

Röntgentechnológiát alkalmazó új eljárások műanyagok minőségvizsgálatára

Ma a műanyagiparban elvárják, hogy az alapanyag 100%-ban tiszta legyen, semmilyen 50 µm-nél nagyobb idegen anyagot ne tartalmazzon, az adalékokból pedig szigorúan az előírt mennyiség legyen benne. A röntgentechnika segítségével a feldolgozandó granulátum 100%-át könnyen és gyorsan meg lehet vizsgálni és a hibás szemeket el lehet különíteni az anyagáramból.

Tárgyszavak: műanyag-granulátum; minőség-ellenőrzés; röntgentechnológia; szennyeződés; adalékkoncentráció.

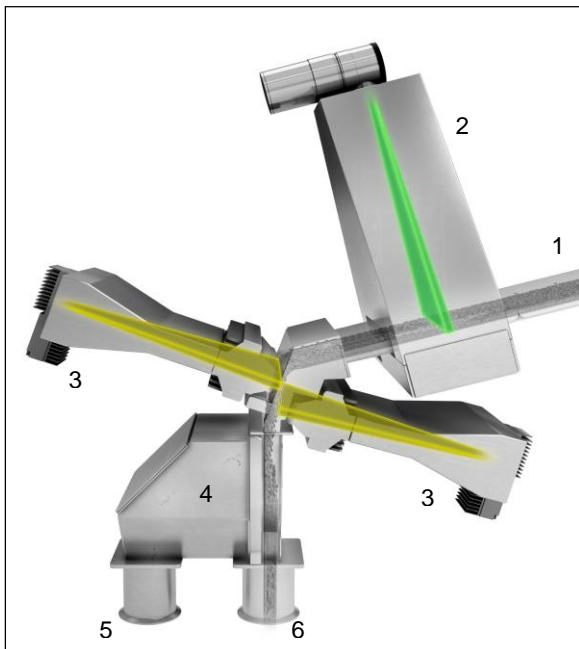
A feldolgozók és a felhasználók ma már a legkisebb hibát (50 µm-nél nagyobb idegen anyagot, légbuborékot, adalékaggregátumot, előírttól eltérő adalékmennyiséget) sem fogadják el a műanyag alapanyagban vagy a feldolgozott termékben. Ezért a minőségvizsgálat nem szorítkozhat a szűrőpróbaszerű minták ellenőrzésére, hanem az áramló anyag minden egyes granulátumszemcséjét meg kell vizsgálni, és a tökéletestől eltérőeket ki kell selejtezni. Szerencsére ehhez már rendelkezésre állnak a megfelelő eljárások, amelyekben részben optikai, részben röntgentechnológián alapuló módszereket alkalmaznak.

Idegen anyagok és más hibák kimutatása röntgenátvilágítással

Az idegen anyagok jelenlétére az élelmiszeripar különösen kényes. Az amerikai Élelmiszer- és Gyógyszerügyi Hatóság (FDA, Food and Drug Administration) 1960-ban ebben az iparágban engedélyezte a világon elsőként az élelmiszerek tisztaságának ellenőrzését röntgensugaras átvilágítással. Ennek a kezelésnek révén bizonyos összetevők ugyan elvesztek, az élelmiszerek okozta megbetegedések azonban csökkentek, eltarthatóságuk pedig megnövekedett. Az eredmények nyomán más iparágokban is bevezették ezt a módszert, amelyet ma a műanyagipar is alkalmaz.

A műanyagokba számos helyen – szintetizálásakor, kompaundálásakor, feldolgozásakor, reciklálásakor – bekerülhetnek idegen anyagok, pl. fémrészecskék, amelyek megrongálhatják a feldolgozógépet, és amelyet csak nagy költséggel lehet kijavítani. Még nagyobb kárt okozhat egy fémrészeszecske okozta zárlat egy kontinensek között tengerfenékre fektetett kábelben. Ezért a 150–500 kV-os nagyfeszültségű kábelekre vonatkozó IEC 62067 szabvány előírja, hogy ezek anyagában nem lehet 75 µm-nél nagyobb szennyeződés.

