az ESD-t rugalmas polimer láncsal blendelik aktív -OH, vagy -SH csoporttal, mint például a poli(vinil-alkohol) (PVAI), etilén-vinilacetát (EVA), polivinil-fenol (PVPh), etilén-oxid kopolimer és epiklórhidrin (EO-CHR), maleát kopolimer, alifás poliszulfidok, stb. Ezeket az alacsony teljesítményű gyantákat számos blendben alkalmazzák [25] [26] [27].

12. Táblázat Néhány elektromosan szigetelő és vezető blend tulajdonságai [27]

Kompozit	Befolyásolt jellemző
1. Elektromosan szigetelő blendek – ESD	
Alifás poliszulfidok (TM) polibutadiénnel (PB)	statikus töltés nélküli próbatetek
PO 2 m/m% PVAI-val	mechanikai, higroszkópos, antisztatikus tulajdonságok
PC PET-tel és ≥ 1 m/m% elasztomer tartalmú savas csoportokkal	nagy húzószilárdság, nagy ütésállóság és elektromos szigetelés
ABS és ≤ 20 m/m% EO-CHR	antisztatikus hőre lágyuló kompozitok
EO-CHR ABS-el, HIPS-el, MBS-el, SMA-val, vagy PS/PPE és akril-kopolimerrel	a töltés gyors szétterjedése, csökkentett rétegződés és javított duktilitás
PVC, CPVC, PC, PEST, EP, PF, vagy sztírol EO-CHR	antisztatikus tulajdonságok
PC/PAI és C2-20 diamin	feldolgozhatóság, ütésállóság, megjelenés, mechanikai és antisztatikus tulajdonságok
PS EO-CHR-el és PCL-el	töltés szétszóródás és megnyúlás
2. Elektromosan vezető blendek – ECP rendszer	
PAc PE-vé polimerizálva	PE acetilénnel kezelt katalizátorral
polipirrol elektrokémiaailag polimerizálva a gyanta mátrixában	elektromosan vezető anyag jobb mechanikai tulajdonságokkal, mint a PPy
Polianilin-tozilát (PANI) és PETG	filmekhez, tintákhoz, szálakhoz, és árnyékolások

bevonatához, antisztatikus és ragasztó

Poli-3-oktil tiofén, PP-vel, PVC-vel, PS-el, PE-vel, a blendekeket a kívánt formákra alakítják és EMI vagy EVAc-al, PVC/ABS-el, stb. és adalékanyag pl: I2 ESD anyagokként használhatók

PANI hőkezelve dodecibenzol szulfonsavval, majd oldható hőre lágyuló ECPB-k módosíthatók keverve az alábbi polimerek valamelyikével: PS, PE, összekeverve protonikus savakkal és fém-sókkal ABS vagy PP

Fluor tartalmú policianurátok és egy hőre lágyuló hő, vagy elektromos vezető anyagok, ragasztók, az polimer, pl: PSF, PPE, PEEK elektronikus alkatrészek gyártása során

PANI vagy PPy polimer adalékanyaggal: szulfonált: - elektromosan vezető polimer rendszerek jó mechanikai PE, -SEBS, -PS stb. tulajdonságokkal

Mátrix polimer és egy elektromosan vezető Mátrix: PO, EPR, CPE, CSR, PS; diszpergált: PANI, termotropikus folyadék-kristályos polimer, LCP PAc, PPY, poli-3-undeciltiofén, poli-3-dodeciltiofén

A polimerekhez alkalmazott vezetőképés töltő-, és erősítőanyagok

Amennyiben hagyományos műanyag-feldolgozó módszerekkel (fröccsöntéssel, extrúzióval stb.) feldolgozható szerkezeti anyagra van szükség, akkor azt leggyakrabban úgy állítják elő, hogy a szigetelő polimerből és vezető töltőanyagból (fémszál, kormot, szén nanocsövet stb.) hozzák létre a vezetővé tett polimer alapú anyagot [31].

Fémek

Lemezeket és szálakat egyaránt használnak töltőanyagként ahhoz, hogy a szigetelő polimer elektromosan vezetővé váljon. A korai kutatások során azt feltételezték, hogy összefüggés van a kompozit elektromos ellenállása és a belekerült finomra őrölt fémrészecskék mennyisége között. Meghatároztak egy kritikus fém frakciót az úgynevezett perkolációs küszöböt. Ez az a koncentráció, amelynél a polimer mátrixban az egyes részecskék kapcsolatban vannak legalább két másik szomszédos részecskével és ezáltal létrehoznak egy három-dimenziós hálózatot a polimer mátrixban [32].

13. Táblázat A polimer kompozitokban használt fémszálak és daralékok jellemzői [32]

Fém	Forma	Előállítási mód	L (mm)	D (µm)	L/d	Sűrűség (g/cm ³)	Ellenállás (10 ⁶ ohm cm)
Rozsdamentes acél	szál	húzás	1,60	30-56	300-500	8,02	74,0
Alumínium	daralék	szálhúzás ömledékből	1,25	30*	42	2,71	2,8
Alumínium	szál		3,00	60	50	2,71	2,8
Réz	szál		3,00	60	50	8,90	1,7
Sárgaréz	szál		3,00	60	50	8,40	7,0
Vas	szál		3,00	60	50	7,90	9,8
Nikkel		húzás	1,00	20	50	8,90	8,5

*vastagság

Kutatások azt mutatják, hogy a polimer mátrix fém töltőanyagok esetében sokféle ismert hőre lágyuló polimer lehet. A kiválasztásnál figyelembe kell venni több szempontot is (szilárdság, hőállóság, nedvességfelvétel stb.). Mivel a töltőanyagok hozzáadása jelentősen rontja az anyag szívósságát, így célszerű nagy szakadási nyúlással rendelkező mátrix polimert választani. Így tehát a részben kristályos polimerek alkalmasabbak erre a célra, mint az amorf polimerek. A töltőanyag eloszlását és a villamos jellemzőket is befolyásolja, hogy egymáshoz viszonyítva milyen a fémötvözet és a polimer olvadáspontja, valamint viszkozitása [33].

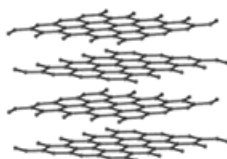
Korom

Iparban koromnak (CB) nevezzük a szén egy különleges formáját, amely folyékony vagy gázállapotú szénhidrogének nem tökéletes égése révén alakul ki. A korom az elasztomerek legfontosabb erősítőanyaga. A polimerekben történő alkalmazása szempontjából a színerősség és a részecskénagyság a korom fontos tulajdonsága. A durvább típusok könnyebben dispergálhatóak a polimerekben. A korommal az elektromos vezetést lehet növelni, valamint hő-alaktartóságot javítani, az UV sugárzás elleni védelmet növelni, valamint fekete színt lehet elérni töltőanyagként való alkalmazásával [36].

Grafit

A grafitpor többek között önkenő tulajdonságokat kölcsönöz a hőre lágyuló polimereknek. A természetben előforduló grafit sp^2 hibridizált szénatomokból felépülő grafén rétegekből áll, amelyeket Van der Waals erők tartják össze. A grafit elektromos vezetése az sp^2 hibridizációs delokalizált π kötések következménye. A gyenge Van der Waals erők, amik a szomszédos rétegeket összetartják, lehetővé teszik, hogy a közbenső rétegekbe molekulák ágyazódjanak be, ezáltal megnöveljék a rétegek közötti távolságot, továbbá megvalósítják a töltőanyag mátrixba való alaposabb bekeveredését [36].

3.24. ábra - Grafít

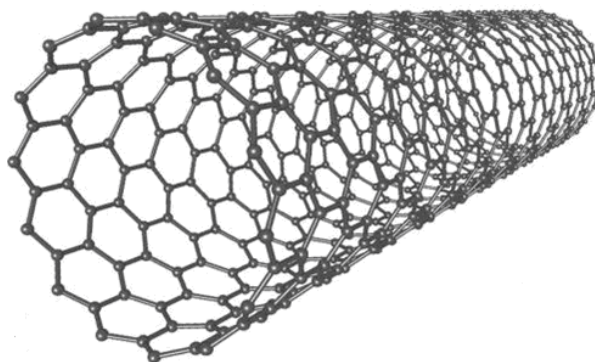


Nanocső

A szén nanocsövek (CNT) hengeres szerkezetűek, átmérőjük a néhánytól a pár száz nanométerig, míg hosszúságuk kevesebb mint egy mikrontól a néhány centiméterig változik (3.40 ábra). Léteznek úgynevezett többfalú nanocsövek (MWCNT), illetve egyrétegű szénnanocsövek (SWCNT). A CNT-k mechanikai szilárdsága, elektromos vezetőképessége és a hőstabilitása rendkívül jó, így alkalmazásuk igencsak kiemelt fontosságú. Felhasználásuk számos területen felmerül, mint például vezető és nagy szilárdságú kompozitok, energiatároló és átalakító eszközök, érzékelők, téremissziós kijelzők és sugárforrások, nanométer méretű félvezető eszközök, szondák és összekötők gyártása. A CNT kutatások egyik jelentős iránya a vezető/antisztatikus elektromos kompozitok előállítása, úgy, hogy CNT-polimer kompozitokat hoznak létre [37] [38].

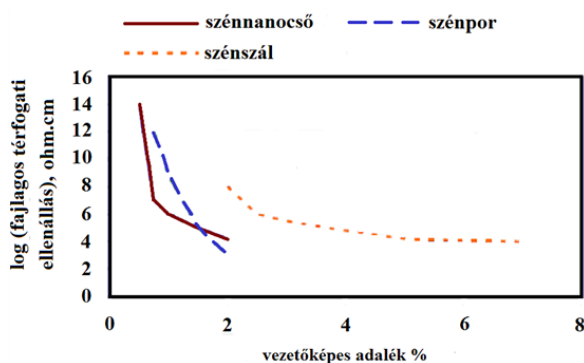
A CNT-nek rendkívül jó a vezetőképessége, továbbá egy dimenziós nanoszerkezetűek és az alaki tényezője általában 10^3 feletti, így nagyon könnyen egymáshoz tudnak kapcsolódni és egy vezető hálózatot kialakítani, ezáltal igen jó vezetőképességgel rendelkező kompozitot lehet létrehozni kevés vezető töltőanyag felhasználásával. A jövőre nézve a CNT jobb elektromos töltők lehetnek, mint a CB. Ha ugyanolyan elektromos vezetőképességgel rendelkező kompozitokat vizsgálunk, megfigyelhető, hogy CNT használata esetén a töltőanyag koncentrációja 2 nagyságrenddel is kisebb lehet, mint CB felhasználása mellett [39].

3.25. ábra - Nanocső



Kutatások során MWCNT szárait különböző polimer mátrixokba vitték be (poliamid 12, acetál, fluorpolimer, fluoelasztomer, PPS stb.), és például a PA12 kompozitokat az USA autóipara használja. Az üzemanyag-szivattyúkban és a hozzá tartozó szűrőkben acetál vagy PA12 alapú nanocsöves kompozitokat használnak. Ezekben az alkalmazásokban 5 % (m/m)-nál kevesebb nanocsőre van szükség, ami fele-harmada a vezetőképesség korom mennyiségének (3.32 ábra) [37] [38] [39] [40].

3.26. ábra - Különböző vezetőképességű adalékok hatása a fajlagos térfogati ellenállásra néhány polikarbonát kompaund esetében [40]



Vezető korom hozzáadására egy polimer szakadási nyúlása az eredeti érték 3–4%-ára csökken. Ha szén nanocsövekkel teszik vezetővé, akkor csak 50%-ára csökken a polimer szakadási nyúlása, és ez már megfelelő érték a szívósság szempontjából. A CNT mérete és mennyisége olyan kicsi, hogy az autóiparban megkívánt felületminőséget is teljesíteni tudják a CNT-t tartalmazó polimer kompozitok. Tisztaság szempontjából a nanocsövek nagy előnyben vannak az őrlt szénszálakkal szemben, és sokkal egyenletesebb a kompozitok vezetőképessége is [40].

Szénszál

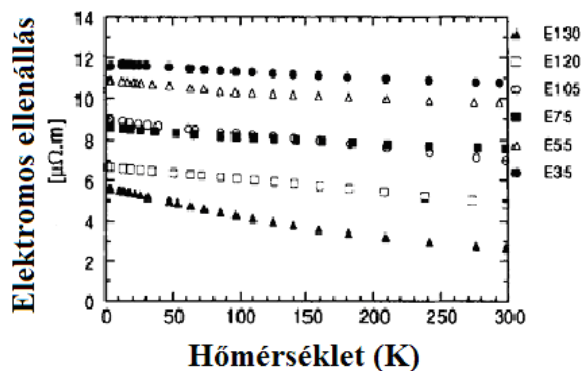
A mezofázisú pitch-based szénszálak (14 táblázat) elektromos ellenállását a 3.33 ábra szemlélteti a hőmérséklet függvényében (2-300K-ig) [41].

14. Táblázat A pitch-based szénszálak mechanikai tulajdonságai és röntgensugár diffrakcióval megállapított szerkezeti paramétereik (d_{002} a rétegek közötti tér; L_c [41])

Szálak	Modulusz (GPa)	Húzószilárdság (GPa)	d_{002} (nm)	L_c (nm)	L_a (nm)
E-35	241	2,8	0,3464	3,2	7,2
E-55	378	3,2	0,3430	8,2	16,2
E-75	516	3,1	0,3421	10,7	22,4

E-105	724	3,3	0,3411	17,3	46,1
E-120	827	3,4	0,3409	18,9	51,4
E-130	894	3,9	0,3380	24,0	180,4

3.27. ábra - Az elektromos ellenállás hőmérsékletfüggése szénszálak esetében [41]



Az ellenállás a hőmérséklet növekedésével csökken az egyes szálak esetében. Egy adott vizsgálati hőmérsékleten, az ellenállás csökken a rugalmassági modulusz növekedésével (3.33 ábra). Ennek oka, hogy a koncentrációs hibák csökkennek, amelyek a diffúziós szállítást okozzák [41].

A fajlagos ellenállás csökkentésének hatékony módja az interkaláció. Az interkaláció során a réteges kompaundban idegen atomok (interkalátok) vannak, amelyek bejutnak a szénrétegek közé. Az interkalát úgy viselkedik, mint egy elektron akceptor, vagy donor, ezáltal telíti a szénszálakat. Például a brómozás (azaz bór akceptor bejuttatása) 18-20%-os súlytöbbséget jelenthet P-100 és P-75-ös (Amoco Thronel) szál esetében, de 0%-ot a P-55-ös esetében; ez pedig 73-79%-os ellenállás csökkenést eredményez a P-120, P-100 és P-75-ös szálak esetében, de csak 4%-ot a P-55-nél. A P-100-4 brómozott típusánál (P-100-nél nagyobb grafit tartalom) 11,0 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ ellenállásról számoltak be. Az interkalációs reakciók nagy grafit tartalmú szálak esetében fizikai károsodást okozhatnak a szálakon, a mechanikai tulajdonságok és az oxidációs ellenállás lecsökkenhet. A grafitizációnak van egy optimális értéke. Az interkalált szénszálak kis elektromos ellenállása következtében jó keveréket hozhatnak létre az elektromágneses interferencia árnyékolásban [15. táblázat] [41].

15. Táblázat Nikkel bevonat hatása a PAN-alapú AS-4 (Hercules) szénszál tulajdonságaira [41]

Tulajdonság	Sima szál	Ni-bevonatos szál
Átmérő (μm)	7,0	7,8
Sűrűség (g/cm^3)	1,80	2,97
Elektromos ellenállás ($10^{-6}\Omega\text{cm}$)	1530	7
Hővezetés ($\text{W}/\text{m}/\text{K}$)	7,2	10,7
Hőexpanziós koefficiens ($10^{-6}/^\circ\text{C}$)	-1,7	-0,8
Húzó modulusz (GPa)	234	210
Húzószilárdság (GPa)	3582	2582
Rugalmas megnyúlás (%)	1,53	1,33

9. Hővezető képesség

A szerkezeti anyagok közül hőszigetelőknek tekinthetők azok, amelyek a különböző hőmérsékletű terek között spontán meginduló, hőkiegyenlítődésre irányuló folyamatok sebességét, intenzitását jelentős mértékben lecsökkentsék. A hőszigetelő anyagok egyik legfontosabb jellemzője a kismértékű hővezető képesség, de a felhasználásuk helyén sem változhatnak meg jelentősen a tulajdonságaik hosszabb időtartam alatt sem. Egy szerkezeti anyag annál jobb hőszigetelő tulajdonságokkal rendelkezik, minél kisebb pórusokban, minél több levegőt tartalmaz, és maga a pórusfalakat alkotó anyag is minél rosszabb hővezető.

A gyakorlati felhasználási igények, valamint a hőszigetelési tulajdonságok javításakor előfordulhat, hogy a mechanikai tulajdonságok erőteljesen romlanak, emellett megnő a szerkezet nedvességfelvevő és visszatartó képessége is.

A hővezető képesség jellemzésére a hővezetési tényezőt (λ) használjuk, amely az egységnyi vastagságú, egymással párhuzamos anyagrétegek között, 1 fok hőmérséklet-különbség hatására időegység alatt átáramló energia nagysága. Mértékegysége W/mK.

A hővezetési tényező értékének meghatározására több módszer is ismeretes. A leggyakrabban alkalmazott módszer elve a következő. A vizsgálandó minta egymással párhuzamos, ismert nagyságú felületei között állandósult hőáramlást hozunk létre, és meghatározzuk azt a hőmennyiséget, amely ilyen viszonyok között időegység alatt az anyagon áthalad. A stacionárius hőáramlást úgy biztosítjuk, hogy a mintát befogó fémlapok hőmérsékleteit egymástól eltérő, de állandó értéken tartjuk érjük el, vagyis az anyagot szoros illesztésben egy-egy általunk beállított hőmérsékletű „melegebb” és „hidegebb” lap fogja közre. Az időegység alatt befektetett elektromos munka ismeretében, a minta adataiból és a mérési körülmények alapján a hővezetési tényező értéke meghatározható.

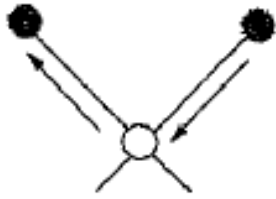
10. FT-IR spektroszkópia

Az infravörös spektroszkópia (IR) az utóbbi 70 év leggyakrabban alkalmazott anyagazonosító módszerré vált. Az anyag és az infravörös sugárzás kölcsönhatása következtében a molekulák rezgési és forgási viszonyai változnak meg. Az infravörös tartomány három fő részre osztható: közeli IR-tartomány ($12800-4000\text{cm}^{-1}$), közepes IR-tartomány ($4000-400\text{cm}^{-1}$), és távoli IR-tartomány ($400-10\text{cm}^{-1}$). Az analitikai alkalmazások nagy része a közepes IR-tartományba esik. A szilárd, folyadék vagy gáz halmazállapotú mintáról készített IR spektrum a minta ujjlenyomat spektrumának tekinthető, mert nem csak egyedileg azonosít egy molekulát, hanem a csoportfrekvenciákon keresztül a molekula szerkezetéről is ad információt [58, 59]. Mivel minden egyes anyag az atomok egyedülálló kombinációjaként jön létre, két különböző anyagról nem lehet két teljesen azonos infravörös spektrumot készíteni. Ez lehetővé teszi, hogy a különböző szerkezetű polimereket azonosítsuk. A spektrumban található elnyelési sávok nagysága pedig mennyiségi elemzésre ad lehetőséget.

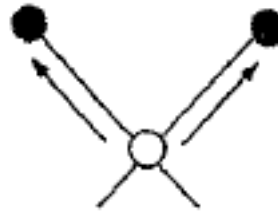
Az infravörös tartományban bekövetkező energia abszorpció feltételei közé tartozik, hogy a molekula rezgése vagy forgása során dipólusmomentum-változás következzen be, emellett, hogy a sugárzás frekvenciájának meg kell egyeznie a molekula rezgési frekvenciájával. Miért kell-e két feltételnek teljesülnie? Azért, mert csak aszimmetrikus töltéseloszlással (azaz dipólusmomentummal) rendelkező molekulában lévő atomok rezgőmozgásának amplitúdóját képes egy váltakozó elektromos tér megváltoztatni. Ha ugyanis a dipólusmomentummal rendelkező molekulát olyan elektromos sugárzás éri, amelynek frekvenciája pontosan megegyezik a molekula természetes rezgési frekvenciájával, energia abszorpció történik, ezáltal a rezgés amplitúdója megnövekszik.

A mintán áthaladó infravörös sugárzás hatására különböző rezgéstípusok jelennek meg a spektrumban. Vegyértékrezgések esetén a rezgő atomok a vegyértéktengely mentén közelednek és távolodnak egymástól, a vegyértékszög nem változik meg (3.34 ábra).

3.8. táblázat - Vegyértékrezgések típusai [65]



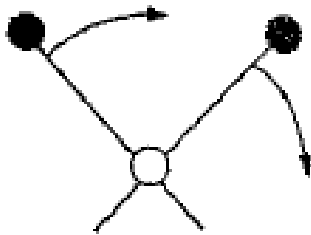
a. szimmetrikus



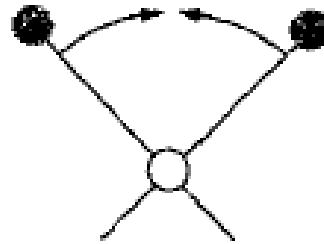
b. aszimmetrikus

A deformációs rezgések ezzel szemben olyan rezgések, amelyek során a vegyértékszög változik, de a kötéshossz változatlan marad (3.35 ábra). Mind vegyérték-, mind pedig deformációs rezgések esetén beszélünk szimmetrikus és aszimmetrikus típusokról.

3.9. táblázat - Deformációs rezgések típusai [65]



a. kaszáló



c. bólogató



b. ollózó

síkbeli



d. torziós

térbeli

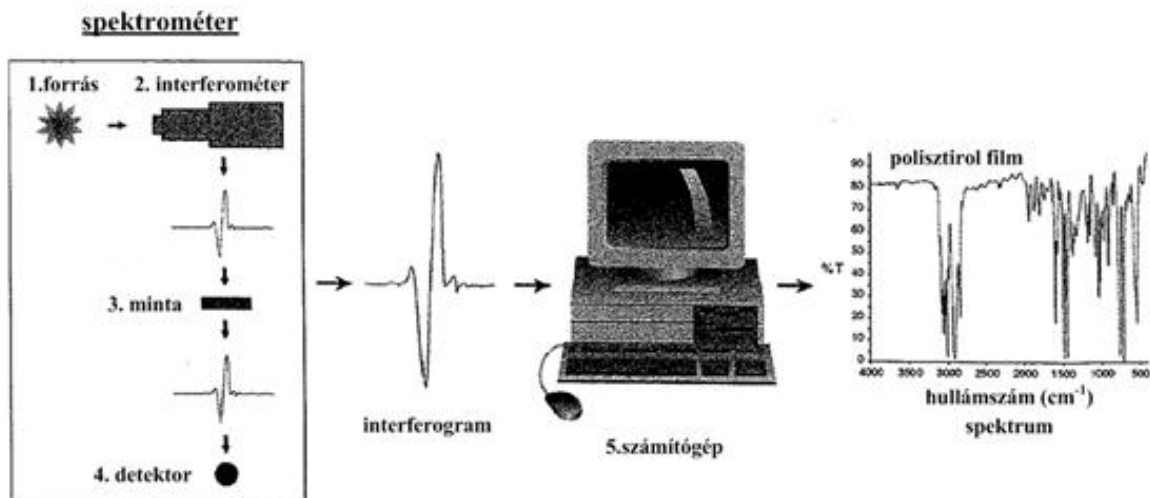
Bármilyen típusú infravörös spektrométer (pl. 3.36 ábra) sugárforrásból, mintatérből, analizátorból, detektorból és adatfeldolgozó egységből (számítógépből) áll (3.37 ábra).

3.28. ábra - Tensor 27 típusú infravörös spektrométer



Az analizátor a szélessávú infravörös sugárzást adott spektrális felbontással diszkrét hullámszám értékekre bontja. Ez a legújabb készülékeken interferométer alkalmazásával történik. Egy adott frekvenciájú sugárzásnál keletkező interferogram egy koszinusz hullám lesz. Ha egy másik hullámhosszú fényt választunk, a detektorjel egy másfajta koszinusz hullámnak felel meg. Ha a vizsgálathoz polikromatikus fényforrást alkalmazunk, amelyben az adott hullámszám-tartományban mindenféle hullámhossz szerepel, minden egyes hullámhosszú komponenshez egy egyedi koszinusz hullám lesz rendelhető. A detektor által észlelt jel az összes ilyen koszinusz hullám algebrai összege lesz. Az FT-IR spektrum előállításához az így keletkező interferogramot digitalizálni kell.

3.29. ábra - Infravörös spektrométer elvi vázlata [57]

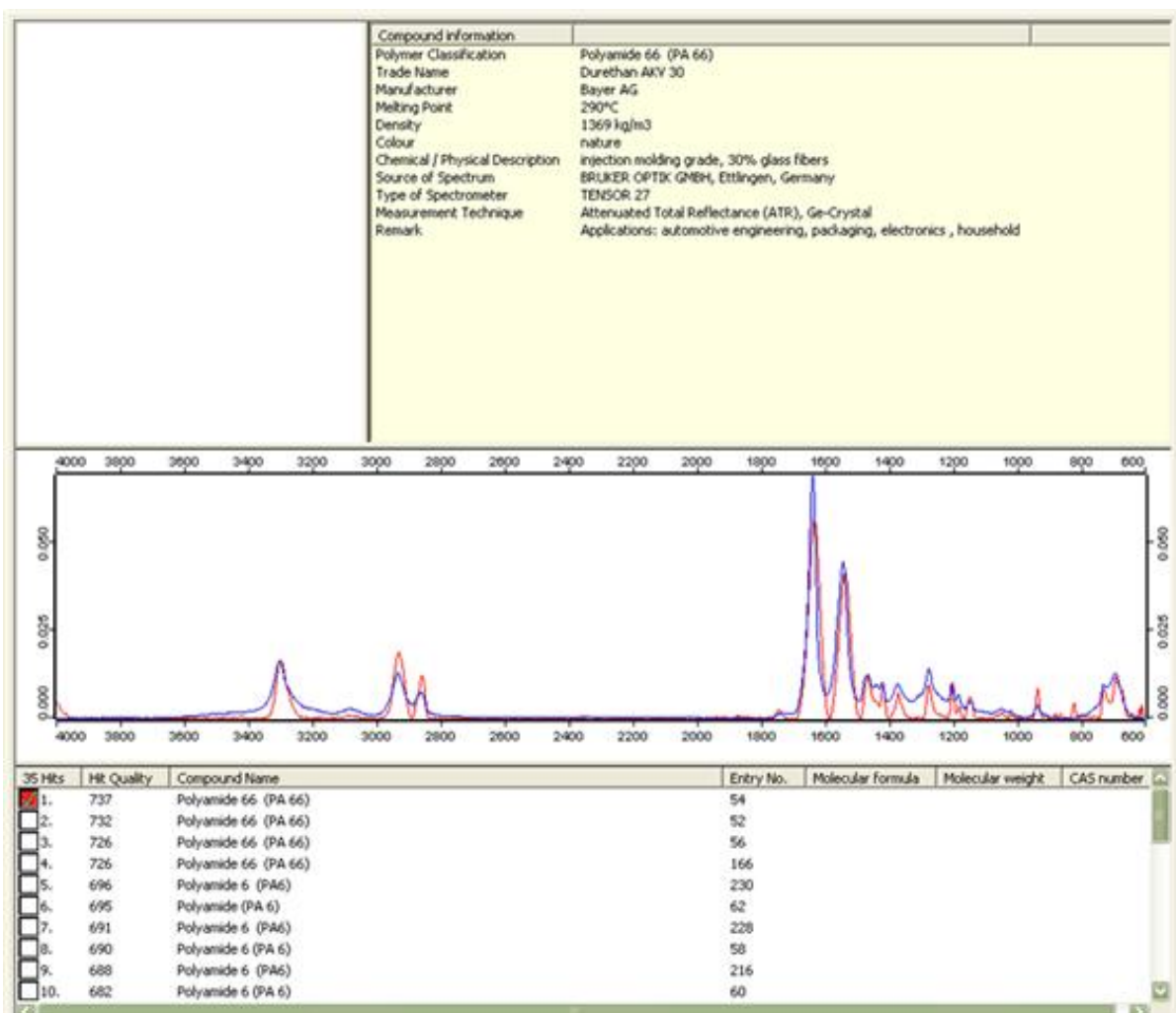


Az infravörös spektroszkópiának továbbfejlesztése a Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia (FT-IR), amellyel kiküszöbölhetők a hagyományos infravörös technika hátrányai. A hagyományos infravörös készülékek ugyanis diszperzív típusúak voltak, vagyis az infravörös sugárforrás által kibocsátott energia egyedi frekvenciáit elkülönítették. Ezek a készülékek tehát minden egyes frekvenciát külön mértek, amellyel óriási mértékben lelassították a mérést. A modern FT-IR készülékekkel naponta legalább 100 mintát meg lehet mérni, a korábban jellemző 2-4 helyett, mert polikromatikus fényforrást használnak, és a digitalizálás is meggyorsítja a

mérést. Az FT-IR spektroszkópia gyors, precíz és egyszerű mérési módszer tehát, amelynek alkalmazásakor nagyon kis mennyiségű minta is elegendő a megbízható méréshez. Hátránya viszont, hogy nincs olyan oldószer, amely az egész analitikai sávban áteresztő lenne.

A mai modern FT-IR készülékeket számítógépes szoftverrel üzemeltetjük, amely lehetőséget ad arra is, hogy ismeretlen mintákat azonosítsunk kereskedelmi forgalomban kapható termékekkel, mert a szoftver több ezer ismert anyag spektrumának adatbázisával össze tudja hasonlítani az ismeretlen mintát (3.38. ábra).

3.30. ábra - Ismeretlen összetételű minta FT-IR spektrumának összehasonlítása a szoftveres adatbázissal



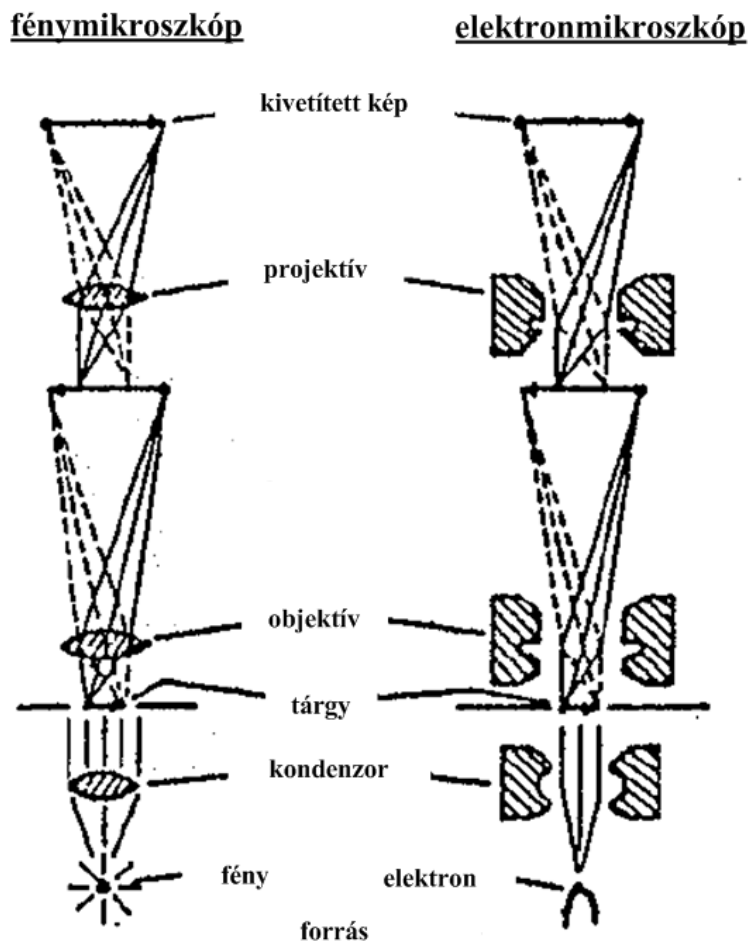
4. fejezet - Műanyagok és kompozitok morfológiai jellemzőinek meghatározása

1. Mikroszkópos vizsgálati módszerek

Optikai mikroszkópiával különböző polimer blendek, illetve kompozitok elemezhetők, a minta felületi szerkezetéről, a benne található szennyeződésekről kaphatunk információt (4.1 ábra). Vékony filmek elemzésére is széles körben alkalmazzák a mikroszkópos módszereket. A fénymikroszkópban a fényt az ún. kondenzor lencse fókuszálja a tárgyra, pl. egy vékony lemezre. A lemezen áthaladó fénysugarak a tárgy részleteknek megfelelően különbözőképpen nyelődnek el, majd az objektív lencsén áthaladva képpé formálódnak. Az objektív által alkotott képet a projektív nagyítja a végleges méretre. A fénymikroszkópok lencsési üvegből készülnek, a készülékek felbontóképessége 1-2 μ m.

A mikroszkópiának ezen kívül két viszonylag széles körben elterjedt módszerét is megkülönböztetjük: a pásztázó elektronmikroszkópiát (SEM) és a transzmissziós elektronmikroszkópiát (TEM). Az utóbbival nagyobb felbontású, akár százezerszeres nagyítású képek is készíthetők egy mintáról. A SEM vizsgálat során az anyag felületét precízen fókuszált elektronsugárral pásztázzák végig, és a szétszóródó másodlagos elektron befogásával készítik a nagy felbontású képeket. Ezzel ellentétben a TEM vizsgálat során a minta által áteresztett elektronokkal készítik a képet. A transzmissziós elektronmikroszkópban fénysugarak helyett a sokkal kisebb hullámhosszúságú, és ezért nagyobb felbontóképességet biztosító elektronsugárzást használják fel a képalkotáshoz. Az elektronforrás és a minta egyaránt vákuumban van, az elektronsugarakat mágneses, kondenzor, objektív és projektív lencsék fókuszálják. A mintán áthaladó elektronok egy része rugalmasan szóródik. Ezek az elektronok elhagyják a fluoreszkáló ernyőre vetődő sugárkévét, így a szóródást előidéző részek sötétebb mezőként vagy vonalakként rajzolódnak ki a képen.

4.1. ábra - Mikroszkópok felépítésének összehasonlítása



Különleges esetekben nagyobb teljesítményű technikát alkalmaznak, például atomerőmikroszkópiát (AFM), amellyel nanométer méretű anyagokról készíthetők felvételek. Ez a felbontás három nagyságrenddel nagyobb, mint az optikai módszerek esetén.

A következő alfejezetekben az optikai mikroszkópiával és a pásztázó elektronmikroszkópiával foglalkozunk részletesebben, az atomerő mikroszkópiáról csak röviden lesz szó. Az elterjedtebb módszerekről tömör összehasonlítást a 3. táblázat tartalmaz.

