

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

2006/I. lapszám

MAGYAR RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATI SZÖVETSÉG



MAROVISZ

*V. Roncsolásmentes
Anyagvizsgáló Konferencia
és Kiállítás
2007. március 6–9.*

EGER
HOTEL FLÓRA****

A rendezvény mottója:

*„Roncsolásmentes vizsgálat a biztonság, megbízhatóság és
kockázat értékelésének a szolgálatában”*

A jövőben a MAROVISZ kiadásában megjelenő

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

válogatást fog közölni a konferenciánkon elhangzottakból

ANYAGOK - MATERIALS

- MEZEY Zoltán, CZIGÁNY Tibor** 2
Azonos irányba rendezett kenderszállakkal erősített kompozitok
Unidirectional composites reinforced by hemp fibre

VIZSGÁLATTECHNIKA - TEST TECHNICS

- KOLTAI László, BORBÉLY Endréné, ERDÉLYI József** 7
Papíripari rostanyagok kolloidkémiai szerkezetének vizsgálata víz közegben színezékrészecskék adszorpciójával
Investigation of colloid chemical structure of the paper industry fibres by a colour particles adsorption method in water medium.
- GOMBOS Zoltán, TÖRÖK Péter, VAS László Mihály** 13
Gélesedési pont meghatározása telítetlen poliészter gyanta exoterm hőeffektusából
Determination of the gelation point from the exoterm heat effect of unsaturated polyester resin.

MŰSZERES ANALITIKA - ANALYSIS WITH INSTRUMENT

- ZÁRAY Gyula, Jürgen HASSLER, Karl SCHWETZ, FLÓRIÁN Károly** 18
Alumínium speciációja szinterelt szilícium-karbidban elektrotermikus mintabeviteli egységet alkalmazó induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriai módszerrel
Speciation of aluminium in silicon carbide by electro-thermal vaporization-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

BESZÁMOLÓK - REPORTS

- LEHOFER Kornél** 21
Munkaülés a biomechanika eszközeiről, eredményeiről
Workshop about the instruments and the results of biomechanics

SZABVÁNYOSÍTÁS - STANDARDISATION

- SZABÓ József** 29
Az európai és a nemzetközi szabványosítás folyamatai
Processes of the European and international standardisation
- Új hazai és nemzetközi szabványok** 32

MÉRFÖLDKÖVEK - MILESTONES

- LEHOFER Kornél** 35
Dr. Pólos László (1927–2005)
Dr. László Pólos (1927–2005)

Azonos irányba rendezett kenderszákkal erősített kompozitok¹

Mezey Zoltán* – Czigány Tibor**

Kulcsszavak: mechanikai vizsgálatok, természetes szálak, kenderszál, egyirányúan erősített kompozit
Keywords: mechanical testing, natural fibres, hemp fibre, unidirectional composites

Summary

Unidirectional composites reinforced by hemp fibre.

Mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites were investigated. 4 mm thick composite rods were made using the open end moulds with the width of 10 and 20 mm; the impregnated, unidirectional arranged hemp slivers were placed into the moulds, and pressed. Fibre content was varied between 10 and 75 percent. Tensile, three-point bending and Charpy-impact tests were carried out on the composites at an ambient temperature measured the tensile and the bending elastic modulus and strengths and the dynamic fracture mechanical properties (tables 1–3 and figures 1–3). Results showed, that hemp fibres are perfectly suitable to reinforce unsaturated polyester resin. By increasing fibre content up to 60 m/m% the mechanical properties improved. Composites having a fibre content higher than 60% showed stagnant or weakening mechanical properties. The reason can be the imperfect wetting, and thus weaker reinforcing effect of the fibres.

Bevezetés

Az egyre jelentősebb környezetszennyezés lelassítása érdekében intenzív kutatómunka irányul a természetes, megújuló anyagok és erőforrások hasznosítására. A széles körben elterjedt üvegszállal természetes szállal történő helyettesítése számtalan előnnyel jár. Pervaiz és Sain [1] kutatásai alapján 1 tonna üvegszállal erősített műanyag előállításához 7,5 t CO₂ kibocsátással jár, míg ugyanennyi természetes szállal erősített műanyag csak 4,5 tonnával terheli a környezetet. Ha a mai autókban található üvegszálal alkatrészek felét természetes szállal erősített cserélnék, akkor egyedül Észak-Amerikában évente több mint 1 millió tonnával csökkenne a gyártásból származó CO₂ kibocsátás. További 2 millió tonna csökkenést eredményezne a természetes szálak kisebb sűrűsége miatti tömegcsökkenésből származó üzemanyag-megtakarítás. Ha figyelembe vesszük a termé-

szetes anyagok lényegesen egyszerűbb újrahasznosításából származó előnyöket is, érthető, miért fordítanak ennyi figyelmet a természetes szálak felhasználhatóságának javítására.

Számos előnyös tulajdonsága mellett a természetes szállalnak hátrányai is vannak, amik korlátozzák a felhasználhatóságukat. Gassan és Bledzki [2] a fő problémát a magas nedvességfelvételben, a rossz beágyazhatóságban, az üvegszálnál kisebb szakítószilárdságban és a nem megfelelő szál/mátrix adhézióban (apoláros mátrixnál) látják. Ugyan a szál/mátrix adhézió különféle kezelésekkkel javítható [3–5], ám ez általában költséges folyamat, és gyakran nem egyeztethető össze a természetes szálak környezetbarát jellegével [6]. Eichhorn és Young [7] hőre lágyuló mátrix helyett epoxigyantát használtak, és azt tapasztalták, hogy a kenderszál és az epoxigyanta között ugyanolyan jó adhézió lehet mindenféle kezelés nélkül, mint az üvegszál/epoxi rendszerekben. Ennek az a magyarázata, hogy poláros duroplaszt mátrix használata esetén kovalens és másodlagos kötések alakulhatnak ki, amik biztosítják a megfelelő adhéziót [8, 9]. A duroplaszt gyantáknak további előnye a termoplasztikus mátrixokkal szemben a relatív egyszerű impregnálás, a jobb mechanikai tulajdonságok és a nagyméretű alkatrészek egyszerű, olcsó gyártása. Egyetlen hátrányként a nehézkes újrahasznosítást szokták emlegetni. Ha a mátrix nem biodegradálható, akkor hiába lebomló a természetes szál, az életciklus végén csak a termikus hasznosítás (elégetés) jöhet szóba, ekkor azonban már ezek a gyanták nem károsabbak a környezetre nézve, mint a hőre lágyuló mátrixok [10].

A természetes szállakat polimerek erősítésére ma még szinte kizárólag rendezetlen szállakból álló paplan formájában használják. Ám ezzel alacsony szálltartalmat, kvázi-izotróp terméktulajdonságokat lehet csak elérni. Elvész az a lehetőség, hogy tudatos tervezéssel, méretezéssel, a szállak terhelésirányú elrendezésével nagy szálltartalmú, kis tömegű termékeket állítsanak elő.

Kutatásainkban az említett okok miatt a teljesen poliészter gyantát választottuk mátrix anyagként. A cikk célja az azonos irányba rendezett (unidirekcionális) kenderszállakkal erősített kompozitok mechanikai jellemzőinek vizsgálata.

¹Közlésre elfogadva 2006. február 21-én.

* PhD hallgató, mezey@pt.bme.hu; ** akadémiai doktor, tanszékvezető, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Polimertechnika Tanszék

Anyagok és módszerek

A kenderszál ázott, nyújtott szalag, amely a Hungarohemp Kenderipari és Logisztikai Rt.-től származik. A mátrix Viopal VUP 4627 BEMT típusú, telítetlen poliésztergyanta (Novia Kft.), amely már tartalmaz 2% kobalt-naftenát gyorsítót. A katalizátor 1,5% metil-etil-ke-ton-peroxid (Butanox M 50) volt.

A próbatestekben az egyirányú szálelrendezés biztosítása érdekében nyitott végű sajtolószerszámokat készítettünk két különböző méretben, egy 10×300 mm-est a hajlító- valamint a Charpy-vizsgálatokhoz, és egy 20×300 mm-est a szakítóvizsgálatokhoz. A gyantával impregnált szálakat párhuzamosan elrendeztük a szerszám nyílásában, felhelyeztük a szerszám felső részét, távtartókkal biztosítottuk a 4 mm-es vastagság elérését, és egy Schwabentan Polystat 300 S laborprésszel 10 bar nyomáson (munkahenger nyomása) tartottuk az anyagot a teljes kikeményedésig. A kompozitok névleges száltartalma 10-től 70 tömegszázalékig (m/m%)

terjed, 10%-os lépésekben. Referenciaként az erősítetlen mátrix anyag szilikon-kaucsuk szerszámban készült.

A próbatestek szélessége és vastagsága, a gyártástechnológia sajátosságai és a poliészter gyantára jellemző zsugorodás miatt, kis mértékben eltért az ideális 4×10, illetve 4×20 mm-es mérettől. Emiatt a száltartalom eltért az elérni kívánt névleges száltartalomtól.

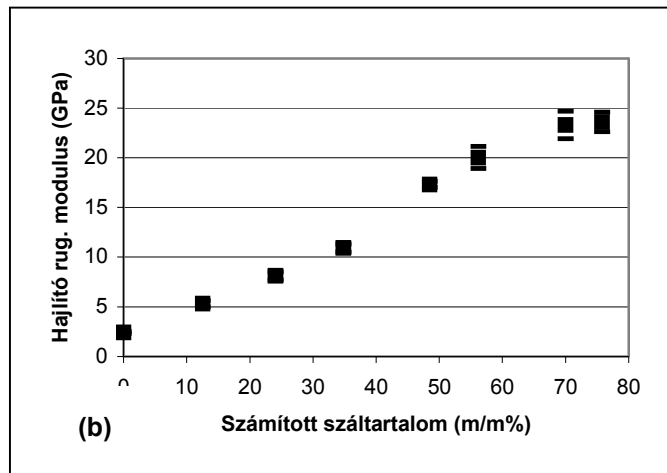
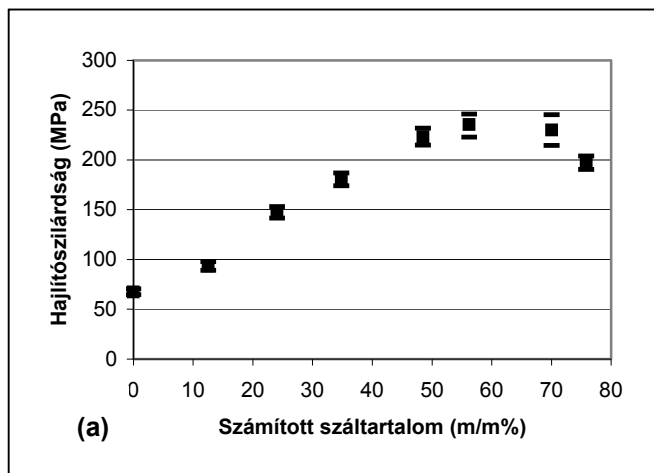
Hárompontos hajlítás

Az ISO 178-as szabvány alapján hárompontos hajlítóvizsgálatokat végeztünk szobahőmérsékleten, normál relatív páratartalom mellett, ahol az alátámasztás a névleges vastagság 16-szorosa, 64 mm volt. A terhelési sebesség 2 mm/perc volt. A vizsgálatok eredményei – a hajlító rugalmassági modulus (E_h) valamint a hajlítószilárdság (σ_h) – az 1. táblázatban és az 1.a,b ábrákon láthatóak.

	Száltartalom, m/m%							
	0	12,5	24,1	34,8	48,5	56,2	70,0	75,8
E_h (GPa)	2,4±0,1	5,3±0,3	8,1±0,4	10,9±0,4	17,3±0,3	20,0±1,1	23,3±1,4	23,6±1,0
σ_h (MPa)	67,4±2,8	93,3±4,3	147,2±5,9	180,3±6,5	223,1±8,5	235,3±10,5	229,9±15,4	197,1±6,7

1. táblázat. Különböző száltartalmú, kenderszállal erősített UP rugalmassági modulusa és hajlítószilárdsága

Table 1: Elastic modulus (E_h) and bending strengths (σ_h) of the UP reinforced by hemp fibres having different fibre content



1. ábra Kenderszállal erősített UP hajlítószilárdsága (a) és rugalmassági modulusa (b) a száltartalom függvényében
Fig. 1: The bending strength (a) and elastic modulus (b) vs. fibre content of the UP reinforced by hemp fibres

A hajlítószilárdság mintegy 55-65 m/m%-os szálarányig lassuló ütemben nő, majd ezen érték fölött csökkenni kezd. A hajlító rugalmassági modulus

értéke a vizsgálat szerint a száltartalommal mindvégig folyamatosan nő, eleinte gyorsuló, majd 40-45 m/m% fölött lassuló ütemben.

