

## PE-HD palackok feszültségkorróziós és oxidációs problémáinak kiküszöbölése

A PE-HD flakonok és palackok régóta kedvelt csomagolóeszközök. Feldolgozásuk mégis rejt veszélyeket magában: a termékben maradó feszültségek feszültségkorróziót okozhatnak, a feldolgozáskor nemkívánatos oxidáció léphet fel. E jelenségek kiküszöbölésére ad jó tanácsokat a fúvási technológia elismert amerikai szakértője.

*Tárgyszavak: fúvás; extrúzió; PE-HD; feszültségkorrózió; oxidáció; hibaelhárítás; vizsgálati módszerek.*

A háztartási vegyszerként forgalmazott tisztító- és fertőtlenítőszer, a Hypo nevű nátrium-hipoklorid oldat csomagolása volt a PE-HD flakonok egyik első alkalmazása. Mivel a flakonok sorozatosan megrepedtek, a szétfolyó Hypo sok bosszúságot okozott a vásárlóknak. Az akkori palackgyártók még viccelődtek is azzal, hogy mikor reped meg a műanyag flakon? Nyáron a Cadillac hátsó ülésén, a bunda mellett, amelyet éppen a tisztítóba visznek.

A PE-HD edények feszültségkorróziója (ESCR az angol rövidítés) az alkalmazásuk kezdete óta jelentkezik, aminek oka az alapanyag részben kristályos szerkezete.

### ESCR vizsgálatok kidolgozása

Az 1930-as években a **Western Electric** alkalmazott először PE-LD-t telefonkábelek szigetelésére. Megfigyelték, hogy adott üzemeltetési idő után a PE-LD köpeny berepedezik. R&D részlegük, a **Bell Laboratories** kidolgozta a feszültségkorróziós vizsgálatot, ezt azóta is *Bell Lab Test*-nek nevezik, és ASTM D1693 jelöléssel szabványosították.

Ennél a vizsgálatnál 10 db 12,7 mm széles és 50,8 mm hosszú darabot vágnak ki egy 3,175 mm vastag préselt műanyag lemezből. A próbatestek közepét pontszerűen 0,254 mm mélyen beszúrással gyengítik, majd a próbatesteket U alakban a beszúrással kifelé meghajlítják, és ebben az állapotban egy sínben rögzítik.

A 10 próbatestet tartalmazó tartósínt felületaktív anyaggal (*Igepal 630*) töltött üvegcsőbe helyezik, amelynek hőmérsékletét 50 °C-ra állítják be. A mérés során figyelik, hogy különböző, adott vizsgálati idő után hány próbatest tört el. F0 érték az idő órában, amikor az első darab eltörik, F50 amikor a minták fele eltörött, és F100 amikor a legutolsó is eltörött.

Az 1950-es évek elején új, merevebb PE-HD anyagokat dolgoztak ki. Előfordult, hogy a Bell vizsgálatban már az U alakra hajlításnál eltörtek a minták, ezért a próbatest vastagságát 1,9 mm-re csökkentették (ez az idézett szabványban a „B” módszer).

Az ASTM D1693-ban leírt vizsgálatról általában elmondható, hogy pontossága és reprodukálhatósága kívánnivalókat hagy maga után. A laboratóriumok közötti szóráss 2,9 (2-es standard deviációnál). Ez azt jelenti, hogy ha ugyanazt az alapanyagot vizsgálva az egyik laboratóriumban például 10 órás F50-es érték adódik, akkor egy másik laboratóriumban 3,4–29 óráig terjedhet az F50-es érték. A vizsgálat pontosságát úgy növelték, hogy az *Igepal* koncentrációját is választhatóvá tették, a 100% mellé a 10%-os koncentrációt is ajánlva. Ezzel és a kétféle vastagság megválasztásával már négy vizsgálati feltétel áll a szakemberek rendelkezésére.

Műszaki adatlapok sokszor említik az ASTM D1693-mal mért adatokat, de gyakran elmulasztják az összes fontos vizsgálati körülmény közlését, pedig ezek nagymértékben hatnak az adott próbatest tönkremenetelének sebességére.