3. táblázat Mikroszkópiás technikák összehasonlítása

	fénymikroszkóp	TEM	SEM
minta előkészítése	elég könnyű	nehéz	könnyű
vizsgálat	szabad levegőn	vákuumban	vákuumban
megfigyelhető felület	nagy	kicsi	elég nagy
sugárzás	fény	elektron	elektron
képképzés	optikai (üveg) lencse	elektromágneses lencse	elektromágneses lencse
a kép keletkezése	egyszerre, egy időben	egyszerre, egy időben	soronként, kb. 5-50mp alatt

üzemköltség	alacsony	nagy	nagy
-------------	----------	------	------

1.1. A mikroszkópos anyagvizsgálat

1.1.1. A mikroszkópos anyagvizsgálat eszközei és módszerei

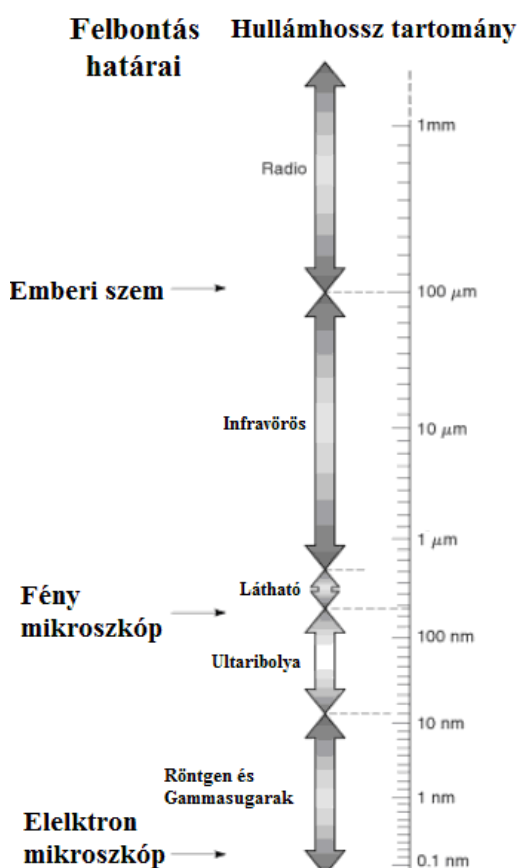
Amennyiben a szerkezeti anyag felületét vizsgálatára van szükség, akkor a felületi képét nagyítani kell. Erre a feladatra egyszerű nagyítót, a nagyobb nagyítás elérése érdekében pedig mikroszkópot lehet használni [6].

Nagyítónak nevezünk minden olyan optikai eszközt, amely arra szolgál, hogy a tiszta látás távolságán belül megnövelje a látószöget azért, hogy a szabad szemmel nem látható részleteket az emberi szem számára láthatóvá tegye. Látószögnek nevezzük azt a szöveget, amely alatt a szemlélt tárgy szabad szemmel történő szemlélés esetén látszik. A mikroszkóp nem más, mint egy összetett nagyítórendszer. A mikroszkóp két gyűjtőlencse-rendszer segítségével kisméretű tárgyak jelentősen nagyított, fordított állású látszólagos képét állítja elő [6] [7] [45].

Az optikai mikroszkópia eszköze az úgynevezett fénymikroszkóp. A fénymikroszkóp a fény sugarait használja fel a nagyított kép létrehozásához (gyakorlatban általában csak mikroszkópként hívják a fénymikroszkópot) [7] [6] [45] [46].

A fény tulajdonképpen elektromágneses hullám. A látható fény a teljes elektromágneses spektrum 380-760 nm hullámhosszúságú tartományát jelenti [7] [6] [45] [46].

4.2. ábra - ábra Az elektromágneses spektrum [46]



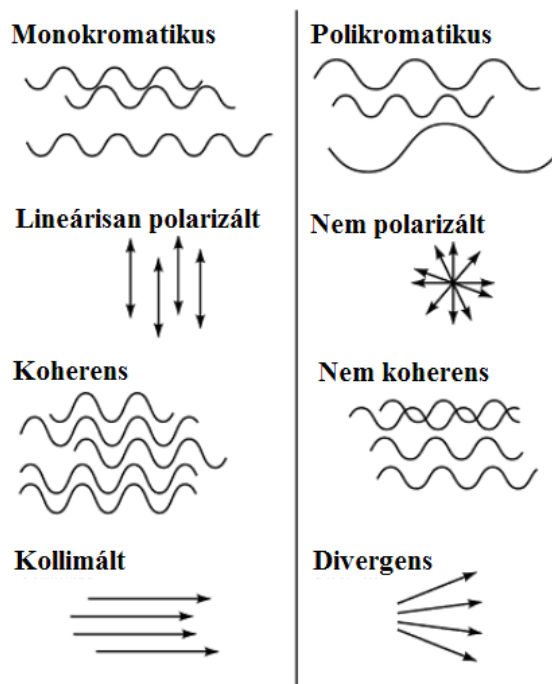
Einstein feltételezte, hogy a fény $h\nu$ energiájú részecskékből áll. A látható fény számtalan transzverzális hullámsomagból, úgynevezett fénykvantumból, fotonból összetett jelenség. A foton energiája az alábbi összefüggéssel adható meg:

$$E = h \cdot \nu \quad (41)$$

A fotonok lényeges tulajdonsága, hogy saját impulzusmomentumuk (spin) van. A fotonok egész spinű úgynevezett Bose-részecskék (bozonok) [1].

A fény lehet monokromatikus, polarizált, koherens és kollimált [6] [46].

4.3. ábra - ábra Különböző fajta-fény-hullámformák [46]



A fénymikroszkóp gyűjtőlencséből álló szerkezet, amelynek két legfontosabb alkotórésze a tárgylencse (objektív) és az ellenoldalon elhelyezett szemlencse (okulár). A mikroszkóp több részegységből áll. Ilyen részegysége a váz és állvány, amely az elektromos és mechanikus részek védelmét, illetve rezgés-mentességét biztosítja. A tárgyasztal mozgását többnyire menetes orsók segítségével valósítják meg. Vannak úgynevezett durva és finom állító (fel és le mozgató) csavarok egyaránt. A tubus a szemlencsét tartalmazza (kamera felfogási lehetőséggel). Fontos dolog a dönthetőség és a szemtávolság állíthatósága is. Az objektív feladata, hogy a tárgyon átmenő, vagy arról visszaverődő fényt összegyűjtse, valamint az, hogy a vizsgálni kívánt tárgyról pontos, általában valós, fordított állású képet készítsen. Az így kapott fordított állású képet az okulár feladata tovább nagyítani. A nagyon kicsi tárgytávolság miatt a nagy nagyítású objektívek esetén szükséges lehet kihúzható lencse-védő szerkezetre. A kondenzor lencsék feladata a fényforrásból származó fény összegyűjtése és párhuzamosítása. A kollektor lencsét a fényforrás elé helyezik. A kollektor lencsék feladata, hogy a fényt eljuttassák a kondenzor lencsére. A tükrök, prizmak a fény irányításában vesznek részt. A tubuslencsék feladata a párhuzamos fénysugarak fókuszálása. A fénymikroszkóp további részegysége pedig a megvilágítás [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52][50] [51] [52].

A mikroszkóp legfontosabb része maga az optikai berendezés, ami egy lencséből és kihuzatból álló speciális optikai pad. Feladata a nagyított kép létrehozása. Domború lencséből, tubusokból és távolságtartó gyűrűkből áll. Az optikai lencsék általában üvegből vagy műanyagból készülnek, határoló felületük gömb vagy síkfelület, illetve ezek kombinációja. A lencsék típusai következők:

- kétszeresen domború (bikonvex),
- sík-domború (plán-konvex),
- homorú-domború,
- kétszeresen homorú (bikonkáv),

- sík-homorú (plán-konkáv),
- domború-homorú lencsék [6] [47] [48].

A gyűjtőlencséknek van optikai középpontja. Ezen keresztül a fénysugár irányváltoztatás nélkül áthalad. A gyűjtőlencsék képalkotására érvényes az optika alaptörvénye. Ez a törvény kimondja, hogy a tárgy távolság és a képtávolság reciprokaik összege megegyezik a fókusz távolság reciprokaival:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{t} + \frac{1}{k} \quad (42)$$

ahol t a tárgyasztal távolsága, k a képtávolság, f a fókusz távolság mm-ben. A lencsék és a mikroszkóp fő méreteit ez a törvény határozza meg. A domború lencsével alkotott kép lehet látszólagos illetve valódi. Valódi képnek nevezik azt, ami ernyőn felfogható (mint például a diavetítő esetében). Látszólagos kép esetében nem lehet a képet ernyőn felfogni (látni persze lehet). Ebben az esetben a képalkotás virtuális. Az optikai mikroszkópnál a képalkotás során ez a két eset van kombinálva. A gyűjtőlencse először a tárgyról fordított állású képet ad, majd ezt követően az okulár ezt az ernyőn felfogható fordított állású valódi képet nagyítja tovább virtuális, azonos állású nagyított képpé. Ez már az emberi szem számára is jól látható [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52][50] [51] [52].

Az objektív teljesítményét elsősorban a nagyítása, másodsorban pedig a nyílása, azaz numerikus apertúrája (NA) határozza meg. Fontos még a felbontóképesség és a mélységélesség. A numerikus apertúra a lencsének az a képessége, hogy a mintáról visszaverődő fényt milyen arányban hasznosítja, azaz a fénygyűjtő képességet számszerűsíti. A képalkotás csak a tárgyról visszaverődve érkező fénysugarak segítségével lehetséges (az objektíven keresztül bejutnak). Ebből az is következik, hogy a több fénysugarat begyűjtő objektívek numerikus apertúrája nagyobb, a gyengébb objektívek numerikus apertúrája pedig kisebb. A numerikus apertúrát NA jelöléssel tüntetik fel az objektív külső felületén. A numerikus apertúra az apertúra szinuszának és a lencse, valamint a tárgy között elhelyezkedő közeg törésmutatójának a szorzata:

$$NA = n \cdot \sin\alpha \quad (43)$$

ahol n a közeg törésmutatója, α az apertúraszög [6] [47] [48].

A nagyobb átmérőjű objektív ugyan nagyobb apertúraszöggel rendelkezik, azonban egy bizonyos határ felett az objektív méretének növelése már nehézséget okoz a fénnyalábok tubusban tartásában [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52] [50] [51] [52].

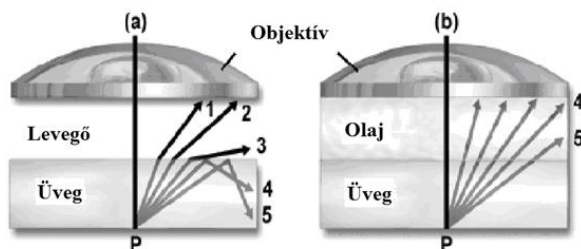
A mikroszkópok esetében alkalmazott objektívek többfélék lehetnek. A legolcsóbbak az akromát objektívek, melyek a piros és kék szín szerint kromatikusan korrigáltak. Ezek olyan objektívek, amelyek ezt a két színt közös fókuszpontba képezik le. Ebből következik, hogy zöld színszűrővel működnek jól, ugyanis erre nincsenek korrigálva. Főleg fekete-fehér képek készítésére lehet őket használni. Ha egy objektív nem tartalmaz külön jelzést, akkor nagy valószínűséggel akromatikus [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52][50] [51] [52].

A fél-apokromát lencsék, mivel fluoridot tartalmaznak, ezért fluoritoknak is nevezik őket, kromatikusan korrigáltak a piros és kék színre, valamint szférikusan a kék és a zöld színre. A legdrágábbak és a legjobb minőségűek az apokromátok. Kromatikusan korrigáltak négy színre: mély-kék, kék, zöld és piros, valamint szférikusan korrigáltak két színre: a kékre és a zöldre. Színes képek készítésére alkalmasak, a numerikus apertúra értékük magasabb, mint az akromátoknak és a fluoritoknak. Ezek a típusok enyhén íves képet készítenek, ennek a problémának a kiküszöbölésére fejlesztették ki a plán-akromát, plán-fluorit és plán-apokromát lencsákat. A plán-korrekció képrögzítés esetén fontos, mert torzítás nélkül képeznek le. Az objektívek nagyítását többek között színekkel is jelölhetik (fekete: 1x/1.25x, barna: 2x/2.25x, piros: 4x/5x, sárga: 10x, zöld: 16x/20x, türkiz: 16x/22x, világoskék: 40x/50x, sötétkék: 60x/63x, fehér vagy krém-szín: 100x) [47] [48].

A fenti képletben szerepel a közeg törésmutatója is, ezáltal lehetőség van a közeg más törésmutatójú anyaggal való kitöltésére, aminek következtében a kép minősége nagyban javítható. Ilyen közegként használják például a cédrusolajat ($N=1,52$) [47] [48].

4.4. ábra - Közeg hatása a numerikus apertúra értékére [48]

Műanyagok és kompozitok
morfológiai jellemzőinek
meghatározása



Az objektív kiválasztása után fontos az objektívekhez a megfelelő típusú és korrekciójú okulárok használata. Alapvetően két típusú okulátor létezik, az egyik a pozitív (Ramsden) a másik pedig a negatív (Huygens). A pozitív okulárok a ∞ korrekcióval ellátott objektívekkel adnak jó képet. Általában néhány lencséből állnak, fixen vannak rögzítve, állandó méretű diafragmával, néha szálereszttel ellátva. A negatív okulárok gyakran korrekcióval vannak ellátva, melyeket a régi objektívek nem tartalmaztak. Általában 2 plán-konvex lencsét tartalmaznak, konvex oldallal a tárgy felé nézve. A két lencse között van a mikroszkóp látóterét meghatározó fényrekesz. Az okulárokon feltüntetik a nagyítást, a fényrekesz átmérőjét [47] [48].

Átvilágításos mikroszkópnál a kondenzor lencsék a tárgyasztal alatt, a megvilágító lámpa után helyezkednek el. Legegyszerűbb típusa, amely a legkevésbé korrigál, az az Abbe kondenzor lencse (1,25 NA-ig). Ezeket általában rutin vizsgálatokra alkalmazzák. A plán-akromát kondenzor lencsék jó szférikus és kromatikus korrekcióval vannak ellátva, ezért alkalmasak igényes vizsgálatokra, színes képek készítésére [47] [48].

A megvilágításnak nagyon fontos szerepe van a mikroszkópos vizsgálatokban. A tárgyat úgy kell megvilágítani, hogy a megvilágítás egyenletesen vibrálás mentes legyen. Ehhez több feltétel szükséges. A kondenzor lencse fókuszálhatósága és ellátása fényrekeszsel, kollektor lencse fényrekeszsel és megfelelő fényforrás pozícionálási lehetőséggel. A Köhler megvilágításnál a kollektor lencsét a lámpa elé helyezzük. A kollektor lencse a lámpa fényét fókuszálja a kondenzor lencse állítható rekeszének síkjába, ami megegyezik a kondenzor lencse fókuszával. Ennek következtében párhuzamos sugárnyalábot kapunk a kollektor lencse után. Így elkerülhető, hogy a fényforrás képe a mintára fókuszálódjon, és ezzel kiküszöbölhető a vibrálás. A kondenzor előtti rekesz beállításával szabályozható a mintára eső fénysugár szöge, az alsó fényrekeszsel pedig annak átmérője. Ha a kollektor lencse és az alsó fényrekesz közé diffúz szűrőt helyeznek, akkor tovább javítható a megvilágítás minősége [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52][50] [51] [52].

Az objektívnél beszélni kell még úgynevezett felbontóképességről is. A felbontóképesség nem más, mint a tárgyon mért két pont azon távolsága, amelyet a szemünkkel a mikroszkópon keresztül még két külön pontként érzékelünk. Ez összefügg az objektív numerikus apertúrájával, a hullámhosszal, valamint az emberi szemmel. Az objektív felbontóképesség (K) az alábbi összefüggéssel adható meg:

$$K = \frac{\lambda}{2 \cdot NA} = \frac{\lambda}{2 \cdot n \cdot \sin\alpha} \quad (44)$$

ahol λ a fény hullámhossza nanométerben. Az egyenletből látható, hogy minél nagyobb a fény hullámhossza, annál rosszabb a felbontás. Nagyobb numerikus apertúrájú és jobb korrekcióval gyártott lencsék felbontóképessége jobb. Mivel a mikroszkópokban az objektív és a kondenzor együtt dolgozik, ezért a mikroszkóp két optika numerikus apertúrájának átlagával jellemezhető. A kondenzor apertúrája a rekesz szűkítésével csökkenthető, ezáltal a felbontása rosszabb lesz, ugyanakkor ez a kontraszt növelését eredményezi [7] [6] [45] [46] [47] [48] [49] [52][50] [51] [52].

A mélységélesség a tárgytól az optikai tengely irányában mért távolság-különbség, amely tartományon belül még éles képet kapunk. A mikroszkóp nagyítása pedig az objektív nagyításának és az okulár nagyításának szorzata:

$$N_{mikroszkóp} = N_{objektív} \cdot N_{okulár} \quad (45)$$

ahol az N a hasznos nagyításokat jelöli. Az optikai mikroszkópok esetében a mélységélesség fordított arányban van a numerikus apertúra négyzetével. A numerikus apertúra, valamint a mélységélesség közötti összefüggést a mutatja [6].

16. Táblázat A numerikus apertúra és a mélységélesség összefüggése [6]

Műanyagok és kompozitok
morfológiai jellemzőinek
meghatározása

Objektív nagyítás/apertúra	Mélységélesség (mm)
8/0,20	23,9 - 15,4
10/0,30	10,6-6,9
20/0,40	6,0-3,9
40/0,65	2,3-1,5
90/1,25	0,9-0,6

1.2. Pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

A pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) az elektronsugaras letapogatással működő készülékek csoportjába tartozik, segítségével a vizsgált tárgyak felületéről nagy mélységélességű, erősen térhatású kép keletkezik.

A SEM működésének alapjait M. Knoll tisztázta 1935-ben, az első erre vonatkozó szabadalmat H. Stintzing nyújtotta be már 1927-ben. Az első működő készüléket M. von Ardenne építette Németországban. A SEM további, II. világháború utáni fejlesztése elsősorban az angol kutatók érdeme (C.W.Oatley és munkatársai), 1955-ben ők készítették az első néhány sorozatban gyártott készüléket. Manapság a SEM elterjedtnek mondható, minden egyetemen vagy kutatóintézetben van egy-egy ilyen készülék. A készülékek fejlesztésében és gyártásában Japáné és Angliáé a vezető szerep.

A SEM több részből álló, összetett műszer (4.5 ábra). Első látásra is könnyen megkülönböztethető része a rezgésmentesen rögzített oszlop a hozzá futó nagyfeszültségű kábellel. Az oszlop felső részében van a sugárforrás (elektronágyú), a mágneses lencsék, az eltérítőlencsék és a tárgykamra. Az elővákuumot létrehozó szivattyúkat többnyire nem építik egybe a mikroszkóppal a rezgésveszély miatt, a nagyvákuumot létrehozó szivattyúk az oszlop alatti térben helyezkedik el. A vákuumrendszer az oszlop belső terét légteleníti. Erre azért van szükség, mert az elektronsugárzás csak erősen légritkított térben terjed zavartalanul. Ellenkező esetben az elektronok az útjukba kerülő gárzészecskékkal ütköznek, azokat ionizálják, kisülések keletkeznek és ráadásul szóródnak. Légtelenített oszlopban a sugárforrás katódja is hosszabb életű, elektron-kibocsátása egyenletes, ami igen fontos a jó képalkotáshoz.

4.5. ábra - Pásztázó elektronmikroszkóp

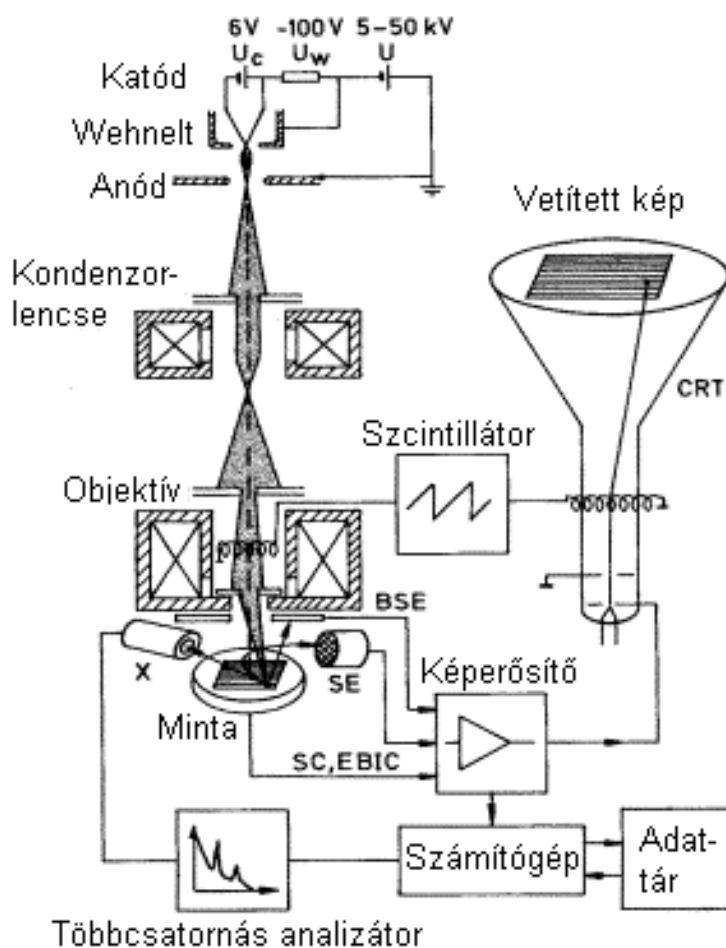


Az elektronágyú tulajdonképpen egy trióda, részei a katód, az anód és a Wehnelt-anód. A katód és az anód közötti feszültség-különbség hatására a katódból kilépő elektronok felgyorsulnak. Ezt a feszültség-különbséget

gyorsítófeszültségnek szokás hívni. A gyorsítófeszültség értéke folyamatosan változtatható, növelésével egy határig javul a készülék felbontóképesége, de ez a vizsgált mintától is nagymértékben függ. A megnövekedett áthatolóképességű elektronok ugyanis egyre vastagabb rétegből indukálnak elektronemissziót, ami fokozatosan a kép élességének rovására megy. Az elektronforrást elhagyó sugárzás fokozatosan szétterül, újrafókuszálása a lencsék feladata. Az elektromágneses lencsék furatán áthaladó elektronsugárzást a tekercseken átfolyó áram változtatásával lehet fókuszálni. Az elektronnaláb először a kondenzor lencsén lép át, majd összeszűkülve az eltérítő tekercsekhez jut. Az eltérítőtekercsekből kilépő sugárkévét az objektív szűkíti le a végleges méretre. A sugárnyaláb átmérője kb. 20-30Å.

Az elektronagyúból kilépő, fókuszált elektronsugárzás (elsődleges vagy primer elektronok) végigpásztazza, más szóval letapogatja a vizsgált minta felszínét (4.6 ábra.). A tárgyból kilépő (másodlagos vagy szekunder) elektronok az érzékelőegységbe kerülnek, és itt a szcintillátorba ütközve fényfelvillanásokat eredményeznek. A szcintillátorral egybeépített fotoelektronsokszorozó a fényjeleket elektromos impulzusokká alakítja, majd felerősíti. A tovább erősített és feldolgozott jelek végül egy katódcsőbe kerülnek. A kialakuló kép egymás alá rajzolt vonalakból és egy-egy vonalon belül hol sötétebb, hol világosabb szakaszokból tevődik össze. A vonalakon belül a különböző világosságú és vastagságú szakaszok aszerint váltakoznak, milyen mértékű a minta elektronemissziója az adott területen (4.6 ábra).

4.6. ábra - Pásztázó elektronmikroszkóp elvi felépítése [64]



SEM vizsgálat előtt a próbatesteket gondosan elő kell készíteni. Először is vezetővé kell tenni a mintát, hiszen a becsapódó elektronokat a minta felületéről el kell vezetni. A jó mintaelőkészítés nagyban hozzájárul az elektronmikroszkópos felvételek minőségéhez. Kerámia és polimer minták felületét gőzlecsapás vagy katódporlasztás útján történő aranyözökléssel vagy grafitbevonással teszik vezetővé. A nem megfelelő mintaföldelés esetén a képi felület törlik, a kép fényesedik.

A képképzés többféle módon lehetséges az elektronmikroszkópban. A három leginkább használatos módszer: a képképzés 1) visszaszórt elektronok segítségével (back scattered electrons, BSE), 2) a szekunder elektronok segítségével (secunder electrons, SE) és 3) próbaáramon (electron beam input current, EBIC).

A visszaszórt elektronok segítségével történő képképzésnél (BSE) a kép a primer elektronnaláb mintáról való részleges visszaverődéséből származik. Tehát a felületre szórt elektronok egy része verődik csak vissza, a többi elnyelődik a mintában. Az érzékelőt gyűrű formában az objektív alatt, a minta fölött helyezik el. Ez a képképzési módszer minőségi információt is szolgáltat a vizsgált felületről. A primer elektronnaláb nagy rendszámú atomokhoz érve inkább csillapítatlan ütközést szenved. Ekkor a nagy rendszámú elemek több visszaszórt elektront produkálnak, azaz a képi jel erősítés után ezeken a helyeken világosabb [64].

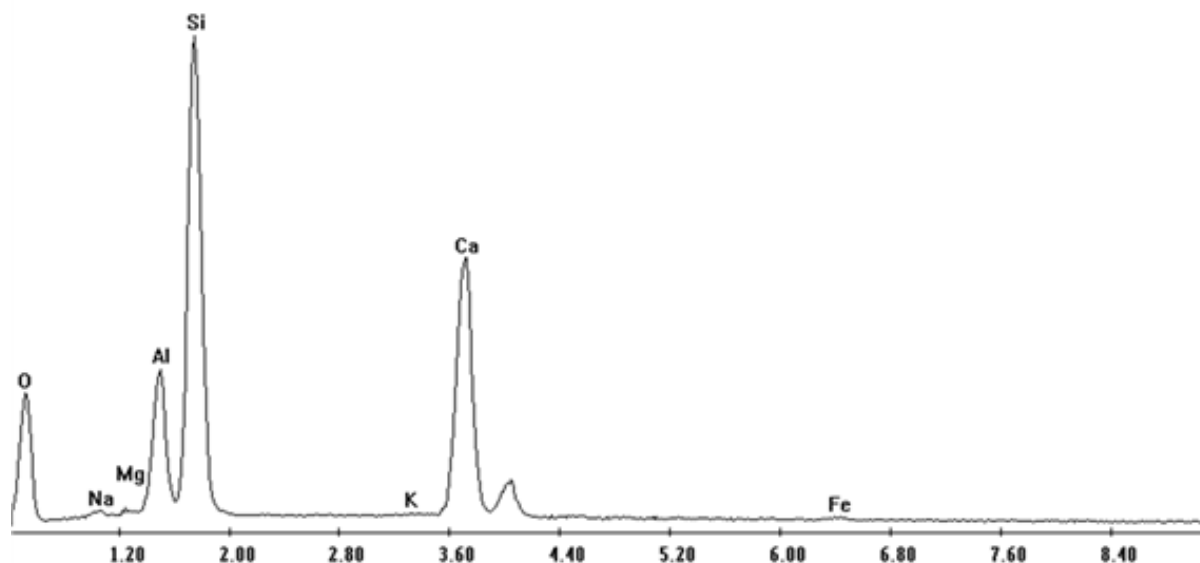
A szekunder elektronok által történő képképzés (SE) során a mintából a primer elektronsugár által kiütött elektronok alkotják a képet. Az érzékelőt oldalt helyezik el a mikroszkópban, ezért a kép olyan, mintha oldalról világítanák meg a mintát. A szekunder elektronok által alkotott kép a próbatest kis mélységéből származó, és így kis energiájú elektronjainak összegyűjtéséből és információtartalmának képi megjelenítéséből jön létre. Az utolsó esetben, vagyis az EBIC képképzés során a mintán keresztülment elektronok mennyiségét, pontosabban azzal arányos áramértékét mérik.

A SEM az anyagvizsgálat területén elfoglalt kifejezetten előkelő helyét annak köszönheti, hogy a mikroszkóppal akár 200 000-szeres nagyítás is elérhető. A nanotechnológiai fejlesztések eredményeinek feltérképezésére az elektronmikroszkóp azonban már nem alkalmas. Erre a feladatra atomerő mikroszkópokat vagy transzmissziós elektronmikroszkópokat használnak.

A SEM kiegészítő eszközei

A pásztázó elektronmikroszkóp azért is olyan széles körben alkalmazott készülék, mert nem csak szerkezeti információt nyújt egy adott, kis mennyiségű minta felületéről, hanem a felület összetételének elemzésére is alkalmas. Ehhez különböző típusú mikroszondákat alkalmaznak. Két alapvető típusuk van: a hullámhosszdiszperzív (WDS) és az energiadiszperzív (EDS) mikroszondák, amelyek közül az utóbbi az elterjedtebb. Ezek a különösen nagy értékű és igen érzékeny szondák alkalmasak az elektronmikroszkóp által készített kép egy nagyon kicsi részletében az ott található atomokról minőségi információt összegyűjteni. A különböző atomok koncentrációja a beérkező jel intenzitásával arányos. Az EDS mikroszondák működése azon alapul, hogy a mintát felépítő atomokat a primer elektronnaláb gerjeszti. Az EDS szondák egyik változata az EDAX cég által gyártott Si(Li) detektorral működő mikroszonda. A detektor minden időpillanatban megméri a bejövő röntgenfotonok energiáját és egy sokcsatornás analízátor segítségével osztályozza azokat energiájuk szerint. Az energiaszinteket ún. spektrum diagramban jeleníti meg (4.7 ábra). Így a berendezés egy időben a teljes gerjesztett térfogat röntgenspektrumát láthatóvá teszi [64]. A bemutatott EDAX spektrumhoz tartozó értékeket a 4. táblázat tartalmazza.

4.7. ábra - E-típusú üvegszálról készített EDAX felvétel



4. táblázat Az E-típusú üvegszárról készített EDAX felvétel alapján meghatározott elemösszetétel

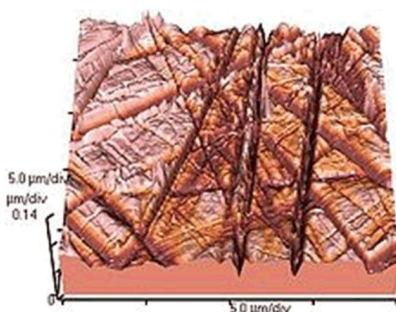
elem	koncentráció, m/m%
O	41,36
Na	1,08
Mg	0,64
Al	8,47
Si	26,64
K	0,30
Ca	20,96
Fe	0,55

Az energiadisziperzív érzékelőknek azonban korlátai is vannak. Néhány szenzortípus nem tudja érzékelni a 12 rendszám alatti atomokat, ami viszont azt jelenti, hogy bizonyos elemek, pl. az oxigén vagy a szén nem határozhatók meg.

1.3. Atomerő mikroszkópia (AFM)

Az AFM elődjét Gerd Binnig és Heinrich Rohrer fejlesztették ki az 1980-as évek elején, amelyért 1986-ban Fizikai Nobel-díjat kaptak. Az első atomerő mikroszkóp 1989-ben jelent meg a kereskedelmi forgalomban. Az információt a minta felületéről a mechanikai erők feltérképezésével nyerik (4.8 ábra). A minta természetétől függően mérhetők a van der Waals kötőerők, kapilláris erők, kémiai kötőerők, elektrosztatikus erők, mágneses erők...

4.8. ábra - Üvegfelületről készített atomerő mikroszkópos felvétel (20µm x 20µm x 420nm)



Az AFM technikának számos előnye van a pásztázó elektronmikroszkópiával szemben. Például háromdimenziós térképek készíthetők a mintákról, míg SEM módszerrel csak kétdimenziós felvételeket készíthetünk. A mintákat nem szükséges előkészíteni az AFM vizsgálatokhoz, és a legtöbb AFM módszernél légköri nyomáson levegőben vagy akár folyadékban is dolgozhatunk. Így akár élő organizmusokat is lehet tanulmányozni ily módon. Az AFM módszer hátrányai között szokás megemlíteni, hogy csak nagyon kis felületekről lehet felvételeket készíteni. Míg SEM esetén néhány négyzetmilliméteres felületről, akár milliméteres mélységekről lehet képeket készíteni, addig AFM esetén ez 10-20 mikrométer mélységet jelent és maximum 150µm x 150 µm nagyságú felületet lehet feltérképezni. AFM esetén a sebesség is korlátozó tényező. Több perc szükséges egyetlen jellemző szkenneléshez, míg SEM esetén ez jóval kevesebb. Piezoelektromos anyagok vizsgálata során viszont a hiszterézis például befolyásolja az AFM képek minőségét. Az átlagos AFM berendezésekkel nem lehet meredek felületekről felvételt készíteni, speciális kialakítású konzolra van szükség,

amellyel a minta függőleges tengelye mentén is lehet mozgatni a szondát. De ennek hátránya, hogy drágább a készülék, viszont kisebb felbontású képek készíthetők.

2. Termikus analitikai módszerek

Az anyagok hevítés hatására megváltoztatják fizikai, és/vagy kémiai tulajdonságaikat, és a változás közben különböző készülékekkel regisztrált adatokból következtetünk a vizsgált fázis minőségére. Termikus módszereknek nevezzük azokat a módszereket, amelyek a hő hatására lejátszódó átalakulási folyamatok vizsgálatára alkalmasak.

A termikus analitikai módszerek az analitikai módszerek olyan családját képezik tehát, amelyeknél a minta tulajdonságait az idő vagy a hőmérséklet függvényében követjük nyomon, miközben a minta hőmérséklete egy meghatározott program szerint változik. A tulajdonságok közé tartozik a tömeg, a méret, energia felvétel/elnyelés, hőmérséklet-változás, dielektromos állandó, modulusz, és más, kevésbé elterjedt jellemzők. A polimer és elasztomer iparban széles körben alkalmazzák a termikus analízist például a feldolgozás során felmerülő problémák megoldására.

A termikus analitikai módszerek három alapvető csoportba sorolhatók, amelyek önmagukban vagy akár kombinálva is alkalmazhatók:

1. DTA és DSC: differenciális termoanalitika és differenciális pásztázó kalorimetria
2. TGA: termogravimetriás analízis
3. TMA: termomechanikai analízis.

A termikus analízis maximális előnye akkor alkalmazható ki, ha mindhárom technika kombinációját alkalmazzuk a polimer jellemzésére.

Ha egy szilárd anyagot állandó hőmérséklet-gradiens mellett melegítünk, az a kemence mindenkori hőmérsékletének megfelelően folyamatosan melegszik. Az olvadásponton a folyamatos melegítés ellenére az anyag hőmérséklete elmarad a kemence hőmérsékletétől. Az olvadás során a rendszerrel közölt hőmennyiség ugyanis arra fordítódik, hogy az anyag megolvadjon és nem arra, hogy a hőmérséklete tovább növekedjen. Ha a hevítési görbét úgy szerkesztjük meg, hogy egyenletes melegítést feltételezünk, akkor az olvadás helyén egy vízszintes szakaszt találunk. Ugyanilyen hatást figyelhetünk meg a forrás hőmérsékletén is. Lehűléskor természetesen fordított irányban játszódnak le ezek a jelenségek. A hevítési, illetve lehűlési görbék nemcsak a halmazállapot-változásokkal járó hőeffektusokat jelzik, hanem a szilárd halmazállapotban bekövetkező hőtartalom-változásokat is. Ilyen hőtartalom-változásokat okoznak pl. a szilárd állapotban végbemenő kristályfázis átalakulások is.

Manapság általánosan elterjedt vizsgálati módszer az, hogy az összehasonlításhoz inert anyagot használnak, amelyben a vizsgált hőmérséklet-tartományban nem megy végbe sem exoterm, sem endoterm folyamat. A kemencében hevített két, különböző anyag hőmérsékletét termoelempárral regisztrálják, így közvetlenül lehet mérni a vizsgálandó anyagban végbemenő endoterm és exoterm reakciókat. Ezt a módszert **differenciális termoanalitikai** (rövidítve DTA) módszernek nevezzük.