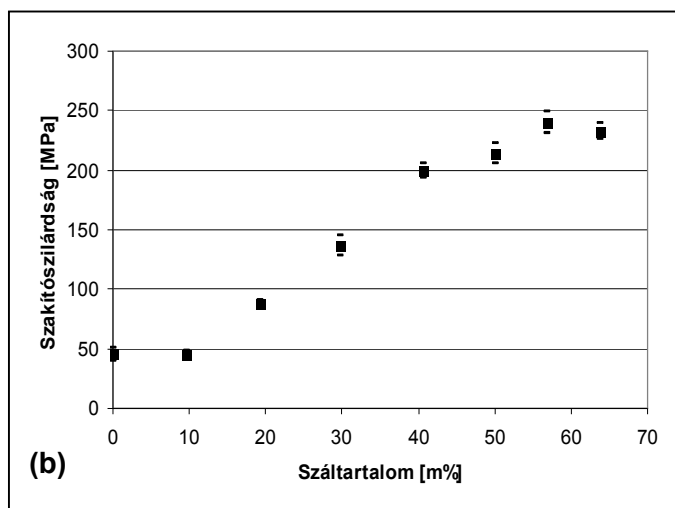
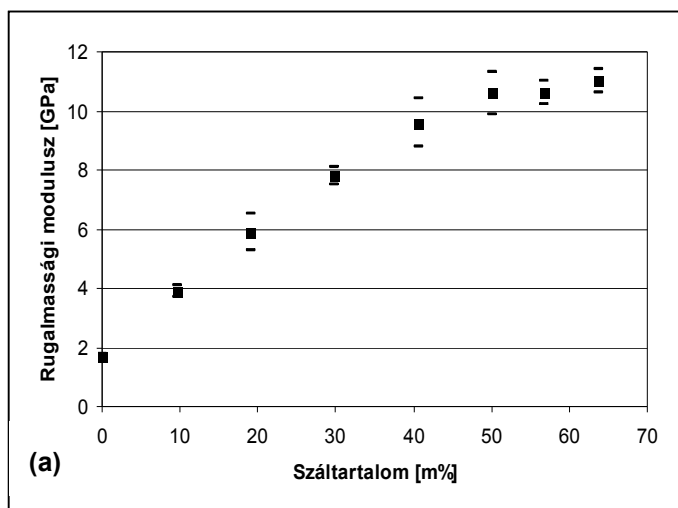
Szakítóvizsgálatok

Szakítóvizsgálatokat végeztünk a 20 mm széles kompozit rudakon az ISO 527-4:1999 szabvány

iránymutatása alapján szobahőmérsékleten, normál páratartalom mellett, 2 mm/perc terhelési sebességnél. A vizsgálatok eredményei – a húzó rugalmassági modulus (E_s) és a szakítószilárdság (σ_s) – a 2. táblázatban és 2. a,b ábrákon láthatóak.

	Szálartalom, m/m%							
	0	9,7	19,2	29,8	40,5	50,0	56,7	63,7
E_s [GPa]	1,7±0,1	3,9±0,2	5,9±0,6	7,8±0,3	9,6±0,8	10,6±0,7	10,6±0,4	11,0±0,4
σ_s [MPa]	45,5±5,2	44,4±3,6	87,8±3,5	136,5±8,2	200,0±6,0	214,3±8,1	240,0±9,2	232,7±7,3

2. táblázat. Különböző szálartalmú, kenderszállal erősített UP szakítószilárdsága és rugalmassági modulusa
Table 2: Elastic modulus (E_s) and tensile strengths (σ_s) of the UP reinforced by hemp fibres having different fibre content



2. ábra. Kenderszállal erősített UP szakítószilárdsága (a) és rugalmassági modulusa (b) a szálartalom függvényében
Fig. 2: The tensile strength (a) and elastic modulus (b) vs. fibre content of the UP reinforced by hemp fibres

A szakítószilárdság és húzó rugalmassági modulus 40 m/m%-os szálartalomig közel lineárisan nő a szálartalommal, de 40 m/m% szálartalomtól a növekedés üteme már csökkenő mindkét mechanikai jellemzőnél. A szakítószilárdság maximuma 55-60 % közötti szálartalomnál található, a rugalmassági modulus maximuma ennél egy kicsit magasabb értéknél – ám 50% fölött már nincs szignifikáns különbség.

Charpy-féle ütve hajlító vizsgálat

Az ISO 179-1:2000 (E) szabvány szerint ütve hajlító vizsgálatokat végeztünk szoba-

hőmérsékleten, normál páratartalomnál, egy oldalon bemetszett, 10×4×64 mm-es próbatesteken. Az alátámasztási távolság 40 mm volt. A 15 J-os kalapáccsal 90°-ról indítva ütöttük meg a próbatesteket, ami 8 J-os energiát, 2,7 m/s-os sebességet jelent.

Meghatároztuk a kritikus feszültségintenzitási tényezőt (K_{IC}), a fajlagos repedésterjesztési erőt (G_C) és a törési szilárdságot (a_{cN}) az (1-5) képletek segítségével [11]:

$$K_{IC} = \sigma_{\max} \cdot Y \cdot a^{1/2} \quad - \quad (1)$$

$$G_C = \frac{E_{\max}}{B \cdot W \cdot \phi} \quad - \quad (2)$$

$$a_{cN} = \frac{E_{teljes}}{B \cdot (W - a)} \quad - \quad (3)$$

$$Y^2 = 3.95 - 15.29\alpha + 89.83\alpha^2 - 210.67\alpha^3 + 224.84\alpha^4 \quad - \quad (4)$$

$$\phi = 4.16 - 60.53\alpha + 447.20\alpha^2 - 1780.07\alpha^3 + 3876.50\alpha^4 - 4345.1\alpha^5 + 1957.95\alpha^6 \quad (5)$$

Ahol:

Y (-) korrekciós faktor, kiszámítása a (4) szerint;
 ϕ (-) energia-kalibrációs faktor, a próbatetek L/W és az $\alpha = a/W$ geometriai méreteitől függ, kiszámítása az (5) szerint;
 $\sigma_{\max}$ (MPa) a maximális feszültség;
 $E_{\max}$ (mJ) az erőmaximumhoz tartozó energia;

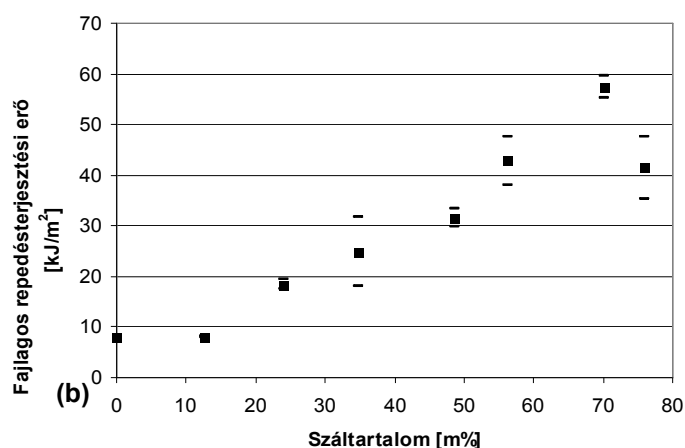
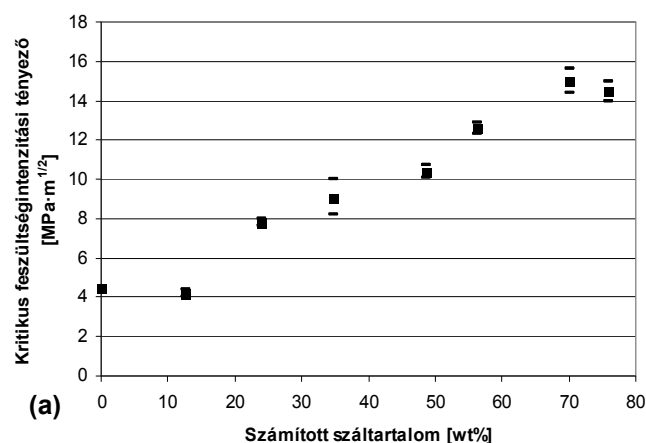
E_{teljes} (mJ) a törési energia;
 B (mm) a próbatest vastagsága;
 W (mm) a próbatest szélessége;
 a (mm) bemetszés hossza.

Az eredmények a 3. táblázatban és a 3. a,b,c ábrákon láthatóak.

	Szál tartalom, m/m%							
	0	12,5	24,1	34,8	48,5	56,2	70,0	75,8
K_{IC} (MPa·m ^{1/2})	4,5±0,9	4,2±0,2	7,8±0,2	9,1±0,9	10,4±0,3	12,6±0,3	15,0±0,6	14,5±0,5
G_C (kJ/m ²)	7,8±0,9	8±0,2	18,4±0,9	24,8±6,8	31,5±1,8	42,8±4,7	57,4±2,1	41,5±6,1
a_{cN} (kJ/m ²)	4,4±0,1	10,7±0,5	19,4±1,2	30,5±1,4	38,7±0,5	45,7±1,8	66,8±4,7	69,2±3,2

3. táblázat. Kenderszállal erősített UP Charpy-féle ütve hajlító vizsgálattal meghatározott dinamikus törésmechanikai jellemzői

Table 3: The dynamic fracture mechanic properties determined by the Charpy impact test of the UP reinforced by hemp fibres having different fibre content



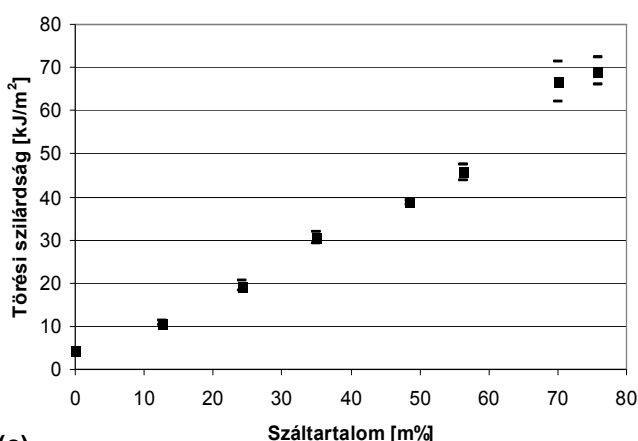
tenzitási tényező és a fajlagos repedésterjesztési erő is csökken. A kompozitok ez utóbbi két jellemzője csak 12,5% szál tartalom felett nagyobb az erősítőten alapanyagénál.

Összegzés

A kenderszállal kitűnő erősítőanyag, amely alkalmas lehet az üvegszáll kiváltására kompozitok számos alkalmazásánál. A kender szilárdsága elmarad ugyan az üvegszáll szilárdságától, ám figyelembe véve, hogy a sűrűsége csak fele az üvegének, a belőle készült kompozit sűrűsége vonatkoztatott szilárdsága már versenyképes az üvegszállas kompozitokkal.

Megfelelő kenderszáll-tartalom esetén 1,2 g/cm³ sűrűséget és 230 MPa körüli szakító- és hajlítószilárdság értékeket mértünk, ami kiemelkedő eredménynek mondható.

Az elvégzett vizsgálatok alapján megállapítható, hogy az általunk használt technológiával készült kompozitok mechanikai jellemzők szempontjából optimális szál tartalma 50-60 m/m%. Ennél nagyobb



3. ábra. Kenderszállal erősített UP kritikus feszültségintenzitási tényezője (a), fajlagos repedésterjesztési ereje (b) és törési szilárdsága (c) a szál tartalom függvényében

Fig. 3: The dynamic stress intensity parameter (a), the specific crack propagation force (b) and the fracture strength (c) vs. fibre content of the UP reinforced by hemp fibres

Az eredmények szerint a szál tartalom növelése a törési szilárdság növekedését eredményezi. Ugyanakkor 70% feletti szál tartalomnál a kritikus feszültségint-

száلتartalom esetén mind a kvázisztatikus, mind a dinamikus szilárdsági jellemzők visszaesnek. A hajlítók és a húzó rugalmassági modulus a száلتartalom növekedésével mindvégig emelkedik, de 50% száلتartalom felett a növekedés lelassul.