A feldolgozandó granulátumáram minden egyes szemcséje ellenőrizhető röntgensugaras átvilágítással. Ezzel az eljárással nemcsak a hiba tényét lehet megállapítani, hanem meg lehet különböztetni azt is, hogy az fémszemcse, valamilyen szerves anyag, esetleg töltőanyag-aggregátum vagy levegőbuborék. Míg az optikai módszerek leképezéssel csak a felületi hibákat mutatják ki, a röntgensugár áthatol a granulátumon, és a különböző anyagokban különböző mértékben nyelődik el. A csillapítás (μ) mértéke arányos az anyagot alkotó molekulák atomszámának (Z) harmadik hatványával ($\mu \sim Z^3$). A műanyagok meghatározó elemének, a szénnek atomszáma kicsi ($Z_C = 6$), azon a röntgensugár könnyen áthatol (akár tüdőszűréskor az emberi izomszöveteken), a fémek (a csontokhoz hasonlóan) erősebben elnyelik ($Z_{vas} = 26$, $Z_{titán} = 22$), ezért a röntgenképen jól elkülönülnek a mátrixtól. A röntgenkamera képét egy matematikai algoritmus értékeli, és ha az idegen részecske mérete meghaladja az $50 \mu\text{m}$ -t, a berendezés a hibás granulátumot elkülöníti a hibátlan szemcséktől.



1. ábra A Sikora AG Purity Scannere
 1 - granulátum bevezetése,
 2 - röntgenforrás, 3 - optikai berendezés,
 4 - elosztóelem, 5 - hibás szemek,
 6 - hibátlan szemek

A röntgensugaras granulátumválogató berendezést a Sikora AG (Bréma, Németország) *Purity Scanner* névvel gyártja (1. ábra), amelyet optikai ellenőrzéssel is ellátott. A felületre irányított diffúz fénnel felismerhetők az ott megtapadt szennyeződések, a szerves részecskék vagy termikus bomlás következtében képződött apró rögök is, és a berendezés az ilyen granulátumokat is kiselejtezi.

A röntgensugaras átvilágítással más hibák – pl. az idegen granulátumokkal bekövetkezett keveredés – is kimutatható olyankor is, ha azok színe azonos, de röntgensugarat elnyelő képessége eltérő. A röntgensugaras vizsgálat egyik előnye ugyanis az, hogy nem érzékeli a színeket. Átvilágításkor felfedezhetők a légbuborékok és az üregek, elkülönülnek az adalékaggregátumot tartalmazó granulátumszemcsék is. A Purity Scannerrel végzett vizsgálatokban fekete granulátumban is jól ki lehetett mutatni az 50

és 100 µm-es fémrészecskéket. *Az eljárással azonban a szennyezést okozó fém fajtája (pl. vas vagy alumínium) nem határozható meg.*

Poliolefinek adaléktartalmának ellenőrzése röntgenfluoreszcenciás elemzéssel

A Borealis AG (Bécs, Ausztria) és a Panalytical B.V. (Almelo, Hollandia) a Borealis *Operation Excellence* programjának keretében közösen kifejlesztett egy röntgenfluoreszcenciás elemzésen (RFA) alapuló módszert, amellyel könnyen és gyorsan ellenőrizhető, hogy a különböző poliolefingranulátumok pontosan az előírt mennyiségben tartalmazzák-e a megfelelő adalékokat. A Borealis azért szövetkezett a röntgenfluoreszcenciás spektrométereket gyártó Panalytical céggel, mert az már korábban is kínált vizsgálóberendezéseinek kalibrálásához megbízható standard referenciamintákat *ADPOL* (Analyse von Additiven in Polyethylen) márkánévvel, és ezeket szélesíteni kívánta saját termékeinek ellenőrzéséhez.