A szilárd anyagok nagy részében hő hatására tömegváltozás következik be. A tömegváltozás és annak mértéke jellemző a vizsgált anyagra. Legtöbbször kémiai átalakulások következménye, pl. az anyag a levegőből oxigént vesz fel, vagy valamilyen bomlástermék eltávozik a mintából. Az az eljárás, amely az anyagok hő hatására bekövetkező tömegváltozását vizsgálja a **termogravimetria** (TG).

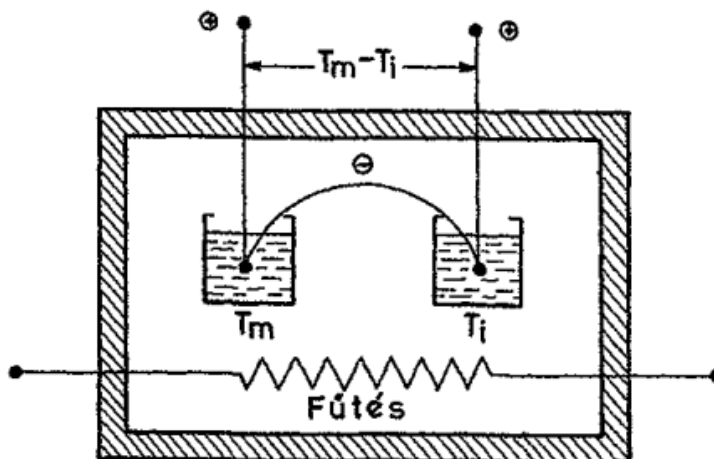
A most következő néhány oldalon a különböző termikus analitikai módszereket, a leggyakrabban alkalmazott készülék konfigurációkat mutatjuk be, néhány alkalmazási példával is illusztrálva.

2.1. Differenciáltermoanalízis (DTA)

Differenciáltermoanalízis során a vizsgált mintát egy inert mintával együtt, egyenletes sebességgel hevítjük vagy hűtjük, és közben a minta és az inert anyag hőmérséklete közötti különbséget mérjük.

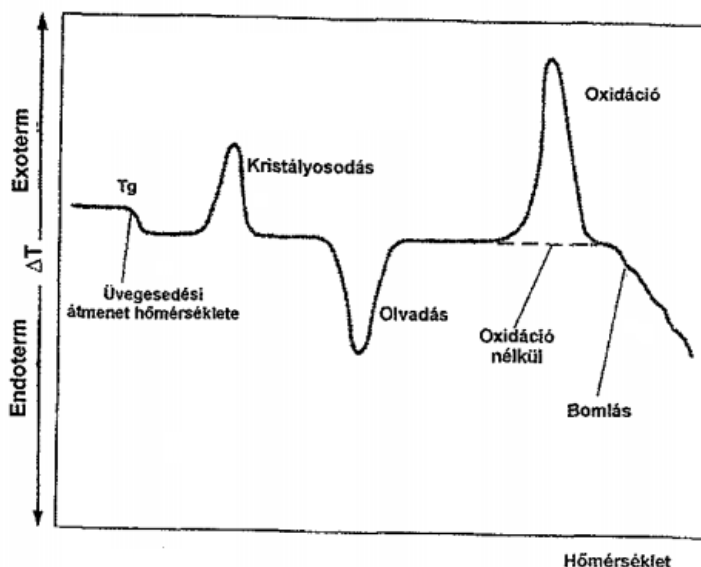
A hőmérséklet-változás során a minta és az inert anyag hőmérséklete között tapasztalható különbségek a mintában lejátszódó endoterm vagy exoterm átalakulásoknak köszönhetők. Ezek lehetnek pl. fázisátalakulások, kristályszerkezet változások, disszociációs, dehidratációs reakciók, bomlási reakciók, oxidáció, redukció...

4.9. ábra - DTA készülék elvi vázlata [65]



A egy DTA készülék elvi sémáját mutatja. A minta hőmérsékletét (T_m) az inert anyag (pl. Al_2O_3) hőmérsékletéhez (T_i) képest két, a mintába és az inert anyagba ágyazott, egymással szembekecsolt termoelem méri. A szembekecsolt termoelemek szabad sarkain mért termofeszültség a hőmérséklet-különbséggel arányos, és ennek regisztrálásával a DTA görbéhez jutunk. Endoterm átalakulás esetén a DTA csúcs lefelé, exoterm reakció esetén felfelé irányul. A minőségi értékelés a DTA görbe csúcshőmérsékletének, a mennyiségi értékelés a görbe alatti terület nagyságának meghatározásával lehetséges (4.10 ábra).

4.10. ábra - DTA görbe [65]



Az első jelcsökkenés az üvegesedési hőmérsékletet (T_g) jelzi, amelynél az amorf polimer rugalmassá válik. Ez a folyamat nem jár entalpia-változással, a két polimer hőkapacitása azonban eltér egymástól, ezért az alapvonal csökken.

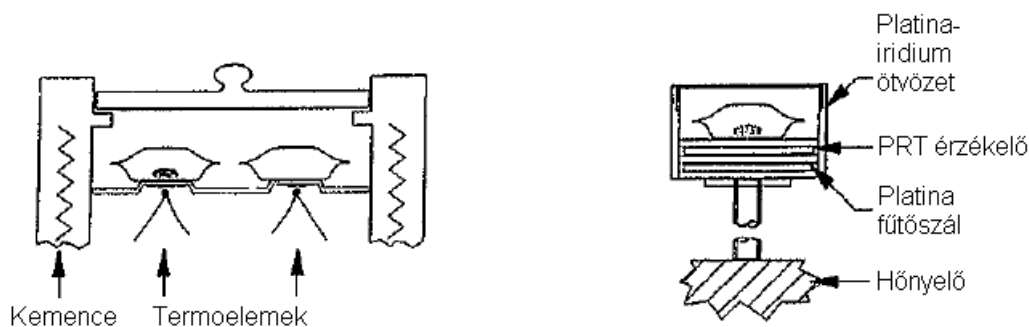
A hőmérséklet növelésével a görbén exoterm csúcs jelenik meg, amely a kristályosodás során felszabaduló hővel arányos. A következő, csökkenő, azaz endoterm csúcs az olvadást jelzi. A hőmérséklet további növelésével pedig degradáció következik be.

A tömegváltozás mérésére alkalmas készülék a derivatográf, amely a tömegváltozás mérésén kívül a DTA vizsgálatokat is elvégzi. A derivatográf egyidejűleg a következő négy görbe automatikus felvételére alkalmas: hőmérsékleti görbe (T), DTA görbe, termogravimetrikus görbe (TG), és derivált termogravimetrikus görbe (DTG), amely a tömegváltozás sebességére utal.

2.2. Differenciális pásztázó kalorimetria (DSC)

A DSC módszer (ASTM D 3417, ASTM D 3418, ISO 11357) a leggyakrabban alkalmazott termikus analitikai technika, amely során a minta hőmérsékletét elektromos energia befektetésével állandó értéken tartjuk, és az ehhez szükséges hőáramot (teljesítmény-változást) mérjük. Mivel minden anyagnak van egy végső hőkapacitása, a minta fűtése vagy hűtése hőáramot eredményez a mintából vagy a mintába. A kereskedelmi forgalomban kapható két legfontosabb DSC mérőcella típust mutatja a 4.11-es ábra.

4.1. táblázat - A két legelterjedtebben alkalmazott DSC mérőcella [57]



a. hőáram kompenzációs

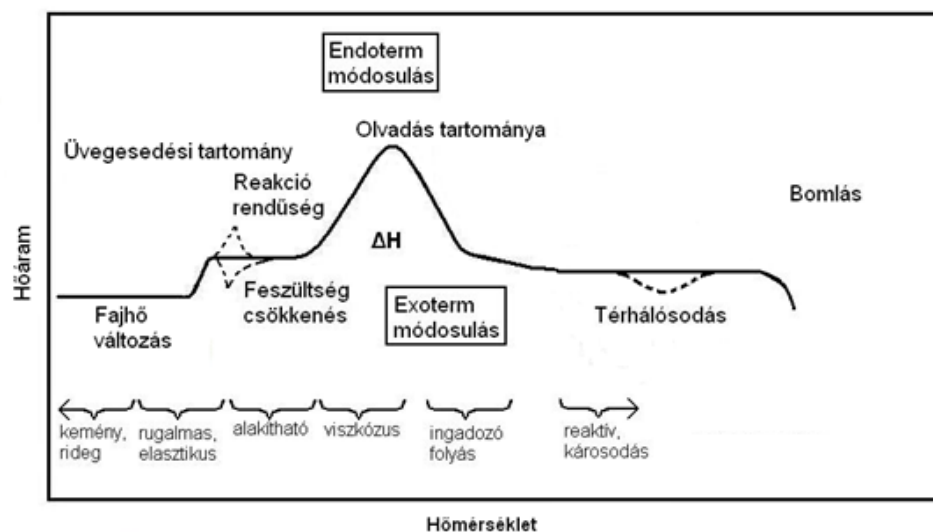
b. teljesítmény-kompenzációs

A hőáram kompenzációs DSC mérőcellában (4.11-es ábra a része) lapra tesszük a mintát és a referencia anyagot és ugyanabban a kemencében fűtjük őket. A mintában bekövetkező hőáram-változás arányos a minta és a referencia minta között kialakuló hőmérséklet-különbséggel, amelyet egy termoelempárral mérünk. A teljesítmény-kompenzációs rendszer (4.11-es ábra b része) a hőmérsékletet külön szabályozza a minta és külön a referencia körül. A platina ellenállás hőmérők felerősített visszacsatolása révén az energiaáram-különbséget regisztráljuk, amely ahhoz szükséges, hogy a speciális hőmérsékletprogramnak megfelelő hőmérsékleten tartsuk a mintát.

A mérési eljárás egyszerű. Kis mennyiségű mintát, általában 5-10mg-ot mérünk egy inert kapszulába, amely többnyire alumíniumból készül. A bekapszulázott mintát a DSC berendezés mintatartójába vagy a DSC mérőlemezre helyezük. A hozzátartozó szabályozó egységgel vagy számítógéppel az operátor/kezelő beállítja a hőmérséklet-tartományt és a fűtési sebességet, vagy akár egy összetettebb hőmérsékletprogramot. A mérés ezt követően kezdődhet is.

Egy hipotetikus DSC görbét mutat a 4.12 ábra, amelyen endoterm és exoterm csúcsok is megjelennek. Kezdetben állandó energiabevitel szükséges, hogy felmelegítsük a mintát állandó sebességgel. Ez létrehozza az alapvonalat. Az átalakulási pontnál a mintának vagy több vagy kevesebb energiára van szüksége, attól függően, hogy a változás endoterm vagy exoterm. Pl. ha a minta eléri az üvegesedési pontot, a hőkapacitás értéke megnő. A középpontot nevezzük üvegesedési hőmérsékletnek (T_g). Egy polimer üvegesedési hőmérséklete pl. csökken lágyítók hatására.

4.11. ábra - Hipotetikus DSC görbe [57]



Amikor a polimer eléri az olvadáspontot, több energiára van szüksége, hogy a kristályos szerkezet is megolvadjon, ezért megjelenik egy endoterm csúcs. A csúcs alatti terület energia mértékegységben megegyezik az olvadáshővel. A csúcs hőmérsékletfüggése és az alakja információt ad a kristályossági fokról, a molekulatömeg-eloszlásról, az elágazás mértékéről, a kopolimer blend arányról, vagy a feldolgozási körülményekről. A minősítés során az olvadási profil összehasonlítható standard, jónak minősített anyagéval is.

Amikor egy minta térhálósodik, általában nagyobb energiát bocsát ki és a változás exoterm. A térhálósodási csúcs alatti terület arányos a kialakuló keresztkötések számával. Ez mutatja a térhálósodási fokot. A térhálósodási görbe alakja elemezhető a reakciókinetikai paraméterek meghatározásához.

2.3. Termogravimetria (TGA)

Termogravimetriának (TGA) nevezzük azt a termikus módszert, amely során a vizsgált minta tömegének változását a hőmérséklet függvényében mérjük. A termogravimetriát már régóta alkalmazzák főleg az analitikai kémiában, a tömegváltozások pontos megállapítására, illetve arra, hogy a tömegváltozásokból az anyag mennyiségére következtessünk.

A hőmérsékletet állandó sebességgel, vagy több lépcsőben is növelhetjük, de a mintatömeget folyamatosan rögzítjük a mérés során. A polimer vagy elasztomer komponensei elpárolognak, vagy bomlanak különböző hőmérsékleteken. Ezek több tömegvesztéssel járó lépcsőt okoznak a tömegváltozás-hőmérséklet görbén, amely lehetővé teszi, hogy mennyiségileg meghatározzuk a komponenseket.

A TG görbe nagyon érzékenyen jelez minden hevítés hatására bekövetkező tömegváltozást. A DTG görbe ennek a differenciálgörbéje, a tömegváltozások részfolyamatait és azok pontos helyét még jobban kihangsúlyozza, és szemléltethetővé teszi, a tömegváltozás sebességéről ad felvilágosítást.

A TG görbe felvételére a termomérleg alkalmas, amely egy speciálisan kialakított analitikai mérleg (4.13 ábra). Az analitikai mérlegen a mintákat platinából készült olvasztótégelybe, majd a tégelyt elektromosan fűthető kemencébe tesszük. A berendezések pl. a kemence típusában különbözhetnek egymástól, amelyet fel lehet erősíteni vízszintesen és függőlegesen is, valamint a mérleg típusában, amely lehet oldal- és felültöltős is.

4.12. ábra - TGA berendezés



A TGA nagyon hasznos a különböző koncentrációban adalékot tartalmazó polimerek jellemzése során a tömegvesztés mértékének meghatározásához is, az egyedi komponensek eltérő relatív illékonysága alapján. A polimer termikus stabilitása a bomlási profil kinetikai elemzése alapján határozható meg.

Ha a TG görbén az egymást követő lépcsők átlapolnak, a minőségi és mennyiségi értékelés nehézséget okoz. Ilyen esetekben a TG görbe mellett annak deriváltját is felvesszük. Ezzel a módszerrel a kis tömegváltozással járó és egymást szorosan követő reakciók is megfigyelhetők.

A DTA és DTG görbék egyidejű felvétele megbízható kiértékelést tesz lehetővé és kiküszöböli azokat a nehézségeket, amelyek akkor mutatkoznak meg, amikor a DTA és DTG görbét külön-külön készülékekkel határozzuk meg. Többek között ugyanis pl. a felfűtési sebességet sohasem tudjuk két különböző készülék esetében olyan pontosan összehangolni, hogy a kiértékeléskor zavarok vagy pontatlanságok ne mutatkozzanak.

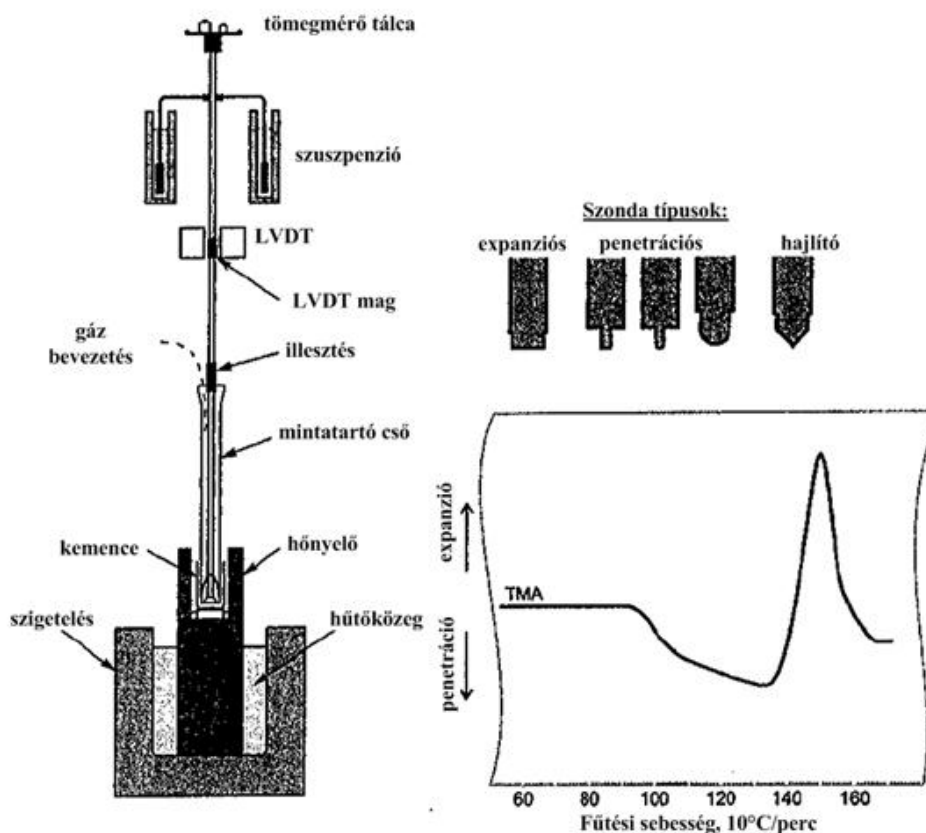
2.4. Termomechanikai analízis (TMA)

Ha egy mintát melegítünk, a hőtágulás, és a létrehozott feszültség hatására bekövetkező deformációk miatt megváltoznak a méretek. A termomechanikai analízis (TMA) ezeket a tulajdonságokat méri, miközben a mintára állandó nagyságú erőt fejt ki. Terhelésmentes vagy adott terhelés mellett méri a hosszirányban bekövetkező méretváltozást, miközben szabályozza a minta hőmérsékletét. Egy TMA berendezés (4.14 ábra) az alábbi három fő egységből épül fel:

1. erőátviteli egység, amellyel a mintára kifejtett erő szabályozható
2. pozíció átviteli egység (extenzométer) az elmozdulás mérésére

3. szabályozott hőmérsékletű mintatest.

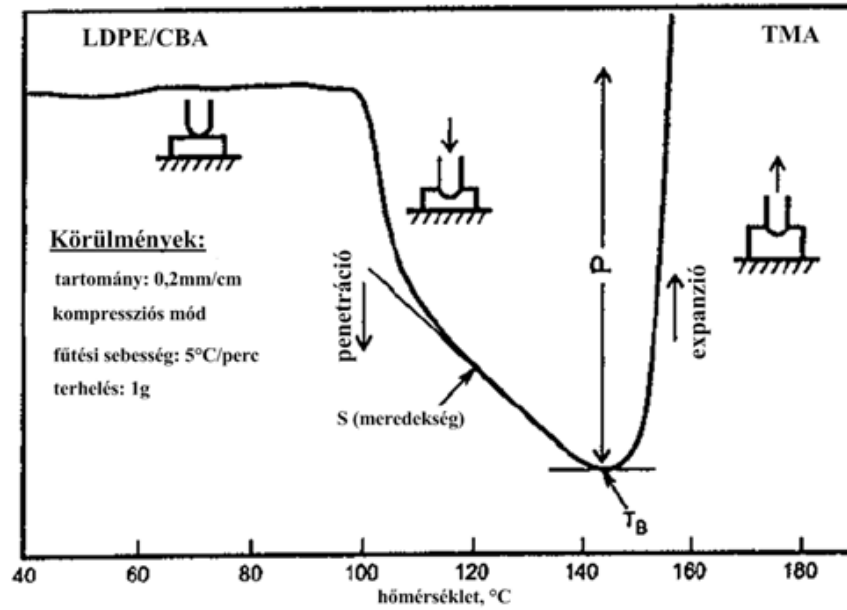
4.13. ábra - TMA berendezés [57]



A vizsgálandó mintákat meghatározott méretűre vágják és deformálják a TMA-szonda segítségével meghatározott módszer szerint. A minta deformálása alatt nyomást, illetve hajlítást kell érteni. A befogás után a mintát kemencébe helyezik és termoelempárral mérik a hőmérsékletét.

A 4.15 ábra jellemző TMA görbét mutat. Ömlesztett szilícium-dioxidot használtak a nyomószondához. A szondát a mintára helyezik, és a hőmérséklet függvényében mérik a hőtágulást vagy összehúzódást. A bemutatásra kiválasztott polimer minta kémiai habosítót tartalmaz. Az első 60°C felett a minta alig nyomja fel a TMA-szondát a szilárd polimer a hőtágulását követően. Amint elérjük az olvadáspontot, a kistömegű szonda belenyomódik a mintába a viszkozitással arányos sebességgel.

4.14. ábra - Jellemző TMA görbe [57]



A TMA alkalmazásával meg lehet határozni a polimer üvegesedési hőmérsékletét, hőtágulási együtthatóját és rugalmassági moduluszát. A TMA-val nyert adatok korrelálnak a Vicat-lágyulásponttal és a hőtörzési hőmérséklettel is.

DMT

A DMT-hez alkalmazott átalakító egység megegyezik vagy nagyon hasonló a TMA-nál használt típusokhoz. A mintát nem csak statikus erőknek teszik ki, hanem oszcillációs hatásoknak is. Így mérhető a modulusz. Ezekből az alapvető mérésekből számítható a tárolási és veszteség modulusz és a viszkozitás is. A paraméterek számíthatók a feszültség, elmozdulás, frekvencia és a hőmérséklet függvényében egyaránt. Számos teszt végezhető konstans feszültség vagy elmozdulás mellett is.

Ez a technika lehetővé teszi a viszkoelasztikus jellemzők mennyiségi meghatározását. Minősíthető az anyag azon képessége is, hogy egy meghatározott időtartam alatt energiát tárol és/vagy nyel el. Ezek a tulajdonságok olyan hagyományos vizsgálatok eredményeivel korrelálnak, mint a keménység, szilárdság, folyáshatár, ütés és néhány viszkozitástípus.

5. fejezet - Műanyagok és kompozitok mechanikai tulajdonságai

Szinte valamennyi műanyag termék mechanikai feszültségek hatása alá kerül, amelyek különböző mértékű deformációkat és kifáradást okozhatnak. Ezek nagyon különbözőek lehetnek fajtájuk és nagyságuk, időtartamuk, illetve frekvenciájuk szerint. A mechanikai igénybevételek közé sorolhatók a koptató és karcoló igénybevételek is [63].

Az anyagok szilárdságát alapvetően a terhelés módja határozza meg, azonban a fizikai jellemzők (nedvességtartalom, hőmérséklet) és a morfológiai jellemzők befolyásolják, egyes esetekben jelentősen módosítják azokat [67,68].

Az egyik megközelítés szerint [67] a terhelés módja és jellege alapján a szilárdságokat három csoportba oszthatjuk:

a. rövididejű (pillanatnyi) szilárdságok:

- *statikus*: adott konstans terhelési sebesség mellett a terhelési idő a max. terhelés eléréséig 1-3 perc
- *dinamikus*: a terhelési idő kisebb, mint 0,1 másodperc, hirtelen, lökésszerű a terhelés

b. tartós nyugalmi teher okozta szilárdságok: a teher állandó, és tetszőlegesen hosszú ideig tart

c. tartós ismétlődő teher okozta szilárdságok: a terhelési idő tetszőlegesen hosszú, a terhelés a minimális és a maximális értékek között periodikusan változik.

A vizsgált minták geometriája alapján a mechanikai vizsgálatokat két csoportba lehet sorolni. Az egyik esetben a különböző szilárdsági vizsgálatokat olyan próbatestekkel végzik, amelyek méretei megegyeznek a gyakorlatban alkalmazott termékek méreteivel, és a vizsgálati próbatesteken a szerkezetben megengedett hibák is megtűrhetők. Az ilyen termék méretű mintákon végzett szilárdsági vizsgálatokat az erősen igénybevett szerkezeti elemeknél szokták alkalmazni.

A másik csoportot a teljesen hibamentes, kis keresztmetszetű próbatestek vizsgálata jelenti. A szabványos vizsgálatok laboratóriumi körülmények között, kisméretű próbatestekkel modellezzik a valóságban fellépő igénybevételeket, és az anyag viselkedését, így elméletileg hibamentes, szabályos felépítésű próbatesteket szabad csak felhasználni.

A szilárdsági vizsgálatok jelentős részét különböző hazai és külföldi szabványok (MSZ, DIN, ISO, EN, ASTM) is rögzítik. A szabványokat és azok hátterét, a szabványos vizsgálatok szükségességét későbbi fejezetben ismertetjük részletesen.

E szabványok leggyakrabban a rövid idejű statikus szilárdsági vizsgálatokat tartalmazzák. Az ismétlődő (ciklikus) terheléseknek kitett szerkezeteknél az anyag fáradásával is számolni kell.

Az anyagvizsgálati mérések eredményeinek értékelése az ismert matematikai statisztikai jellemzők meghatározásával történik (terjedelem, átlagérték, szórás, standard hiba, relatív szórás, pontosság), amelyekről szintén egy külön fejezetben (7.fejezet) lesz szó.

1. A feszültségek fajtái

A műanyagból készült tárgyakat különböző jellegű, mértékű és időtartamú feszültségek érik, a gyakorlatban pedig többnyire összetett igénybevételek jelentkeznek. A feszültségek hatására a műanyagok kisebb-nagyobb deformációt szenvednek, a méretváltozás lehet rugalmas (elasztikus), illetve maradandó (plasztikus). A deformáció mértéke és típusa az anyag jellemzői mellett nagy mértékben függ:

1. a feszültség irányától (húzás, hajlítás, nyomás, nyírás, csavarás)
2. a hőmérséklettől

3. az erőhatás időtartamától
4. a deformáció sebességétől (frekvenciájától)
5. a termék alakjától [66].

Az erőhatás időtartama nagyon lényeges tényező. Ha az igénybevétel csak rövid ideig tart és nem túl nagy, általában csak elasztikus deformációt okoz, azaz a minta az erőhatás megszűnése után visszanyeri eredeti alakját. Tartós terhelés hatására a hőre lágyuló műanyagoknál hidegfolyás lép fel, az anyag plasztikusan deformálódik.

A gyakorlatban az esetek többségében a két különböző deformáció együttesen következik be, a körülményektől függ, hogy melyik dominál. Ha a hosszantartó terhelést időnként megszakítjuk és a polimer láncoknak időt hagyunk a relaxációra, a kúszás mértéke jóval kisebb lehet, mint folyamatos igénybevétel esetén. A hőre keményedő műanyagoknál a kúszás jóval kisebb mértékű, vagy egyáltalán nem is figyelhető meg.

A műanyag termékek alkalmazása során a deformációk sebessége nagyon eltérő lehet. A hosszú ideig nagyjából állandó feszültség hatására bekövetkező, lassú deformációk mellett gyors, ütés jellegű (nagy frekvenciájú) igénybevételek is jelentkeznek.

2. Mechanikai igénybevételek

Egy szilárd test alakja külső erők hatására megváltozhat, úgynevezett deformációt szenved el. Ez a deformáció lehet homogén, illetve inhomogén. Homogén deformációról beszélünk például egy állandó keresztmetszetű vékony rúd nyújtásakor. Ilyenkor a test térfogatelemei úgy deformálódnak, hogy egymással továbbra is egybevágóak maradnak. Egy két végén befogott vasrúd nyújtásakor azonban inhomogén deformáció következik be, azaz a térfogat elemei nem egyformán deformálódnak. A szilárd testek alakváltozásának leírása általában bonyolult feladat. Az alakváltozás abban az esetben nevezhető rugalmasnak, ha az erőhatás megszűnése után a test visszanyeri eredeti alakját és közben nem lép fel energia disszipáció. Létezik úgynevezett rugalmassági határ, amelynél az alakváltozás még rugalmas, az felett pedig már nem [1].

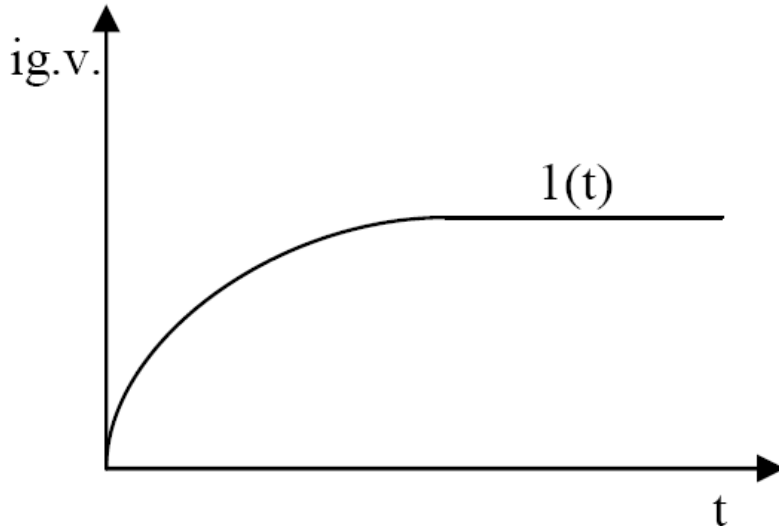
A műszaki gyakorlatban használt anyagokra (szerkezeti anyagokra) a felhasználásuk során különböző igénybevételek hatnak. A szerkezeti anyagokra ható igénybevételek lehetnek a teljes térfogatra (mechanikai, termikus, sugárfizikai)-, vagy felületre (sugárfizikai, kémiai, biológiai, tribológiai) hatóak. A nyugalomban lévő szilárd test egyensúlyi erőrendszer hatására alakváltozást szenved. A test belsejében feszítő erők lépnek fel [2] [3].

Az igénybevételek szinte mindig együttesen hatnak és időbeli lefutásuk, illetve hatásuk szerint lehetnek:

- állandóak (statikus, kúszási),
- periodikusan változóak (lengő, lüktető),
- sztochasztikusan változóak [2].

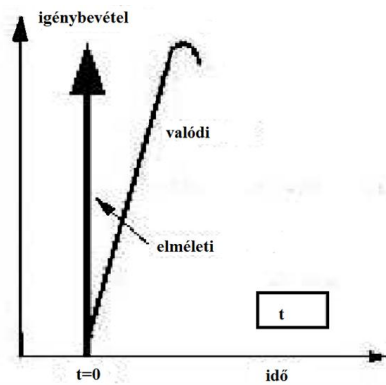
Statikus, tartós igénybevételről akkor beszélünk, ha egy időpillanatban az addig nem terhelt anyagra terhelést adunk (például egy készülék esetében a be- és kikapcsolás). A statikus igénybevétel időbeli lefutását az 5.1. ábra szemlélteti. [2].

5.1. ábra - Statikus, tartós igénybevétel valós időbeli lefutása [2]



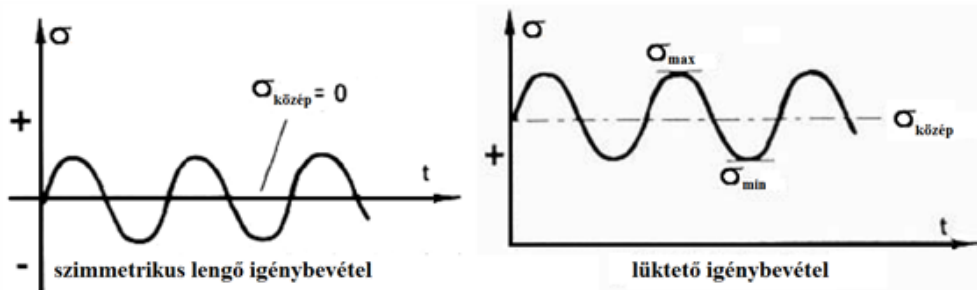
Rövid ideig tartó igénybevételről (5.2. ábra) akkor lehet beszélni, amikor az anyaggal szinte nulla idő alatt nagy energiát közölnek. Ilyen igénybevétel éri az anyagot, amikor leejtik, ráesik valami, stb. [2].

5.2. ábra - Rövid ideig tartó, terhelés elméleti és a valódi igénybevétel időbeli lefolyása



A 5.3. ábra a lehetséges periodikusan változó mechanikai igénybevételek (σ a mechanikai igénybevétel jellegét jelöli) közül kettőt mutat be. Lengő igénybevételről abban az esetben lehet beszélni, ha az igénybevétel iránya előjelet vált, lüktető igénybevételnél pedig nem lép fel előjelváltás [2].

5.3. ábra - Periodikusan változó igénybevételek [2]



A dinamikus igénybevételek általában sztochasztikus terhelésként hatnak az anyagokra (5.4. ábra) [2].

5.4. ábra - Sztochasztikus igénybevétel időbeli lefutása [2]



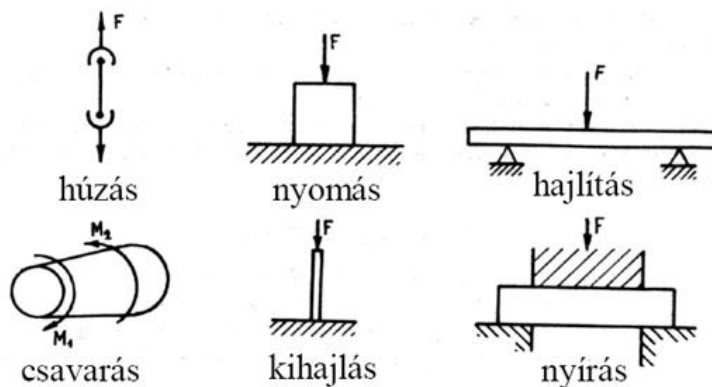
Mivel a műszaki gyakorlatban az anyagok nagy részét mechanikai igénybevételek érik, emiatt ezeket az anyagokat a mechanikai tulajdonságaik minősítik. A mérnöki gyakorlatban a mechanikai igénybevételeknek kitett anyagokat szerkezeti anyagoknak nevezik. Általában szerkezeti anyagokként a gyakorlatban fémeket alkalmaznak, de a polimerek, polimer kompozitok fejlesztésével egyre több helyen igyekeznek kiváltani őket [2] [4].

A polimerből készült tárgyakat különböző jellegű, mértékű és különböző ideig tartó mechanikai feszültségek érik. A gyakorlatban általában összetett igénybevételeknek vannak kitéve. Feszültség hatására a polimerből készült tárgyak kisebb-nagyobb deformációt szenvednek. Ez a deformáció lehet rugalmas (elasztikus), valamint lehet plasztikus (maradó) méretváltozás; mértéke és a jellege pedig az anyagi jellemzőkön kívül erősen függ a feszültség irányától, a hőmérséklettől, az erőhatás időtartamától, a deformáció sebességétől (frekvenciájától), valamint a termék alakjától [4].

A térfogatra ható igénybevételek során a feszültség iránya különböző lehet. A szerkezeti anyagok esetében a próbatest hosszirányú főtengeleyére vonatkoztatott irány szerint a feszültségek között az alábbi fajták különböztethetők meg:

1. húzás
2. nyomás,
3. nyírás, eltolás, csúszás,
4. hajlítás,
5. csavarás, torzió,
6. hidrosztatikai nyomás [2].