A nagy száلتartalmú kompozitok tulajdonságainak romlása a nem megfelelő impregnálás miatt következik be. Ezeknél az anyagoknál már szemmel is megfigyelhetők a száraz, nem kellően átitatott helyek. A természetes szálak nagy nedvességfelvétele miatt az ilyen részek különösen kritikusak lehetnek nedvességnek kitett alkatrészek esetében. A kompozitok nedvességfelvételének vizsgálata és a különböző nedvességtartalmú kompozitok mechanikai vizsgálata

további kutatásokat igényel. Megoldandó feladat továbbá olyan, azonos irányba rendezett természetes szálas előgyártmány készítése, amellyel lehetővé válna nagy száلتartalmú termékek egyszerű, gazdaságos gyártása.

Köszönetnyilvánítás: A kutatást az Országos Tudományos Kutatási Alapprogramok (OTKA K61424) és a Magyar-Kínai Kormányközi Tét együttműködés (Tét CHN-19/04) pályázata támogatta.

Irodalomjegyzék

- [1] M. Pervaiz, M. M. Sain: Carbon storage potential in natural fiber Composites. Resources, Conservation and Recycling 39 (2003) 325-340.
- [2] J. Gassan, A. K. Bledzki: Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxycomposites by alkali treatment of fibres. Composites Science and Technology 59 (1999) 1303-1309.
- [3] S. Wong, R. Shanks, A. Hodzic: Interfacial improvements in poly(3-hydroxybutyrate)-flax fibre composites with hydrogen bonding additives. Composites Science and Technology 64 (2004) 1321-1330.
- [4] X. Yuan, K. Jayaraman, D. Bhattacharyya: Effects of plasma treatment in enhancing the performance of woodfibre-polypropylene composites. Composites: Part A 35 (2004) 1363-1374.
- [5] M. Z. Rong, M. Q. Zhang, Y. Liu, G. Ch. Yang, H. M. Zeng: The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. Composites Science and Technology 61 (2001) 1437-1447.
- [6] D. G. Hepworth, D. M. Bruce, J. F. Vincent, G. Jeronimidis: The manufacture and mechanical testing of thermosetting natural fibre composites. Journal of Materials Science. 35 (2000), 293-298.
- [7] S. J. Eichhorn, R. J. Young: Composite micromechanics of hemp fibres and epoxy resin microdroplets. Composites Science and Technology 64 (2004) 767-772.
- [8] D. G. Hepworth, D. M. Bruce, J. F. V. Vincent, G. Jeronimidis: The manufacture and mechanical testing of thermosetting natural fibre composites. Journal of Materials Science 35 (2000) 293-298.
- [9] S. Mishra, J. B. Naik, Y. P. Patil: The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant-fiber-reinforced novolac composites. Composites Science and Technology 60 (2000) 1729-1735.
- [10] S. Goutianos, T. Eng, M. Skrifvars, T. Peijs: Development of Textile Reinforcements based on Flax Fibers for Structural Composite Applications. Proc. ICCM (2003), San Diego, USA.
- [11] J. G. Williams: Fracture Mechanics of Polymers, Ellis Horwood, New York, (1987), 61-89.

Papíripari rostanyagok kolloidkémiail szerkezetének vizsgálata víz közegben színezékrészecskék adszorpciójával*

Koltai László – Borbély Endréné Dr. – Dr. Erdélyi József**

Kulcsszavak: lucfenyő cellulóz, őrlés, fajlagos felület, metilénkék adszorpció

Keywords: spruce cellulose, beating, specific surface, methylene blue adsorption

Summary

Investigation of colloid chemical structure of the paper industry fibres by a colour particles adsorption method in water medium.

In the course of the laboratory tests surfaces of different grades of spruce cellulose fibres beaten to a different extent and cooked in different way were determined using the molecular methylene blue adsorption method in liquid medium.

It was stated that the higher the freeness is, the bigger the specific surface indicated by the methylene blue adsorption will be (Fig. 6). In the growth of the „methylene blue surface” both the fibre disruptions in the amorphous spaces and the loosening of the fibril bundles composing the fibres do play role, because they increase the accessibility of the surfaces for the methylene blue molecules. Size of the „methylene blue surface” falls in case of the investigated spruce celluloses samples with average freeness (55 SRO) within the range of 20-60 m²/g.

Bevezetés

A papírok egyik legfontosabb alapanyaga a fehéritett és fehéritetlen szulfát és szulfít cellulóz. Az utóbbit – kielégítően kiőrölve – nagy szilárdságú műszaki és csomagolópapírok, az előbbit dobozok felületi rétegeként és igényes papírokhoz használják. A szilárdság és a rugalmasság a papír fontos tulajdonságai, melyeket nagymértékben a papírok rostanyagának összetétele és az egyes cellulózok fizikai, kémiai jellemzői határozzák meg. A papírok permeabilitása szempontjából is rendkívüli fontosságú a felhasználásra kerülő cellulózok rostszerkezetének ismerete.

A papírgyártás során lejátszódó folyamatok megismeréséhez szükséges az őrlés, illetve a szuszpendálás során bekövetkező változások (roströvidítés, fibrilláció) mértékének vizsgálata egzakt fizikai-kémiai módszerekkel.

A cellulózrostok kolloid szerkezetének vizsgálatát célszerű nedves állapotban végezni, mert szárítá-

tás hatására a kolloid szerkezete irreverzibilisen megváltozik. A rostszerkezet változik a feltárás és az őrlés során is. E változások követése lehetséges, ha különböző méretű részecskék a rostra adszorbeált mennyiségét mérjük és a részecskék helyigényének megfelelően kiszámítjuk a különböző felületek (molekuláris, kolloid, durva) nagyságát. E felületek változásával jellemezhetjük a cellulózrost átalakulását. A módszer használhatóságának feltétele, hogy az adszorptívum részecskék a roston monomolekuláris réteget képezzenek [1].

Munkánk során különböző mértékben őrlött, eltérő módon feltárt lucfenyő cellulózrostok különböző rendű felületeinek meghatározásával foglalkoztunk, folyadék közegben végbemenő molekuláris metilénkék adszorpciós módszer alkalmazásával.

Kutatásunk célja az volt, hogy az elméleti kolloidkémiail meggondolások alapján korábban kidolgozott kísérleti módszereket továbbfejlesszük és megvizsgáljuk alkalmazási lehetőségeiket.

A fajlagos felület fogalma és meghatározása

Fajlagos felületen a tömeg- vagy térfogategységre vonatkoztatott összfelületet értjük, mértékegysége: m²/g vagy m²/cm³.

A rostok fajlagos felületének változása befolyásolja a papír szilárdsági tulajdonságait, opacitását, töltőanyag megkötését és egyéb nyomdatechnikai tulajdonságait is. Papíripari szempontból a külső felület számít, mivel ez ad lehetőséget a H-hidak kialakulására, ami a fent említett technológiai paramétereket nagymértékben meghatározza.

Őrlés hatására a fajlagos felület növekedése következik be, mivel a rostokon a primer sejtfal leszakadása után gyorsul a szekunder sejtfal duzzadása, az így felszínre került szekunderfal fibrillálódik, valamint a felszínre került hemicellulózok vízmegkötő képessége látszólagosan növeli a külső felületre jellemző számértéket [2].

A fajlagos felület meghatározásának módszerei:

A cellulózhoz leggyakrabban alkalmazott felületmérési módszerek:

*Közlésre elfogadva 2005. november 25-én.

**Szerzők a Budapesti Műszaki Főiskola, Csomagolás- és Papírtechnológiai Tanszék munkatársai

- geometriai módszer (öröletlen rostoknál, mikroszkópos mérésen alapszik)
- optikai módszer (az áteresztett fény szóródásán alapszik)
- felületi katalitikus módszer, (felületi ezüst koloid katalízise a H_2O_2 bomlásán alapul)
- folyadék áteresztéses módszer, (rost-szűrőágyon átáramlott víz sebességén alapul)
- gázadszorpciós módszer, (BET N_2 által megközelített felület száraz rostonál)
- színezékoldatok adszorpcióján alapuló módszer, (rost felületén adheráló részecskék)

A felsorolt felületvizsgáló módszerek igen gyakran eltérő eredményeket adnak, így a fajlagos felület és a papírtulajdonságok közötti kapcsolat megállapítása nagyon megnehezül [2].

Fajlagos felületvizsgálat adszorpciós módszerekkel

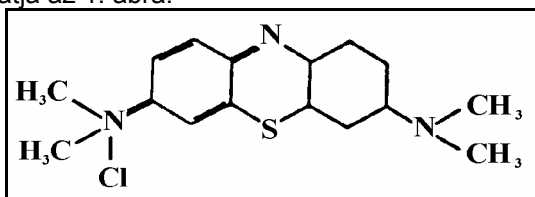
Az adszorpciós folyamatok határfelületen játszódnak le. A koloid részecskék esetén is vannak belső és felületi molekulák, amelyek energiaállapota eltérő, mivel a felületi molekulák szabad erőtere felületi többlet-energiaként jelentkezik.

A fajlagos felület meghatározására alkalmas egyik módszer valamely színezék adszorbeálása a felületen. Az adszorbeált színezék mennyiségéből a felület nagysága kiszámítható. Erre a célra a metilénkék, illetve a kongóvörös színezék alkalmazása terjedt el.

Ha szilárd részecskéket oszlatunk el folyékony közegben és a folyadékokban oldott anyagok vannak, leszoríthatják a felületről az oldószer molekulákat míg maguk a szilárd felületre felhalmozódva a határfelületi energia csökkentését idézik elő. A koncentráció csökkenéséből kiszámítható, hogy mennyivel több oldott anyag van a felületi rétegben ahhoz képest, mintha ott is akkora lenne a töménység, mint az oldat belsejében. Ez a mennyiség az összes felületi többlet. Ezt a többletet a határfelület nagyságára, vagy annak hiányában a szilárd fázis tömegére vonatkoztatjuk. Az így kapott mennyiség a fajlagos adszorbeált mennyiség, melynek jele: mS [2, 3].

Metilénkék adszorpció

A metilénkék a tiazinszínezékek csoportjába tartozik. Alapvegyülete a fentazin és ennek aminoszármazéka. Vizes oldatban a színezékmolekulák kationos formában vannak jelen. Gyorsan felhúzó és erősen megkötő bázisú színezék. A molekula szerkezeti képletét mutatja az 1. ábra.



1. ábra. A metilénkék szerkezeti képlete
Fig. 1 Structure of the methylene blue

A lignin -COOH-csoportjaival, amelyek vizes közegben -COO- anionra disszociálnak, könnyen reakcióba lép. A fehéritetlen vagy lignintartalmú rostokhoz jobban kötődik ionos kötéssel. A metilénkék moláris tömege 302 g/mol. A színezékmolekulák helyigényéből számolva megállapítható, hogy 1 mg metilénkék 1 m^2 felületet mér [1].

A papír fajlagos felülete

A papírt különálló rostok és rosttörmelékek rugalmas hálózata alkotja. A papírt alkotó rostok és a papír tulajdonságai közötti összefüggés megértéséhez tanulmányozni kell a felületi tulajdonságokat. Az egyik ilyen tulajdonság a külső fajlagos felület, mivel bizonyos értelemben ez a tulajdonság hordozza magában azt a lehetőséget, hogy a rostok között másodlagos kötések alakuljanak ki. Nedves állapotban a rostanyag fajlagos felülete közvetlen összefüggésben áll a rostanyag víztelenedési jellegzetességeivel, és a töltőanyag, kötőanyag, műgyanták stb. visszatartásával. A szabad rostok felülete határozza meg a papír sok tulajdonságát, többek között az átlátszatlanságát, a fényvisszaverő képességét, a porozitását és a nyomdafesték tapadását.