Az RFA segítségével egy anyagban előforduló elemeket lehet azonosítani és koncentrációjukat lehet mérni a ppm és az alatti tartományban. A méréseket a granulátumból melegen sajtolt próbatesteken végzik. Egy-egy próbatest vizsgálata kb. 1 perc alatt elvégezhető. A teljes vizsgálat a sajtolással együtt is sokkal kevesebb időt igényel, mint a klasszikus kémiai elemzés, amelyhez fel kellett tární a mintát és a vizsgálatot csak laboratóriumban lehet elvégezni. *Az eljárás korlátja, hogy az elemzéshez szükségesek olyan referenciaminták, amelyekben a kimutatandó elemek a vizsgált mintához hasonló koncentrációtartományban vannak jelen.*

A Panalytical cég *Axios max* röntgenfluoreszcenciás spektrométere a 2. ábrán látható. A felhajtható fedél alá egyszerre nagyobb számú próbatest helyezhető be. Ezek mozgását – mérőhelyre (a röntgensugár alá) vitelét és onnan eltávolítását – robotkar intézi. Az eredmények értékelését és kijelzését számítógép automatikusan végzi. A kalibrációhoz szükséges referenciamintákat zárható dobozokban forgalmazzák (3. ábra).

A Borealis és a Panalytical cég együttműködése a referenciaminták választékának kibővítését célozta a Borealis gyártmányainak vizsgálatához szükséges mintákkal. Ezeket úgy kellett elkészíteni, hogy beilleszkedjenek a Panalytical korábban kifejlesztett ADPOL standardjainak sorába.





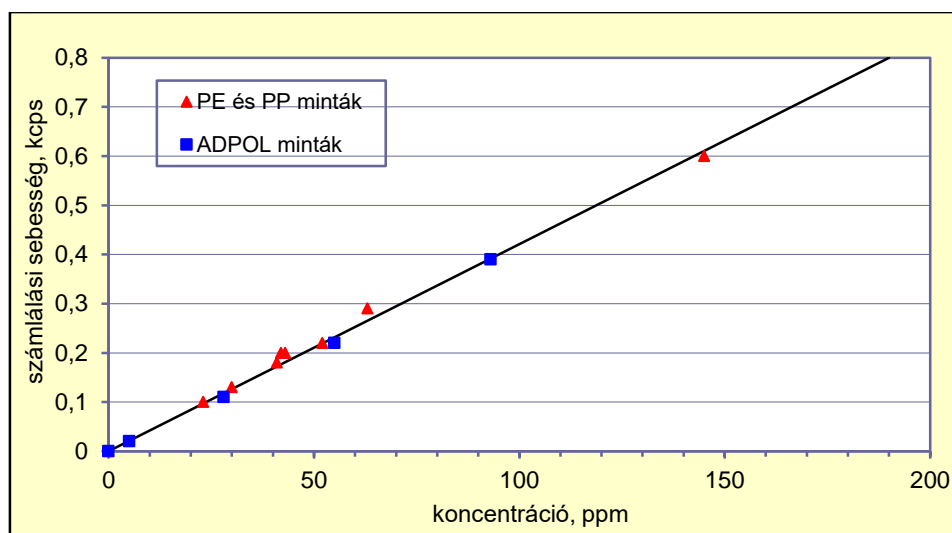
2. ábra Az *Axios max* röntgenfluoreszcenciás spektrométer



3. ábra Kalibrációhoz alkalmazható ADPOL standard mintákat tartalmazó doboz zárt és nyitott állapotban

A Borealis három polietilént és három polipropilént választott ki, amelyekbe különböző koncentrációban keverték be magnéziumot, szilíciumot, foszfort, kalciumot és cinket. A keverékeket a Panalytical cégnél készítették el. A polimer bomlását kizáró paraméterekkel és a tökéletes homogenitás érdekében többször extrudált keverékből granulátumot készítettek, ebből 40 mm átmérőjű és 2 mm vastag korongokat sajtoltak.