5.5. ábra - A terhelések alaptípusai [5]



Gyakorlatban a szerkezeti anyagok kiválasztása során nagyon gyakran a mechanikai tulajdonságokat veszik alapul (húzószilárdság, modulusz, megnyúlás, ütőszilárdság). Az egységnyi deformáció előidézéséhez szükséges feszültség mértékét a rugalmassági moduluszal lehet jellemezni. A különböző feszültségekkel szembeni szilárdság és modulusz értékek eltérőek lehetnek. A felhasználók az adott szerkezeti anyagra vonatkozó mechanikai tulajdonságok számszerű értékeit általában a szakirodalomban találhatják meg. Sok esetben azonban túl nagy hangsúlyt kapnak a különböző típusú és minőségű polimerek szakirodalmi értékei, a végfelhasználás szempontjából azonban nem elég meghatározóak a mechanikai tulajdonságok. A polimerek gyakorlati felhasználása során szinte soha nem hagyhatóak figyelmen kívül az adott anyagra ható egyéb kedvezőtlen tényezők sem. Ilyen kedvezőtlen hatások például a környezeti hatások és a hőmérséklet. A hőmérséklet jelentősen befolyásolja a polimerek valamennyi tulajdonságát. Összehasonlítási alapként általában a szobahőmérsékleten mért jellemzők szolgálnak. A mechanikai jellemzőket igen erősen befolyásolja a hőmérséklet, ennek mértéke a polimer típusától függ, sőt ezeken a polimer típusokon belül is lehet eltérés a márkanévtől és a típusjelzéstől függően. Általánosságban azonban elmondható, hogy a hőre keményedő polimerek mechanikai tulajdonságait kevésbé befolyásolja a hőmérséklet, ellenben a hőre lágyulókét sokkal inkább. Az amorf és a részben kristályos polimerek mechanikai szilárdsága és rugalmassági modulusza monoton csökken a hőmérséklet emelkedésével, de a csökkenés jellege eltérő lehet. Az amorf polimerek jellemzői viszonylag lassan romlanak, az üvegesedési (T_g) hőmérsékletet megközelítve pedig hirtelen meglágyulnak és teljes mértékben elveszítik szilárdságukat. A részlegesen kristályos polimerek a T_g felett is megtartják szilárdságuk egy részét. Egészen a kristályos fázis olvadáspontjának közeléig megtartják a szilárdságuk és rugalmassági moduluszuk egy kis részét. A kompozitok esetében alkalmazott erősítő anyagok növelik a mechanikai szilárdságot és a rugalmassági moduluszt, a töltőanyagok mindig növelik a moduluszt, azonban a mechanikai szilárdságot nem, sőt éppen ellenkezőleg gyakran csökkentik. Ezek a hatások magas hőmérsékleten is érvényesülnek. A hőre keményedő polimerek ütészállósága általában gyenge. A hőre lágyulókét a kémiai összetétel befolyásolja és összetételtől függően nagyon eltérő lehet. Ahogy nő a hőmérséklet, úgy nő az ütészállóság. Az üvegesedési hőmérséklet felett (abban az esetben, ha az anyag még szilárd marad) jelentős növekedés következik be. Az elasztomerek és lágyítók bekeverése az ütészállóságot növelik, részben azért, mert ezek az adalékok lecsökkentik a polimer T_g -jét. Az üvegszálak és más erősítőanyagok javítják a törékeny, rideg polimerek ütészállóságát, de rontják a jó ütészállósággal rendelkezőkét. A töltőanyagok szinte minden esetben rontják az ütészállóságot [4] [5] [6].

Az, hogy az erőhatás mennyi ideig hat a szerkezeti anyagra, tehát hogy az erőhatásnak mekkora az időtartama, az egy nagyon lényeges tényező. Ha a feszültség csak rövid ideig hat és nem túl nagy, akkor általában elasztikus deformáció következik be, így a termék a behatás megszűnése után visszanyeri eredeti alakját. Tartós terhelés hatására a hőre lágyuló polimereknél hidegfolyás, úgynevezett kúszás lép fel, az anyag pedig plasztikusan deformálódik. A terhelés megszűnésekor ilyen esetben a termék nem, vagy nem teljes mértékben nyeri vissza az eredeti alakját. A gyakorlatban a kétféle deformáció együttesen következik be, a körülmények határozzák meg, melyik dominál. Amennyiben a hosszantartó terhelést megszakítják időnként, akkor a polimer láncok időt nyernek a relaxációra, a kúszás mértéke jóval kisebb lehet, mint az állandó igénybevétel során. A hőre keményedő polimerek esetében a kúszás jóval kisebb, vagy az is előfordulhat, hogy egyáltalán nem is jelentkezik. Az amorf polimerek kúszása általában jóval kisebb, mint a részlegesen kristályosaké. Ez azért van így, mert az amorf polimerek mindig csak az üvegesedési hőmérsékletük alatt, a részlegesen kristályosak pedig általában az üvegesedési hőmérsékletük felett használják. Erősítő anyagok és különösen a térhálósító anyagok hatására jelentősen csökken a kúszási hajlam. A kúszást általában különböző feszültségek alkalmazása mellett felvett idő-deformációs diagramokkal, valamint az ezekből származtatott kúszási modulusz értékekkel lehet jellemezni. A polimerek felhasználása során nagyon eltérő sebességű deformációk léphetnek fel. A lassú, hosszú

ideig tartó deformációk mellett gyors, ütésszerű (nagy frekvenciájú) igénybevételek is felléphetnek. A polimerek viszko-elasztikus és termikus viselkedése okozza, hogy a vizsgálati körülmények ilyen rendkívüli módon befolyásolják a húzóvizsgálatukat [4] [6].

A szakirodalomban megtalálható mechanikai tulajdonságokra vonatkozó adatok meghatározása laboratóriumi körülmények között történik, meghatározott mérési paraméterek mellett. Így tehát nyilvánvalóan ezek alapján az értékek alapján kockázatos kiválasztani egy szerkezeti anyagot. A mechanikai tulajdonságok alapos ismerete, valamint a kedvezőtlen hatások hosszú időn keresztül vizsgálata rendkívül fontos a szerkezeti anyagok kiválasztásakor [4] [6].

A legtöbb polimer termék nem deformálható húzó-, hajlító-, vagy nyomószilárdságával megegyező feszültségekkel, mert ebben az esetben irreverzibilis változások történnek, amiknek következtében a további felhasználhatóság lehetetlenné válik. Ennek következtében például a szakadási nyúlás, mint mechanikai tulajdonság az anyag szívósságát jól jellemzi, azonban a szilárdságtani és funkcionális méretezésnél csak az ezeknél jóval kisebb deformáció engedhető meg. A polimer termékek alakja nagymértékben befolyásolja egy erőhatással okozott deformáció értékét. A polimer termék használata során megengedhető maximális deformáció mértékét a gyakorlatban alapvetően az alábbi szempontok határozzák meg:

1. a termék törése, szakadása, illetve irreverzibilis alakváltozása ne következzen be
2. a működést a deformáció ne akadályozza a számottevően
3. az anyag ismételt deformációk hatására kifáradhat, ami kis erőhatások esetében tönkrementelt okozhat [4] [6].

A polimer termékek tervezésekor is elvárható tehát, hogy a várható deformációkat is figyelembe vegyék, az előnyöket és a hátrányokat is tudatosan mérlegeljék [4] [6].

A polimerek tervezése során tehát nagyon sok dolgot kell figyelembe venni, azonban elsőként a legfontosabb az erő-megnyúlás viselkedés alapvető megértése. A feszültség-megnyúlás diagram jobb megértéséhez nélkülözhetetlen az alapvető fogalmak definiálása (1. Táblázat).

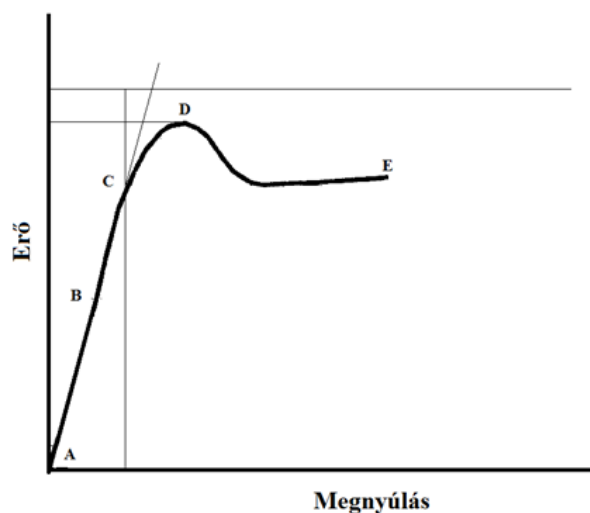
1. Táblázat A feszültség-megnyúlás diagram esetében alkalmazott fogalmak és azok meghatározása [6] [7] [8] [10] [11]

Fogalmak	Meghatározás
Nyúlás	Hosszúságnövekedés az eredeti mérőhosszhoz viszonyítva (megadása történhet dimenzió nélküli viszonyozásként, vagy %-ban). A folyáshatár előtti nyúlásra használatos.
Mérőhossz	A mérési jelek közötti eredeti távolság a próbatest középső részén
Vizsgálati sebesség	A vizsgálat során a mérőberendezés befogópofáinak távolodási sebessége. Megadása: milliméter/percben (mm/perc)
Húzófeszültség	A mérőhosszon belüli a vizsgálandó próbatest eredeti keresztmetszetére vonatkoztatott húzóerő, amit a próbatest bármely adott pillanatban elvisel. Mértékegysége MPa.
Folyáshatár	Az az első feszültség, aminél a nyúlás a feszültség növekedése nélkül növekszik (MPa). Ez kisebb lehet, mint az elérhető legnagyobb feszültség.
Húzószilárdság	Az a legnagyobb húzófeszültség, amelyet a próbatest a

	húzás során elvisel (MPa).
Szakítószilárdság	Az húzófeszültség, amelynél a próbatest elszakad (MPa)
Nyúlás megfolyáskor	A folyáshatárnál mért megnyúlás. Dimenzió nélküli viszonyzámként, vagy %-ban adható meg.
Szakadási nyúlás	A szakítószilárdsághoz tartozó nyúlás, akkor ha a szakadás folyás nélkül következik be. Dimenzió nélküli viszonyzámként, vagy %-ban adható meg.
Húzási rugalmassági modulusz	Adott anyagra jellemző arányossági tényező, egy adott anyagnál jó meghatározható konstans érték, melynek mértékegysége GPa.

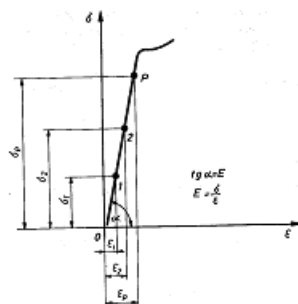
A 5.6. ábra egy állandó mértékű terhelés során kapott feszültséget mutat. Azonban, ha egy más típusú terhelés éri a vizsgálandó próbatestet (nyomó, nyíró stb.), akkor a görbe lefutása közel hasonló lesz [7] [6] [8] [9] [10] [11].

5.6. ábra - Egy tipikus feszültség-megnyúlás görbe [11]



A feszültség-megnyúlás diagram kezdeti szakaszában az A és C pontok között lineáris a görbe lefutása és ez a Hooke törvényhez vezet, amely kimondja, hogy egy rugalmas anyag esetében a feszültség egyenesen arányos a megnyúlással [9][11].

5.7. ábra - Szakítódiaagramon látható feszültség-fajlagos méretváltozás viszonya [9]



A fenti ábrán (5.7. ábra) hasonló háromszögek láthatóak, melyek oldalainak aránya megegyezik. Így tehát felírható, hogy:

$$\frac{\sigma_1}{\varepsilon_1} = \frac{\sigma_2}{\varepsilon_2} = \dots = \frac{\sigma_p}{\varepsilon_p(1)}$$

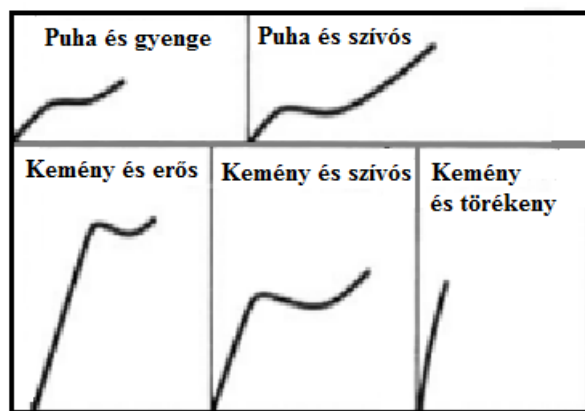
Az arányossági határon belül pedig a két mennyiség hányadosa állandó:

$$\frac{\sigma}{\varepsilon} = E(2)$$

Ez az állandó anyagonként változó érték, de az anyag rugalmasságára jellemző és rugalmassági tényezőnek, azaz modulusznak nevezik. A feszültség és a hosszváltozás között fennálló arányosság tehát a Hooke-törvény. Ez a tapasztalati törvény nagyon jól jellemzi a különböző anyagok viselkedését húzó, nyomó igénybevételnél. Ezt a törvényt a szilárdságtan alaptételének is nevezik. (Robert Hooke (1635-1703) holland származású tudóstanárnak volt, az anyagok rugalmas tulajdonságát vizsgálta) [7] [8] [9] [10] [11].

Az 5.8. ábra görbéjén látható C pont az, ahol a görbe eltér az egyenestől, ez az úgynevezett arányossági határ, ami azt jelenti, hogy csak eddig a pontig egyenesen arányos a feszültség megnyúlással. A polimerek az arányossági határ felett rugalmas természetet mutatnak és ezért a deformáció reverzibilis. A deformáció a B pont felett viszonylag kicsi és a polimer molekulák közötti intermolekuláris kötések hajlásával és nyúlásával összhangban áll. Nem véglegesen mozdulnak el a molekulák egymáshoz képest. A C pont felett a deformáció következtében már nincsen intermolekuláris elmozdulás és végül alakváltozást következik be (nem azonnal). Az a megnyúlás, amely az anyag rugalmassági határán kívül következik be már nem reverzibilis. Ez a deformáció azért következik be, mert a molekulák elmozdulnak egymástól. Ezek a molekulák már nem tudnak az eredeti helyükre visszatérni és így egy állandó deformáció következik be (3.9. ábra) [7] [8] [9] [10] [11].

5.8. ábra - A húzás hatására bekövetkező feszültség-megnyúlás diagramja különböző típusú polimerek esetében [8]



A polimerek nagyjából besorolhatók lágyságuk, törékenyséjük, keménységük és szilárdságuk alapján. A húzófeszültség-megnyúlás diagramok szolgálnak a besorolás alapjául. A feszültség-megnyúlás görbe alatti terület a polimer szilárdságaként vehető figyelembe. A puha és gyenge anyagoknak kis moduluszuk, nagyon nagy megnyúlásuk és szakítószilárdságuk van, ilyen típusú polimer például a poli(tetrafluoretilén) (PTFE). A puha, de szívós anyagok kis moduluszúak és alacsony maradó alakváltozásúak, nagyon nagy megnyúlásúak és nagy a szakítószilárdságuk. A polietilén egy klasszikus példa az ilyen típusú polimerekre. A kemény, de törékeny anyagok nagy moduluszal és kis megnyúlással jellemezhetőek. A húzás hatására maradó alakváltozást szenvedhet, mielőtt elszakad. A fenol típusú polimerek sorolhatóak az ilyen anyagok közé. A kemény és erős anyagoknak nagy a modulusza, a maradó alakváltozása; általában nagy szakítóerővel és kis megnyúlással jellemezhetőek. Az acetál egy jó példa az ilyen viselkedésű anyagokra. A kemény és szívós anyagok modulusza, maradó alakváltozása, szakadási nyúlása és szakítóereje nagy. A polikarbonát például egy ilyen kemény és szívós polimer [4].

2. Táblázat A feszültség-megnyúlás görbe jellegzetessége a polimer tulajdonságaival kapcsolatban [11]

A polimer jellegzetessége	Modulusz	Maradó alakváltozás	Szakítóerő	Szakadási nyúlás
Puha, gyenge	alacsony	alacsony	alacsony	közepes
Puha, szívós	alacsony	alacsony	maradó alakváltozás	magas
Kemény, törékeny	magas	-	közepes	alacsony
Kemény, erős	magas	magas	magas	közepes
Kemény, szívós	magas	magas	magas	magas

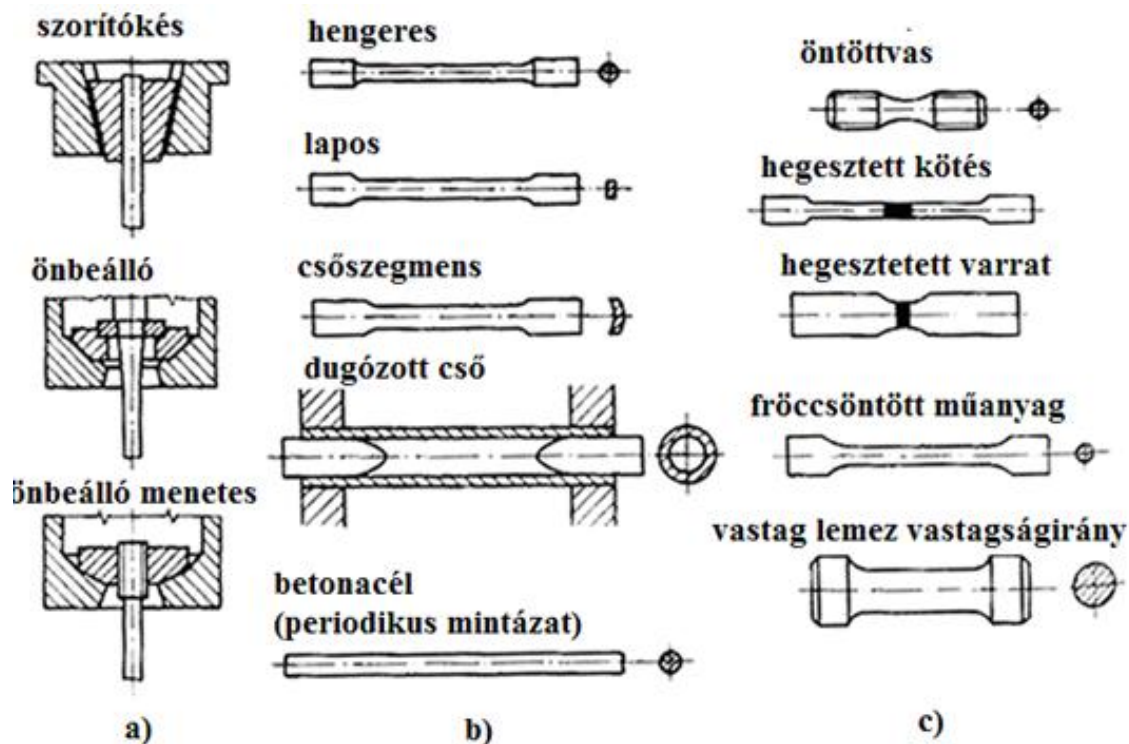
A 2. Táblázat tartalmazza a feszültség-megnyúlás görbe jellegzetességeit a polimer tulajdonságaival kapcsolatban. A felhasználást tekintve néhány esetben fontos, hogy a szerkezeti anyag kiválasztását végző tervező tisztában legyen mind a húzó-, mind pedig a nyomó vizsgálat feszültség-megnyúlás görbéjével. Egy viszonylag kisebb megnyúlásnál a húzó- és nyomó feszültség-megnyúlás görbék majdnem azonosak. Ezért nagyobb mértékű megnyúlásnál a nyomó modulusz megegyezik a húzó moduluszal. Azonban nagyobb megnyúlásnál, a nyomó erő sokkal nagyobb, mint a megfelelő húzószilárdság [7] [8] [9] [10] [11].

A feszültség-megnyúlás vizsgálatok rövid ideig tartó vizsgálatok. Ez azt jelenti, hogy a mechanikai terhelés viszonylag rövid ideig tart. Ennek következtében csak az feszültség-megnyúlás vizsgálat elvégzése nem elegendő a műanyagok tervezésénél. Ez a vizsgálat nem veszi figyelembe egy időben a műanyag ridegségét és szilárdságát. Ez a jelentős korlátozás kiküszöbölhető, ha kúszási és relaxációs adatokat is felhasználnak a szerkezeti anyag tervezése során [7] [8] [9] [10] [11].

2.1. Próbatetek

A mechanikai vizsgálatok során használt próbatetek keresztmetszete lehet kör, négyzet, derékszögű négyszög, körgyűrű vagy kivételes esetben más alakú. A leggyakrabban használt szakító próbatest-típusokat a 5.9. ábra mutatja [12].

5.9. ábra - a, befogófej típusok; b, különböző típusú próbatetek; c, gyártmányokra jellemző próbatetek [12]



Általánosan el kell mondani, hogy a próbatetek kialakításánál figyelembe kell venni, hogy reprezentálja a vizsgálandó anyagételt; fejkiképzése illeszkedjen a szakítógéphez; szakítandó keresztmetszete a várható szilárdság figyelembevételével illeszkedjen a szakító gép méréshatárához; alakjának lehetővé kell tennie a kívánt paraméterek meghatározását [12].

Az olyan próbateteket, amelyek geometriailag hasonlóak, valamint keresztmetszetük és jel-távolságuk között meghatározott összefüggés van, arányos próbateteknek nevezzük. Az arányos próbatetek jel-távolsága és keresztmetszete között a következő az összefüggés:

$$L_0 = k\sqrt{S_0(3)}$$

A mechanikai vizsgálatokhoz kör-, vagy négyszög keresztmetszetű, szabványos próbatestet szokás alkalmazni, aminek három fő része van:

- L_0 : mérőhossz (itt történik meg maga a mérés)
- Befogófejek, amiket a próbatest végein alakítanak ki nagyobb keresztmetszettel
- Átmeneti szakaszok: az első két részt kötik össze [12].

Egy hengeres szakító próbatest jellemző méreteit a 5.10. ábra mutatja, ahol:

L_0 : eredeti hossz (itt történik meg maga a mérés)

L_t : a próbatest teljes hossza

L_c : a párhuzamos szakasz hossza

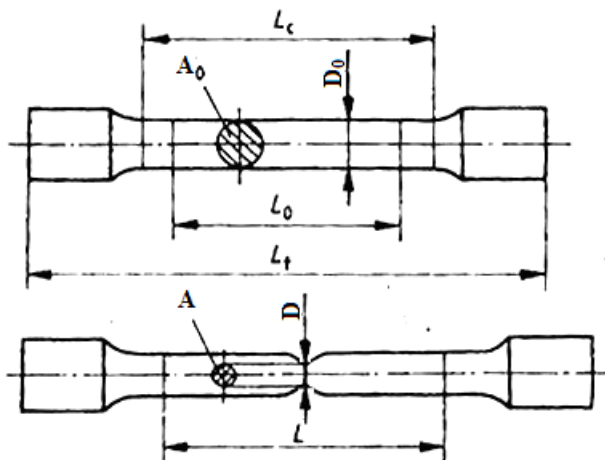
L : megnyúlt hossz

d_0 : a próbatest átmérője a vizsgálat megkezdésekor

A_0 : a próbatest keresztmetszete a vizsgálat megkezdésekor

A: a próbatest keresztmetszete a deformáció után [12].

5.10. ábra - a, befogófej típusok; b, különböző típusú próbatestek; c, gyártmányokra jellemző próbatestek [12]



3. Húzóvizsgálat

A mechanikai tulajdonságok gyakran a polimerek legfontosabb tulajdonságai közé tartoznak, mivel gyakorlatilag minden felhasználás során mechanikai igénybevételnek vannak kitéve [11]. Az erő szilárd testre gyakorolt hatása lehet koncentrált (diszkrét), vagy megoszló. Az erő hatását az befolyásolja, hogy a támadó erő pontra-, vagy felületre hat-e [6] [8] [9] [10] [11].

A húzóvizsgálat célja, hogy meghatározza az anyag húzóerővel szembeni ellenállását, vagyis a húzószilárdságot. A szilárdság mérésekre jól használható berendezés az úgynevezett szakítógépj. Ezen a berendezésen elvégzett egyik közismert vizsgálat a húzószilárdság mérés (fémek esetében inkább a szakítóvizsgálat kifejezés az elfogadott). A vizsgálatot kapcsolatos teendőket, a próbatest alakját, méretét, a vizsgálat lefolyását, a kísérleti eredmények felvételét és kiértékelését hazánkban az MSZ EN ISO 527-1:1999 szabvány határozza meg [6] [8] [9] [10] [11].

A terhelés alatt álló szerkezeti anyagokra az erőhatás következtében feszültség hat. Ez a feszültség az erő és a keresztmetszet hányadosával jellemezhető, amit valódi feszültségnek is neveznek (σ). A valódi feszültség (mértékegysége N/m²) tehát az alábbi összefüggéssel határozható meg:

$$\sigma = \frac{F}{A(4)}$$

ahol F a hatóerő, A pedig a felület, amire az erő hat [8] [9] [10] [6] [11].

A műszaki életben elfogadott R jelölés az úgynevezett mérnöki feszültséget jelöli, ami a szerkezeti anyagok erővel szembeni fajlagos ellenállóképességét fejezi ki. A valódi feszültség és a mérnöki feszültség közötti különbség pusztán annyi, hogy a mérnöki feszültségnél mindig az eredeti, azaz a terhelés előtti keresztmetszetre vonatkoztatunk. Így az összefüggés a következőképpen alakul:

$$R = \frac{F}{A_0(5)}$$

ahol A_0 ami az úgynevezett eredeti keresztmetszet (ahogy a 5.10. ábra is mutatja gyakran S_0 -al is jelölik) [8] [9] [10] [6] [11].

A húzás során az eredeti próbatest megnyúlik. A terhelés hatására σ feszültség alakul ki és a próbatest deformálódik (5.10. ábra). A korábban L_0 hosszúsággal és A_0 keresztmetszettel rendelkező próbatest megnyúlik és a keresztmetszete kisebb lesz. A nyúlás jele ϵ (mértékegység nélküli szám), ami a megnyúlás és az eredeti

hossz hányadosa. A hosszváltozással járó keresztmetszet-csökkenés a térfogat-állandóság eredménye. Ez az úgynevezett rugalmas (relatív) megnyúlás, mivel a megnyúlás az eredeti jeltávra vonatkoztatott:

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (6)$$

ahol L_0 az eredeti hossz L megnyúlt hossz, ΔL pedig a megnyúlás [8] [9] [10] [6] [11].

Minden mechanikai vizsgálat, de különösen a húzóvizsgálat célja a szerkezeti anyagok terhelés alatti viselkedésének modellezése. A terhelés ráadása után a szerkezeti anyag megnyúlása, vagy zömülése tapasztalható. Egytengelyű húzóvizsgálatnál az igénybevétel húzó jellegű. Húzás során a próbatest egyre karcsúbb lesz, L_0 értékről L értékre nő. A terhelt próbatest átmérője a húzás során, a húzó igénybevételre merőlegesen D_0 -ról D -re csökken (10. ábra). Izotróp anyag esetében a kereszt- és hosszirányú alakváltozás aránya a rugalmas deformáció során állandó, ez az úgynevezett Poisson tényező. A Poisson tényező (arány) anyagjellemző, jele: ν . Értéke mindig pozitív, mivel a hossz- és keresztirányú alakváltozás mindig ellenkező előjelű. Hengeres próbatestre az összefüggés a következőképpen alakul:

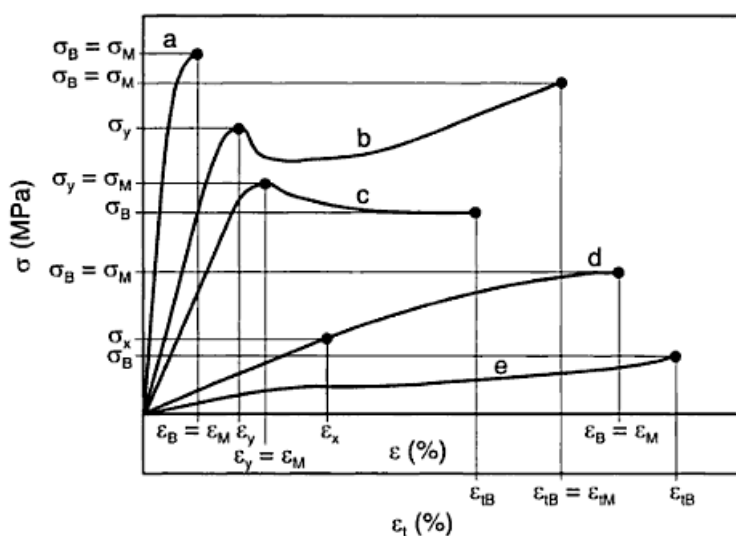
$$\nu = \frac{\varepsilon_{\perp}}{\varepsilon_{\parallel}} = \frac{D - D_0}{D_0} \cdot \frac{L_0}{L - L_0} \quad (7)$$

Az erő bevitelle és a szerkezeti anyag megnyúlása a szakító vizsgálat során időben igen lassú, állandósult folyamatnak tekinthető, így maga a szakító vizsgálat statikus eljárás [6] [8] [9] [10] [11].

Polimerek esetében a húzóvizsgálati háttér megegyezik a fémekre vonatkozó szakítóvizsgálatával, azonban a vizsgálati körülményekben és az eszközparkban különbség van. A polimerek esetében a húzóvizsgálat eredményét a hőmérséklet nagyban befolyásolja. A fémekkel ellentétben a polimerek esetében nagyságrendekkel nagyobb nyúlás és húzási tulajdonságok meghatározására szolgáló szakítógép konstrukciók szükségesek. A polimerek esetében az eredmények csak azonos vizsgálati körülmények esetében hasonlíthatók össze. Ebből adódóan a polimerek esetében kifejezetten nagy jelentősége van a szabványban rögzített feltételek betartásának [6].

A polimerek esetében a gyakorlatban az úgynevezett mérnöki feszültséget nem a már előbbieken említett R -rel, hanem σ -val jelölik. A polimerek esetében a hőre lágyuló és a hőre keményedő polimerek eltérő szakítógörbével rendelkeznek. A hőre keményedő polimerek rideg anyagok, így szakítógörbéjüket hosszú egyenes, rugalmas szakasz jellemzi. A rugalmas nyúlást nem, vagy csak igen kicsi plasztikus deformáció követi közvetlenül a szakadás előtt. Hőre lágyuló polimer esetében is lehetséges rideg viselkedés, ennek oka az anyagszerkezetben keresendő (molekulák kristályos rendezettsége) [6] [8] [9] [10] [11].

5.11. ábra - A feszültség-nyúlás görbék fajtái (a: rideg anyagok, b és c: folyáshatárral bíró szívós anyagok, d: folyáshatár nélküli szívós anyagok, e: elasztomerek) (MSZ EN ISO 527-1:1999) [10]



A polimerek folyáshatárral rendelkező makromolekuláris anyagok. A kezdetben rugalmas, majd képlékeny a viselkedés, az elnyúlt húzógörbe jellege egyaránt minden esetben a szívós tulajdonságot igazolja. A szakításhoz szükséges munka a görbék lefutásából és a görbe alatti területből következtethető. A b görbe alakítási keményedésre hajlamos polimer szakítógörbéjét mutatja. Az elszakításhoz szükséges erő ebben az esetben nagyobb, mint a folyást eredményező erő. Ilyen viselkedést például a poliamid (PA) mutat. A lágy polimerekre jellemző szakítógörbe a d jelű. Elasztomerek esetében a Hooke-törvény nem érvényes, a rugalmas tartomány ilyen esetben igen széles. Ezeknél az anyagoknál folyáshatár nem adható meg [6] [8] [9] [10] [11].

Amorf és folyáshatárral rendelkező hőre lágyuló polimerek húzóvizsgálatakor a polimer rugalmas deformációja rövid, egyenes szakaszként jelenik meg a szakítógörbén. Ezt a viszkoelasztikus deformációt lineáris, majd nem lineáris szakasz követi, ahol a polimer alapanyag teherfelvétele, ennek következtében pedig a megnyúlása is időben később követi az erőnövekmény létesítését. Ez a szakasza a szakítógörbének az abszcissa irányába hajlik el. A viszkoelasztikus deformáció a terhelés elvételével és elég idő után (az üvegesedési hőmérséklet felett) megszüntethető. A szakítógörbén jelentkező első helyi maximum érték a képlékeny alakváltozás határa, tehát az úgynevezett folyáshatár. Az ilyen típusú polimerek szakítógörbéjén a folyáshatárt könnyen fel lehet ismerni, mert a görbén visszahajló ív figyelhető meg. Ez a folyamat a próbatest úgynevezett nyakképződésével jár együtt, ami a polimer molekulák húzáserő irányába történő rendeződésének kezdetét jelzi. Ekkor a próbatest keresztmetszetében az úgynevezett nyak keletkezik, ami a vizsgálat során egészen a befogásokig kiterjedhet. A nyak megjelenése egyben a polimer irreverzibilis deformációját is jelzi. A nyakképződést követően az óriásmolekulák egyre nagyobb hosszúságban orientálódnak, beállnak egyre nagyobb számban a húzóerő irányába. A nyakban a lokális rendeződés nagyobb szilárdságú hely (kristályos szektor), ezért inkább a nyak közvetlen környezetében nyúlik meg az amorf szerkezetű polimer rész. A nyak kiterjedését az úgynevezett állandósult polimer folyásnak nevezik. Ekkor a már korábban említett úgynevezett mérnöki feszültség lecsökken és közel állandó értéken marad. A folyamat végén olyan nagy orientációs kényszer alakul ki, hogy a molekulák a polimer teljes kiterjedésében kényszeredett kristályosodást mutatnak. Ez a rendeződés kezdetben kis kiterjedésű, később azonban a polimerben a teljes hosszban kiterjedt orientációs keménységet hoz létre. Ez egyben a próbatest fokozott terheléssel való képességét is jelenti. Ez a jelenség okozza a szakítógörbe befejező szakaszának emelkedését. A folyamat végén már olyan nagy a húzófeszültség a polimer szerkezetében, hogy teljes tönkremenetel következik be. A szakadás folyamata pillanatszerűen végbemegy [6] [8] [9] [10] [11].

A fémek esetében a már említett szakítódiagram kifejezés az elterjedt, azonban a polimerek esetében sokkal inkább a húzódiagram elnevezés a megszokott. A polimereknél is egytengelyű húzóigénybevétel során történik a próbatestre ható erő és megnyúlás mérése. A húzófeszültség (σ) a húzóerő és az eredeti keresztmetszet hányadosa. A folyáshatár az a legkisebb feszültség, aminél a nyúlás a feszültség növekedése nélkül növekszik. Húzószilárdságon a húzóvizsgálat során a folyáshatárnál mért feszültséget értjük, ami ha nincs folyás, akkor egyenlő lehet a szakítószilárdsággal. A folyáshatár felett az adott termék már annyira deformálódik, hogy a gyakorlati felhasználásra teljesen alkalmatlanná válik. A szakítószilárdság pedig az a húzófeszültség ahol a próbatest elszakad [4].

A polimerek viszko-elasztikus és relaxációs viselkedése miatt a nyúlási jellemző meghatározása csak a terhelés közben mért értékek alapján történik. A nyúlási jellemzők tekintetében megkülönböztetnek folyáshatár előtti és folyáshatár utáni nyúlásokat. A rugalmas nyúlást a folyáshatár előtti nyúlás adja (ϵ). A polimerek esetében az úgynevezett húzó rugalmassági modulusz (E) meghatározása a számítógépes adatfeldolgozásnak köszönhetően két jól meghatározott feszültségi pont lineáris regressziójának segítségével történik. A regresszió egyenes iránytangense a moduluszt adja az alábbi összefüggés szerint:

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\epsilon_2 - \epsilon_1} \quad (8)$$

ahol: σ_1 és σ_2 rendre az $\epsilon_1=0,05\%$, illetve az $\epsilon_2=0,25\%$ teljes (névleges) megnyúlásokhoz tartozó húzófeszültségek. Mértékegysége MPa, vagy GPa. Ennek az összefüggésnek a használata elasztomerekre és fóliákra nem alkalmas [4] [8] [9] [10] [6] [11].

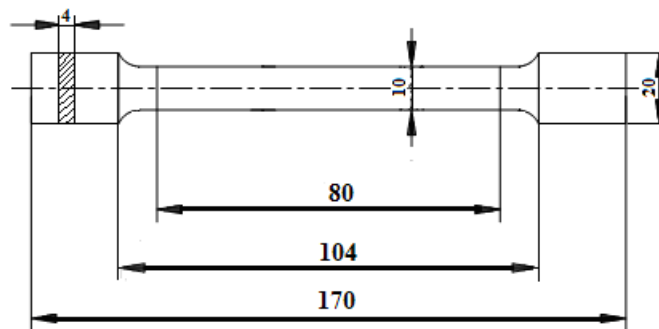
A húzóvizsgálat elvégzéséhez megfelelő berendezés szükséges. Gyakorlatban a polimerek húzási tulajdonságainak meghatározása általában asztali kivitelű szakítógéppel történik (5.12. ábra).