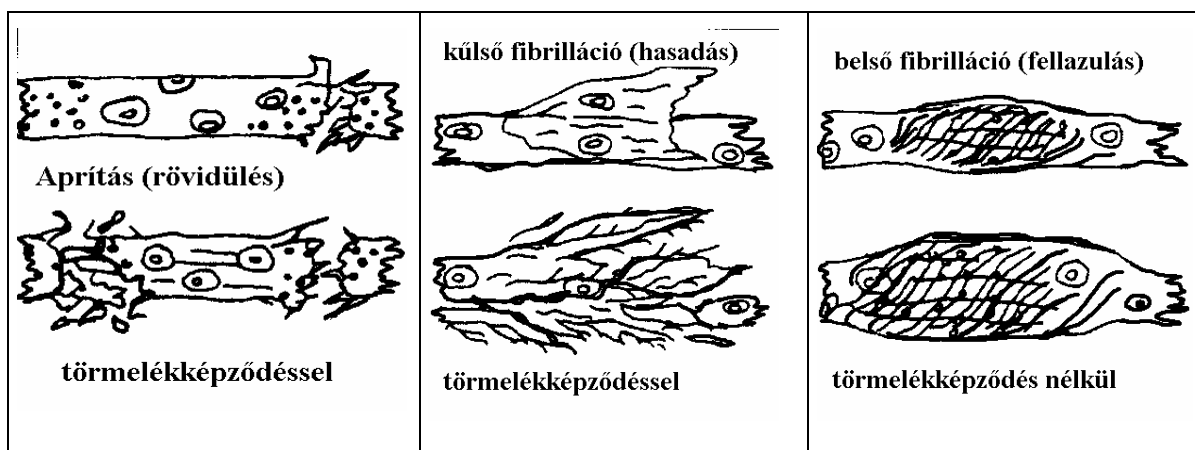
Különbséget kell tennünk a rostok összes fajlagos felülete és külső fajlagos felülete között. Egy porózus anyag külső felületének pontos meghatározása egyáltalán nem könnyű feladat. Olyan felületek vannak, amelyek valójában kétfázisúak. Ismerni kell, hogy a cellulóz-hemicellulóz-lignin komplex körül milyen fázis van, hogy meghatározható legyen melyik hogyan járul hozzá a teljes felülethez.

A papír szilárdsági tulajdonságai szempontjából a rost azon felületei lényegesek, amelyek egymással kapcsolatba léphetnek. Ez a felület befolyásolja a szárítási tulajdonságokat és a töltőanyagok adhézióját is. Ezt a felületet nevezzük külső felületnek [2, 3].

A rostok felületi tulajdonságainak változása őrlés hatására

A papíripari féltermékgyártás rostjai nem alkalmasak arra, hogy belőlük közvetlenül papírt gyártsanak. Legkülső rétegük a primer sejtfal rugalmatlan, fajlagos felülete és duzzadási hajlama korlátozott, így a rostok képlékenysége kicsi, felületük nem optimális a rost-rost kötés kialakulására. Őrléskor a rostokban legalább három folyamat játszódik le: aprítás, külső és belső felületnövekedés.

Tökéletes lapképzés csak helyesen őrlött rostanyagból lehetséges. Az őrlés igen bonyolult folyamat, elsősorban azért, mert a különböző eredetű nyersanyagok eltérő kezelést igényelnek.



2. ábra. A rostokon az őrlés során bekövetkező változások alaptípusainak sematikus ábrázolása
Fig. 2 The basic changing-types of fibres during beating (schematic)

A rosttulajdonságoknak az őrlés során bekövetkező változásai – a papíriparban általánosan használt empirikus mérőszám – a Schopper–Riegler-fok növekedésében tükröződik. A rost őrlési fokát jellemző Schopper–Riegler-fokot elvileg mindazon tényezők befolyásolják, amelyek a rostokból kialakuló vázszerkezetre hatással vannak. Ilyen tényezők:

- a rostok fajlagos felülete,
- a rostok mérete és méreteloszlása,
- a rostok alakja és mikroszerkezete,
- a rostok adhéziója.

Az érintkező felületek méretét a rost hosszának és átmérőjének, illetve falvastagságának viszonya, valamint a rosthosszúság-megoszlás befolyásolja. Az érintkező felületek között létrejövő kötések száma a kémiai összetételtől, valamint a rost felületének morfológiájától függ.

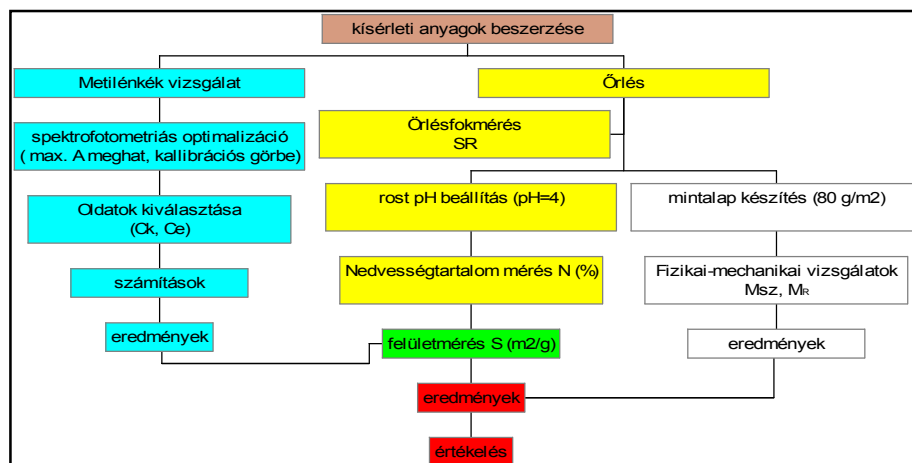
Ezek alapján megállapítható, hogy a rostanyag őrléssel elérhető tulajdonságainak, valamint az őrlésnél fellépő jelenségek és azoknak a lapképzésre és a lap szilárdsági tulajdonságaira kifejtett hatásának megítélésére az érintkező felületek méretét meghatá-

rozó módszerek, valamint kötési pontok száma, a kötés erősségére utaló módszerek a legalkalmasabbak.

Két rost sok ponton történő érintkezésének egyik feltétele, a nagy fajlagos felület. A fajlagos felület mérésével jól jellemezhető az őrlés előrehaladtával a rostok állapota és azoknak a lapképzés során a szilárdsági tulajdonságokra kifejtett hatása.

A papírok rostanyaga fajlagos felületének vizsgálata

A vizsgálatokhoz szükséges anyagok beszerzése után az elvégzendő feladatok alapvetően két részre oszthatók. El kellett végezni a cellulózzrostok őrlését, és elő kellett készíteni a metilénkék vizsgálatot. Az őrlés során a megfelelő őrlésfok elérésénél vett mintákat két részre választottuk. A rostanyag egy részéből 80 g/m²-es lapokat készítettünk a fizikai, mechanikai vizsgálatokhoz, a fennmaradó cellulóz mintákat nedves állapotban előkészítettük a felületvizsgálatra, beállítva a pH értéküket és meghatározva a nedvességtartalmukat. Az adszorpciós vizsgálatot követően összefüggést kerestünk a felületértékek és a rostanyagból készített lapok szilárdsági paraméterek között.

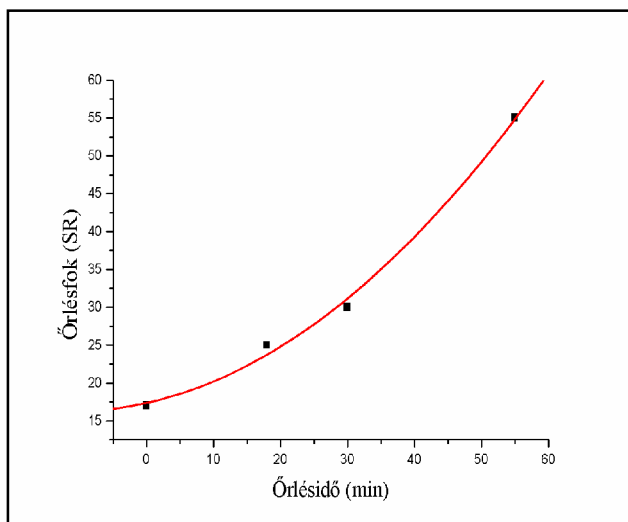


3. ábra. A kísérleti munka fázisai
Fig. 3 Phases of the experimental work

A cellulóz rostok őrlése

A cellulózmintákat laboratóriumi Walley hollandi típusú berendezésben 10, 30, 50, 70 SR^o eléréséig őrlük. A berendezés nagyjából hasonló szerkezeti megoldású, mint az üzemi hollandik. Lényeges eltérés abban van, hogy az őrlőnyomás nem a dobkés, hanem az alapkés emelésével, illetve süllyesztésével változtatható. A dob fordulatszáma 500/perc.

Az őrléshez, a cellulózzrost fajtájától függően, 1-4 g/100 cm³ töménységű szuszpenzió szükséges. Az őrlésfokot a szabványosított módszerrel mértük, az őrlésgörbe minden pontját 3 párhuzamos mérés eredményét átlagolva vettük fel. A változást jól szemlélteti a 4. ábrán a félcellulóz őrlésgörbéje.



4. ábra. A félcellulóz őrlésgörbéje: $f(x) = 17,3461 + 0,1945X + 0,0088X^2$ (Regressziós tényező: $R = 0,9961$)

Fig. 4 Beating curve of the half cellulose

A kívánt őrlésfok elérésekor a mintákból a lapképzéshez és a felületvizsgálathoz szükséges mennyiségű anyagot kivéve, Ernst Hage típusú laboratóriumi lapképző berendezésen víztelenítettük oly mértékben, hogy a szárazanyag tartalmuk 15-20% közötti érték legyen. Végül a nedves rostanyag mintákat vízgőzzáró műanyag (PE) tasakokban légmentesen lezárva majd hűtőszekrénybe téve a felhasználásig + 4 °C-on tároltuk.

Az előírt módon feltárt és kiörölt cellulózzokból az automata lapképző berendezés segítségével 80 g/m²-es lapokat készítettünk.

A mintadarabok kondicionálása után a lapokon végzett szakítószilárdság és repesztőnyomás vizsgálatok eredményeiből meghatároztuk a MF szakítási mutató és az MR repesztési mutató értékét pontonként 5 párhuzamos vizsgálatot végezve.

Az adszorpció mértékének meghatározása

A víztartalmú cellulózzrostok kolloid szerkezetének megállapítására alkalmas vizsgálati módszerek különösen fontosak, hiszen a nedves cellulózzrost megszáradása irreverzibilis szerkezetváltozással jár. Vizs-

gálatunk egyik legfontosabb jellemzője, hogy a módszer víztartalmú rostoknál alkalmazzuk, tehát a kolloid szerkezetet abban az állapotában ismerjük meg, amelyben a vízben szuszpendált rostot felhasználják a papírgyártás során. Munkánkhoz a vízközegben való részecske adszorpció alkalmazását választottuk, adszorptívumként metilénkék színezéket használtunk [3.4].

A metilénkék adszorpció optimalizálása

Az abszorbancia-koncentráció függvény meghatározása

A metilénkékből először, 4-es pH értékű 3 mmol/dm³ koncentrációjú törzsoldatot, majd az oldatból hígítással különböző koncentrációjú oldatsorozatot készítettünk.

A kalibrációs egyenes elkészítése céljából megmértük ezen oldatok abszorbanciáját a $\lambda = 480$ nm-es hullámhosszon a Spektromom 204-es típusú spektrofotométerrel volfram fényforrást használva.

A abszorbancia-koncentráció függvény meghatározásának célja, hogy az ismert koncentrációjú oldatok segítségével, az adszorbeálás utáni ismeretlen koncentrációjú oldatok metilénkék tartalmát meghatározhassuk.

Ez úgy történik, hogy miután az ismert töménységű színezék oldatból bizonyos mennyiségű oldott részecske a rost felületére adszorbeált, szűrés után visszamérjük a szűrletben a maradék színezék mennyiségét. Ehhez a szűrlet abszorbancia értékének megmérése után az abszorbancia-koncentráció függvény segítségével számítható a töménység. A két koncentráció különbségéből számítható a metilénkék molekulák maximálisan adszorbeálódott hányada, és ezzel megközelítőleg meghatározható a rost fajlagos felülete.

Felmerülhet a kérdés, hogy miért a 480 nm-es hullámhosszon fotometráltunk, és miért nem az oldat fényelnyelési maximumán? A válasz a mérési módszer pontosságával és a vizsgálat során elkövethető hibák számának minimalizálásával hozható összefüggésbe. A módszer fejlesztése során a gyakorlat azt mutatta, hogy a legnagyobb lehetőség a hibák elkövetésére az adszorpció utáni szűrletek visszamérésénél volt. A metilénkék oldat fényelnyelési maximuma a $\lambda = 655$ nm körüli értéknél található, azonban ezen a hullámhosszon az oldatok fotometrálása csak igen nagy hígítással oldható meg. Egyes esetekben az oldatok töménysége miatt akár 100-szoros hígítást is alkalmazni kell ahhoz, hogy azok a spektrofotométerrel mérhetőek legyenek – és ekkor van a legnagyobb esélye a koncentrációk és végső soron a fajlagos felület értékeinek torzulására.