## Egyéb ESCR vizsgálati módszerek

Az U alakban hajlított próbatestekkel végzett vizsgálat állandó deformáció mellett zajlik, és ebben az esetben a hajlítás okozta kezdeti feszültség az anyag relaxációja következtében egyre kisebb lesz. Számos gyártó (pl.: cső-, geomembrán-, konténergégyártó) olyan vizsgálati módszer kidolgozását szorgalmazza, amelyben *a termék állandó feszültségi állapota jobban megközelíthető.*

Az 50-es években egyre szélesebb körben terjedt el detergensok tárolására a PE-HD flakonok és konténerek alkalmazása a korábban használt fémedények helyett. Ezek a detergensok olyan felületaktív anyagokat tartalmaztak, amelyek rövid idő alatt tönkretették a műanyag tartályokat. Kiderült, hogy ebben az esetben a *Bell Lab Test* nem alkalmas a termékek élettartamának megjósolására. A palack- és a konténergégyártók is szorgalmazták, hogy a vizsgálatokat állandó feszültség mellett végezzék.

Ennek az igénynek eleget téve, két módszer vált általánosan használatossá a konténerek feszültségkorróziós ellenállásának vizsgálatára állandó feszültség mellett. A **Procter and Gamble** által kidolgozott módszer szerint a vizsgált palackokat felülről azonos nagyságú tömeggel terhelik, amely utánozza az egymás fölé helyezett, palackokat tartalmazó rakatok által okozott feszültséget.

A másik ilyen vizsgálati módszer az *ASTM D2561* szerinti, amely állandó belső palacknyomást alkalmaz (0,035 MPa = 0,35 bar). A vizsgálat egyik változatában a megtöltött, lezárt palackot 60 °C-os térbe helyezik, ekkor a töltet hőtágulása miatt kb. az előírt nyomás jön létre. A palack mindkét esetben ismert feszültségkorróziót előidéző anyagot tartalmaz.

A fenti módszereknek megvannak a szószólói, de a mért adatok átültetése a valóságos felhasználási viszonyok területére igen nehézkes. Az örök kérdés, hogy az 50 vagy a 100 órás vizsgálati eredmény elegendő-e a valóságos körülmények közötti biztonságos alkalmazáshoz?

A nyári hónapok során éri el a tetőpontját a PE-HD tárolóedények tönkremenetele. Ennek több oka van, pl. a belső nyomás növekedése, a nyakrészek könnyebb deformálhatósága a meleg miatt stb. A palackok felmelegedése 60 °C-ra teljesen általános kültéri raktározás vagy szállítás során. Számottevő hatással lehet még az is a flakonok tönkremenetelére, hogy a csomagolási egységekben a befoglaló és elválasztó karton hullámlemez szilárdsága nyáron akár 50%-kal is csökken a páratartalom emelkedése miatt, így könnyebben deformálódhatnak a fűvott termékek.

A fűvási eljárás során óhatatlanul kialakulnak belső feszültségek a gyártott formadarabokban. Mivel a fűvásnál csak egy oldalról kap hűtést a termék, a PE-HD alapanyag másképpen kristályosodik a termék külső és belső falán. Ennek fokozott jelentősége van azokon a pontokon, ahol pl. a darab becsípéses zárása során a technológiai adottságok miatt kialakul egy úgynevezett „szemzőna”, amely nagyobb falvastagságú, mint a flakon többi része. Nem véletlen, hogy a palackok igen gyakran ezekben a zónákban mennek tönkre, törnek el.

A nagyobb relatív páratartalmú hónapokban fordul elő gyakrabban az úgynevezett „víznyomok” megjelenése a fűvott termékek felületén. Ennek magyarázata, hogy az intenzív szerszámhűtés miatt pára csapódik le a szerszám felületén, és ez felületi hibákat okoz a készterméken. A fentiek kiküszöbölésére emelni szokták a szerszám hőmérsékletét, de ezzel nem mindig emelik párhuzamosan a ciklusidőt is. A végeredmény: magasabb kristályossági fokú PE-HD, amelyben több befagyott feszültség maradhat.

A melegebb nyári hónapok rovására írható még a gépkezelő személyzet esetleges figyelmetlensége is, pl. nem veszik észre a kiextrudált PE-HD ömledék függőlegestől eltérő kilengéseit, pedig ez azzal járhat, hogy a flakon alján az összeforrási heg nem lesz középponti elhelyezkedésű, ezáltal pedig növekszik a fűvott termék törésre való hajlama.