5.12. ábra - Univerzális szakító gép



A próbatestek ilyen esetekben a fémetől eltérően inkább laposak, méreteiket pedig 5.13. ábra mutatja.

5.13. ábra - Szabványos próbatest [6] [12]



Ez az általánosan használt próbatest tulajdonképpen egy többcélú próbatest, mivel a befogásra használt fejrész levágása után Izod ütőmunka meghatározására is alkalmas próbatest alakítható ki belőle. A próbatest szabványos méreteit is szabvány írja elő. A próbatest méretei az előállítási technológiától függenek. Hőre lágyuló polimerek esetében nagyon elterjedt a fröccsöntéssel gyártott próbatest használata. A melegsajtolással (présseléssel) előállított lemezekből pedig kivágással lehet próbatesteket készíteni. Fólia termékéből lyukasztásos megoldással lehet próbatestet előállítani. A hőre keményedő polimerekből általában a fémiparban is ismert

marógéppel, forgácsolással lehet próbatestet készíteni. Elasztomereknél az alakos lyukasztók használata a jellemző [4] [6] [8] [9] [10] [11] [12].

3. Táblázat Néhány polimer szakítószilárdsága és modulusza [8] [10]

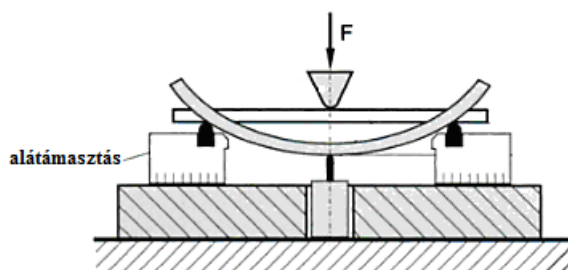
Polimerek	Szakítószilárdság (MPa)	Modulusz (GPa)
poliamid (nylon)	55-90	1,3-3,5
poliészter	55-60	2,1-2,8
PEEK	100	3,5-4,4
PE	20-35	0,7-1,4
PPS	80	3,4
PC	55-70	2,1-3,5
PP	38	1,7
teflon	10-35	-
kemény PUR-hab	0,2-0,7	
lágú PUR-hab	0,05-0,22	
epoxi	50-110	2,5-5,0
fenoplaszt	35-60	2,7-4,1
poliészter	35-95	1,6-4,1
vinil-észter	63	3,71

4. Hajlító vizsgálat

A hajlító vizsgálatot gyakran alkalmazzák rideg anyagok minősítéséhez. Legfőképpen öntöttvas és különböző építőanyagok, kerámiák, beton, fa stb. vizsgálatára használják. Elsősorban rideg anyagokhoz használható, mert ezeknél a nyomószilárdság mindig megállapítható, a szívós anyagok esetében (mint például a polimerek) is szükség esetén meghatározható. Azonban a szívós anyagok ugyan maradékalakváltozást szenvednek, azonban nem lehet náluk törést elérni. A hajlító vizsgálatot a húzóvizsgálathoz hasonlóan univerzális anyagvizsgáló gépen szokás végezni. A hajlító vizsgálat lehet három illetve négy ponton alátámasztott. A hajlító vizsgálatához henger-, vagy négyzetes hasáb alakú próbatest egyaránt használható. [6] [15].

A hárompontos hajlítás során a hengeres-, vagy hasáb alakú próbatestet kéttámaszú tartóként terhelik meg, egy, a középpontra ható erővel. A vizsgálandó próbatestet felülről egy, alulról pedig két ponton éri erőhatás. A terhelés a nulláról indulva folyamatosan növekszik, míg a próbatest el nem törik. Eközben a próbatest közepén mérésre kerül az erő (F) és a behajlás (f). A behajlásból és az erőhatás nagyságából a vizsgált próbatest alakváltozására lehet következtetni. A hajlítószilárdság a maximális hajlító nyomaték ismeretében határozható meg [6] [10] [15].

5.14. ábra - Hajlító vizsgálat sematikus ábrája [10]



Az F terhelőerő legnagyobb nyomatéka (M_{hm}) a próbatest közepén ébred. A hajlítónyomaték maximális értéke az alábbi összefüggéssel számszerűsíthető:

$$M_{hm} = \frac{F_m \cdot L}{4} \quad (9)$$

ahol M_{hm} a maximális hajlítónyomaték, mértékegysége Nm; F_m a középponti terhelőerő legnagyobb értéke, mértékegysége N; L pedig a támaszköz, mértékegysége pedig méter [6] [10] [14] [15].

A terhelés legnagyobb hajlító nyomatékából (M_{hm}) és az eredeti keresztmetszetre vonatkoztatott keresztmetszeti tényezőből (K) megállapítható a vizsgált próbatest hajlítószilárdsága (R_{mh}). A hajlítószilárdság nem más, mint a törés pillanatában ébredő maximális hajlítónyomaték és a keresztmetszeti tényező hányadosa (mértékegysége Pa, vagy MPa):

$$R_{mh} = \frac{M_{hm}}{K} \quad (10)$$

A keresztmetszeti tényező (K) számításához a hasábra vonatkozó összefüggést kell alkalmazni. Ebben az összefüggésben a hasáb alakú próbatest szélesség (méterben), b pedig a hasáb alakú próbatest vastagsága (szintén méterben). Amennyiben a próbatest nem hasáb, hanem hengeres akkor a körszelvényre vonatkozó keresztmetszeti tényező értékét d próbatest átmérő esetében az alábbi összefüggés adja (mértékegysége pedig m^3):

$$K = \frac{a \cdot b^2}{6} \quad (11)$$

$$K = \frac{d^3 \cdot \pi}{32} \quad (12)$$

Hasáb próbatest esetében hajlítószilárdságra az alábbi összefüggés adódik [6] [10] [14] [15]:

$$R_{mh} = \frac{3 \cdot F_m \cdot L}{2 \cdot a \cdot b^2} \quad (13)$$

A legnagyobb hajlítónyomaték, M_{hm} a vizsgált próbatestre ható erő síkjában ébred. A törés mindig ezen a helyen következik be, ezért ezt úgynevezett veszélyes keresztmetszetnek is szokás hívni. A nem rideg anyagoknál leginkább csak rugalmassági, illetve folyási határt érdemes megállapítani. Ezek megállapításához szükség van úgynevezett finom nyúlásmérőre, amely a maximális nyomaték helyén mér [15]. A viskoelasztikus anyagok esetében jellemző, hogy általában kis rugalmassági moduluszal rendelkeznek, azaz nagy deformációra hajlamosak. Feszültségek szempontjából vizsgálva a törés előtti nagy deformáció azt jelenti, hogy hajlításnál a vizsgálati minták alakváltozása adott esetben már elérheti, illetve meg is haladhatja azt az értéket, ameddig a klasszikus számítási összefüggések érvényesek, túl nagy lehajláskor ugyanis megszűnik a tiszta hajlítási állapot, egyre nagyobb szerepet játszanak a nyíróerők, a reakcióerők nem lesznek már függőlegesek (a próbatest terhelt és terheletlen alakja egyre inkább eltér egymástól). Ez azt jelenti tehát, hogy abban az esetben, ha az L alátámasztási távolság 10%-át a behajlás (f) meghaladja, akkor már nem lehet a szokásos számítási képleteket használni. A probléma a deformáció korlátozásával oldható meg. Így tehát a mérés során kapott hajlító diagramot addig az lehajlás értékig vesszük figyelembe, ameddig feltételezhető, hogy a már korábban említett

klasszikus számítási összefüggések érvényesek. Azt a lehajlás értéket, ameddig a klasszikus összefüggések érvényesek úgynevezett határlehajlásnak hívják (f^*). Értéke az alátámasztási távolság (L) 10%-ának értékével egyezik meg [14].

A négyponos hajlító vizsgálat során a vizsgálandó próbatest lefelé és felfelé egyaránt terhelik, eközben pedig folyamatosan mérik a terhelőerőt és az elhajlás mértékét. Összehasonlítva a háromponos hajlítással megállapítható, hogy más az erőkar, emiatt pedig a hajlító nyomaték maximuma is eltérő lesz. Ebben az esetben a támaszköz általában $L/2$, a legnagyobb hajlító nyomaték pedig $L/4$ távolságnál mérhető. Az erő hatására maximálisan fellépő hajlító nyomaték:

$$M_{hm} = \frac{F_m \cdot L}{8} \quad (14)$$

Az erőkar változása miatt a hajlítószilárdság a következőképpen alakul:

$$R_{mh} = \frac{3 \cdot F_m \cdot L}{4 \cdot a \cdot b^2} \quad (15)$$

A négyponos hajlításnál a hajlító modulusz számításához ismerni kell a lehajlás változását, amely az erőhatás változásának következtében lép fel. A hajlító modulusz pedig az alábbi összefüggés szerint számítható (mértékegysége pedig Pa, vagy MPa):

$$E = \frac{3 \cdot L^3}{64 \cdot a \cdot b^3} \cdot \frac{\Delta F}{\Delta f} \quad (16)$$

ahol E a rugalmassági modulusz, Δf a behajlás változása a terhelésváltozás (ΔF) hatására. A számítás során ΔF értékét N-ban kell behelyettesíteni [6] [10] [14] [15].

A hajlító vizsgálatot úgynevezett hajlító gépen végzik. Ez a berendezés gyakorlatban általában hajlításra alkalmassá tett szakítógéppel. Ilyen esetben az univerzális szakítógépre úgynevezett hajlító fejet kell felhelyezni. Amennyiben a hajlító szerszám három pontos hajlítást tesz lehetővé akkor általánosan elmondható róla, hogy az alátámasztások köze milliméter skálával van ellátva. Ez ezért szükséges, hogy a különféle anyagok szabványos hajlító vizsgálata elvégezhető legyen rajta, a megfelelő alátámasztás köz beállításával. Az erő bevitele három ponton történik hengergörgős fejjel. A vizsgálat kezdetén a vizsgálandó próbatest (hengeres, vagy hasáb alakú) a hajlító pofák közé kell elhelyezni, úgy, hogy behajlás ne következzen be rajta. A terhelés a vizsgálandó próbatestre a központi csapon át adódik annak folyamatos lefelé irányuló mozgása következtében. A vizsgálat meghatározott lehajlásig, vagy a próbatest töréséig tart. Egyszerű esetben a lehajlás megállapítására a terhelőpofa elmozdulását használják. Amennyiben pontosabb mérésre van szükség, abban az esetben lehajlási mérőszenzort kell alkalmazni. A hajlítás végén manapság (régebbi típusú gépek esetében analóg) már digitális úton rögzített adatok adnak a szilárdságra információt. A terhelőerő a behajlás függvényében diagramon ábrázolható, melyet az univerzális szakítógéphez kapcsolt számítógép vizsgálati szoftvere el is készít. Kiértékelése a szakító vizsgálat során kapott szakítódiagramhoz hasonlóan történik [10] [6] [14] [15].

4. Táblázat Néhány polimer hajlítószilárdsága és hajlító modulusza [13]

Polimer típusa	Hajlítószilárdság (MPa)	Hajlító modulusz (MPa)
ABS	75	2,5
ABS + 30% üvegszál	120	7
Acetál kopolimer	85	2,5
Acetál kopolimer + 30% üvegszál	150	7,5

Akril	100	3
PA6	85	2,3
Poliamid-imid	175	5
Polikarbonát	90	2,3
Polietilén (MDPE)	40	0,7
Poli(etilén-tereftalát) (PET)	80	1
Poliimid	140	3
Poliimid + üvegszál	270	12
Polipropilén	40	1,5
Polisztirol	70	2,5

5. Nyomóvizsgálat

A nyomóvizsgálatot elsősorban rideg anyagok esetében végeznek. A szerkezeti anyagoknál fontos vizsgálandó tulajdonság a nyomószilárdság. A rideg anyagok esetében mindig meghatározható, azonban a képlékeny anyagokat nyomással nem lehet eltörni. A szerkezeti anyagok nyomószilárdsága fontos tervezési adat. A húzóvizsgálattal ellentétben a nyomóvizsgálat során a vizsgálandó anyag eredeti mérete csökken, így a mechanikai behatás során az a vizsgálandó anyag nem megnyúlik, hanem erő hatására összenyomódásra kényszerül. A nyomóvizsgálat tulajdonképpen statikus eljárásnak minősül, ugyanis a terhelés az idő függvényében igen lassan változik. A nyomóvizsgálatok esetében használt fogalmakat az 5. Táblázat tartalmazza [6] [10].

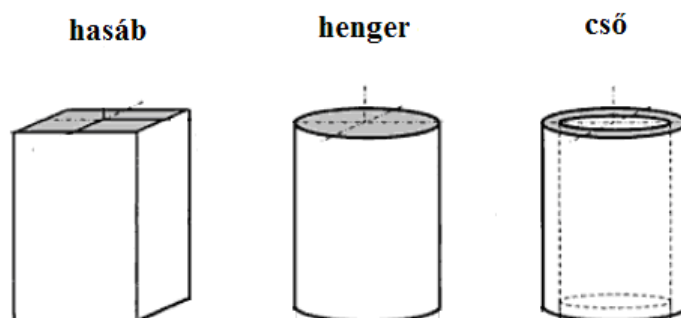
5. Táblázat Nyomóvizsgálatok esetében alkalmazott fogalmak [7] [6] [8] [10] [11]

Fogalmak	Meghatározás
Mérőhossz	A próbatesten mért eredeti távolság a mérési jelek között; mértékegysége: mm
Vizsgálati sebesség	A vizsgálat során a vizsgáló berendezés befogópofáinak közeledési sebessége; mértékegysége: mm/perc
Nyomófeszültség	A vizsgálandó próbatest eredeti keresztmetszetére vonatkoztatott nyomóerő, amelyet a próbatest elvisel; mértékegysége: MPa
Nyomófeszültség megfolyáskor	Az első feszültség, ahol az alakváltozás a feszültség növekedése nélkül nő, ez kisebb lehet, mint az elérhető legnagyobb feszültség
Nyomószilárdság	Az a legnagyobb nyomófeszültség, amelyet a vizsgálandó próbatest elvisel a nyomóvizsgálat során

Nyomófeszültség töréskor	Az a nyomófeszültség, amelynél a próbatest eltörik
Nyomási alakváltozás	Az eredeti mérőhosszra vonatkoztatott hosszúság csökkenés. Dimenzió nélküli viszonyzámként vagy %-os értéke adható meg.
Névleges nyomási alakváltozás	A vizsgálandó próbatest eredeti hosszára vonatkoztatott hosszúságcsökkenés. Dimenzió nélküli viszonyzámként vagy a próbatest eredeti hosszára vonatkoztatva %-os értéke adható meg.
Nyomási modulusz	Viszonyszám, mely a nyomófeszültség-különbségnek az alakváltozás különbségére vonatkoztatják. Mértékegysége: MPa Számítógép által vezérelt vizsgálóberendezés esetében a modulusz számítása a két különböző feszültség-alakváltozás ponton alapul, ezen pontok közötti görbeszakaszra vonatkoztatott lineáris regressziós eljárással történik.

A gyakorlatban elsősorban betonok szilárdságának meghatározására használják a nyomóvizsgálatot. A nyomóvizsgálat során hengeres és négyzetes hasáb alakú, vagy cső próbatestet egyaránt lehet használni. Az összes gépi megmunkálási műveletet úgy kell elvégezni, hogy sima, sík és párhuzamos felületek alakuljanak ki a próbatesteken [10].

5.15. ábra - A nyomószilárdság mérésénél használható próbatestek geometriája [10]



A nyomószilárdság általánosan a tönkremenetelhez tartozó erőből és az eredeti keresztmetszetből számítható az alábbi összefüggés szerint:

$$R_{ny} = \frac{F_{ny}}{A_0} \quad (17)$$

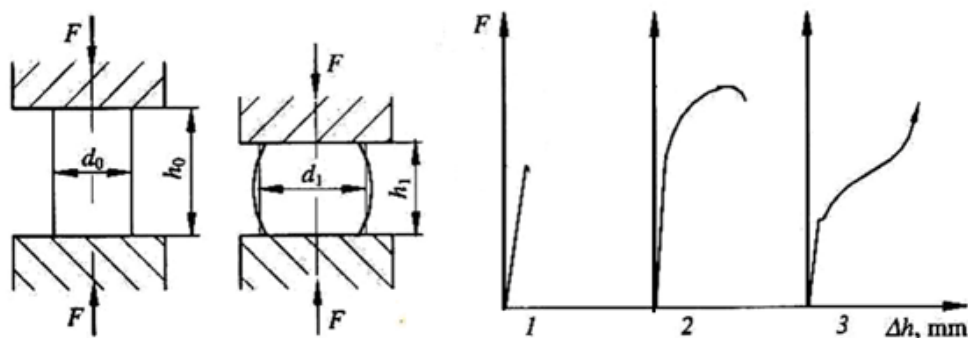
ahol R_{ny} a nyomószilárdság értéke MPa-ban, F_{ny} pedig a maximálisan mérhető nyomóerő N-ban, A_0 pedig a vizsgálandó próbatest eredeti keresztmetszete mm²-ben.

A fémek és a műanyagok, mivel szívós anyagok, így nyomószilárdságukat ritkábban mérik, mint a kerámiákét. Az ilyen szívós anyagok nyomóvizsgálata általában a szakítógépen megfelelő vizsgálófeltét alkalmazásával történik [6] [15].

A nyomóvizsgálat során a cél a nyomódiagram elkészítése és a szilárdsági mérőszámok (nyomó folyáshatár, R_{Fny} egyezményes nyomó folyáshatár, $R_{0,2ny}$; nyomószilárdság, R_{mny} ; inflexiós ponthoz tartozó feszültség, R_{iny}) meghatározása, valamint számszerű jellemzése, a központosan ható nyomóterhelés függvényében. A

hagyományos nyomóvizsgálat elve, hogy a vizsgálat során a próbatest terhelését folyamatosan a törésig növelik és a mért törőerőből, valamint a keresztmetszetből számítják ki a szilárdsági mérőszámokat. Az egyirányú nyomóvizsgálatnál a próbatestet két szemben lévő alkotója mentén, párhuzamos nyomólapok között kell terhelni, míg az összetett nyomó- és nyíróvizsgálat során a terhelést a rögzítőelem tengelyére előírt szögben kell alkalmazni. Mivel a két vizsgálati módszer alapvetően eltérő, különböző befogókat és feltételeket kell használni a vizsgálat során [16].

5.16. ábra - Nyomóvizsgálat [9]



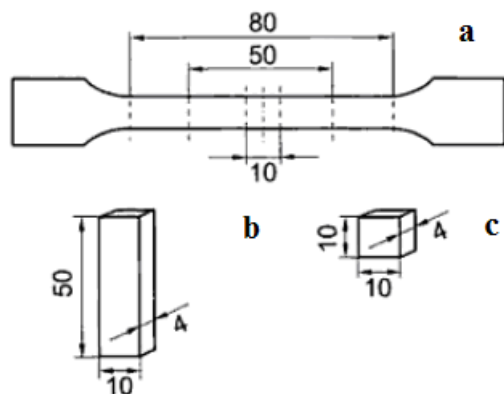
A szívós-, és képlékeny anyagok a nyomóvizsgálat során először "hordósodnak", ezt a jelenséget mutatja a 5.16. ábra, ahol d_0 -ról d_1 -re nő az eredeti keresztmetszet, a h_0 magasság pedig h_1 -re csökken. Ezt követően bizonyos alakváltozás után a felületükön repedések jelennek meg. A vizsgálatot általában azért végzik el, hogy az alakíthatóságot vizsgálják. A vizsgálat ilyen esetben az első repedés megjelenéséig tart. A 5.16. ábra diagramjai közül az első a rideg anyagokra jellemző, a második a szívós és a harmadik diagram a lágyacélok diagramja. Jól látható, hogy a rideg anyagok kis összenyomódás (rövidülés Δh) után már eltörnek, míg a szívósabb anyagok sokkal nagyobb nyomóterhelést bírnak, és nagyobb az alakváltozásuk. A lágyacélok diagramjában van egy pont, ahol hirtelen megnő a terhelés és a gép terhelési határáig sem következik be a törés [30]. A vizsgálati eredményekből készült nyomódiagramból származtatható a nyomószilárdság diagram, amely az R_{ny} nyomófeszültség változását mutatja a deformáció függvényében. A nyomódiagram görbe a törésig emelkedik. A lágyabb, nagyobb alakváltozást is elviselő anyagok (mint például a lágy PVC) esetében az inflexiós ponton átmenve fokozatosan nagyon meredekké válik a görbe [20]. Ezek az anyagok nem terhelhetők törésig, így nyomószilárdságuk nem határozható meg. A polimerek esetében a nyomó vizsgálatot az ISO 604-es szabványban meghatározottak szerint kell elvégezni. Ez a szabvány használható a következő esetekben:

1. kemény és félkemény hőre lágyuló, fröccsöntéssel és extrúzióval előállított anyagoknál, beleértve a töltött és erősítő anyagokat tartalmazó kompaundokat, a töltetlen típusokat, a kemény és a félkemény hőre lágyuló lemezeket
2. kemény és félkemény hőre keményedő sajtolóanyagok, töltő és erősítőanyagot tartalmazó kompaundok, kemény és félkemény, hőre keményedő lemezek
3. termotropikus folyadékkristályos polimerek [6] [9] [10] [15] [16] [20] [30].

Ez a szabvány azonban nem alkalmazható a textilszálakkal erősített anyagok, a keményhabok és a habanyagot tartalmazó szendvicsszerkezetek esetében.

A nyomódiagram alakját a hőmérséklet befolyásolja. A hőmérséklet emelésével az anyagok általában viszkoplasztikusan, azaz képlékenységükben késlekedve viselkednek [6] [10] [15] [16] [20] [30].

5.17. ábra - Próbatestek kialakítása a nyomóvizsgálat esetében (ISO 3167) [10]



6. Táblázat Néhány polimer nyomószilárdsága [10]

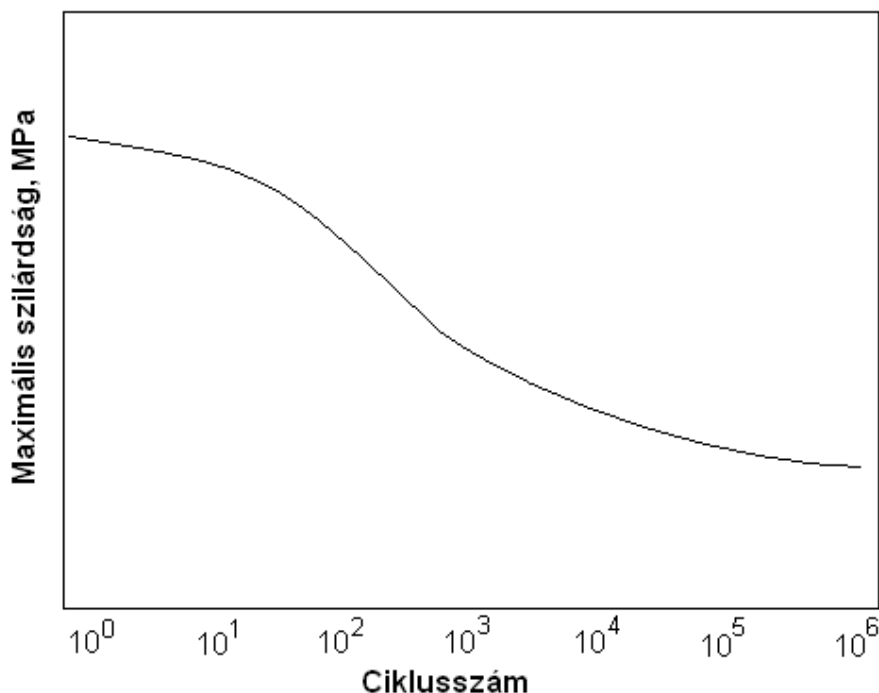
Anyag	Nyomószilárdság (MPa)
Hőre keményedő polimerek	
Fenol gyanta	170
Urea gyanta	200
Melamin-formaldehid gyanta	200
UP gyanta	150
EP gyanta	150
PUR	110
Hőre lágyuló, nem erősített polimerek	
PMMA	110
PTFE	12
Erősített polimerek	
PP + 30 m/m% üvegszál	60
PA6 + 30 m/m% üvegszál	160
PA66 + 30 m/m% üvegszál	170

6. Fárasztásos vizsgálatok

A különböző típusú, ismételt terhelésekkel végzett vizsgálatokat egyöntetűen fárasztásos vizsgálatnak szokás nevezni, amelyek a terhelés jellegétől függően lehetnek hajlító, húzó, nyomó vagy csavaró igénybevételek. Az ilyen, ciklikus terhelések az anyagok fáradását, mechanikai károsodását idézik elő, amelyek fokozatosan a termék teljes tönkremeneteléhez vezetnek. A fárasztási élettartamot ennek megfelelően definiáljuk. Tulajdonképpen a deformációs ciklusok számát jelenti, amely adott fárasztási körülmények között a vizsgált próbatest kifáradásához vezet.

A feszültség vagy nyújtás ismétlésének hatására a kifáradás, hibásodások jóval az anyag szakítószilárdsága alatt jelentkeznek már. A fárasztást általában egy maximális feszültséghez tartozó ciklusszámmal szokás jellemezni. A fárasztási élettartam görbét több próbatest eredményei alapján határozzuk meg, amelyek közül mindegyik próbatest különböző szintű feszültségnek volt kitéve. A fárasztási élettartam vagy más néven S-N görbe (5.18 ábra) tehát a feszültséget adja meg a fárasztási ciklusok számának függvényében. Nagy feszültségek esetén az anyagok már viszonylag kis fárasztási ciklusok hatására kifáradnak. Kis ciklikus feszültségek alkalmazásakor az anyag végtelen számú ciklusnak tehető ki, nincs ún. kifáradási pont.

5.18. ábra - Fárasztási élettartam (S-N) görbe



Azt a feszültséget, amelynek hatására az anyag soha nem fog kifáradni, fárasztási élettartam küszöbnek/határértéknek szokás nevezni. Ahogy a is mutatja, az S-N görbe aszimptotikusan tart egy konstans feszültség értékhez. A fárasztási élettartam határt szokás úgy is definiálni, hogy mekkora az a feszültség, amelynél az S-N görbe aszimptotikusan egy konstans feszültségértékhez tart. A legtöbb polimerre a fárasztási élettartam határérték a statikus szakítószilárdság értékéhez viszonyítva kb. 25-30% között található.

A fárasztással szembeni ellenállásra vonatkozó adatoknak gyakorlati jelentősége pl. a hajtóművek, csővezetékcsatlakozások, vibrációs gépezetek vasalásainál és nyomástartó edények esetén van, amelyek alapvetően ciklikus terheléseknek vannak kitéve működésük során.

A műanyagok fárasztás során jellemző viselkedésének tanulmányozására három alapvető vizsgálati módszert dolgoztak ki:

1. fárasztásos hajlítóvizsgálat
2. fárasztásos húzó- vagy nyomóvizsgálat
3. fárasztásos csavaró vizsgálat

A következő alfejezetekben az első két fárasztásos vizsgálat részleteit ismertetjük.

6.1. Fárasztásos hajlítóvizsgálat

A fárasztásos hajlítóvizsgálat során olyan berendezést alkalmaznak, amellyel minden ciklusban konstans amplitúdójú erőt lehet kifejteni a vizsgált próbatestre. Egy ilyen készüléknek a lelke egy olyan nemközéppontos tárcsa, amelyet állandó sebességgel mozgatható motorral hajtott tengelyre szerelnek. Ennek következtében változó erő fejthető ki. A próbatestet egyik végén egy konzolos tartó satujában rögzítik, és az ellenkező oldalon a keresztfej elmozdításával hajlítják ciklikusan. Számlálóval rögzítik a lefutott ciklusok számát, amíg a próbatest el nem törik. Két különböző geometriájú próbatestet lehet alkalmazni egy ilyen vizsgálatához. Ha kivágott próbatesteket vizsgálunk, vigyáznunk kell arra, hogy karcolások, repedések ne legyenek a mintán. Az öntött próbatesteknél pedig arra kell ügyelni, hogy vizsgálat előtt feszültség-mentesítsük a mintát.

6.2. Fárasztásos húzóvizsgálat

A kompozit anyagok viselkedése ciklikus terhelések során meglehetősen összetett [68]. A fárasztással szembeni jellemzők meghatározása alapvető fontosságú a kompozitok biztonságos alkalmazásához.

Az ipari alkalmazásokban a legtöbb anyag ciklikus terhelésnek van kitéve, és kisebb szilárdság-tartományban deformációnak. A hosszú időtartamú fárasztás a legidőigényesebb lépés a fárasztásos vizsgálat során. A hosszú vizsgálati idő csökkenthető a vizsgálati frekvencia növelésével, ennek következménye azonban a hiszterikus felmelegedés miatt fellépő mechanikai károsodás. Általában 10Hz vagy ennél kisebb frekvenciát szokás alkalmazni a felmelegedés elkerülésére. Ezek a problémák különösen fontosak a polimerek esetében.

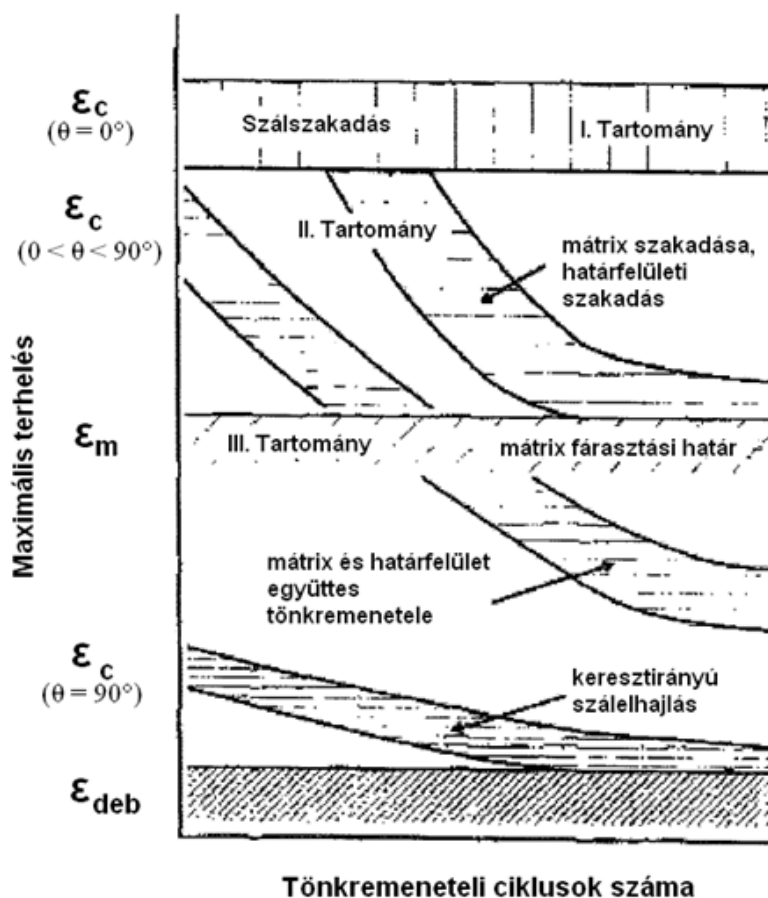
6.2.1. Tönkremeneteli mechanizmusok

A kompozitok viselkedése fárasztás hatására, pl. a kompozit szilárdságának alakulása dinamikus terhelés mellett még mindig fontos és intenzíven kutatott, ugyanakkor korántsem tisztázott terület. Számos részletes áttekintés fellelhető a szakirodalomban, amelyek megegyeznek abban, hogy a kompozitok fárasztása meglehetősen összetett jelenség, és elsősorban törések kialakulásával és azok számának növekedésével jár, mintsem a törések hosszának növekedésével. Ez ellentétben van a fémek fárasztása során tapasztaltakkal, ahol a legfontosabb tönkremeneteli mechanizmus a törések kialakulása és terjedése. A kompozitok esetében tapasztalt repedések számának növekedése eredményezi a terhelési ciklusok növelésével mérhető erőteljes szilárdság- és merevség csökkenést.

Fárasztásos húzó igénybevétel esetén pl. az egyirányban erősített kompozitok tönkremenetele a szálak törésének, illetve a mátrix szakadásának és a határfelület károsodásának kombinációjából adódik. Ez nagyon hasonlít a statikus igénybevétel hatására bekövetkező tönkremenetel mechanizmusához. A fárasztás során viszont nem csak a kompozit termék viselkedését kell figyelembe venni, hanem az egyes komponensek fárasztásra való érzékenységét is, pl. a fárasztás utáni szilárdság csökkenésének mértékét az élettartammal.

A kompozitok fárasztással szembeni ellenálló képességét, ahogyan korábban is említettük, a fárasztási élettartam diagramokon szemléltetjük. A fárasztási élettartam diagramok ordináta tengelyén az a maximális feszültség szerepel, amit egy terhelés-szabályozott fárasztásos húzóvizsgálatnál az első ciklusban el lehet érni. Egyirányban erősített kompozitok húzó, illetve fárasztásos húzó igénybevétel esetén tapasztalt viselkedését mutatja be a 5.19 ábra [69].

5.19. ábra - Egyirányban erősített kompozitok fárasztási élettartam diagramja



Az ábra azt mutatja, hogy longitudinális ($\Theta=0^\circ$) fárasztásnál, kis ciklusszámok esetén a szálszakadás a domináns (I. tartomány), amely a kompozit károsodásához vezet. A nagy ciklusszámok tartományában (III.) a tönkremenetel a polimer mátrixban kezdődik, de utána kiterjed a szálakra is. Középső ciklusszámok esetén (II. tartomány) az erőteljes, száltöréssel egybekötött mátrix szakadás és/vagy határfelületi szakadás válik dominánssá. A kompozit fárasztási határa (ϵ_m) az a maximális feszültség, ahol a mátrixban bekövetkező szakadások nem terjednek tovább, mert szálak veszik körül. Ennek a fárasztási mechanizmusról kidolgozott elvnek egy érdekes következtetése, hogy a kompozit fárasztási határfeszültségét inkább a mátrix befolyásolja, mint a szál.

A fárasztásos vizsgálat adataiból készített ún. tönkremeneteli mechanizmus térképek alapján a különböző szálerősített kompozitok viselkedése is összehasonlítható. Megállapítható például [69], hogy a mátrix fárasztási határfeszültségénél kisebb statikus tönkremeneteli feszültséggel rendelkező, egyirányban erősített kompozitok (pl. nagy modulusú szénszállal erősített epoxi) longitudinális fárasztása ($\Theta=0^\circ$) során tapasztalt viselkedés független a mátrix és a határfelület tulajdonságaitól, csak a szál jellemzőitől függ. Ha viszont a mátrix fárasztási határfeszültsége a szál statikus tönkremeneteli feszültségénél kisebb (pl. üvegszállal erősített epoxi kompozit esetén), mind a három korábban említett tartomány fellelhető a fárasztási élettartam diagramon.

A nem tengelyirányban végzett fárasztásos vizsgálatok esetén ($0^\circ < \Theta < 90^\circ$) a domináns tönkremeneteli mechanizmus a mátrix és a határfelület szakadása, száltörés nem figyelhető meg. Ez a fajta tönkremeneteli mechanizmus még fontosabbá válik, amikor a terhelési szög $\Theta=90^\circ$ -ig, azaz vízszintesig növekszik, mert ekkor a törés a szál/határfelület elválása miatt következik be, és ez határozza meg a fárasztás határértékét (ϵ_{deb}).