Ezért, ha a kisebb hullámhosszon végezzük a mérést, nagyobb koncentrációjú oldatokat kisebb hígítással is meg lehet határozni. Igaz ugyan, hogy nem a maximumon végzzük a mérést, de összességében kisebb hibát követünk el, mintha az oldatokat nagy arányban kellene hígítani.

A minták pH értékének beállítása

A kolloid rendszerek stabilitása szempontjából fontos volt a minták pH értékének beállítása is. A vizsgált cellulózrostok Zéta-potenciálja pH = 4 értéknél negatív előjelű. Kationos és anionos színezékszuszpendióval megállapított izoelektromos pontjaik pH = 2.90 – 3.05 közé estek.

Így a feltárás után a cellulózokat a vízzel átmostuk, majd ~0.01 mol/l koncentrációjú HCl- illetve NaOH-oldattal 3.9 – 4.1 pH értéket állítottunk be.

A maximális koncentrációjú metilénkék oldat kiválasztása

Közepes őrlésfokú minták különböző koncentrációjú metilénkék oldatokkal való vizsgálatára azért van szükség, mert a rost egy adott töménység fölött már nem „vesz” fel több festékmolekulát és fontos az is, hogy az adszorpció lejátszódása után a szűrlet a kalibrációs görbének megfelelő tartományába essen. Cél szerű ezt a kezdeti és egyensúlyi koncentrációt megkeresni és a többi, más őrlésfokú mintát ezzel vizsgálni.

A kívánt koncentráció megállapításában segít, ha meghatározzuk az adszorbeált mennyiséget (m^σ -t) az alábbi képlet segítségével és ábrázoljuk az egyensúlyi (C_e) valamint a kezdeti koncentráció (C_k) függvényében.

$$m^\sigma = V \cdot (C_k - C_e) \cdot \frac{1000}{m}$$

ahol

- V : a térfogat (cm^3)

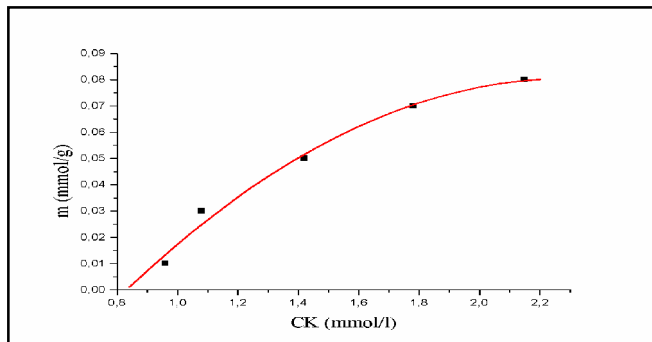
- C_k : a metilénkék kezdeti koncentrációja az adszorbeálódás kezdetekor (mmol/dm^3)

- C_e : egyensúlyi koncentráció, a mért abszorbancia értékéből a kalibrációs függvény alapján számítva, az értéke és a hígításnak megfelelő számított érték (mmol/dm^3)

- m : a cellulóz abszolút száraz tömeg (g)

- m^σ : adszorbeált mennyiség (mmol/g)

A görbének azt a szakaszát keressük ahol, a C_e és C_k minimum 50%-os növekedése az m^σ legfeljebb 10%-os növekedését vonja maga után, így határozható meg a telítettség, ami azt jelenti, hogy az oldatból már csak kis hányad 20-30 % oldott anyag (metilénkék) adszorbeálódik, (5. ábra) a többi oldatban marad.



5. ábra. Az adszorbeált mennyiség változása a kezdeti koncentráció függvényében közepes őrlésfokú mintánál (Regressziós tényező: $R=0,9725$)

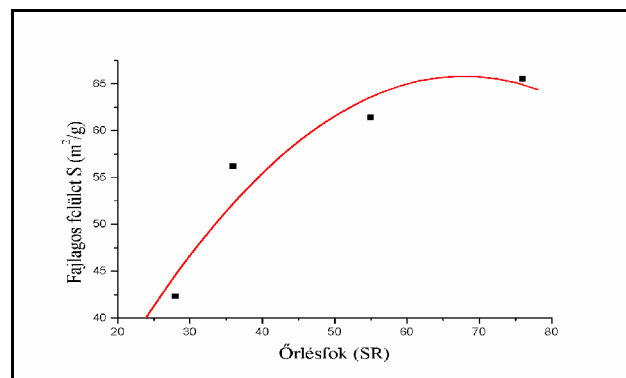
Fig. 5 The adsorbed quantity vs. initial concentration for the sample with average freeness

Különböző őrlésfokú lucfenyő cellulóz minták metilénkék adszorpciója

Az előkészítő műveletek után a különböző őrlésfokú lucfenyő cellulóz mintákat az előírásnak megfelelő nedves állapotban, lombikban színezékkoldatba szuszpendáltuk, majd az adszorpció lejátszódásához a szuszpenziót 24 órán keresztül állni hagytuk.

Az egyensúly beállta után az elegyet leszűrűtük. A szűrletekből 2,0 ml-t pipettáztunk ki és pH = 7 értékű desztillált vízzel a spektrofotométer mérési tartományának megfelelően hígítottuk, majd $\lambda = 480 \text{ nm}$ -en fotometráltuk. Őrlésfokonként 5 párhuzamos mérést végeztünk, és az eredményeket átlagoltuk.

A vizsgálatoknál olyan tendencia volt megfigyelhető, ami azt mutatja, hogy az adszorbeált metilénkék mennyisége és így a cellulóz fajlagos felülete növekszik az őrlésfok előrehaladtával. (6. ábra). Az ordinátán az adszorbeált mennyiségből számított fajlagos felület (S), az abszcisszán az őrlésfok van feltüntetve. A fajlagos felület értéke a szakirodalmi adatok felhasználásával az adszorbeált metilénkék mennyiségéből számítható annak figyelembevételével, hogy egy mg színezék monomolekuláris rétege 1 m^2 felületet mér.



6. ábra. A fajlagos felület változása az őrlésfok függvényében: $f(x) = 4,26 + 1,81X - 0,0133X^2$ (regressziós tényező $R: 0,9152$)

Fig. 6 Specific surface (S) vs. freeness of SR°

Jól látható, hogy a görbe kezdeti szakaszán a növekedés mértéke eltér a 30-40 SR° feletti növekedési ütemtől. Ennek oka lehet az őrlés során lejátszódó igen összetett és bonyolult folyamatok eltérő mértéke. Valószínűsíthető, hogy kezdetben a belső fibrilláció és a primer sejttal felszakadása nagyobb mértékben hozzáférhető felületet ad a kis méretű metilénkék molekulák számára, mint a lapszerkezet kialakításához szükséges, H-kötések kialakulásához elengedhetetlen rost-rost felületeknek.

A 6. ábra görbéje Microcal Origin számítógépes program segítségével készült. A mért értékek ábrázolása után a program másod- vagy harmadfokú polinomot interpolál. Az így meghatározott függvények további kutatásokban lehetőséget adnak az őrlés során bekövetkező felületi és szilárdsági paraméter változások közötti egzakt kapcsolat vagy korreláció meghatározására.

Összegzés

Általánosságban a papírok mechanikai tulajdonságait az alkalmazott rostanyag összetétele, az őrlés körülményei és az egyes cellulózok fizikai, kémiai jellemzői határozzák meg. Ezen tényezőket a fajlagos felület segítségével jellemezhetjük. Fajlagos felület alatt a tömeg- vagy térfogategységre vonatkoztatott összfelületet értjük. Mértékegysége ennek megfelelően m^2/g vagy m^2/cm^3 . A fajlagos felület befolyásolja a papír szilárdsági tulajdonságait, opacitását, töltőanyag megkötését és egyéb nyomda-technikai tulajdonságait is.

Laboratóriumi munkánk során különböző mértékben őrlött, eltérő módon feltárt lucfenyő cellulózrostok különböző rendű felületeinek meghatározását vé-

geztük folyadék közegben végbemenő molekuláris metilénkék adszorpció módszer alkalmazásával.

Megállapítottuk, hogy az őrlési fok növekedésével nő a metilénkék adszorpciójával jelzett fajlagos felület nagysága. A "metilénkék-felület" növekedésében mind az amorf helyeken bekövetkező rotszakadásnak, mind a rostokat felépítő fibrillakötegek fellazulásának szerepe van, mert növelik a metilénkék molekulák számára a felületek hozzáférhetőségét [1, 3].

A vizsgált lucfenyő cellulózok közepes őrlési fokhoz (55 SR^0) tartozó "metilénkék-felülete" $20\text{-}60 \text{ m}^2/\text{g}$.

Irodalomjegyzék

1. Rohrsetzer S. et al: Cellulózrostok kolloidkémiai szerkezete I. Magyar Kémiai Folyóirat, **105** évf. 1999. 3. sz.
2. Koltai L.- Majsai K.- G. Héring J.: Csomagolóipari papírok rostanyagának összehasonlító fajlagos és mechanikai tulajdonság vizsgálata, Papíripar, 2004. 5. sz.
3. R. W. Emerton : A rost fajlagos felülete – néhány elméleti megállapítás Pulp and Paper Magazine of Canada, 1955. **56.** évf. 2. sz.
4. Rohrsetzer Sándor : Kolloidika, Tankönyvkiadó, Budapest 1991

Gélesedési pont meghatározása telítetlen poliészter gyanta exoterm hőeffektusából¹

Gombos Zoltán* – Török Péter** – Vas László Mihály***

Kulcsszavak: telítetlen poliészter gyanta, gélesedési pont, térhálósodás különböző hőmérsékleteken
Keywords: unsaturated polyester resin, gelation point, curing at different temperatures

Summary

Determination of the gelation point from the exotherm heat effect of unsaturated polyester resin. The exotherm heat effect of unsaturated polyester resin during cross-linking reaction at different temperatures (between 10 and 60 °C) was examined in this paper. The gelation point was determined by three different methods: from the inflexion point curve of heat effect (Fig. 1–2), from the viscosity (Fig. 3) and from the intersection of storage (G') and loss (G'') modulus (Fig. 4). The first two methods over estimated the gelation, while the third method give us a good estimation for the minor change of resin flow.

Bevezetés

A hőre keményedő műgyanták nagy csoportját alkotják a telítetlen poliészterek. Alacsony árfekvésükhöz társuló kedvező mechanikai tulajdonságaiknak köszönhetően széles körben alkalmazzák kompozit szerkezetek előállítására. A bennük lévő jelentős mennyiségű sztirol inicializálása után annak exoterm reakciójával alakulnak ki az anyagban a térhálókötések. A reakció beindításához általában katalizátor segítségével szükséges [1, 2, 3], de különböző dózisu elektron besugárzás is alkalmazható [4]. Méréseink során a gyanta hőeffektusa és a reakció ellenőrzése miatt fontos gélesedési pont között kerestünk összefüggést.

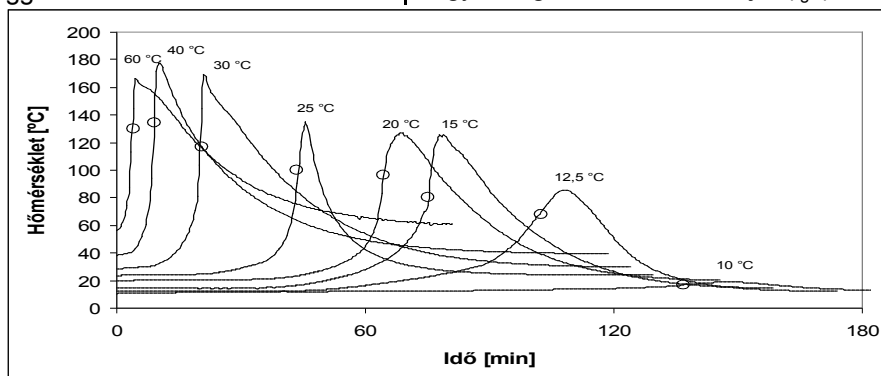
A gélesedési pont meghatározása

A gyanták az ún. gélesedési pont beállta előtt dolgozhatók fel, amikor azok folyóképessége megfelelő határok közt van. Ezt az intervallumot több módszer segítségével határozhatjuk meg. Mi a szakirodalomból vett elvek alapján három egymástól független mérési eredményből határoztuk meg a gyanta gélesedési idejét különböző hőmérsékleteken.