## **Hibaelhárító intézkedések**

A nagyobb feszültségkorróziós ellenállás érdekében elsősorban a megfelelő alapanyag megválasztására kell ügyelni. Ismert, hogy a kisebb kristályossági fokú, azaz kisebb sűrűségű anyag jobban ellenáll a feszültségkorróziós hatásoknak. Pl. *egy 0,950 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű anyag használata egy 0,954 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű helyett már jelentős mértékű javulást eredményez.* A feldolgozás során a szerszámhűtés beállítása a legfontosabb: egy kissé magasabbra állítva a szerszámhőfokot és ezzel párhuzamosan néhány másodperccel emelve a ciklusidőt, elkerülhetők a páralecsapódás okozta felületi hibák. A raktározás és a szállítás körülményeit különösen a nyári melegekben kell ellenőrizni: kisebb rakatokat, erősebb elválasztó csomagolóanyagokat célszerű alkalmazni.

## **PE-HD nemkívánatos oxidációja extrúziós fűvás közben**

Napjainkban az extrúziós fűvásnál a visszadolgozott PE-HD anyagok aránya a 35%-ot is elérheti. Ez a viszonylag magas arány veszélyeket rejt magában, még akkor

is, ha az anyagok jól stabilizáltak oxidáció ellen. Az ilyen keverékek feldolgozásakor a nemkívánatos oxidációnak, anyagbeégésnek nagyobb a veszélye, mint a teljesen friss anyag alkalmazásakor. Különösen leállások után, pl. a hétvége utáni újraindításkor az extruderben maradt ömledék okozhat ilyen problémát, ugyanis ezek az oxidált részecskék a gépfelületre tapadnak és újraindításkor a friss ömledékbe áramolnak. A kezdődő oxidáció viszonylag hamar beégésekhez vezethet, ezért ezt mindenképpen meg kell akadályozni.

Az oxidációt monitoring rendszerrel kell ellenőrizni. Mivel a fűvott termék ciklusidejét döntően a hűtési idő határozza meg, már gazdaságossági szempont miatt is törekedni kell arra, hogy az ömledék hőmérséklete minél alacsonyabb legyen, mivel ekkor kevesebb hőmennyiséget kell eltávolítani a szerszámból, amihez rövidebb idő szükséges. A hidegebb ömledék egyben kevésbé oxidálódik, mint a magasabb hőmérsékletű. Természetesen az ömledék-hőmérséklet csökkentésének vannak határai, hiszen ezzel párhuzamosan nő az extruder áramfelvétele és a fejnyomás. Túl alacsony ömledék-hőmérsékletnél ugyanakkor gyenge az összehegedés a becsípési vonalnál, előfordulhat, hogy csökken a felületi fényesség, valamint az éles sarkoknál kedvezőtlen nyúlási viszonyok alakulhatnak ki.

Az alapanyagot az extruderben részben a külső hengerfűtéssel bevitt hőenergia, részben a nyírással keletkező frikciós hő ömlesztzi meg. Az ömledékakkumulátor töltőnyomását és az extrudercsiga meghajtó nyomatékát a lehető legkisebbre célszerű megválasztani, hogy ezzel is a lehető legkisebbre lehessen csökkenteni a nyírás okozta hőfejlődést.

Előfordulnak emberi hibák is, pl. amikor a szerszámcserét elkezdik, de nem fejezik be ugyanazon a napon, nem járatták ki az anyagot, és ráadásul elfelejtik kikapcsolni az extruder fűtését. A másnapi indításnál az első termékeken barnás beégések, foltok jelennek meg.

#### *A nemkívánatos oxidáció elkerülése*

Ne kapcsolják be gépeik fűtését egyszerre: vegyék figyelembe, hogy egy 17–25 kg teljesítményű extrúziós fej nem melegszik fel olyan gyorsan, mint egy 120–150 mm csigaátmérőjű extruder. Ha mindkettőt egy időben kapcsolják be, az extruderben degradálódhat az anyag, amíg a fej eléri az üzemi hőmérsékletét.