A 5.19 ábra szerinti fárasztási-élettartam diagram alapján az várható, hogy a longitudinális fárasztás során tapasztalható viselkedés javul, ha a mátrix fárasztási feszültség-határa növekszik. Ez azt jelenti, hogy a mátrix szívósságának növekedésével javul a fárasztás során jellemző viselkedés, ha ez a szívósság az élettartam során

meg is marad. Sajnálatos módon ugyanakkor a kemény gyanták alkalmazásából várt előnyök nem olyan maguktól értetődőek. Valójában ugyanis számos folytonos szállal erősített hőre lágyuló műanyag fárasztásos viselkedéséről szóló tanulmány mutatja ennek ellenkezőjét. Például, Kim és Hartness [69] és Curtis [69] által készített korai tanulmányokban egyirányban szénszállal erősített PEEK és epoxi mátrixú kompozitok fárasztásos viselkedését hasonlították össze. Az első szerzők arról publikáltak, hogy a PEEK alapú kompozitok kiváló teljesítményt nyújtanak fárasztás során, míg Curtis szénszál/epoxi rendszer esetén tapasztalta az előnyösebb viselkedést. Szénszállal erősített PA hasonlóan rosszabb fárasztásos viselkedést mutatott az epoxi mátrixú kompozitokkal összehasonlítva. Curtis a viszonylag gyenge viselkedést annak tulajdonította a szénszál/hőre lágyuló PEEK kompozitok esetén, hogy intenzívebb a longitudinális szakadás a gyenge határfelületi kötések miatt. Mivel a viszonylag magas frekvenciák (10Hz) alkalmazása miatt hőfejlődés várható, Curtis hűtötte a próbatestek felületét. Wilson [69] hasonló kísérletek során nagyon magas, akár 170°C-os felületi hőmérsékleteket is mért, 5Hz frekvencia mellett hűtés nélkül. Ezért ezek a kutatók arra a következtetésre jutottak, hogy a Curtis [69] által bemutatott szénszál/PEEK kompozit gyenge fárasztás során tapasztalható viselkedése valószínűleg a vizsgálati próbatestek közepén fellépő spontán hőképződés egyik eredménye.

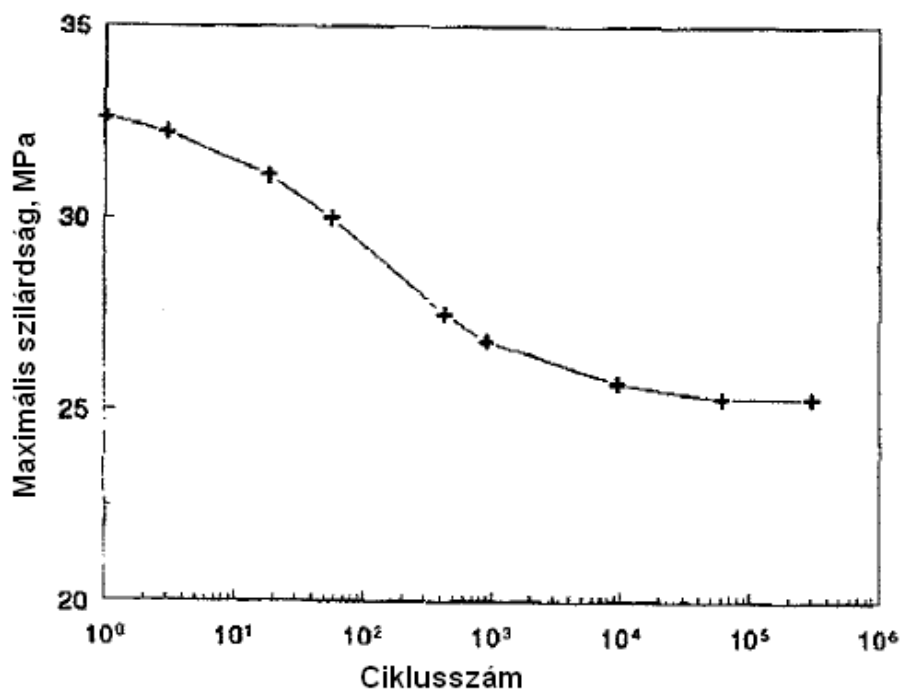
A különleges, nagy teljesítményű kompozitokról, mint pl. a szénszál/PEEK rendszerekről készült néhány tanulmány kivételével csak korlátozott mértékben lehet hozzájutni adatokhoz a folytonos szállal erősített hőre lágyuló műanyagok fárasztásos viselkedésével kapcsolatban. Még ennél is kevesebb információ áll rendelkezésre a folytonos szállal erősített kompozitokban a határfelületnek a fárasztásos viselkedésre gyakorolt hatásáról. Az a néhány tanulmány, amely ezen a területen készült általában azt állítja, hogy a határfelületi kötések javításával javul a kompozitok fárasztásos viselkedése, de elsősorban hőre keményedő gyantákat tartalmazó kompozitokat vizsgáltak. Az egyik legintenzívebb kutatást ezen a területen Sih és Ebert készítették [69]. Ők a határfelület hatását vizsgálták egyirányban erősített E-üvegszál/epoxi kompozitok fárasztásos hajlító viselkedésére. Kiváló fárasztási tulajdonságokat tapasztaltak a vizsgált élettartam tartományban azokra a kompozitokra, amelyek szilán kapcsoló ágenssel felületkezelt üvegszálakat tartalmaztak. Ugyancsak javult a fárasztásos élettartam azoknál a kompozitoknál, amelyek kémiaiilag funkcionizált, nagyon jó tulajdonságú polietilén szálat tartalmaztak, mert megnövekedett az adhézió az epoxi mátrixszal.

A részlegesen kristályos polimerek, mint pl. a PP, fárasztási tulajdonságai függenek a kristályosság mértékétől [69]. Általában a nagyobb kristályossági fok az ilyen polimerek nagyobb ellenálló képességét eredményezi. Ahhoz, hogy egy polimer és a belőle készített kompozit fárasztásos vizsgálatának eredményeit össze lehessen hasonlítani, fontos, hogy a polimer kristályossági foka és kristálymódosulata megegyezzen.

Polimerek fárasztása, a ciklikus fárasztás során erő és hő hatására is történhet [69]. A hő hatására történő fárasztás azt jelenti, hogy a vizsgált anyag a ciklikus terhelés során hiszterézissel keletkező energia felhalmozódása miatt túlmelegszik. Ahhoz, hogy ezt az automatikusan felgyorsuló melegedést elkerüljük, alacsony frekvenciát vagy feszültséget kell alkalmazni.

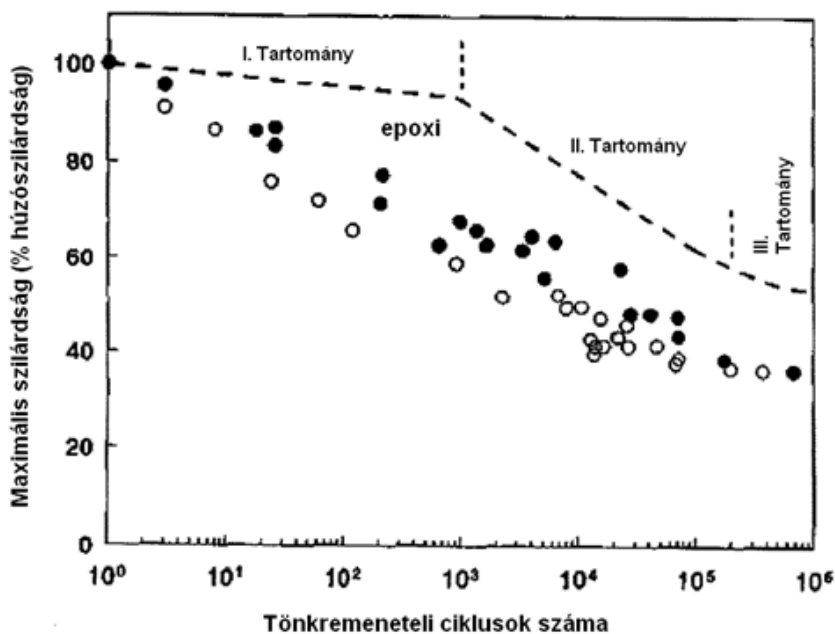
Egy PP mátrix fárasztásos diagramját mutatja a 5.20 ábra. Az erősítetlen próbatestek esetén a folyáshatárt (húzószilárdságot) a fárasztási élettartam tönkremeneteli kritériumának választottuk. Jellemzően három tartomány figyelhető meg a fárasztási diagramon, amely azt mutatta, hogy kb. 25MPa-nál található a fárasztási határ, amely összhangban van az első ciklusban, 3,1%-nál elért maximális feszültséggel.

5.20. ábra - PP mátrix fárasztási diagramja



A két üvegszállal erősített PP kompozit rendszer fárasztási viselkedését hasonlítja össze E-üveg/epoxi kompozit longitudinális fárasztási adataival, amelyeket Hashin és Rotem határoztak meg [69]. Az egyik kompozitban maleinsav-anhidriddel ojtott PP-t (MA-PP) alkalmaztak a határfelületi kölcsönhatás javítása érdekében.

5.21. ábra - Kompozitok fárasztási diagramjainak összehasonlítása (○ üvegszál/PP; ● üvegszál/MA-g-PP; --üvegszál/epoxi)



Szembevetendő, hogy az epoxi alapú kompozitok sokkal érzékenyebbek a fárasztásra, mint a PP kompozitok, ugyanakkor a statikus szakítószilárdság nem különbözött nagyságrendileg. 60 térfogat% üvegszállal erősített epoxi rendszerre 1260MPa, 50 térfogat% üvegszállal erősített PP esetén 1025MPa, és MA-PP-t tartalmazó, üvegszállal erősített rendszerek 1065MPa szakítószilárdságot mértek.

A hőre lágyuló és a hőre keményedő kompozitok között főleg kis fárasztási ciklusszám esetén (I tartomány) van számottevő különbség. Számos más hőre lágyuló kompozit rendszerhez hasonlóan [69], különösen a PP alapú kompozitok mutatnak gyenge fárasztási ellenállást ebben a fárasztási tartományban a nekik megfelelő hőre keményedő párjukkal szemben. Üveg/epoxi kompozit esetében a fárasztási élettartam diagramon jól megkülönböztethető a három tartomány, amelyről korábban szó volt.

Az üveg/epoxi kompozitok nagyon ellenállóak fárasztással szemben egészen 1000 ciklusig (I tartomány). A II tartományban a domináns tönkremeneteli mechanizmus a száltöréssel egybekötött mátrix szakadás üveg/epoxi kompozitokban [69]. Itt a szálak szerepe az, hogy csökkentsék a mátrix szakadásának sebességét a szálakra történő terhelés átadásával, ennek a sebessége szabályozza alapvetően az erőteljes károsodás elindulását, pl. a II tartomány kezdeti szakaszában. A PP alapú kompozitok esetében az I tartományra jellemző, véletlenszerű száltörési mechanizmus egyáltalán nem tapasztalható, hanem az erőteljes fárasztási tönkremeneteli mechanizmus (II tartomány) azonnal elindul. Ezek a rideg epoxi mátrixú és a rugalmas PP mátrixú kompozitokra jellemző fárasztási élettartam diagramok alakjában fellelhető különbségek úgy tűnik, hogy konzisztensek a Taljera által a fémmátrixú kompozitok fárasztásának bemutatására kifejlesztett alapmodellel [69].

Abban a kutatásban [69] beszámoltak arról is, hogy a mátrix növekvő rugalmasságával az erőteljes károsodás elindulása eltolódik az alacsonyabb ciklusszámok felé (II tartomány). Ugyanakkor egy olyan nagymértékben rugalmas mátrix esetében, mint pl. a PP, amely sokkal inkább folyik, mint törik, a mátrix szakadása, mint az erőteljesebb tönkremenetel kezdő folyamata nagyon is megkérdőjelezhető [69]. Emellett az sem valószínű, hogy a mátrix helyi megfolyása iniciálja majd a száltörést, ha a mátrix szakadása még el sem kezdődött. Mivel eddig azt bizonyították, hogy a száltöréssel egybekötött mátrix szakadás a II tartományban az alapvető tönkremeneteli mechanizmus, a II tartomány eltolódása lenne várható a nagyobb ciklusszámok felé, ha ilyen típusú szakadások nincsenek.

A bemutatott publikációk eredményeiből és következtetéseiből kiderül, hogy a fárasztás valóban összetett jelenség, és sok a megválaszolatlan kérdés a területen.

6.3. A fárasztásos húzóvizsgálatot befolyásoló tényezők és a vizsgálat korlátai

1. A fárasztásos vizsgálatok során kapott eredmények közvetlenül csak akkor alkalmazhatók a speciális termékek tervezéséhez, ha valamennyi változó, mint a méret és alak, a próbatest előállítási módszere, terhelés, környezeti és a termék hőmérséklet, a terhelés frekvenciája megegyeznek a vizsgálat során jellemző értékekkel. A gyakorlatban soha nem érhető el az ilyen szintű egyezés a paraméterek között, éppen ezért nagyon fontos, hogy a konkrét terméken is végezzünk vizsgálatokat a végfelhasználáshoz lehető legközelebb eső körülmények között. Egy másik ok, hogy ne támaszkodjunk teljesen a fárasztásos vizsgálatok eredményeire az az, hogy az előállított termékben lehetnek karcolások, bevágások, üregek, amelyek helyi feszültségcúccokat hoznak létre, emiatt jelentősen csökkenhet fárasztással szembeni ellenállás.
2. A különböző berendezésekkel végzett vizsgálatok eredményei között meglehetősen gyenge a korreláció. Ez a próbatest előállítási módszerek közötti különbségnek tulajdonítható.
3. A minta vastagsága nagymértékben befolyásolja a vizsgálati eredményeket.
4. A vizsgálati eredményeket ugyancsak jelentősen befolyásolja a vizsgálati hőmérséklet, a vizsgálati frekvencia és a hőátadás sebessége.
5. A polimerek fárasztási élettartamát általában csökkenti a hőmérséklet növelése, ugyanakkor elasztomerek anyagok esetében ez nem mindig igaz.
6. Az állandó sebességgel vagy elhajlással működő berendezéseknek hátránya, hogy amikor egy nagyobb méretű repedés kialakul, a feszültség a fárasztási határ alá esik és a próbatest emiatt meglehetősen hosszú ideig nem megy tönkre. Ugyanakkor viszont ezeknél a vizsgálatoknál észrevehető a repedések terjedése a mintában, mivel kis sebességgel történik a tönkremenetel. Ezzel ellentétben a konstans feszültséggel működő

berendezések esetében, ha egyszer kialakul egy repedés a próbatestben, megnő a deformáció amplitúdója és nagyon gyorsan bekövetkezik a tönkremenetel.

6. fejezet - Reológiai vizsgálatok

1. A reometria definíciója

A reometria a reológiai jellemzők mérésével foglalkozik. Az elméleti reológia előző fejezeteiben a legfontosabb reológiai alapfogalmakat, reológiai rendszereket ismertettük, az elkövetkezőkben a reometria alapelveit és a különböző reológiai vizsgálórendszereket tárgyaljuk.

A reometria nyilvánvalóan a viszkozimetrián túlmenően, amely egyetlen reológiai paraméter a viszkozitás meghatározásával foglalkozik, egyéb elasztikus és viszkoelasztikus tulajdonságok mérését is magába foglalja. A tárgykör teljes ismertetésére terjedelmi korlátok miatt természetesen nem kerülhet sor, így elsősorban a viszkozimetria és a viszkoelasztikus rendszerek tanulmányozására alkalmas készüléktípusok működési alapelveit kívánjuk tisztázni az alábbi csoportosításban:

- kapilláris viszkoziméterek,
- rotációs viszkoziméterek és
- reométerek.

7. fejezet - KAPILLÁRIS VISZKOZIMÉTEREK

Csővezetékben ismert nyomáskülönbség hatására létrejövő folyási sebesség mérése a newtoni folyadékok viszkozitásának egyik legpontosabb meghatározását jelenti. A kapillárisokban kialakuló hidrodinamikai viszonyok a legvilágosabbak és így a legpontosabb vizsgálati körülmények kialakítására is itt nyílik lehetőség. A gyakorlatban használt viszkoziméterek közül ezért idáig a kapilláris típusúakat dolgozták ki legalaposabban. Széleskörű alkalmazásukat egyszerűségük és olcsóságuk mellett nagyfokú pontosságuk is indokolja.

Az irodalomban általában ezen fejezet keretében foglalkoznak a különböző geometriájú nyílásokban, résekben, ill. csatornában, akadályok között kialakuló folyástípusok vizsgálatával (rés viszkoziméterek, on-line berendezések stb.). Bár ezek jelentősége, különösen a normálfeszültségek meghatározásában nem elhanyagolható, ismertetésükre a már említett terjedelmi okok miatt itt nem kerülhet sor.

1. Elméleti megfontolások

A kapilláris viszkozitás mérés módszertani és mérés technikai kérdésének tárgyalása előtt célszerű azokat a legfontosabb alapösszefüggéseket megismerni, amelyek a mérés elméleti háttéréül szolgálnak. Itt nem csupán a mérési paraméterekből történő viszkozitás meghatározás számításának egyes lépéseit kívánjuk ismertetni, de bemutatjuk azt a feltételrendszert, amelynek keretében a mérés érvényesnek tekinthető ill. bizonyos feltételek nem teljesülése esetén rámutatunk a szükséges korrekciók alkalmazásának módjaira is. Befejezésül az abszolút és relatív méréseket, elsősorban az elvi különbözőségeik hangsúlyozásával külön-külön ismertetjük.

2. Alapelvek

Tekintsünk egy nagyon hosszú csővezetékét, amelynek két végén mutatózó Δp nyomáskülönbség hatására folyadék áramlik. Ha ennek a vezetéknek a végétől elegendő távolságra lévő rövidebb szakaszát vizsgáljuk joggal tételezhetjük, hogy

- a folyás a tengellyel párhuzamos és
- a folyadékelemek v sebessége csak az r sugár függvénye, s így a tengelyre nézve szimmetrikus.

Ezen feltételek teljesülése esetén a folyást teljesen kialakultnak nevezzük. A továbbiakban a fentiekén kívül feltételezzük még, hogy

- a folyadék összenyomhatatlan,
- a folyadék sebessége a falnál zéró
- a normálfeszültség izotropikus és
- a nyírási sebesség és nyírási feszültség közötti kapcsolatot egyetlen függvény, $y = f(\sigma)$ fejezi ki.

Ezek a feltételek reológiai szempontból erősen korlátozó jellegűek és az időfüggő tulajdonságokkal rendelkező folyadékokat elvileg kizárják ezen vizsgálatok köréből. Szerencsére azonban a gyakorlatban használt kapillárisok esetén feltételezhető, hogy azok elegendő hosszúak ahhoz, hogy a feszültség-deformáció kapcsolatot a belépési ill. kilépési körülmények ne befolyásolják.

3. Abszolút és relatív mérések

3.1. Abszolút mérések

Ezeknél a méréseknél a Hagen-Poiseuille-féle egyenlet adatait mérésrel állapítják meg, majd a kapilláris ismert geometriai méreteit felhasználva számolják a viszkozitást.

A kapilláris viszkoziméterrel végzett abszolút mérések reprodukálhatósága igen kedvező, de bonyolultságuk miatt a gyakorlatban inkább a következőkben ismertetésre kerülő relatív módszerek terjedtek el. Ennek ellenére abszolút kapilláris viszkozimétert igen sokan szerkesztettek. A teljesség igénye nélkül legismertebbek a Poiseuille, Bingham és White, Erk, Swindells által kifejlesztett berendezések.

3.2. Relatív mérések

Az abszolút méréseknél lényegesen egyszerűbb és kényelmesebb kezelést igényelnek a relatív módszerek. Az alapelvük az, hogy ugyanazt a készüléket használva a geometriai méretek állandók lévén, elegendő ha a készüléket ismert ρ sűrűségű és viszkozitású folyadékkal kalibráljuk, azaz meghatározzuk a kalibráló folyadék kifolyási idejét.

8. fejezet - ROTÁCIÓS VISZKOZIMÉTEREK

A rotációs viszkoziméterekben a vizsgált közeg nyírása forgó hengerek, kúpok vagy lapok között történik oly módon, hogy a mérőfelületek egymáshoz viszonyított forgási sebessége különböző, legtöbbször azonban az egyik áll és csak a másik forog. Működési elvüket illetőleg alapvetően két típus különböztethető meg:

- szabályozott feszültségű készülékek, amelyekben kiválasztott nagyságú nyírófeszültség mellett kialakuló nyírási deformációt mérik,
- szabályozott deformációjú készülékek, amelyekben adott nyírási deformáció fenntartásához szükséges nyírófeszültséget határozzák meg.

A nyírófeszültséget általában a forgatónyomaték, a nyíró-deformációt pedig szögsebesség mérésén keresztül számítják. A méréseknél alkalmazott geometriák szerint koaxiális henger, kúp-lap, kúp-kúp és lap-lap ill. ezek bizonyos kombinációit megvalósító elrendezéseket különböztetünk meg.

A rotációs viszkoziméterek nagy előnye a kapillárisokkal szemben, hogy adott közeg tetszőleges ideig vethető alá nyíró igénybevételnek és így a kialakult változások időben történő követése igen kényelmesen valósítható meg. A mérőfelületek közötti résméret megfelelő megválasztásával ugyanakkor nagyon jó közelítéssel tisztán nyíróhatás alakítható ki állandó nyírási sebesség biztosításával. Hátrányuk viszont a kapilláris viszkoziméterekkel szemben az, hogy magas nyírósebességek még a mérsékelt viszkozitás tartományban is csak a közeg jelentős felmelegedése mellett biztosíthatók, s a kapillárisokkal végzett mérések pontossága csak nagyon költséges rotációs elvű berendezéssel valósítható meg.

Az előző fejezet tárgyalásmódját követve először a rotációs viszkoziméterek alapelvét tárgyaljuk három fő geometriai (koaxiális henger, kúp-lap és lap-lap) elrendezésen keresztül, majd a legjelentősebb korrekciók ismertetése után néhány elterjedtebb készülék típust mutatunk be igen röviden.

1. Elméleti megfontolások

Ebben a fejezetben elsősorban azokat az alapvető összefüggéseket mutatjuk be, amelyek segítségével a mért paraméterekből a nyírási feszültség, nyírási sebesség és viszkozitás számítható. Ismertetjük ezenkívül a geometriai méretekből meghatározható műszerállandók számításának módjait is, amelyek a készülék használatát nagymértékben egyszerűsítik.

Felhasznált irodalom:

Tóth József: Reológia, reometria, Veszprémi Egyetemi Kiadó, 2000

9. fejezet - Öregítés vizsgálatok

A polimerek öregedésének egyik oka a degradáció. A polimerek öregedése során a makromolekulák darabolódnak, és a molekulatömeg és a mechanikai jellemzők csökkennek. Elváltozik polimerek a felülete, porlódás vagy sárgulás is megfigyelhető. A hőbomlásnál lényegében hasonló folyamat játszódik le, és az eredmény alapján nem is különíthető el a kiváltó ok [54].

A szabadtéri alkalmazás esetében különböző időjárási hatások érik a polimereket. Az eltérő éghajlati viszonyok között különböző tényezők dominálnak. Ezek közül a tényezők közül a legfontosabbak:

- napsugárzás
- hőmérsékletingadozás
- szél
- eső
- páratartalom
- a levegő szennyezettsége
- a szél által mozgatott por- és homokszemek eróziós hatása [4].

Az időjárási tényezők közül a napsugárzás ultraibolya spektruma okozza a legnagyobb elváltozásokat. A polimerek UV-fény hatására bekövetkező degradációja a termék felszínén kezdődik. Alapvetően a polimerek degradációjának, fotokémiai bomlásának oka nem a polimer szerkezetéből adódik. A kizárólag szén- és hidrogénatomokból felépülő rendszer nem abszorbeálja a Föld felszínét elérő sugarakat. Például a poliolefinok a bennük található szennyeződések (katalizátorokból visszamaradó fémek) vagy láncvégződések következtében szenvednek el degradációt. A szén-oxigén csoportot tartalmazó anyagok érzékenyek a fotokémiai degradációra. A degradáció nagyon bonyolult folyamat, sok tényező befolyásolja (például az anyag szerkezete, környezeti körülmények), így egy általános modell felállítása nagyon nehéz. Elsőként két fő degradáció típus különböztethető meg. Az egyik degradáció típus a polimer feldolgozása során lép fel, amikor nagy hő- és mechanikai terhelés éri az anyagot. A másik degradáció típus a hosszú felhasználási ciklus alatt jön létre a környezeti hatások következtében. A bomlásokat stabilizátorok használatával igyekeznek megakadályozni. Vannak olyan stabilizátorok, amelyekkel a fémek semlegesítését kívánják megoldani, mivel a fémek a hő és oxigén együttes jelenlétében elősegítik a makromolekula bomlását. A stabilizátorok egy másik csoportja blokkolja a szétesett láncok reakcióképes maradványát (pl. a hidroperoxi-csoportot). A fémkompleképző stabilizátorok szterikusán gátolt fenolok és szekunder aromás aminok. A fenolok feldolgozási stabilizátorként és hosszú távú hőstabilizátorként (LTTS) egyaránt funkcionálhatnak. Léteznek úgynevezett gyökfalók, amelyek tetrametil-piperidin- vagy foszfortartalmú (foszfít, foszfonit) anyagok. Az úgynevezett UI-adszorberek (pl. a benzofenon) elnyelik az UI-fényt, emellett pedig növelik a belső fénystabilitást, ugyanis a fényenergiát hővé alakítva eloszlatják, és az így már nem lesz elég a fotoreakciók aktiválásához [54].

A polimerek öregedése nem csak kémiai, hanem fizikai is lehet. A fizikai öregedés során az anyag szerkezete módosul, újrendeződik, és így a jellemzői is megváltoznak. Ezt a fizikai öregedést a feldolgozási ciklus végén bekövetkező hűlés okozza. A makromolekulák hődinamikus egyensúlyának elérési közelségét a hűtési idő befolyásolja, valamint az egyensúlyi állapot a szabad térfogattal jellemezhető. Hűtéskor az üvegesedési hőmérsékletet is figyelembe kell venni, mert ez alatt az érték alatt a hirtelen hűtés hatására a dinamikus egyensúlytól távolabbi helyzet alakul ki. A fizikai öregedés visszafordítható (az anyagot üvegesedési hőmérséklete fölé melegítik) nem úgy, mint a kémiai. A fizikai öregedés legfőbb következménye, az anyag nagyobb merevsége és a megnövekedett rugalmassági modulusza [4] [54] [55].

Vizsgálati módszerek

A laboratóriumi öregítési vizsgálatokat a természetesnél rövidebb idő alatt lehet megvalósítani környezeti viszonyokat szimuláló körülmények között. A napsugárzást általában xenonlámpákkal, a rövidebb hullámhosszú (290–800 nm) beltéri fényt szűrőkkel ellátott lámpákkal hozzák létre. Hő, pára és vízpermet segítségével tovább lehet közelíteni a külső viszonyokat. A vizes közegben (hidrolitikus) öregített és hidrolitikus reakcióra hajlamos polimerek (pl. poliészterek, poliamidok, polikarbonát) esetében felületi repedések jelennek meg. Azonban nem

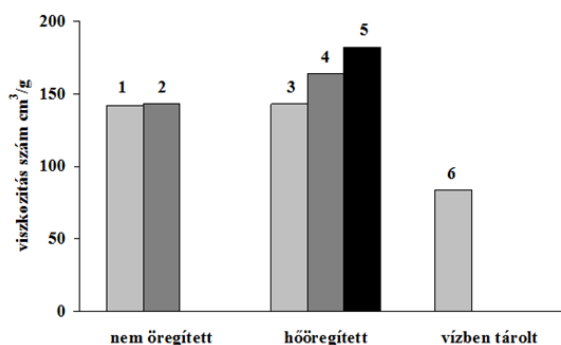
lehet teljesen megközelíteni gyorsított öregedéssel a természetes öregedést. Elfogadható korreláció van azonban a naponta adszorbeált különböző mennyiségű energia és a különböző földrajzi területek sugárterhelése között. A degradáció jellemezhető a húzóvizsgálat eredményeivel (a degradációval általában csökken a szakadási nyúlás), a polimer szerkezeti változásaival (pásztázó elektronmikroszkópos felvétellel), az ütészilárdsággal, az infravörös spektrummal, az ömledék folyási mutatószámával (MFI), és az oxidációs indukciós idővel (leginkább a PE és PVC esetén). Az oxidációs indukciós idő (OIT) értékét differenciál pásztázó kaloriméterrel (DSC, differential scanning calorimeter) mérik. A DSC során a mintát izoterm hőmérsékleten tartják és oxigénáramban mérik azt az időt, amely alatt az oxidáció végbemegy. Az exoterm folyamat ábráját egy alapgörbével hasonlítják össze. A hosszabb oxidációs idő azt jelenti, hogy az alapmintához képest a minta stabilabb. A vizsgálat alkalmas arra, hogy megítéljék a polimer stabilizációs fokát, valamint az alkalmazott adalékok hatékonyságát [4] [54] [55].

A mikroszkóppal kombinált infravörös spektroszkópiával (mikro-ATR) a vizsgált terület kémiai összetételéről lehet felvilágosítást kapni. Ez az eljárás alkalmas például helyi szennyezettségek kimutatására (ezek elvesznének az anyag általános analízisében). A tapasztalatok szerint a degradáció következtében megjelenő szénkötéseket az 1730 cm^{-1} abszorpciós sáv jellemzi. A karbonil-sávok követése csak akkor használható, ha a polimer eredetileg nem tartalmaz ilyen csoportot (pl. poliolefineknél), de használható poliszterek, poliamidok esetében is, ha az oxidációval létrejövő karbonil rezgési frekvenciája nem egyezik meg a polimerben eredetileg is jelenlévő csoportéval. Sávfelbontással az erős eredeti karbonil-sáv mellett ki lehet mutatni a frissen képződő, eleinte csak vállként jelentkező új komponenst. Ez a módszer különösen érzékeny akkor, ha reflexiós módszerrel csak a felületre jellemző csoportokat vizsgálják [11] [54] [55].

A termooxidatív öregedés hatására például az üvegszállal erősített polimer kompozitok felületén mikroszkóppal (néha szabad szemmel is) láthatóvá válnak az erősítőszálak, mert a polimer komponens degradálódik, lekopik [55].

Az ömledék folyási számával vizsgálható, hogy a polimer többszörös feldolgozása során a láncok töredeznek-e. A csökkenő molekulatömeg következtében változik a viszkozitás (ezzel a méréssel a hosszú ideig magas hőmérsékletnek kitett polimer stabilitása is meghatározható) [54]. Oldatviszkózitás mérésénél az úgynevezett viszkozitás szám nagyobb a termikusan öregített minták esetében, mint a frissen fröccsöntött próbatest esetében (9.1 ábra). Ez arra utalhat, hogy a molekulák az elágazások vagy a kezdődő térhálósodás miatt merevebbé válnak, megnő a hidrodinamikai térfogatuk. Oldatviszkózitás mérésével a térhálósodás előrehaladása nem követhető, mivel a térháló rész nem oldódik fel. A hidrolitikus öregedésnél a degradáció móltömeg-csökkenést okoz, ami jól megfigyelhető folyamatos viszkozitás-csökkenést eredményez. A viszkozitás követés hátránya, hogy a minták előkészítése munkaigényes [54].

9.1. ábra - Frissen fröccsöntött és különböző mértékben öregített minták viszkozitásának alakulása (1. adatlapon rögzített adat, 2. frissen fröccsöntött, 3. 175 °C/48 nap, 4. 175 °C/73 nap, 5. 200 °C/10 nap, 6. 100 °C/122 nap) [54].



Az élettartambecslés

A polimer alapanyagból készült eszközök tervezésekor és fejlesztésekor tehát fontos szerepet kap az öregedési jellemzők ismerete. Ahhoz, hogy előre lehessen jelezni az öregedés hatását a polimer alkatrész esetében, ismerni kell a különböző tényezők hatását a polimerek jellemzőire. Autóipari alkalmazás esetében például a termikus öregedés mellett figyelembe kell venni a különböző közegek (pl. víz, üzemanyag) hosszú távú hatását is. Az öregített próbatestek vizsgálatainak eredményeiből kapott összefüggésből becsülhető a várható élettartam. Az

anyagjellemzőket és a vizuális ismertetőjegyeket katalógusokba összegyűjtik, azért, hogy a valós alkalmazási körülmények között használt termékek öregedési fokát és az öregedésért felelős tényezőket könnyebben és gyorsabban meg lehessen állapítani [55].

A gyorsított öregítés alapelve

Az előzőekben már említésre került, hogy az öregedés során különbséget kell tenni a fizikai és a kémiai öregedés között. A kémiai hatások rendszerint felgyorsíthatók a hőmérséklet növelésével, ahol rendszerint az Arrhenius-egyenlettel írják le a reakciósebesség hőmérsékletfüggését:

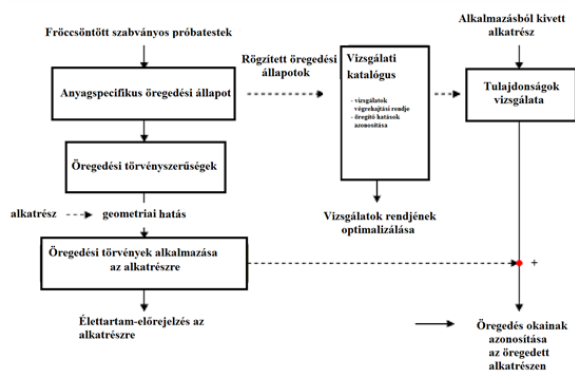
$$k = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (46)$$

ahol k a reakciósebesség, E_a az aktiválási energia, R az univerzális gázállandó és T az abszolút hőmérséklet. Az öregedés fokának megállapítására az öregedés során lezajló kémiai reakciókra érzékeny jellemzőket használnak. Ilyen például az ütésállóság (EN ISO 179-1), a szakadási nyúlás (EN ISO 527) vagy a nyírómodulusz (EN ISO 6721-2) [55].

Az Arrhenius-egyenlet megállapításához a próbatesteket több (legalább három) hőmérsékleten gyorsított öregítésnek kell kitenni. Minden egyes hőmérsékleten, megfelelő időközönként vizsgálni kell a fizikai jellemzőket. Az adott mértékű tulajdonságromlás bekövetkeztéig eltelt idő tekinthető az élettartamnak. Ennek logaritmusát az abszolút hőmérséklet reciprokanak függvényében ábrázolva adódik az Arrhenius-összefüggés. Ha lineáris összefüggést adóik, akkor lehetőség nyílik arra, hogy alacsony hőmérsékletre (pl. szobahőmérsékletre) extrapolálják a magasabb hőmérsékleten kapott eredményeket. Az alacsonyabb hőmérsékletre történő extrapolációnak azonban vannak korlátai, főként, ha a mérési hőmérséklet és az extrapolációs hőmérséklet között a polimer valamiféle átmenetet (pl. üvegesedési átmenetet) mutat [55].

Mivel a polimer alkatrészek esetében problémás a vizsgálandó próbatest létrehozása (általában nincs nagy rendelkezésre álló felület), így ilyen esetben a szokásosnál kisebb próbatesteket szoktak kivágni (előállítás drágább a szokásosnál, a mért jellemzők is kevésbé reprodukálhatók), vagy pedig másik megoldásként a friss anyagból szabványos (EN ISO 527-2 1A típus) próbatesteket fröccsöntenek és azokat öregítik. Ezeknek a vizsgálatoknak az eredményei jól reprodukálhatók és nagyobb a választható vizsgálatok száma is [55].