Méréseinkhez VIAPAL VUP 4627 BEMT/56 típusú telítetlen poliészter gyantát használtunk, melyet minden esetben 1,5 % BUTANOX M50 típusú metiletilketon-peroxid katalizátorral iniciáltunk. A vizsgálatokat 10 és 60 °C közti hőmérsékleteken végeztük el.

Az exoterm hőeffektus mérése

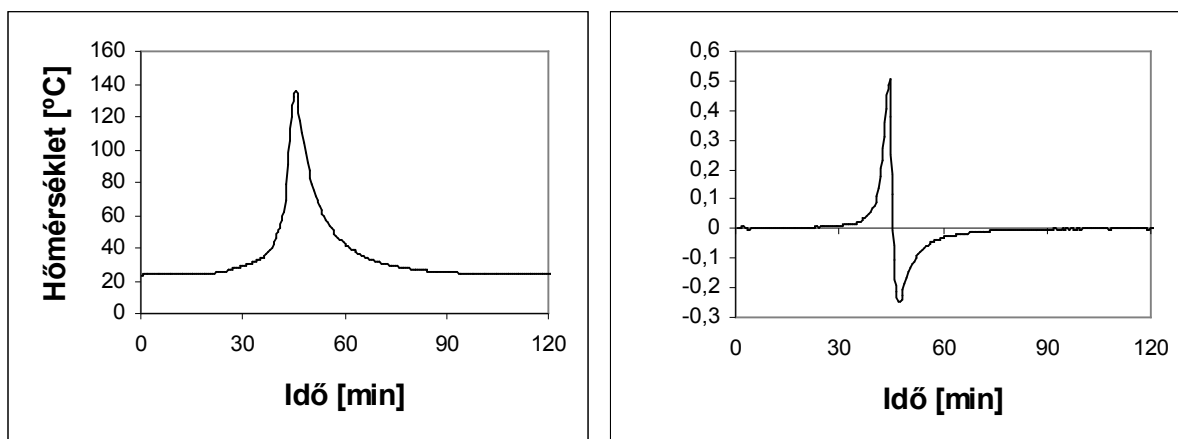
A telítetlen poliészter (UP) gyanta alapanyagának láncreakciója exoterm reakció-jelleget mutat. Az iniciátor bekeverésével a gyanta oligomer-monomer oldatából a térhálósodáshoz vezető polimerizációs láncreakció rövid várakozási idő után hevesen elindul, és néhány percen belül majdnem teljesen végbe is megy. Ezalatt a rendszerek akár 120 °C hőmérséklet-emelkedést is mutatnak [1]. A gyanta exoterm hőeffektusát hőkamrában réz-konstantán termoelem segítségével rögzítettük (1. ábra). A görbéket deriválva határoztuk meg azok inflexió pontját (2. ábra), mely a gyanta gélesedésének idejét (t_{gel}) mutatja.



1. ábra. Vizsgált UP gyanta térhálósodása közben lezajló exoterm hőeffektus különböző hőmérsékleteken
Fig. 1: The exotherm heat effect of the tested UP resin during its curing at different temperatures

¹Közlésre elfogadva 2006. március 1.

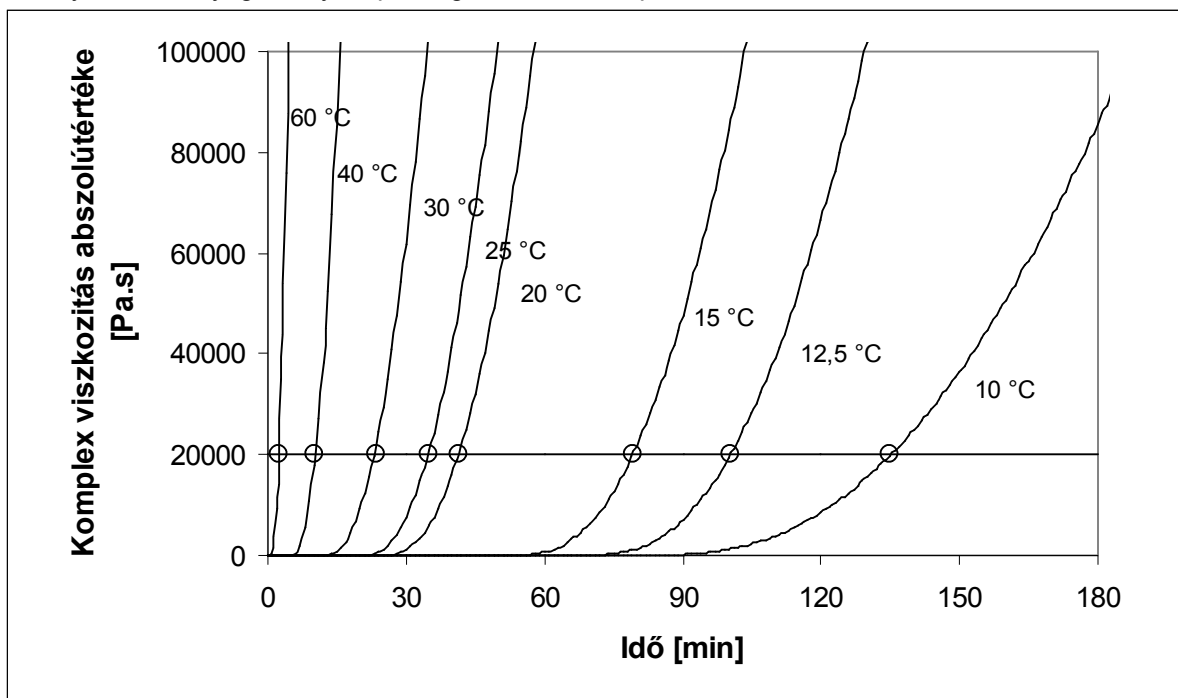
*PhD hallgató, ** egyetemi hallgató, *** egyetemi docens, Polimertechnika Tanszék, BME



2. ábra. 25 °C-os gyanta exoterm hőeffektusa és annak deriváltja
Fig. 2: The exotherm heat effect of resin being at 25 °C and its derivative

A viszkozitás mérése

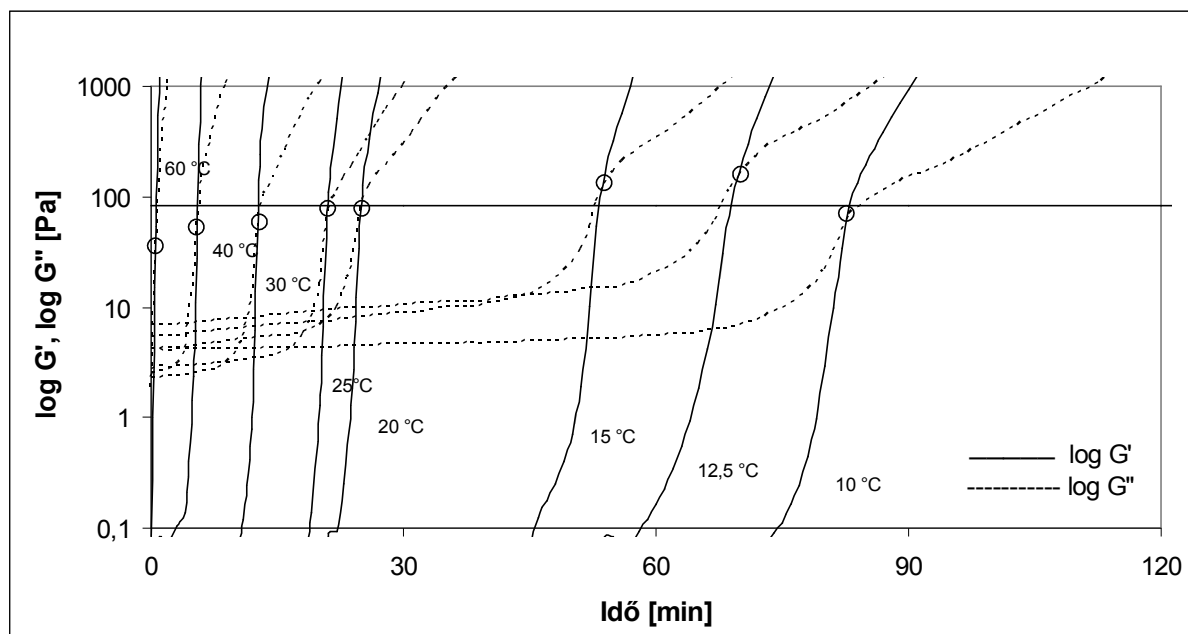
A gélesedési pont egy adott viszkozitási érték felett jelentkezik. Mi ezt az értéket inicializált gyanta folyóképességének csökkenése során határoztuk meg. A gyanta viszkozitását AR2000 típusú rotációs rheométer segítségével mértük meg. Minden esetben 100 g inicializált telítetlen poliészter gyantából vettünk mintát a vizsgálathoz. A mérés eredményeit a 3. ábra szemlélteti, bejelölve az általunk megválasztott 20 000 Pa.s értékű viszkozitást, amelytől már lényeges folyóképesség csökkenést tapasztaltunk.



3. ábra. Vizsgált UP gyanta viszkozitásának változása térhálósodása közben különböző hőmérsékleteken
Fig. 3: The viscosity changing during curing of the tested UP resin at a different temperatures

A nyíró modulus mérése

A szakirodalom szerint [5, 6] a gélesedési pont a térhálósodási reakció során létrejövő tárolási (G') és veszteségi (G'') modulus metszéspontjában található. Ez a felismerés onnan ered, hogy alacsonyabb viszkozitás mellett $G'' < G'$ ezért a gélesedés során tapasztalható G' dinamikus növekedése alatt G'' -ot elmozdítja. A 4. ábra ezeket a metszéspontokat mutatja.

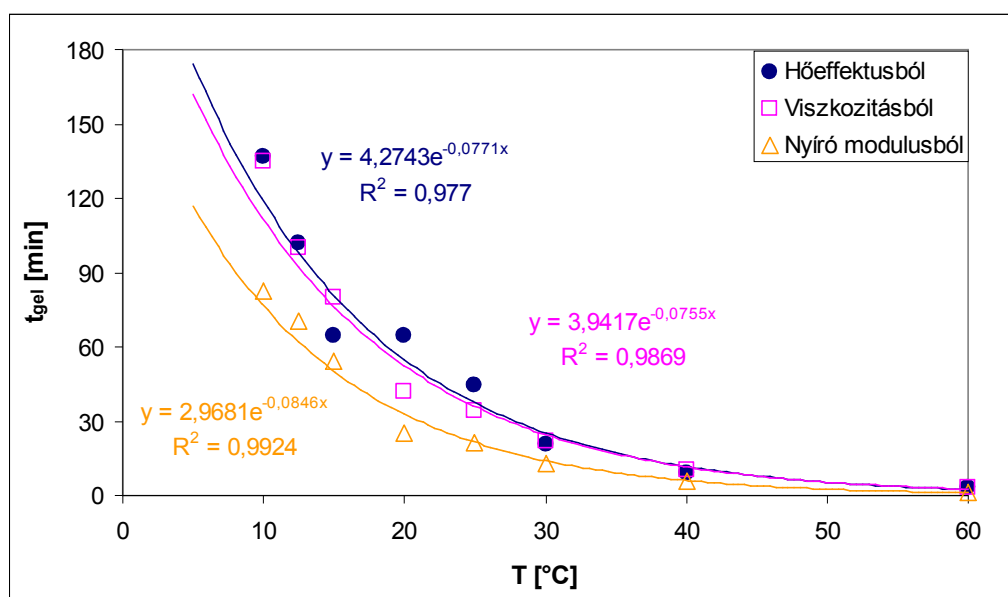


4. ábra. Vizsgált UP gyanta térhálósodása közbeni tárolási (G') és veszteségi (G'') modulusok metszéspontja különböző hőmérsékleteken

Fig. 4: The intersection of storage (G') and loss (G'') modulus during curing of the tested UP resin at a different temperatures

A mérési eredmények kiértékelése

A különböző módokon meghatározott gélesedési időket az 5. ábra szemlélteti, ahol jól látható azok exponenciális jellege. Növekvő hőmérséklet esetén a gélesedési idő exponenciálisan csökkenő tendenciát mutat. A hőeffektusból és viszkozitás meghatározásból adódó gélesedési idők nagyobbak voltak, mint a nyíró modulusból számoltak.