A fűvógépet kétféle üzemmódban lehet üzemeltetni: az egyik, hogy amikor a be rendezés elérte a megfelelő hőmérsékletet, és beállt a szükséges extrúziós sebesség, akkor azonnal indítják a termelést. A másik esetben, ha valamiért nem tudják azonnal elindítani a gyártást, akkor periodikusan tisztítási ciklusokat kell beiktatni, hogy friss anyag legyen a hengerben és a fejben.

A hőmérséklet-szabályozó egységeket rendszeresen kalibrálni kell. Ha hengerhűtés is működik, azt is karban kell tartani.

A csiga és a henger kopását időnként elvégzendő anyagkihozatali mérésekkel célszerű ellenőrizni. Kopott csigaszárnynál nő az ömledék-visszáramlás, így magasabb csigafordulattal kell dolgozni, ezzel pedig nő az ömledék lokális túlmelegedése-

nek az esélye. A csigakopás kísérő jelensége rendszerint a fűtőzóna hőmérsékletének túlfutása, amely beégésekhez vezethet. A csigaszárnny kopásának méréséhez az extrudercsigát ki kell húzni a hengerből, és közvetlenül meg kell mérni a csigaszárnny átmérőjét. A henger kopásának megfigyeléséhez egy – annak belső átmérőjénél kisebb – hengeres testet helyeznek az extruderbe, és a másik oldalról erősen megvilágítják. Bármilyen látható fénygyűrű jelenik meg a henger előremozgatásakor, az kopást jelez.

A fej szétszerelésénél, tisztításánál is bekövetkezhetnek sérülések. Különösen a polírozott felületek tisztítása igényel óvatosságot, pl. ne használjanak gépi meghajtású drótkéft.

A fűvógép leállításánál a legrosszabb, ha a gépet elektromosan kikapcsolják, és a berendezést a következő indításig így hagyják. A gyakorlatban mégis gyakran csak ez jelenti a gépleállítást.

A leállítás előtt célszerű friss anyaggal dolgozni, mert ennek még jobb a hőstabilitása, mint a reciklátumot tartalmazó keveréknek. A mesterkeverékekre ugyanez érvényes, leállítás előtt lehetőleg már ne adagoljanak kis hőstabilitású fóliatípusú hordozóval készült mesterkeverékeket. Célszerű az extruder hőmérsékletét 10–20 °C-kal csökkenteni és a hűtőrendszert bekapcsolni. Az anyagot kis fordulatszámmal kell kijáratni, amíg a rendszer megfelelően vissza nem hűl. A meghajtó motor túlterhelését mindenképpen meg kell akadályozni az amperfelvétel folyamatos ellenőrzésével. A leállítás kb. 38 °C-kal a beállított feldolgozási hőmérséklet alatt már eszközölhető, ez jobb, mintha teljesen lehűtenék a rendszert. A polimerömladék félfolyós állapotban tartásával meggátolható az oxigén belépése, ami különösen a fejnél jelentkezik. Ugyanis, ha a fej teljesen lehűl, a polimer megszilárdul, zsugorodik, és levegő jut a rendszerbe. Újraindításakor ezen a levegőrétegen keresztül kell felmelegíteni a rendszert, ami lassítja a felmelegítést. Ha mégis teljesen lehűtik a gépet, akkor célszerű a fejet és a csigát is kivenni, hogy a légrések kialakulását kiküszöböljék.

Oxidáció nemcsak a fűvás során léphet fel, hanem már az alapanyag gyártásakor is, nem megfelelő adalékolás vagy a granulálási technológia hibás beállítása miatt. Ha a feldolgozó a granulátumon elszíneződést észlel, akár pontszerűen, és már terméket gyártott ebből, a terméket ne darálja vissza, mert a hibahelyek újból meg fognak jeleni a terméken, esetleg még nagyobb mennyiségben, mint az első feldolgozásokor.

Összeállította: Csutorka László

DeLong: Troubleshooting: blow molding. Get a handle on stress-cracking in HDPE bottles. = Plastics Technology, 2008. 8. sz. online: [www.ptonline.com/articles/200808ts1.html](http://www.ptonline.com/articles/200808ts1.html)

DeLong: Troubleshooting: blow molding. Control oxidation of HDPE parts. = Plastics Technology, 2008. 8. sz. online: [www.ptonline.com/articles/200810ts1.html](http://www.ptonline.com/articles/200810ts1.html)