9.2. ábra - Az öregedési vizsgálatok rendszerezése [55]



Mesterséges öregítés besugárzással

A mesterséges öregítés során a fotooxidációt gyorsítják fel. Ennek a felgyorsításnak két alapvető módja van. Az egyik módszer a fénysugárzás intenzitásának növelése, a másik a rövid hullámhosszú komponensek fokozása. A gyorsított öregítés során kapott eredményeket legtöbbször az intenzív természetes öregedésnek kitett minták öregedésével hasonlítják össze (Magyarországon korábban Badacsonyan működött ilyen vizsgálóállomás), és ebből próbálják megállapítani az úgynevezett gyorsítási tényezőket. Ezeknek azonban csak akkor van értelmük, ha a polimerek kellően széles körére azonos vagy hasonló értékek adódnak [55].

A mesterséges öregítésnél használt fényforrások spektruma eltér a természetes napsugárzás spektrumától. A xenonlámpa vonalas spektrumának kiugró komponenseit és rövid hullámhosszú összetevőit különböző szűrőkkel szokták tompítani. Ilyen szűrő például a kvarcszűrő, az S-típusú boroszilikát, a szóda-mész üveg és az ún. CIRA szűrő (kvarcüveg, infravörös visszaverő bevonattal). A fényforráshoz további szűrőket is lehet

használni. A gyakorlatban (pl. az amerikai autóiipari szabványokban) egyszerűen kvarc/boroszilikát szűrővel ellátott xenonlámpát írnak elő, amelynek fénye a természetes fényvel ellentétben rövidebb hullámhosszakat is tartalmaz. A japán autóiiparban szénlámpát használnak. Ennek a fénynek szintén speciális spektruma van [55] [56].

A hullámhossz mellett a sugárzás erőssége is fontos. A xenonlámpás besugárzás kevésbé drasztikus, nagyjából a legerősebb nappali napfénynek felel meg, és 3-10-szeres igénybevétel növekedést jelent [55] [56].

A fotooxidatív degradáció bonyolult folyamat, diffúziókontrollált és termikus részlépései is vannak. Ezek a lépések könnyen lehetnek sebesség meghatározó lépések abban az esetben, ha a fényintenzitást túl nagy (torzul és anyagfüggővé válik a gyorsítási tényező). A természetes öregedés esetében a nem fény által kiváltott folyamatok sötétben, vagy gyengébb fény hatására is folytatódnak (így lépést tarthatnak a fotokémiai folyamatokkal). A gyorsított öregedési vizsgálatok elvégzésekor úgynevezett „sötét” periódusok beiktatása is szükséges lehet, nem a fotokémiai, hanem a diffúziós folyamatok miatt (ezek lezajlásához idő kell). Különösen fontos ott a sötét periódusok alkalmazása hőciklusok, vagy csapadék alkalmazása során [55] [56].

A legtöbb, természetes öregedést imitáló vizsgálat során a hőmérséklet magasabb a természetesnél. Ez beállításból is adódhat, de okozhatja az is, hogy a nagy intenzitású megvilágítás felmelegedést idéz elő. Ez a melegedés kisebb a fluoreszcens UV-A sugárzást kibocsátó fényforrásoknál, de ezek nem minden vizsgálathoz alkalmazhatóak. A mesterséges öregítést általában valamilyen természetes külső állomás adataihoz hasonlítják. A hőmérséklet ingadozása és a maximális hőmérséklet a minta tulajdonságaitól (hőelnyelő/hővisszaverő tulajdonság) is függ. Így tehát nem egyértelmű az átlaghőmérséklet megállapítása. A hőmérséklet kihatással van a fotokémiai reakcióra is, de leginkább a diffúzióra és a fotokémiai követő egyéb kémiai reakciókra. A tisztán fotokémiai reakciók aktiválási energiaértéke kicsi (akár negatív is lehet). A fotodegradációs folyamat azonban többnyire nem egy elemi reakciót tartalmaz (a mért aktiválási energia értékébe egyéb kémiai folyamatok is beleszámítanak). Emiatt a kapott aktiválási energiának nem érdemes nagy jelentőséget tulajdonítani a mechanizmus szempontjából. Ezen felül az is elmondható, hogy az Arrhenius-görbe akár el is térhet az egyenestől, de ennek a kültéri öregedésnél használt, viszonylag keskeny hőmérsékleti zónában nincs nagy jelentősége [55] [56].

A fluoreszcens UV-A fényforrások alkalmazása gyorsítja az öregedést, de például a hosszabb hullámhosszú látható fénykomponensek hiánya miatt torzíthatja a sárgulási görbét. Ez amiatt van, hogy a látható fénykomponensek további fotokémiai reakciókkal hozzájárulnak a sárgulást okozó vegyületek lebomlásához (úgynevezett „photobleaching” – fotokémiai fehérités). A fotokémiai reakció sebessége az alábbi, ún. Schwarzschild-egyenlet szerint függ a fény intenzitásától:

$$k = AI^p \quad (47)$$

ahol k a reakciósebesség, I a fényintenzitás, p pedig egy kitevő. Ha p értéke 1, akkor lineáris jelenségről van szó, és a sötét periódusok beiktatása egyenértékű a kisebb intenzitással. Általánosságban tehát elmondható, hogy a fényforrást célszerű olyan közel választani a természetes fényhez, amennyire lehetséges (beleértve a hosszú hullámhosszú látható komponenseket is), a legnagyobb természetes intenzitás folyamatos alkalmazása megengedhető, és a sötét ciklusok beiktatása néhány kivételtől eltekintve nem feltétlenül indokolt [55] [56].

10. fejezet - Szabványok

A speciálisan műanyagokra vonatkozó szabványos módszerek kidolgozása alapvetően két okra vezethető vissza. Kezdetben a műanyagok jellemzőit úgy határozták meg, hogy lemásolták/átvették a fémekre és más anyagok vizsgálatára szolgáló szabványokat. Például az Izod ütővizsgálat a fémekre vonatkozó leírásból származtatható. A műanyagok merőben eltérő természete miatt a szabványokat azonban nagyon gyakran módosítani kellett. Ennek eredményeképpen a különböző szervezetek nagyszámú, nem szabványos vizsgálati módszert írtak. Általában, legalább 8-10 különböző vizsgálati módszert létezett ugyanannak a jellemzőnek a meghatározására. Ez a gyakorlat totális káoszt okozott az alapanyagfejlesztők, beszállítók, tervező mérnökök és végfelhasználók körében. Egyre nehezebb volt a különböző vizsgálati módszerekkel lépést tartani és összehasonlítani a kapott vizsgálati eredmények valós tartalmát. A mindenki számára elfogadható vizsgálati módszerek szabványosítása azonban megoldotta a fejlesztők, tervezők és végfelhasználók közötti kommunikációs problémát, mert így közös nyelvet beszéltek a vizsgálati adatok és eredmények összehasonlításakor [58, 73].

A különböző vizsgálati módszerek szabványosítása ellenére továbbra is nehézséget jelent a műanyagiparban dolgozó átlagember számára a vizsgálati adatok összehasonlítása és bemutatása. Ez a vizsgálati eljárások/leírások összetettségének, valamint a vizsgálatok és a vizsgáló szervezetek nagy számának köszönhető. Ennek a problémának a kiküszöbölésére az a megoldás, hogy mindenki által érthetővé kell tenni, hogy mit jelentenek az egyes vizsgálatok, és az alkalmazás szempontjából mely eredményeket kell figyelembe venni.

Sajnálatos módon a műanyagipar nagyobb hangsúlyt fektetett a „hogyan” kérdés megválaszolására, és nem eleget a miértekre, amely minden bizonnyal fontosabb a vizsgálati eredmények összehasonlítása és az értékek valódi jelentésének megértése szempontjából. A lehajlási hőmérséklet valódi jelentésének félreértése egy klasszikus példa erre, mert gyakran definiálják annak a hőmérsékletnek, amelyen a műanyag hosszú ideig elviseli a statikus vagy a dinamikus terhelést. Ezzel szemben valójában azt a hőmérsékletet jelenti, amelyen a mintát 120°C/h fűtési sebesség mellett adott nagyságú erővel hajlítjuk hárompontos módszerrel.

Az eddigi fejezetekben a fizikai jellemzők adatainak és a vizsgálati eljárásoknak a jelentőségére, bemutatására és korlátaira fókuszáltunk. A most következő oldalakon a szabványosítás hátterét, szükségességét, fejlődését ismertetjük.

Ma földrészről függően az európai (ISO) és az amerikai szabványokat (ASTM) alkalmazzák, amelyek elsősorban az alkalmazott mértékegységrendszerben térnek el egymástól. A globálisan egységes vizsgálati szabványok kidolgozása azonban mára már több okból is szükségessé vált. Az elmúlt években egyre jobban nőtt az igény az Amerikai Egyesült Államokban az ISO/IEC szabványok alkalmazására az ASTM szabványok helyett, mert számos tényező indokolja az ISO szabványok bevezetését:

1. Az Európai Unió és a legtöbb európai ország a nemzeti szabványait az ISO szabványokkal helyettesítette.
2. A Japán Műanyagipari Szövetség is áttér az ISO szerinti szabványos módszerekre.
3. Az USCAR (United States Council for Automotive Research) szintén megkezdte az ISO szabványok alkalmazását az ASTM szabványok helyett.
4. A multinacionális vállalatok (elektronikai ipar, gyógyszeripar, fogyasztási cikkek) ISO szabványokon alapuló anyagspecifikációkat adnak meg világszerte.
5. Az Egyesült Államok kormánya is a nemzetközi szabványok irányába tesz lépéseket.
6. Az ASTM szervezete továbbra is folytatja harmonizáló tevékenységét a műanyag szabványok és vizsgálati módszerek területén a nemzetközi szabványokkal, megsokszorozva a szabványosításra fordított időt.
7. A műanyaggyártók is lassan az ISO vizsgálati módszerekre térnek át.

A szabványosítás előnyei többértékűek. A vizsgálati módszerek globális szabványosítása javítja az alapanyaggyártók és a felhasználók közötti kommunikációt, csökkenti a hosszútávú költségeket, javítja a termékek minőségét, és elősegíti, hogy az egyre szélesedő piacon jobban kiegyenlítődjenek a résztvevők lehetőségei. Az egységes, globális anyagvizsgálati szabványok alkalmazásával biztosabbá válik az anyagok

összehasonlítása és kiválasztása, mert a közzétett adatok sokkal egységesebbek, függetlenek a beszállítótól és attól, hol állították elő pl. az adott polimert.

1. A mérés technikával kapcsolatos alapelvek és elvárások

1.1. Alapelvek

Nem is olyan régen még a mérés technikának a termékek előállítása után volt csupán jelentősége. Ma azonban a mérés technika szerves részét képezi mind a kutatás-fejlesztés (K+F), mind a terméktervezés, mind pedig az előállítás folyamatának [57].

A leggyakrabban feltett kérdés, hogy miért mérjük egyáltalán? A válasz egyszerű. Az idők változtak. Ma már a hangsúly ugyanis az automatizáláson, a nagy termelékenységen és a költségcsökkentésen van, és egyre inkább növekszik az igény a bonyolult alakú, ellenálló termékek iránt.

A fogyasztói igények képezik az egyik legfontosabb területet a mai megközelítés kapcsán. Ezen elvárások tükrében a termelők prioritásai is megváltoztak. Egy berendezés vagy termék tervezése során az elsődleges szempont legtöbb esetben a biztonság és az egészség védelme. Ebből kifolyólag a gyártóknak és a szolgáltatóknak számos szabványnak és előírásnak kell megfelelnie. Nyilvánvalóan nem elégséges, ha a tapasztalatokra és a munkaerő minőségére támaszkodunk. A vizsgálatok szükségességét elsősorban az alább felsoroltak indokolják:

1. a tervezési koncepció bizonyítása
2. a megbízhatóságnak alapot teremteni
3. biztonság
4. a termékelemek megbízhatóságának védelme
5. minőség-ellenőrzés
6. szabványoknak és előírásoknak való megfelelés
7. a gyártási folyamat ellenőrzése
8. versenytársak termékeivel való megfelelés, illetve többletjeljesítmény
9. új anyagok megalapozása.

Az elmúlt két évtizedben csaknem minden gyártó áttért műanyagokra a költségcsökkentés, automatizálás és nagy termelékenység elérése érdekében.

Mivel a polimer anyagok robbanásszerű növekedése és változatossága miatt nincsenek régi hagyományok, a műanyagipar rá volt kényszerítve, hogy nagy hangsúlyt fektessen a vizsgálatokra és a vizsgálati módszerek széleskörű fejlesztésére. A különböző szabványügyi szervezetek, alapanyag beszállítók és az ASTM, illetve ISO szervezetek számos tagjának komoly erőfeszítései révén több mint 10.000 különböző szabványt dolgoztak ki.

1.2. Specifikáció és szabványok

Egy specifikáció tulajdonképpen az elvárások, dimenziók, anyagok... részletes leírása. Egy szabványt azzal a céllal hozzák létre, hogy szabályként vagy összehasonlítási alapként szolgáljon a mérésekhez vagy a kapacitás, mennyiség, tartalom, érték és minőség elbírálásához.

Egy műanyaghoz tartozó specifikációban definiálják a különleges igényeket figyelembe véve a sűrűséget, szakítószilárdságot, hővezető képességet és a kapcsolódó tulajdonságokat. A specifikáció a tulajdonságok meghatározásában a szabványos vizsgálati módszerekre támaszkodik. Pontosabban, a specifikációkban szükséges vagy kívánatos tulajdonságok mérésére szolgáló módszer alapját a szabványos vizsgálati és számítási módszerek képezik.

Ahogy korábban tárgyaltuk, egy szabvány elsődleges célja, hogy közös nyelvet fejlesszen, hogy ne lehessen félreértés vagy kommunikációs probléma a fejlesztők, tervezők, gyártók és végfelhasználók között. A szabványoknak megszámlálhatatlan előnye van. Az ipar számára a szabványosítás olyan előnyökkel jár, mint a megnövekedett hatékonyság, kiváló minőségű termékek, egységesség. A szabványosítás hatására megnyitják a kapuk a nemzetközi kereskedelem, műszaki információk cseréje és a közös piacok létrehozása előtt is. Csupán elképzelni lehet, milyen össze-visszaság lenne az iparban az alapmértékegységek (távolság, tömeg, idő) definiálása és a tömegek, illetve azok mérését a kormányok által rögzített szabványok nélkül.

A szabványok különböző forrásokból származnak. Többségük az iparból származik. Az ipari szabványokat általában önkéntes szervezetek hozzák létre, amelyek mindent megtesznek annak érdekében, hogy bebizonyítsák, a szabványokat szabadon alkalmazzák és általános megegyezést tükröznek. A leggyakoribb önkéntes szabványosító szervezetek az American Society for Testing and Materials, a National Sanitation Foundation (NSI), az Underwriters Laboratories, a National Electrical Manufacturers Association és az Society of Automotive Engineers (SPI). Meglehetősen gyakran fordul elő, hogy a szabványok nem adnak megfelelő információt, vagy nem megfelelőek bizonyos alkalmazásokhoz az ipar számára, amely esetekben a cégek kénytelenek a saját, belső szabványaikat kidolgozni. Ezek a céges szabványok (házi szabványok) általában módosított ipari szabványokból alakulnak ki.

A szabványosítási tevékenység egy másik forrása a kormány. A műanyagokkal kapcsolatos szabványokat és specifikációkat az Egyesült Államokban pl. külön erre a célra létrehozott intézmény (U.S. Department of Defense and the General Administration) dolgozza ki, amely a Military Standards and Federal Standards irányítása alá tartozik.

A II. világháborút követően óriási mértékben megnőtt a nemzetközi kereskedelem. A nemzetközi szabványosítás céljával alapították a Nemzetközi Szabványosító Szervezetet (International Standards Organization, ISO). Az ISO szabványosítási munkáját öt vagy több ország megegyezése alapján egy műszaki szakemberekből álló bizottság vezeti. Az ISO Műszaki Bizottság 61 (TC61), amelynek feladata a műanyagokkal kapcsolatos szabványosítás, az egyik leghatékonyabb valamennyi ISO keretein belül működő bizottság közül. Az ISO TC61 műanyagipari tevékenységében résztvevő országok listáját tartalmazza a .

5. táblázat Az ISO TC61 műanyagipari tevékenységében résztvevő országok [57]

Ország	Nemzeti Szabványosító Szervezet	
Amerikai Egyesült Államok	American National Standards Institute	ANSI
Belgium	Institut Belge de Normalisation	IBN
Csehország	Czech Office for Standards, Metrology and Testing	COSMT
Egyesült Királyság	British Standards Institution	BSI
Finnország	Finnish Standards Association	SFS
Franciaország	Association Francaise de Normalisation	AFNOR
Fülöp-szigetek	Bureau of Product Standards	BPS
Hollandia	Nederlands Normalisatie-Instituut	NNI
India	Bureau of Indian Standards	BIS
Irán	Institute of Standards and Industrial Research of Iran	ISIRI
Japán	Japanese Industrial Standards Committee	JISC
Kanada	Standards Council of Canada	SCC

Kínai Köztársaság	China State Bureau of Technical Supervision	CSBTS
Kolumbia	Instituto Colombiano de Norms Technicas	ICONTEC
Koreai Köztársaság	Korean Industrial Advancement Administration	KIAA
Lengyelország	Polish Commitee for Stanadardazation	PKN
Magyarország	Magyar Szabványügyi Hivatal	MSZH
Németország	Deutsches Institut für Normung	DIN
Olaszország	Ente Nazionale Italiano di Unificazione	UNI
Oroszország	Committee of the Russian Federation for Standardization, Metrology and Certification	GOSTR
Románia	Institutul Roman de Standardizare	IRS
Spanyolország	Asociación Española de Normalización y Certificación	AENOR
Svájc	Schweizerische Normen-Vereinigung	SNV
Svédország	Standardiseringen i Sverige	SIS
Szlovákia	Slovak Office of Standards, Metrology and Testing	UNMS

1.3. A specifikációk célja

A specifikációk kidolgozásának számos oka lehet, de a legfontosabb, hogy segítse a vállalatok értékesítő részlegeit, hogy ugyanazon az alapon tudják értékesíteni a termékeiket. A specifikációk, amelyeket többnyire mérnöki részlegek írnak, lehetővé teszik az értékesítő ügynökök számára, hogy kielégítsék a belső elvárásokat, és biztosítsák, hogy a különböző időpontokban érkező alapanyag a megadott határértékeken belül van. A specifikációkkal lehet biztosítani és igazolni, hogy a különböző szarzsok egységesek, ugyanakkor kiküszöbölhető a beszállító és az értékesítő közötti nézeteltérések, hiszen mindannyian tudjuk, hogy gyakrabban fordul elő, mint ahányszor nem, hogy a beszállító által szolgáltatott anyag nem az, mint amit az értékesítő vár.

1.4. Alapformátumok specifikációkra

Specifikációk írására számos útmutató és irányelv készült. Ezek alapján az anyagokra vonatkozó specifikációk/műszaki adatlapok elsősorban a következőket tartalmazzák:

1. egyértelmű cím és jelzés
2. a célok rövid, de mindent tartalmazó leírása
3. elfogadható dokumentumok
4. osztályozási rendszer
5. a kapcsolódó fogalmak definíciója
6. anyag és feldolgozási igények
7. fizikai jellemző igények

8. mintavételezési eljárás
9. próbatest előállítás és kondicionálási igények
10. hivatkozás vagy leírás az elfogadható vizsgálati módszerekről az illeszthetőség meghatározásához
11. ellenőrzési igények
12. újratesztelési és selejtezési irányelvek
13. csomagolási igények és megjegyzések

10.1. ábra - Kereskedelmi forgalomban lévő polimer adatlapja (1.oldal)

**EGYÜTT MAGASABBRA**

Polietilén

TIPELIN 7100S

Bimodális HDPE lemezextrúziós típus

Termékleírás

A **TIPELIN 7100S** nagysűrűségű, bimodális polietilén butén-1 kopolimer. Nagy merevséggel, nagyon jó feszültséghosszabbítási (ESCR) és repedéssel szembeni ellenállással (FNCT) rendelkező, extrúziós lemezek előállítására alkalmas típus. Antioxidáns és savmegkötő adalékrendszerrel rendelkezik.

Alkalmazási terület

A **TIPELIN 7100S** típusunkat extrúziós lemezek készítésére ajánljuk ipari és fogyasztói csomagolásokhoz.

A **TIPELIN 7100S** emellett alkalmazható még nem nyomásálló csövek készítésére, valamint akár agresszív ipari vegyszerek tárolására alkalmas fűvott kannák előállítására.

A **TIPELIN 7100S** alkalmas élelmiszerek és gyógyszerek csomagolására, valamint játékok készítésére, megfelel az élelmiszeripari, a gyógyszeripari és játékipari felhasználásra vonatkozó nemzetközi előírásoknak.

Fizikai tulajdonságok

	Mérési szabvány	Mértékegység	Érték
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /2,16 kg)	ISO 1133	g/10 perc	0,1
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /5,0 kg)	ISO 1133	g/10 perc	0,5
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /21,6 kg)	ISO 1133	g/10 perc	13
Sűrűség (23 °C) *	ISO 1183	kg/m ³	948
Hőfeszültség folyáshatárnál *	ISO 527-1,2	MPa	25
Nyúlás folyáshatárnál *	ISO 527-1,2	%	13
Szakítószilárdság *	ISO 527-1,2	MPa	32
Szakadási nyúlás *	ISO 527-1,2	%	1200
Rugalmassági modulus *	ISO 178	MPa	1350
Izod ütőszilárdság (bemetszett, 23 °C) *	ISO 180/1A	kJ/m ²	18
Vicat lágyuláspont *	ISO 306/A 120	°C	125
Shore D keménység *	ISO 868	-	63
ESCR F50 B (10% Igepal CO-630) *	ASTM D 1693	óra	> 10000
FNCT	EN 12614-3	perc	> 100
OIT (200 °C) *	EN 728	perc	120

A megadott adatok nem garantált értékek, specifikációként nem használhatók.

* ISO 293 szabvány szerint préselt lapból készített, ISO 291 szabvány szerint kondicionált próbatesteken végzett mérések átlagerőértékei.

10.2. ábra - Kereskedelmi forgalomban lévő polimer adatlapja (2.oldal)

**EGYÜTT MAGASABBRA**

Polietilén

TIPELIN 7100S

Bimodális HDPE lemezextrúziós típus

Termékleírás

A **TIPELIN 7100S** nagysűrűségű, bimodális polietilén butén-1 kopolimer. Nagy merevséggel, nagyon jó feszültséghosszabbítási (ESCR) és repedéssel szembeni ellenállással (FNCT) rendelkező, extrúziós lemezek előállítására alkalmas típus. Antioxidáns és savmegkötő adalékrendszerrel rendelkezik.

Alkalmazási terület

A **TIPELIN 7100S** típusunkat extrúziós lemezek készítésére ajánljuk ipari és fogyasztói csomagolásokhoz.

A **TIPELIN 7100S** emellett alkalmazható még nem nyomásálló csövek készítésére, valamint akár agresszív ipari vegyszerek tárolására alkalmas fűvott kannák előállítására.

A **TIPELIN 7100S** alkalmas élelmiszerek és gyógyszerek csomagolására, valamint játékok készítésére, megfelel az élelmiszeripari, a gyógyszeripari és játékipari felhasználásra vonatkozó nemzetközi előírásoknak.

Fizikai tulajdonságok

	Mérési szabvány	Mértékegység	Érték
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /2,16 kg)	ISO 1133	g/10 perc	0,1
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /5,0 kg)	ISO 1133	g/10 perc	0,5
Folyásindex (MFR) MFR (190 °C /21,6 kg)	ISO 1133	g/10 perc	13
Sűrűség (23 °C) *	ISO 1183	kg/m ³	948
Hőfeszültség folyáshatárnál *	ISO 527-1,2	MPa	25
Nyúlás folyáshatárnál *	ISO 527-1,2	%	13
Szakítószilárdság *	ISO 527-1,2	MPa	32
Szakadási nyúlás *	ISO 527-1,2	%	1200
Rugalmassági modulus *	ISO 178	MPa	1350
Izod ütőszilárdság (bemetszett, 23 °C) *	ISO 180/1A	kJ/m ²	18
Vicat lágyuláspont *	ISO 306/A 120	°C	125
Shore D keménység *	ISO 868	-	63
ESCR F50 B (10% Igepal CO-630) *	ASTM D 1693	óra	> 10000
FNCT	EN 12614-3	perc	> 100
OIT (200 °C) *	EN 728	perc	120

A megadott adatok nem garantált értékek, specifikációként nem használhatók.

* ISO 293 szabvány szerint préselt lapból készített, ISO 291 szabvány szerint kondicionált próbatesteken végzett mérések átlagerőértékei.

1.4.1. Osztályozási rendszer

Mivel a műanyagokat csak ritkán forgalmazzák bizonyos adalékok és töltőanyagok nélkül, a félreértések elkerülése végett osztályozási rendszert kell alkalmazni. Pl. az acetál típusú anyagok specifikációja három fő acetálgyanta típust fed le: homopolimer, kopolimer és terpolimer. A gyanta típusokat további osztályokba sorolják a minőségi leírások alapján.

1.4.2. Igények

A fizikai igényeknek tartalmaznia kell az osztályozásnak megfelelő speciális mennyiségi információkat.

1.4.3. Mintavételezés és kondicionálás

Ahhoz, hogy időről időre reprodukálni tudjuk a mérési eredményeket, a mintavételezési és kondicionálási eljárásokat szigorúan be kell tartani. A mintavételezési és kondicionálási eljárásokat éppen ezért egyértelműen kell meghatározni.

1.4.4. Mérési módszerek

A specifikációk, amelyek nem tartalmaznak megfelelő információt a vizsgálati módszerről, használhatatlanok. A szabványt és az általánosan elfogadott vizsgálati módszert definiálni kell. Ha nincsen szabványos mérési módszer, a specifikáció szerves részét kell, hogy képezze a mérés részletes leírása és az elvárások.

2. Nemzetközi szervezetek

A Nemzetközi Szabványügyi Testületet (ISO, International Standards Organization) 1947-ben alapították, ma világszerte 120 ország a tagja. Minden tag egy személyt delegálhat a Testületbe. A Nemzetközi Elektrotechnikai Bizottságot 1906-ban hozták létre, és ma 50 ország van a tagjai között. A tagok által kidolgozott szabványok válhatnak nemzetközi szabványokká [57].

Az ISO céljai között szerepel az elektronikai ipar kivételével valamennyi terület szabványosítása, de a telekommunikáció egyes területei is az IEC tevékenységi körébe tartoznak. Mind az ISO, mind pedig az IEC célja, hogy elősegítse a szabványosítás és a hozzá kapcsolódó tevékenységi körök fejlődését világszerte, hogy lehetővé váljon a termékek és szolgáltatások nemzetközi cseréje, továbbá elősegítse a intellektuális, tudományos, műszaki és gazdasági tevékenységek összefogásának fejlődését [57].

Az ISO/IEC szabványok egységes, globális szabványok, amelyeket a műszaki bizottság hozott létre a próbatestek egységes kiválasztása, feldolgozása és vizsgálata érdekében. A műanyagok vizsgálatára létrehozott ISO és IEC szabványok speciális vizsgálati eljárások, mert átfogó jelleggel közelítették meg az eredmények/információk összehasonlítására szolgáló adatok számítását. Így csökkenteni tudták a változatosságot, amely a műanyagok tulajdonságainak meghatározására alkalmazott próbatestek előállítására és vizsgálatára jellemző volt. A szabványok olyan részleteket is tartalmaznak, amelyekkel a biztosítható az elfogadhatóság világszerte [57].

Míg a világ két harmada azon versenyez, hogy a feldolgozásban és a piacon egyaránt bevezesse a nemzetközi szabványokat, az Egyesült Államok viszont csak nagyon lassan mozdul ebbe az irányba, és inkább más nemzetekhez csatlakozik e tekintetben, hogy a saját szabványrendszerét megtartsa. Az igény azonban egyre inkább növekszik az ISO szabványok bevezetésére, különösen azóta, hogy a multinacionális vállalatok és az alapanyagbeszállítók is elkezdtek az ISO szabványok bevezetését. Ennek elsődleges oka, hogy az ISO és IEC szabványokat a szervezeti struktúrából kifolyólag nemzetközileg elfogadják, és mivel 120 nemzet tagja az ISO-nak, ez biztosítja a nemzetközi egyetértést ezen a téren. Ezzel szemben az ASTM tagság elsősorban belföldi, és leginkább csak amerikai szabványosító szervezetként is tartják számon.

Az ISO nagyon sikeresen hozta összhangba a gyártók, felhasználók, kormányzati és a tudományos szervezetek érdekeit a nemzetközi szabványok fejlesztése kapcsán. Az ASTM bizottság ezzel szemben alapanyaggyártók, felhasználók és általános érdekeltségű csoportok szövetsége.

A szabványosítás mérföldkövei időrendben [58]

1947 Megalapítják a Nemzetközi Szabványosító Testületet (ISO) Genovában (Svájc)

1951 Az ISO létrehozta a 61-es Műszaki Bizottságot (TC61) a globálisan egységes műanyag anyagvizsgálati szabványok kidolgozására

Az Egyesült Államokban létrehozzák az ISO TC61 tevékenységének megfelelő Műszaki Szakértői Csoportot (Technical Advisory Group, TAG)

1960-as évek közepe Az ASTM megkezdi a felhívást az SI mértékegységekre való áttérésre a szabványokban

1970 Az ASTM létrehozta a D20-61 Bizottságot, amely a TAG új megfelelője

1979 A British Standards Institute (BSI) létrehozza a rendszerminőség szabványt (BS5750) a brit készülégyártók védelme érdekében

1980-as évek közepe A European Committee for Standardization (CEN) elkezd szabványosító tevékenységét az ISO vizsgálati szabványok alapján

1987 A Ford Motor Company közli az alapanyag beszállítóival, hogy az új specifikációkban csak ISO szabványoknak megfelelő módszereket fogad el

A General Motors kéri, hogy az ASTM dokumentumokban ISO szabványokat alkalmazzanak

1989 Az ASTM szervezet megalapítja a D20.94.02 Bizottságot az autóiipari igényeknek megfelelően, ezzel a United States Council for Automotive Research (USCAR) elnevezésű műanyagipari bizottság megalakulását is megalapozza

1991 Az ASTM közzéteszi a D1999 dokumentumot, amely az ASTM szabványoknak megfelelő ISO szabványokat tartalmazza (6.6-os táblázat)

1992 Az ASTM összehangba hozza az acetálokra, illetve az akrilátokra vonatkozó vizsgálati módszert az ISO prokollal

Az európai műanyaggyártók (BASF, Hüls, Hoechst és Bayer) létrehozzák a CAMPUS-t (Computer Aided Material Preselection by Uniform Standards), amely ISO és IEC szabványokat alkalmaz, és licenst ajánl valamennyi műanyaggyártónak

A három nagy autógyártó megalapítja az USCAR-t

1993 Az USCAR egyezséget köt, hogy elősegíti az SI rendszer és az ISO vizsgálati módszerek bevezetését a PA vizsgálata területén

1994 Több különböző szabványt (mechanikai, termikus és feldolgozási jellemzők többpontos mérése) tesz közzé az ISO

A GM közli az alapanyag beszállítóival, hogy 1996.január 1-jétől csak az ISO vizsgálati szabványok alapján kiállított PA specifikációkat fogadja el

A Japan Plastics Industry Federation (JPIF) elkezdni az ISO szabványos vizsgálati módszerek bevezetését

1995 Európában 26-ra bővül a CAMPUS tagjainak száma

Az ASTM kizárólag SI mértékegységeket kezd használni a szabványaiban

6.6. táblázat Néhány szabvány megfeleltetése az ISO és ASTM rendszer szerint [1]

ASTM szabvány	szabvány címe/témakör	ISO szabvány
<i>próbatest előállítás/előkészítés</i>		
D0955	öntött hőre lágyuló műanyagok zsugorodásának mérése	294-4
D3641	próbatestek fröccsöntése hőre lágyuló műanyagokból és extrúziós anyagokból	294-1,2,3
D4703	próbatestek, lemezek és fóliák préselése hőre lágyuló műanyagokból	293
D524	próbatestek sajtolása hőre keményedő műanyagokból	95
D6289	öntött hőre keményedő műanyagok zsugorodásának mérése	2577

<i>mechanikai tulajdonságok</i>		
D0256	bemetszett műanyag próbatestek ütő jellemzőinek meghatározása	180
D0638	műanyagok húzó jellemzőinek meghatározása	527-1,2
D0785	műanyagok és elektromos szigetelő anyagok Rockwell keménységének meghatározása	2039-2
D0790	Erősítetlen és erősített műanyagok és elektromos szigetelő anyagok hajlító jellemzőinek meghatározása	178
D0882	vékony műanyag lapok húzó jellemzőinek meghatározása	527-3
D4065	műanyagok dinamikus mechanikai tulajdonságainak meghatározása és étékelése	6721-1
D4092	műanyagok dinamikus mechanikai tulajdonságainak mérése	6721
D4440	polimer ömledékek reológiai tulajdonságainak mérése dinamikus mechanikai mérési elven	6721-10
D5023	műanyagok dinamikus mechanikai tulajdonságainak mérése hárompontos hajlítással	6721-3
D5026	műanyagok dinamikus mechanikai tulajdonságainak mérése húzással	6721-5
<i>hőre lágyuló műanyagok</i>		
D1239	hőre lágyuló filmek ellenállása vegyi anyagokkal szemben	6427
D4634	sztírol-maleinsav-anhidrid anyagok (S/MA)	10366-1 10366-2
D0789	poliamidok (PA) relatív viszkozitásának, olvadáspontjának és nedvesség-tartalmának meghatározása	960
<i>habosított műanyagok és elasztomerek</i>		
D1621	rideg habosított műanyagok nyomó jellemzőinek meghatározása	844
D1622	rideg habosított műanyagok látszólagos sűrűségének meghatározása	845
D2842	rideg habosított műanyagok vízfelvétele	2896
<i>analitikai módszerek</i>		
D1603	olefin műanyagok koromtartalma	6964
D1921	műanyagok részecskemérete	4610

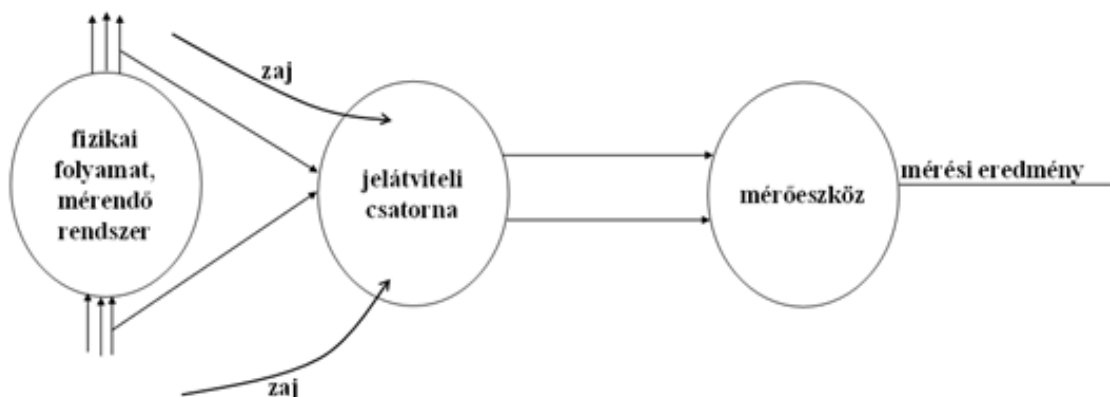
<i>termikus tulajdonságok</i>		
D3835	polimerek tulajdonságainak meghatározása reométerrel	kapillaris 11443

A táblázatban felsoroltakon kívül természetesen számos szabvány van még, ezeknek bővebb listája a Polymer Testing c. könyvben [1] tekinthető meg.