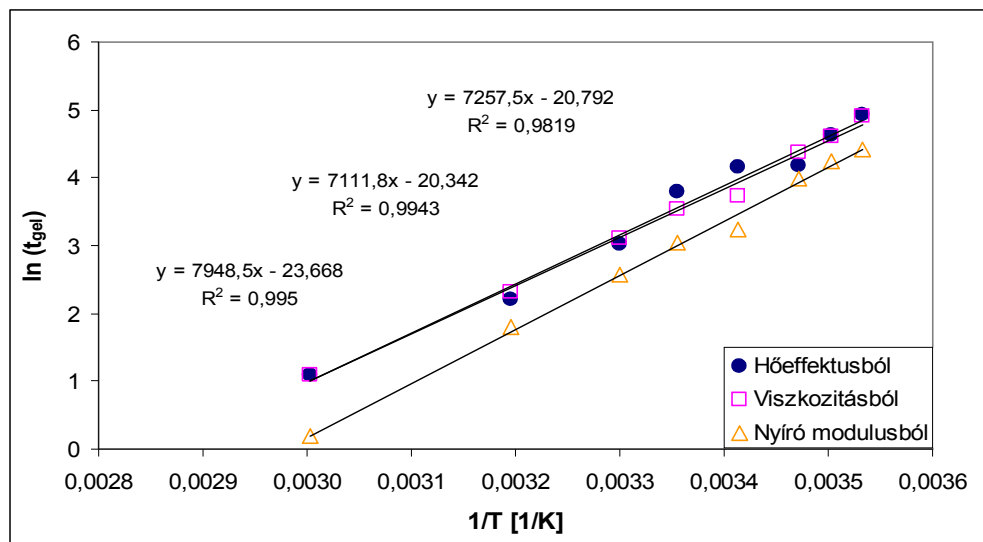
5. ábra. Gélesedési idők különböző módszerekből meghatározva növekvő hőmérséklet esetén

Fig. 5: The gelation time determined by different methods vs. temperature

A gélesedési időkből az Arrhenius-egyenlet [1, 7] segítségével meghatározható a folyamat aktiválási energiája:

$$k = A \cdot e^{\frac{-E}{RT}} \quad (1)$$

ahol k sebességi állandó, A frekvenciafaktor, E aktiválási energia, R univerzális gázállandó (8,3142 J/mol.K) T pedig az abszolút hőmérséklet. Esetünkben az aktiválási energia 59-66 kJ/mol közti értékre adódott a 6. ábra meredeksége alapján.

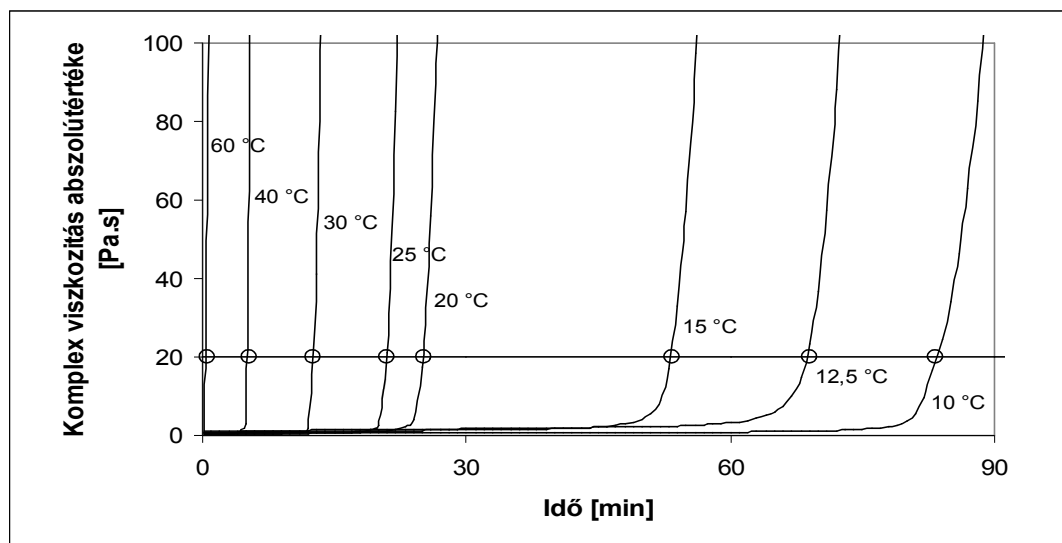


6. ábra. Gélesedés aktiválási energiájának meghatározása
Fig. 6: Determination of the activation energy of the gelation

A 4. ábrán feltüntetett átlagos nyíró modulus értékből a (2) egyenlet segítségével számítható a komplex viszkozitási tényező abszolút értéke, amelynek eredményét a 7. ábra mutatja 20 Pa.s viszkozitási érték mellett.

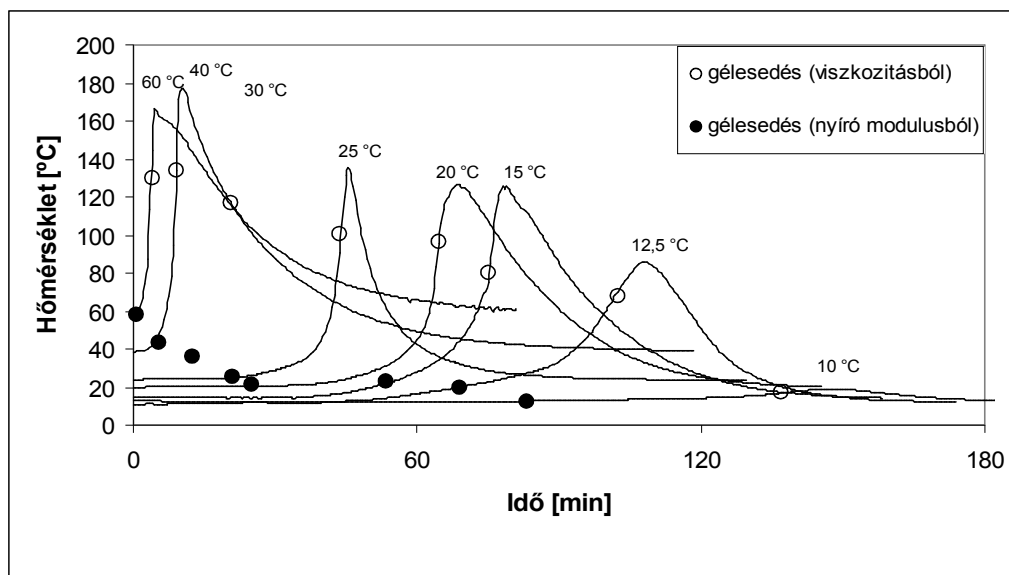
$$|\eta^*| = \frac{|G^*|}{\omega} = \frac{\sqrt{(G')^2 + (G'')^2}}{\omega} \quad (2)$$

ahol η^* a komplex viszkozitási tényező, ω az alkalmazott szögelfordulás ($\omega = 6,284$ rad/s), G^* a komplex nyíró modulus, míg G' tárolási, G'' veszteségi modulus ($G' = G'' = 82,1$ Pa).



7. ábra. Gélesedéshez tartozó idők 20 Pa.s viszkozitás értéknél
Fig. 7: The times to gelation at the viscosity of 20 Pa.s

A 8. ábrán az exoterm hőeffektusokon feltüntettük mind a nyíró modulusok metszéséből adódó (minimum) mind az általunk választott viszkozitásból adódó gélesedési időket (maximum). A gélesedés szobahőmérséklet közelében (15, 20, 25, 30 °C) 5%-os hőmérséklet-növekedés után kezdődik és általában 20%-os növekedés után gyorsul rohamosan a reakció. A gélesedés nagyobb hőmérsékleteken (40, 60 °C) már a folyamat elején gyorsan lejártszódik, viszont kisebb hőmérsékleteken, főleg 10 °C-on a reakció lassú és nem kíséri nagymértékű hőmérséklet-emelkedés.



8. ábra. Gélesedési idő tartomány
Fig. 8: The range of gelation time

Következtetések

A mérések eredményeként azt tapasztaltuk, hogy a gélesedési időre a nyíró modulus módszer szigorúbb becslést ad, azaz az így számolt érték alsó határnak, míg a hőeffektus inflexiós pontjából meghatározott érték a gélesedési pont felső határértékének tekinthető. Az exoterm hőeffektus során 5%-os hőmérséklet-növekedés már a gélesedés kezdeti szakaszára szolgáltat megfelelő értékeket. Ez a vizsgált hőmérsékletek mindegyikére jó becslést ad a feldolgozás során. A gélesedési folyamat hőmérsékletfüggését az Arrhenius-egyenlet írja le és segítségével meghatározható a folyamat aktiválási energiája, mivel a gélesedés ideje arányos a reakciósebességgel.

Köszönetnyilvánítás: A cikk az OTKA T049069 pályázat segítségével valósult meg.

Irodalom

- [1] Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai, Műegyetem Kiadó, Budapest, 2000.
- [2] Műanyagipari Tervezési Segédlet: Telítetlen poliésztergyanták. 1. Általános rész [37-38. sorszámu, A2.5 kódszámu rész (1971. július)]
- [3] Sárközi Z.: Műszaki táblázatok és képletek, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1977.
- [4] Czvikovszky T.: A fa és a műanyagok társított /kompozit/ rendszereinek kémiája és technológiája, Doktori disszertáció, Műanyagipari Kutató Intézet, Budapest, 1987.
- [5] Kjøniksen, A. L., Nyström B.: Effects of polymer concentration and cross-linking density on rheology of chemically cross-linked poly(vinyl alcohol) near the gelation threshold; *Macromolecules*, 1996, Vol. 29, 5215–5222
- [6] Nijenhuis, K. Te., Winter H.H.: Mechanical properties at the gel point of a crystallizing poly(vinyl chloride) solution. *Macromolecules*, 1989, Vol. 22, 411–414
- [7] Lin H. L., Yu T. L.: Time-temperature transformation of free-volume profile for the curing reaction of unsaturated polyester resin; *Polymer*, 1996, Vol. 37, No. 4, 581-586

Alumínium speciációja szinterelt szilícium-karbidban elektrotermikus mintabeviteli egységet alkalmazó induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriai módszerrel*

Záray Gyula^{1,2} – Jürgen Hassler³ – Karl Schwetz³ – Flórián Károly⁴

Kulcsszavak: speciáció, alumínium, szilícium-karbid, ETV-ICP-AES

Keywords: speciation, aluminum, silicon carbide, ETV-ICP-AES

Summary

Speciation of aluminium in silicon carbide by electrothermal vaporization-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

1. An electrothermal vaporization-inductively coupled atomic spectrometric (ETV-ICP-AES) method was developed for rapid determination of binder and lattice-phase aluminum in liquid-phase sintered silicon carbide (LPS-SiC) materials in concentration range of 0.1-2.0%.

2. By means of thermal fractionation, the binder and the lattice phase aluminum were evaporated from the solid samples in the temperature ranges of 1250-2000 and 2000-2450°C, respectively (Table 1).

3. Due to the decomposition of silicon carbide matrix above 2000 °C, a strong matrix effect was observed, which resulted in different sensitivities for determination of the binder and the lattice phase Al. Thus, two calibration curves were needed (Fig. 3).

4. The time demand of the ETV-ICP-AES method was about 90 minutes; meanwhile that of the conventional wet chemical methods amounted to 16h.

5. The deviation registered in the results obtained with the ETV-ICP-AES and wet chemical ICP-AES methods were between 13 and 20% (Table 3).