Ezekkel és a meglévő ADPOL standardokkal az Axios max berendezésen kalibrációs görbéket vettek fel. A 4. ábrán a foszfort tartalmazó PE és PP minták, továbbá a referenciaminták helye látható. Valamennyi mérési pont ugyanazon a kalibrációs görbén helyezkedett el. A többi elem kalibrálási görbéjén hasonló eredményt kaptak. Az eredményeket az elemek meghatározására alkalmazott alapvető módszerekkel, ICP-MS (inductive coupled plasma mass spectrometry, induktív csatolású plazma-tömegspektrometria) és NNA (neutron activation analysis, neutronaktivációs elemzés) eljárással is ellenőrizték. Statisztikai módszerekkel megállapították, hogy a röntgen-fluoreszcenciás mérések konfidencia-intervalluma a 95%-os tartományba esik.



4. ábra A foszfortartalmú PE és PP minták és az ugyancsak foszfortartalmú ADPOL standardok által kijelölt kalibrálási görbe (kcps = kilociklus/s)

Ezután a Borealis schwehathi minőségvizsgáló laboratóriumába vitték az elkészített mintákat és az ADPOL standardokat, és két-két korongot alsó és felső oldaláról átvilágítva ugyancsak felvették a kalibrációs görbéket. A két cégnél végzett mérések közötti időeltolódásból, a minták gyártásából származó esetleges homogenitásbeli eltérésekből származó szórás a mérési eredményekben nem észleltek. Az új poliolefin-minták teljesen beilleszthetők voltak a korábbi ADPOL minták közé.

Megvizsgálták, hogy milyen mértékben hat a mérések eredményére a minták vastagságtérése. A röntgensugarak a poliolefineken könnyen áthaladnak, behatolási mélységük nagyobb, mint a korongok 2 mm-es vastagsága. Ezért a vastagságtérés befolyásolhatja az áthaladó sugár intenzitását, ezáltal a mért koncentrációt. Megoldást jelenthet több korong egymásra helyezése vagy vastagabb korongok alkalmazása. A kutatók a vastagságtérés mértékének meghatározására nehézfémeket – ez esetben cinket tartalmazó mintákban – mérték a Compton-szórás és az ennek alapján kiszámított Compton-korrektóval ki tudták küszöbölni az eltérésekből származó hibát.

Frank, Ch.: Combined X-ray and optical pellet inspection for the smallest impurity detection during plastic pellet production & processing = *Plastics Engineering*, 71. k. 3. sz. 2015. p. 36–41.

Purity Scanner = www.sikor.net

Mayo, P., Halzl, E., van de Walle, I., Steindl, Th. stb.: Wie viel Additiv ist im Polyolefin? = *Kunststoffe*, 105. k. 1. sz. p. 70–72.

Axios^{max} The ultimate RXF spectrometer = www.panalytical.com/ADPOL.htm

Méréstechnikai újdonságok a Fakuma kiállításon

Göttfert

A Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH (Buchen) egy új folyásindexmérő berendezéssel jelentkezett. Az *mi2* nevű mérőkészüléken a startpozíciót szenzorral állítják be, amivel a mérések reprodukálhatóságát sikerült növelni. A 45-100 mm hosszú választható folyásút manuális beállításánál ugyanis különösen a rövid hosszaknál okoz eltéréseket a kezelőszemélyzet bizonytalansága.

Az *mi2* készülékkel a következő szabványok szerinti mérések végezhetőek el: ISO 1133 b-c módszer, ASTM D1238 B-C(D); az *mi22* készülékkel opcionálisan az ASTM 3364 D módszer.

A készülék manuálisan is működtethető, amikor a szabványok szerinti A módszer alkalmazható.

O. S.

Kunststoffe, 105. k. 9. sz. 2015. p. 81.

Konstruktionsbüro Hein

A Konstruktionsbüro Hein GmbH a simcon céggel (a Cadmould szoftver kidolgozója) együttműködve új módszert fejlesztett ki a műanyag termékek zsugorodásának és vetemedésének előrejelzésére. A *Shrinkage Expert Method* szerint szisztematikusan mérik a zsugorodást és az ebből adódó vetemedést. Kellően nagy számú (5-800) mérési adat birtokában adatbázist állítanak fel, amelyből a vetemedést az alapanyag típusa és a falvastagság függvényében előre meg lehet állapítani.

O. S.

Kunststoffe, 105. k. 9. sz. 2015. p. 81.