11. fejezet - Mérési adatok feldolgozása és kiértékelése

A mérés valójában egy fizikai, kémiai vagy gazdasági jellemző nagyságának megadása a választott mértékegységrendszerben kifejezett számértékkel. A mérés eredményeként számértéket és egy hozzá tartozó mértékegységet kapunk. A mérés során akarva-akaratlanul mindig követünk el hibát, amelyet a mért érték és a tényleges érték különbségével számszerűsítünk. A mérés sematikus vázlatát mutatja a 11.1 ábra.

11.1. ábra - Mérési folyamat jel- és rendszerelméleti modellje



A fizikai jellemzők mérése meglehetősen nagy hibával terhelt. Általános szabály, hogy a vizsgálat hibája $\pm 5\%$ alatt kellene, hogy legyen. Vannak olyan vizsgálatok is, amelyek pontosabbak. A hasonló mérési hibák három részből jöhetnek: (1) magából az alapvizsgálatból adódnak, (2) a vizsgálatot végző személy, és (3) a vizsgálati próbatestek eltéréseiből.

A vizsgálati adatok értékelése során és az adatok alapján történő döntés meghozatalakor a hibafaktort mérlegelni kell, hogy megbizonyosodjunk róla, valódi különbség van a mérési adatokban.

1. Mérőszámok és mértékegységek

A mérés egy etalonnal való összehasonlítást jelent. A mérendő objektum valamely tulajdonságát egy vagy több mérési eljárás során határozzuk meg. A mérési eredmény mérőszámát és mértékegységét rögzítjük [64].

Anyagvizsgálati méréseink során mérőszámokat és mértékegységeket határozzunk meg, amelyek a különböző fizikai mennyiségeket jellemzik. A fizikai mennyiség a különböző fizikai, kémiai vagy gazdasági jelenségek, illetve állapotok mérhető tulajdonsága. A **mértékegység** az az alapul választott mennyiség, amelyhez a számított vagy mért mennyiségeket viszonyítjuk, azaz a mérési etalon egy egység. A **mérőszám** előjelesen megadja, hogy a mennyiség hányszorosa vagy hányadrésze az alapul választott mértékegységnek. A **dimenzió** pedig azt adja meg, hogyan származtatható a kérdéses mértékegység az alapl mértékegységekből.

A mértékegységek a számítások során segítséget is nyújtanak, de sok esetben megfélekedünk a használatukról, ezzel pedig olyan hibát követünk el, amelyek a tanulmányok során csak a vizsga ismétlését jelentik, a mérnöki gyakorlatban azonban ezek a hibák már sokkal komolyabb következményekkel járnak.

2. Mértékegységrendszerek

Huygens a 17. században vetette fel, hogy a mértékegységeket a természeti állandókból vezessék le. A Francia Akadémia 1791-ben fogadta el a javaslatot. Így született meg a méter, kilogramm és szekundum, amelyek az MKS mértékegységrendszer alapjait jelentették. Ebben a mértékegységrendszerben az ún. ösmétert használták, amely a definíció szerint az Egenlítő és a sarkpont közötti távolság tízmilliomod része volt. 1875-ben született meg a Nemzetközi Mértékügyi Egyezmény, 1960-ban pedig az SI-mértékegységrendszer.

Az SI-mértékegységrendszer bevezetésével több előny is jár. Legfontosabb, hogy ellentmondásmentes és összehangolt. A számítási folyamatok nagymértékben egyszerűsödtek, ugyanakkor megtartott számos korábbi mértékegységet. Megkönnyíti a műszerek gazdasági elemzését, hiszen egyforma skálát használ. Elkülöníti a súlyt és a tömeget.

A mértékegységeket két csoportba soroljuk, vannak az alap és a származtatott mértékegységek. Az alap mértékegységeket (pl. méter, kilogramm, Kelvin) az SI szabványos rendszere tartalmazza (7.1 táblázat).

7.1. táblázat SI alapmértékegységek táblázata

mennyiség	SI egység			
	neve	jele	dimenziójele	neve
hosszúság	l (vagy s)	L	méter	m
tömeg	m	M	kilogramm	kg
idő	t	T	másodperc	s
áramerősség	I	I	amper	A
termodinamikai hőmérséklet	T		kelvin	K
anyagmennyiség	n	N	mól	mol
fényerősség	I _v	J	candela	cd

A származtatott mértékegységeket a különböző alapegységekből építették fel. Például a nyomás értelmezése alapján a mértékegység $N/m^2=1 Pa$ származtatott mértékegység. A mértékegységekhez alkalmazott nagyságrendeket a 7.2 táblázat foglalja össze.

7.2. táblázat A mértékegységek nagyságrendjei (név és jelölés)

név	nagyságrend	jelölés	név	nagyságrend	jelölés
deka	10	da	deci	10^{-1}	d
hekto	100	h	centi	10^{-2}	c
kilo	10^3	k	mili	10^{-3}	m
mega	10^6	M	mikro	10^{-6}	μ
giga	10^9	G	nano	10^{-9}	n
tera	10^{12}	T	piko	10^{-12}	p
peta	10^{15}	P	femto	10^{-15}	f
exa	10^{18}	E	atto	10^{-18}	a
zeta	10^{21}	Z	zepto	10^{-21}	z

yotta	10^{24}	Y	yotto	10^{-24}	y
-------	-----------	---	-------	------------	---

3. Méréssel kapcsolatos alapfogalmak

A különböző fizikai mennyiségeket mérőeszközökkel határozzuk meg. Minden mérőeszköznek van bemeneti és kimeneti jele. A bemeneti jel a mérendő mennyiség, például keménység mérésnél az anyag valódi Shore D keménysége, a mért érték pedig a kimenő jel, például a Shore D keménységmérő skálájáról leolvasott mérőszám értéke [64].

A **pontosság** ugyancsak a mérőműszerre jellemző, a mért és a valódi érték maximális lehetséges eltérése. A **reprodukálhatóság** azt jelenti, hogy az adott mérési eredményt független személy, eltérő helyen, eltérő mérőberendezéssel milyen pontosan tudja újra előállítani. A reprodukálhatóságot számszerűsíteni a független mérések eredményeinek szórásával lehet. A reprodukálhatóság mellett beszélünk még az **ismételhetőségről**, amely azt mutatja meg, hogy ugyanazon mérési körülmények között ugyanaz a mérőszemély milyen pontossággal tudja mérni az adott jellemzőt. Az ismételhetőség a mérések közötti abszolút hibával számszerűsíthető.

4. Hibák

A mérési eredményt általában négy értékes jegyre adjuk meg, de csak azokat a számjegyeket írjuk le mérőszámként, amit biztosan meg tudunk állapítani. Minden mérés a mérőeszközünk és a mi leolvasásunk pontosságán múlik [64].

A mérési eredmények kiértékelése során számításokat végzünk, amelyek eredményeként kapjuk a fizikai mennyiséghez tartozó mérőszámot és mértékegységet. Ez a folyamat tulajdonképpen az adatfeldolgozás. Mivel a mérési adat a mérés legfontosabb jellemzőinek forrása, az adatfeldolgozásra nagy figyelmet kell fordítani. El kell kerülnünk az adatvesztést is az adatfeldolgozás során. Ez a precizitási igény a mérés megtervezésére, kivitelezésére és az adatok helyes értelmezésére egyaránt vonatkozik.

A mérés során az alaposág ellenére mindig előfordulnak hibák. Mérési hibák több okból is felmerülhetnek. Például adódnak hibák abból, hogy nem ismerjük pontosan a mérési eredmény és a valós érték közötti függvénykapcsolatot, vagy a méréssel beavatkozunk a mérendő rendszer működésébe, és bizonyos mértékben megváltoztatjuk ennek hatására. A hibát okozhatják definícióból eredő problémák is.

A mérési hibákat aszerint osztályozzuk, miként befolyásolják a mért értéket, így beszélhetünk rendszeres és véletlenszerű hibáról. A rendszeres hiba a mérési eredmények megismételhetőségében nem játszik szerepet, mert legtöbbször ugyanakkora és ugyanolyan irányú hibát okoz az azonos mérési rendszerben. Ilyen hiba például a skálaeltolódás vagy a nem megfelelő etalon használata. A rendszeres hiba okai felismerhetőek, és ezek ismeretében megfelelően korrigálhatók a mérési eredmények, vagyis a mérést befolyásoló hatásuk kiküszöbölhető. A véletlenszerű hiba viszont olyan ok vagy okok következménye, amelyek nem egyirányban fejtik ki hatásukat, hanem rendszertelenül jelentkeznek. A véletlen hibákból adódó eltérés mértéke befolyásolja a mérés pontosságát. A leggyakoribb hibák a leolvasási hiba, irányváltoztatási (hiszterézis) hiba, nullpont eltolódás, illetve vándorlás, zaj, válaszidő hiba [64].

5. Statisztikai számítások

A véletlenszerű hibából adódó pontatlanság a mérőeszközök egyszerű beállításával nem küszöbölhető ki. Számítással azonban meghatározhatjuk a pontos értéket. Nézzünk egy konkrét esetet, pl. gumilap Shore D keménységének meghatározását!

A Shore D keménység mérés során összesen 45 adatot rögzítünk (7.3 táblázat).

7.3. táblázat Shore D keménységek értékei

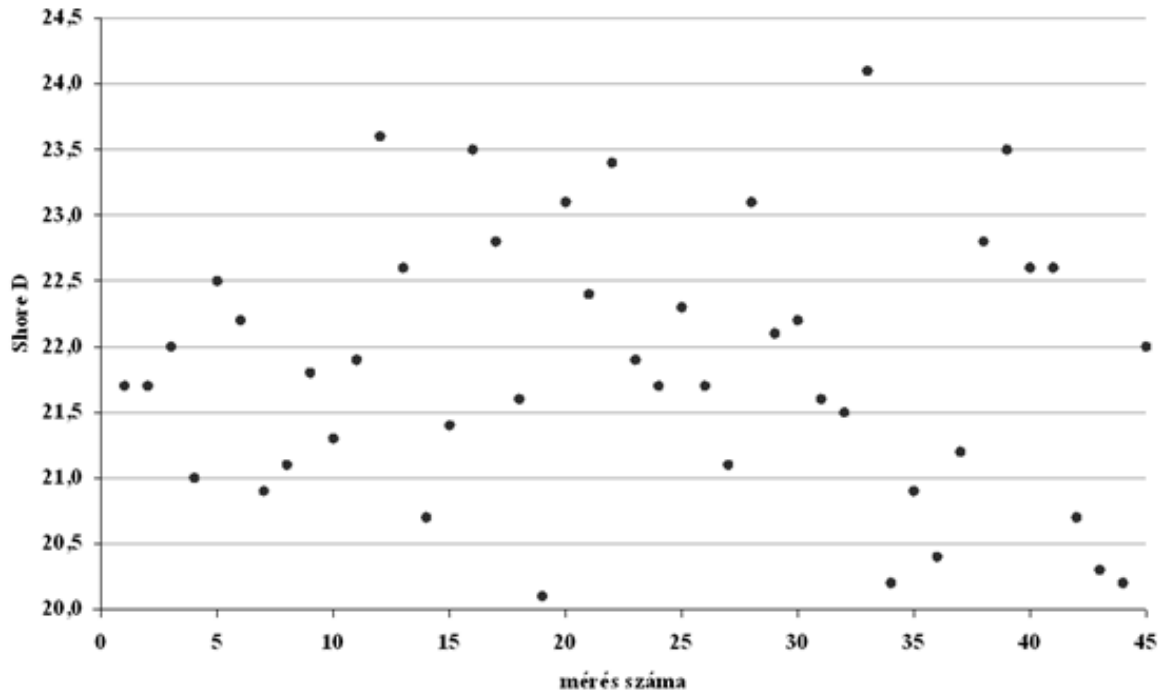
mérés száma	Shore D	mérés száma	Shore D	mérés száma	Shore D
1.	21,7	16.	23,5	31.	21,6

Mérési adatok feldolgozása és
kiértékelése

2.	21,7	17.	22,8	32.	21,5
3.	22,0	18.	21,6	33.	23,1
4.	21,0	19.	20,1	34.	20,2
5.	22,5	20.	23,1	35.	20,9
6.	22,2	21.	22,4	36.	20,4
7.	20,9	22.	23,4	37.	21,2
8.	21,1	23.	21,9	38.	22,8
9.	21,8	24.	21,7	39.	23,5
10.	21,3	25.	22,3	40.	22,6
11.	21,9	26.	21,7	41.	22,6
12.	23,6	27.	21,1	42.	20,7
13.	22,6	28.	23,1	43.	20,3
14.	20,7	29.	22,1	44.	20,2
15.	21,4	30.	22,2	45.	22,0

A táblázatban közölt adatok kiértékelése a következők szerint történik. A 45 mérési adat ábrázolásakor egy viszonylag tág tartományt átölelő ponthalmazt kapunk (11.2 ábra), így csupán ez alapján nehéz megmondani a valós Shore D keménység értékét. Viszont a valószínűség-számítás segítségével megállapíthatjuk a Shore D keménységet, és a mérések számának növelésével egyre biztosabban határozható meg.

11.2. ábra - A Shore D keménység mérés értékei



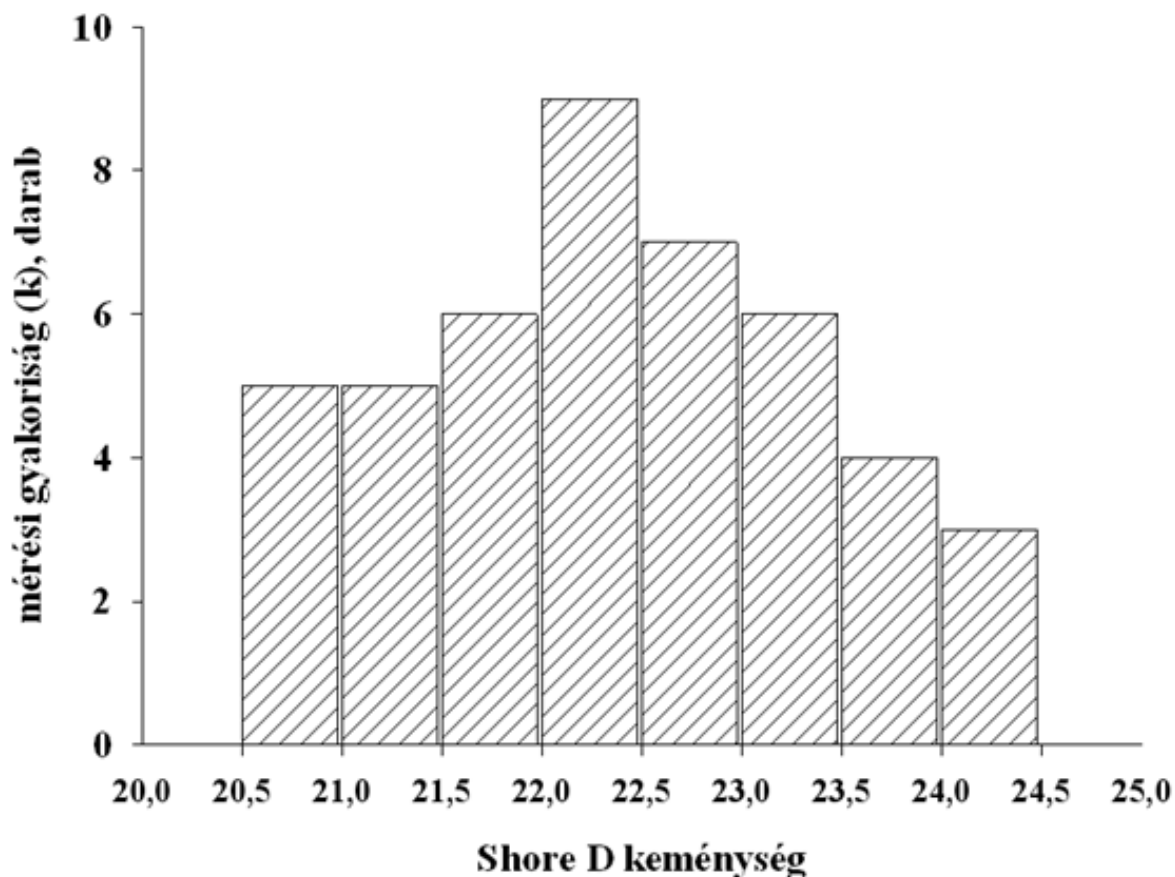
A kiértékelést úgy kezdjük, hogy azt a tartományt, amelyet a mérési pontok lefednek, résztartományokra bontjuk (7.4 táblázat), és megszámloljuk, hány mérési adat esik az egyes tartományokba. A 11.2.ábrával összhangban, 0,5 egységnyi részhalmozokra osztjuk a teljes adathalmazt.

7.4. táblázat Shore D keménység adatok osztályozása

keménység tartomány	adatok száma (k), db
20,00-20,49	5
20,50-20,99	5
21,00-21,49	6
21,50-21,99	9
22,00-22,49	7
22,50-22,99	6
23,00-23,49	4
23,50-23,99	3

Az adatok oszlopdiagramban történő ábrázolása (11.3 ábra) segíti a kiértékelést. Első ránézésre ugyanis megállapítható, hogy a Shore D keménység értéke 21,0-23,0 tartományba fog esni.

11.3. ábra - A Shore D keménység mérési gyakorisága



A mérési gyakoriság segítségével számíthatjuk annak valószínűségét, hogy a Shore D keménység értéke milyen gyakran esik az egyes tartományokba. Nézzük például a 21,5-21,99 tartományt! A mért 45 darab keménységértékből 9 esik ebbe a tartományba, ami azt jelenti, hogy a gyakoriság, azaz a „k” értéke 9. Ebben az esetben annak valószínűsége (P), hogy a mért értékek a 21,5-21,99 tartományba esnek a 6.egyenlettel adható meg.

$$P = \frac{k}{n} \text{(6.egyenlet)}$$

ahol

- k: a mérési gyakoriság
- n: az elvégzett mérések száma.

A kiválasztott esetben a P valószínűség értéke 0,20, vagyis a mért adatok 20%-a esett 21,5-21,99 Shore D értékek közé. Ez azt jelzi előre, hogy a későbbi mérések során az adott mintánál a mért keménység értékek 20%-a fog ebbe a tartományba beleesni. Ha pedig szélesebb tartományt veszünk figyelembe, például a korábban említett 21,0-23,0 tartományt, ahová a mért értékek közül összesen 35 darab esik, a valószínűség értéke, $P=35/45=0,777$ lesz. Vagyis a mért adatoknak több mint 70%-a esik a kijelölt értékhatárok közé.

A pontosabb becsléshez meghatározzuk a valószínűség értékét az egyes résztartományokra (7.5 táblázat).

7.5. táblázat A valószínűség értékei az adott Shore D keménységmérés esetén

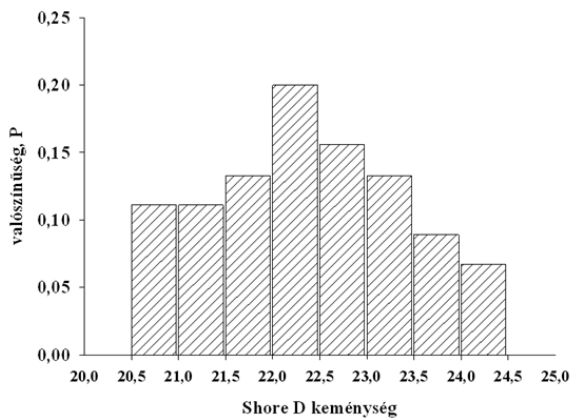
keménység tartomány	adatok száma (k), db	valószínűség (P), %
---------------------	----------------------	---------------------

Mérési adatok feldolgozása és kiértékelése

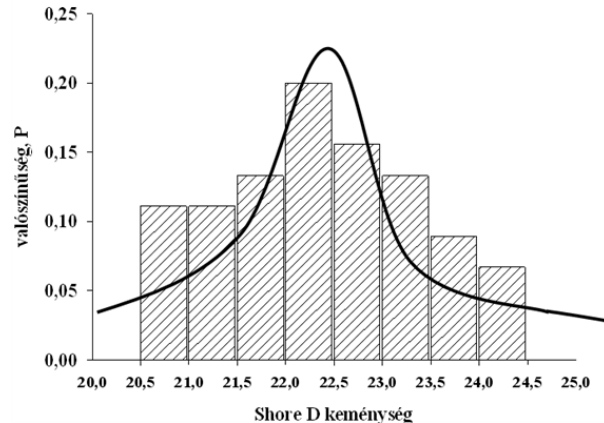
20,00-20,49	5	11,1
20,50-20,99	5	11,1
21,00-21,49	6	13,3
21,50-21,99	9	20,0
22,00-22,49	7	15,6
22,50-22,99	6	13,3
23,00-23,49	4	8,9
23,50-23,99	3	6,7

A táblázatban meghatározott értékeket is oszlopdiagramban ábrázoljuk (11.4 ábra). Az oszlopdiagramban az oszlopok tetejére harang alakú burkológörbe illeszthető (11.5 ábra). Ezt a haranggörbét nevezzük Gauss-görbének. A görbe a Gauss-féle normál eloszlás sűrűségfüggvénye [64].

11.4. ábra - A Shore D keménységmérés valószínűsége



11.5. ábra - A Shore D keménységmérés Gauss-görbéje



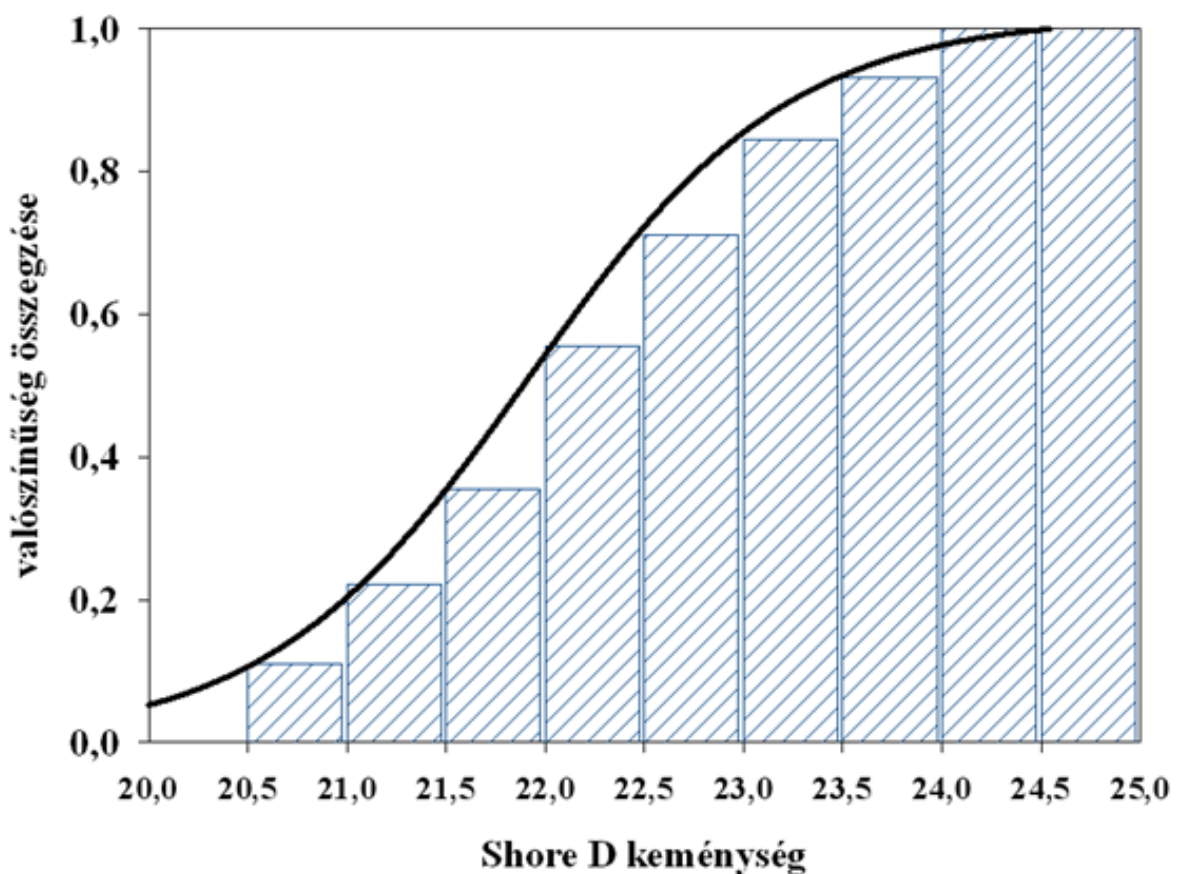
Az egyes tartományok összegzésével kumulatív eloszlást is számíthatunk, ami úgy történik, hogy a legkisebb részhalmaztól indulva minden tartományban az adott mérési adatok számához hozzáadjuk az előző tartományokban lévő mérési adatok számát, és osztjuk az összes elvégzett mérés számával (7.6 táblázat, illetve 11.6 ábra).

7.6. táblázat Kumulatív eloszlás számítási adatai

keménység tartomány	adatok száma (k), db	valószínűség (P)	kumulatív valószínűség (ΣP)
20,00-20,49	5	0,111	0,111
20,50-20,99	5	0,111	0,222
21,00-21,49	6	0,133	0,355

21,50-21,99	9	0,200	0,555
22,00-22,49	7	0,156	0,711
22,50-22,99	6	0,133	0,844
23,00-23,49	4	0,089	0,933
23,50-23,99	3	0,067	1,000

11.6. ábra - Kumulatív eloszlásgörbe



Gyakorlati szempontból a Gauss-görbének van inkább jelentősége, amelynek a csúcspontját a vízszintes tengelyre levetítve kapjuk a Shore D keménység várható értékét, amely a bemutatott példa esetében 22,1.

6. Hiba számítása

A mérési eredmények értékelése során meghatározzuk az **átlag**, vagy más néven medián értékét, amely az az érték az adott mérési sorozatban, amelynél kisebb és nagyobb érték is egyforma valószínűséggel mérhető. A mérési adatsor jóságát az átlagtól való eltéréssel jellemezzük, amelyet **szórásnak** nevezünk. A szórás olyan mérőszám, amely megmutatja, hogy a mérési adatok milyen közel vannak az átlaghoz. Ha a szórás értéke nagy, akkor a mérési adatok távol vannak az átlagértéktől, ha kicsi, akkor pedig közel. A szórás mérőszámai a variancia és a standard deviáció. A **variancia, vagy szórásnégyzet** az átlagtól való négyzetes eltérést adja meg. A leggyakrabban használt mérőszám azonban a **standard deviáció (SD), azaz szórás**, amely a variancia pozitív négyzetgyöke.

Sok mérési adatból a várható értéket a **számtani középértékkel** is megadhatjuk (7.egyenlet)

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \times \sum_{i=1}^n x_i \quad (7.\text{egyenlet})$$

ahol

- x_i : az i -edik mérés eredménye
- n : az elvégzett mérések száma.

30-nál kevesebb mérési adat esetén a szórást a korrigált tapasztalati szórással is becsülhetjük (8.egyenlet).

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (8.\text{egyenlet})$$

12. fejezet - Irodalomjegyzék

- [1] L. Holics: FIZIKA 1992.
- [2] http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:PjRIOoXLzXsJ:www.bmf.hu/users/grollerg/Villamosiparianyagismeret/jegyzet/05Mechanikai%2520tulajdonsagok.pdf+kalm%C3%A1r+em%C3%ADlia+ig%C3%A9nybev%C3%A9telek&hl=hu&gl=hu&pid=bl&srcid=ADGEESihLTZL8EtTeANovDKBNWicQb2IHOHlyfwzX1aVDvUa1EYTFj0NwfEZmnKRGpnPM1unZzN9IRRSBr6NAD0UFCMdomPii4kb_Ms3-YFD5Ksy4vWBQEzsGhh7RQeey0mKv_wJR3WC&sig=AHIEtbQULE42EMbf-DjQXb43JH4nWJsshA&pli=1 (2011. 08. 15.)
- [3] L. Palotás: Mérnöki kézikönyv, 1955.
- [4] L. Füzes: Műanyagok anyag- és technológia kiválasztás, 1994.
- [5] L. Dormán: GÉPÉSZETI ANYAGISMERET I. FÉMEK ÉS FÉMES ANYAGOK, 2001.
- [6] Gy. Czél, M. Kollár: Anyagvizsgálati praktikum, 2008.
- [7] K. Geels: Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing, 2006.
- [8] Characterization and Failure Analysis of PLASTICS, 2003.
- [9] <http://epeszgepezs.atw.hu/Tantargyak/Mechanika/Szilardsagtan%201.pdf> (2011. 08. 16.)
- [10] W. Grellmann, S. Seidler: Polymer Testing, 2007.
- [11] V. Shah: HANDBOOK OF PLASTICS TESTING AND FAILURE ANALYSIS, Third Edition, 2007.
- [12] http://docs.google.com/viewer?a=v&q=cache:9bGbCEGCEdoJ:www.banki.hu/~aat/oktatas/gepezs/anyagtu-domany1/gyakorlat/szakito.doc+Szak%C3%ADt%C3%B3vizsg%C3%A1lat&hl=hu&gl=hu&pid=bl&srcid=ADGEESie8X8oCuGB8MZxwJsFOOGocoIweKFno_Pae5eOjVRpBJA_921kiKUQHKJQj8ngFxuUVbgGvOqiWzQh_hEr4GO2UIR1NpGw1ufrHdJ6FcBSLIVhBTxX53cSbSXDMwaQRG4Ug2--&sig=AHIEtbT3GwArfWHCtWvxhuXD1G2rlnbN1g (2011. 08. 16.)
- [13] <http://www.matweb.com/reference/flexuralstrength.aspx> (2011. 08. 16.)
- [14] www.pt.bme.hu/segedletek/a1_hajlitas_v01.pdf (2011. 08. 16.)
- [15] L. Dormán: Gépészeti anyagismeret I. Fémek és fémes anyagok, 2001.
- [16] <http://www.instron.co.hu/wa/solutions/ISO-14126-In-Plane-Compression-Plastic-Composites.aspx> (2011. 08. 16.)
- [17] CEAST Charpy kézikönyv
- [18] <http://sachinchaturvedi.files.wordpress.com/2011/06/impact-testing.jpg> (2011. 08. 16.)
- [19] MSZ EN 10045-1
- [20] Gy. Gruber Roncsolásos anyagvizsgálatok I. Szilárdság vizsgálat
- [21] B. Kecskés: Keménységmérés.pdf (2011. 08. 16.)
- [22] F. Varga, L. Tóth, G. Pluvinage: Anyagok károsodása és vizsgálata különböző üzemi körülmények között, 1999.
- [23] K. H. Prabhudev: Handbook of heat treatment of steels, 2008.
- [24] E. Kalmár: Mechanikai tulajdonságok

- [25] Műanyagipari szemle 2010. 01 sz
- 26 L. A. Utracki: POLYMER BLENDS HANDBOOK, 2002.
- [27] Műanyagipari szemle 2002. 11. sz
- [28] <http://www.sdplastics.com/plastics.html> (2011. 08. 16.)
- [29] http://vili.pmmf.hu/~hlatky/Levelezo_tagozat/tantargy/anyagismeret/szemelvenyek/szig-utm.pdf (2011. 08. 16.)
- [30] http://atheneszki.hu/tananyag/tananyagok/altanyvizsg,%20meres/5_0225_008_101215.pdf (2011. 08. 16.)
- [31] Műanyagipari szemle 2002. 12.
- [32] G. Pritchard: Plastics Additives An A-Z Reference, 1998.
- [33] Műanyagipari szemle 2009. 03.
- [34] Műanyagipari szemle 2006. 03.
- [35] Műanyagipari szemle 2002. 12.
- [36] R. Gächter, H. Müller: Műanyag adalékok zsebkönyve, 1989.
- [37] Műanyagipari szemle 2010. 01.
- [38] F. H. Gojny, M.H.G. Wichmann, B. Fiedler, I. A. Kinloch, W. Bauhofer, A. H. Windle, K. Schulte, Polymer 2006, 47, 2036-2045
- [39] Z. Li, G. Luo, F.W. Huang: Composites Science and Technology, 2006, 66, 1022-1029.
- [40] Műanyagipari szemle 2007. 06 sz
- [41] D. D. L. Chung: Carbon Fiber Composites 1994.
- [42] É. Balló, J. Novák, A. Schnöller, Gy. Zsom: Felsőfokú híradás és műszeripari technikum jegyzete Áramkörök Példatár I.
- [43] kando.prociweb.hu/letoltes/data/2...II/segedlet_20061130.doc (2011. 08. 16.)
- [44] <http://www.scribd.com/doc/58081329/Fsz-Meres-Tech-A-0809ii-05fejezet-Ar> (2011. 08. 16.)
- [45] http://www.mtk.nyme.hu/fileadmin/user_upload/elelmiszer/Mikro/segedanyag/Mikro_2hetente/2.gyak_2hetente.pdf (2011. 08. 16.)
- [46] D. B. Murphy: Fundamentals of light microscopy and electronic imaging, 2001.
- [47] S. Csiszár: Mikroszkóp (laboratóriumi gyakorlat) BMF
- [48] M. Abramowitz: MICROSCOPE Basics and Beyond, 2003.
- [49] P. J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland: Electron microscopy and analysis, 2001.
- [50] Nikon Eclipse LV150 Ipari mikroszkóp kezelési útmutató
- [51] F. Rost, R. Oldfield: Photography with a Microscope, 2000.
- [52] S. Levine, L. Johnstone The Ultimate Guide to Your Microscope, 2008.
- [53] L. Reimer: Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis, 1998.
- [54] Műanyagipari szemle 2002. 12 sz

- [55] Műanyagipari szemle 2009. 05 sz
- [56] E. Alfredo Campo: Selection of polymeric materials: how to select design properties from different standards, 2007.
- [57] V. Shah: Handbook of plastics testing and failure analysis, John Wiley & Sons Inc, Hoboken, 2007.
- [58] A. B. Strong: Plastics, Materials & Processing, Pearson Prentice Hall, 2006.
- [59] H-G. Elias: An introduction to Plastics, Wiley-VCH, Weinheim, 2003.
- [60] oktatas.ch.bme.hu (2012.01.11.)
- [61] J. Varga: Makromolekulák kémiája, Tankönyvkiadó, Budapest, 1978.
- [62] J. Varga: Műanyagok, Tankönyvkiadó, Budapest, 1978.
- [7] L.R. Snyder, J.J. Kirkland: Bevezetés az intenzív folyadék-kromatográfiába.
- [64] Gy. Czél, M. Kollár: Anyagvizsgálati Praktikum, Sunplant Kft, 2009.
- [65] J. Kristóf: Kémiai analízis II, Veszprémi Egyetemi Kiadó, 2000.
- [66] L. Füzes: Műanyagok anyag és technológia kiválasztás, Bagolyvár Könyvkiadó, 1994.
- [67] S. Molnár Faipari Kézikönyv I. Faipari Tudományos Alapítvány, Sopron 2000.
- [68] R. Sakin, I. Ay, R. Yaman Mater Des 2008, 29, 212-217.
- [69] M. van den Oevert, T. Peijs Compos Part A 1998, 29, 227-239.
- [70] C. A Harper: Modern Plastics Handbook, McGraw-Hill, New York, 2000.