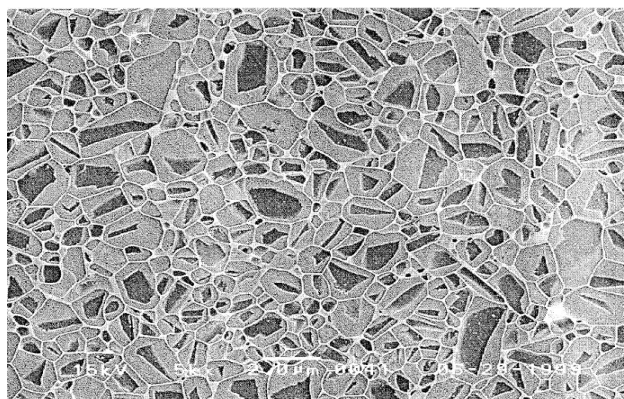
Bevezetés

A szinterelés során folyadékfázissal kötött szilícium-karbid (LPS-SiC) nagy sűrűségű kerámiaanyag, amely több mint 95%-ban SiC-ot tartalmaz és olyan adalékokat, mint például $Y_3Al_5O_{12}$, AlN vagy Al_2O_3 [1, 2]. A szinterelés folyamán körülbelül 1900 °C-on ezek az adalékanyagok a SiC-szemcsék felületén lévő SiO_2 -dal reagálva folyadékfázist képeznek, amelyben a kisebb méretű SiC-szemcsék feloldódnak. Egyidejűleg kristályosodási folyamat indul meg, amelynek során a (Si, Al) (C, N, O) elemek részvételével vegyes kristályok (szilárd oldat) képződnek a nagyobb méretű SiC-szemcsék felületén. Ezeknek a folyamatoknak köszönhetően, a szinterelést követően a SiC-részecskék

héj/mag szerkezetet képeznek, amelyet az 1. ábra szemléltet [3]. Az ábrából látható, hogy az elsődleges SiC-részecskéket szilárdoldat-réteg vonja be a széléken. A SiC kristályszerkezetbe beágyazódott alumínium koncentrációja 0,3 - 0,8 % [4, 5].

Az $Y_3Al_5O_{12}$ alkalmazásával készült LPS-SiC-minták esetében forró sósavas extrakciós eljárást alkalmazva megállapították, hogy az ittrium teljes mennyisége a savban oldható kötőfázisban marad, azonban az alumínium jelentős része oldhatatlanná válik, mivel beépül a SiC kristályszerkezetébe [6]. Tekintettel arra, hogy az LPS-SiC fizikai tulajdonságait (pl. keménység, elektromos vezetőképesség) a SiC kristályrácsba beépült Al mennyisége jelentősen befolyásolja, szükségessé vált egy gyors és megbízható analitikai módszer kidolgozása, amely lehetővé teszi a kötőfázisban lévő és SiC kristályrácsba beépült Al koncentrációjának a meghatározását.

Figyelembe véve korábbi tapasztalatainkat [7], amely szerint SiC-mátrixból a nem kötött szilícium szelektíven elpárologtatható elektrotermikus elpárologtatást (ETV) alkalmazva, elhatároztuk, hogy kísérletet teszünk a két különböző fázisban lévő Al termikus frakcionálására és a keletkező aeroszol induktív csatolású plazma atomemissziós spektro-



1. ábra. A szinterelt LPS-SiC elektronmikroszkópos felvétele. Fekete és szürke részek: SiC-részecskék héj/mag szerkezete; fehér részek: YAG-ot tartalmazó kötőanyag
Figure 1: EM picture of the polished surface of the LPS-SiC black and gray parts: SiC grains with core/rim structure; white parts: binder phase containing YAG.

*A Journal of Analytical Atomic Spectrometry 2005, 20, 954-956 cikke alapján; ¹ELTE TTK, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék és ²MTA-ELTE Környezeti Kémiai Kutatócsoport: DSc, tanszékvezető egyetemi tanár, kutatócsoport-vezető; ³ESK Ceramics GmbH & Co, KG, Max Schaidhauf 25, D-87437 Kempten: vezető kutatók; ⁴Kassai Műszaki Egyetem. Kémiai Tanszék. Letna 9. SK-04200 Kassa: DSc, tanszékvezető egyetemi tanár

metriai (ICP-AES) módszerrel történő vizsgálatára. ETV-ICP-AES kapcsolt mérés technikát korábban sikeresen alkalmaztunk talajminták [8] és felemáslábú rákok (*Dikerogammarus villosus*) [9] nehézfém-szennyezőinek a meghatározásánál is.

Anyag és módszer

Minta-előkészítés

Az LPS-SiC-mintákat golyósmalomban aprítottuk és homogenizáltuk. A vizsgálatra ily módon előkészített porminta részecskemérete kisebb, mint 50 μm . Ebből a porból $1,00 \pm 0,03$ mg-ot mértünk be az előzetesen 2800 °C-ra 20 s-ig izzított grafitcsónakokba. A bemért pormintákra 50 μl etanolt (99,9% p.a. minőségű, Merck, Darmstadt, Németország) cseppentettünk, majd a szuszpenziót ultrahangos platformon ráztattuk a szemcsék egyenletes eloszlása végett. A minták infravörös lámpa alatti beszáritását követően a grafitcsónakok alján egy közel azonos vastagságú vékonyréteget nyertünk.

Oldatos analitikai eljárás a minták teljes alumínium tartalmának meghatározására:

0,1 g LPS-SiC-mintát (részecskeméret kisebb, mint 50 μm), 1 g H_3BO_3 -at és $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ (Suprapure, Merck) 1 : 1 arányú keverékéből 3 g-ot Pt-tégelybe bemértünk és elkevertük. A tégelyt Pt-fedővel takartuk le és Bunsen-égővel melegítettük kb. 10 percig. Az ömlesztés végén kb. 80-100 g NaNO_3 -ot (Suprapure minőség, Merck) adtunk az ömlesztett anyaghoz. Hűtés után a Pt-tégely külső részét bemeztettük híg sósavba és ezt követően desztillált vízbe. Ezt a lépést követően a megömlesztett mintát tartalmazó Pt-tégelyt 100 mL kétszer desztillált vizet és 10 mL tömény sósavat (suprapure minőség, Merck) tartalmazó főzőpohárba helyeztük, és ultrahangos fürdőben ráztattuk szobahőmérsékleten. A megolvasztott minta feloldását követően, a tégelyt és a fedőt kétszer desztillált vízzel öblítettük, és az oldatot 250 mL-re töltöttük fel. Ezt az oldatot tízszeresére hígítottuk az ICP-AES-mérésekhez.

Oldatos analitikai eljárás a kötőfázisban lévő alumínium meghatározására:

2 g LPS-SiC-ot (szemcseméret kisebb mint 50 μm) és 10 mL tömény sósavat (suprapure minőség, Merck) mértünk be nagynyomású, teflonbélésű feltároló edénybe (DAB III. Fa Berghof). A zárt bombákat 220 °C-ra fűtöttük fel és ezt a hőmérsékletet 14 órán keresztül tartottuk. Hűtés után a szuszpenziót mérőlabikba helyeztük, amelyet 250 mL-re töltöttünk fel desztillált vízzel. A 24 órás ülepedési lépést követően, a tiszta oldatokat kétszer desztillált vízzel 1 : 10 arányban hígítottuk és megelemezttük a hagyományos pneumatikus porlasztást alkalmazó ICP-AES-rendszerrel.

Kísérleti berendezés

A SiC-mintákból történő száraz aeroszol előállítására elektrotermikus fűtésű grafitkemencét (ETV, 4050-A, Spectral Systems, Fürstenfeldbruck, Németország) használtunk. A pormintákat tartalmazó grafitcsónakok hőmérséklete 50 és 3000 °C közötti tartományban vá-

ETV egység	
Fűtés:	felfűtés 1150 °C-ra 5 s alatt, hűtőtartás 25 s
	felfűtés 2450 °C-ra 150 s alatt, hűtőtartás 15 s
	hűtés szobahőmérsékletre 55 s alatt
Gázellátás:	Ar vivőgáz: 200 mL/min
	Ar aeroszolképző: 300 mL/min
ICP-AES készülék	
RF teljesítmény	1150 W
Plazmagáz	10-11 L/min
Közbülsőgáz	1,0 L/min
Aeroszolgáz	0,5 L/min
Megfigyelési magasság	Axiális plazma
Analitikai vonalak	Al I 266.039 nm; Si I 245.214 nm

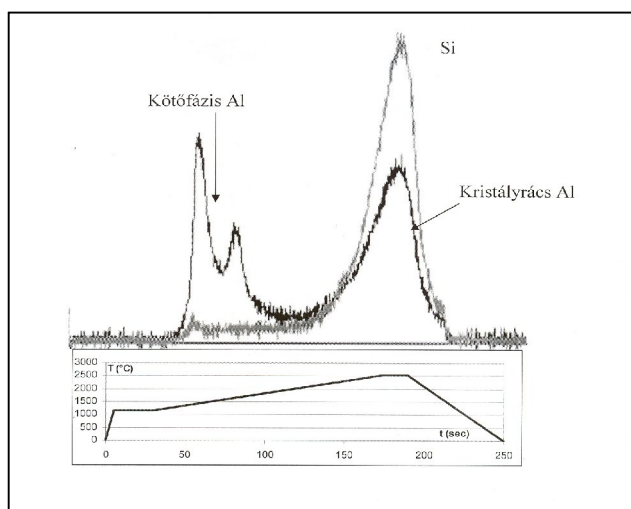
1. táblázat: Az ETV-ICP-AES optimalizált rendszer működési paraméterei

Table 1: Optimized operating conditions of the ETV-ICP-AES system

lasztott program szerint változtatható. A grafitkemence működéséhez szükséges két Ar-gázáram tömegkontrollált volt. A keletkezett aeroszolként a plazmába vezetésére egy 40 cm hosszúságú Al_2O_3 -kerámicső szolgált. Az axiális leképzésű ICP-AES spektrométer (Thermo Electron Corporation, Franklin, USA), 381 mm fókusztávolságú Echelle polikromátorral és CID kamerával (1 pixel 0,0035 nm 200 nm-nél) volt felszerelve. A technikai paraméterek lehetővé tették a színképvonalak és a háttérintenzitások időben felbontott egyidejű mérését, és ezáltal a nettó vonalintenzitások pontos meghatározását.

Eredmények és értékelésük

A SiC-kristályrácsban és a kötőfázisban lévő alumínium termikus frakcionálásának eléréséhez az elpárolgató egység fűtési programját optimalizáltuk. Tiszta argon atmoszférában végzett elpárolgatatások során mértük az alumínium és a szilícium tranziens jelét. Az ETV egység optimális működési paraméterei az 1. táblázatban láthatók. A 2. ábrán az alumínium és szilícium analitikai színképvonalának intenzitása, valamint a grafitcsónak hőmérséklete van feltüntetve egy 250 s időtartamú felfűtési periódusban. Az alumínium megjelenési hőmérséklete 1250, míg a szilíciumé 1450 °C. A kötőfázisban lévő alumínium 1250 és 2000 °C között párologott el. A második alumíniumcsúcs a 2000 és 2450 °C között elpárolgó, a kristályrácsból felszabaduló alumíniumnak felel meg. A nem kötött Si elpárolgatója 1450 °C-on kezdődik, de e



2. ábra. 1 mg SiC argon atmoszférában végzett elpárolgatás során nyert alumínium- és szilícium-jelek, valamint a grafitkemence hőmérsékletének változása a 250 s időtartamú analitikai ciklusban. Az oldatos analitikai eljárásokkal meghatározott alumínium-koncentrációk a kötőfázisban és a kristályrácsban 0,47, illetve 0,66 m/m %

Figure 2: Transient signals of aluminum and silicon obtained by controlled heating of 1 mg SiC sample in argon atmosphere as well as the temperature of the graphite boat during the 250 s-long operating period. Aluminum concentrations determined in the binder and in the lattice phase by wet chemical method amounted to 0.47 and 0.66 m/m%, respectively.

mátrixelemnek a plazmába történő szállítás 2000 °C alatt elhanyagolható. Az alumínium analitikai jelének két részre való szétválasztása érdekében, az első csúcsintegrálási periódust azon a hőmérsékleten, illetve időpillanatban zártuk, ahol a nettó Al-csúcs minimum értéket ért el. Ez a minimum minden esetben kb. 2000 °C-on jelentkezett. Az alumínium felbontott tranziens jeleinek reprodukálhatóságát ugyanazon homogén mintából hét párhuzamos beméréssel ellenőriztük. Amint azt a 2. táblázat adatai is mutatják, a két fázis termikus frakcionálásával kapott alumínium-

	Al össz	Al kötő	Al rács
Nedves analitikai módszerrel (n=3) meghatározott Al-koncentráció (m/m %)	2,19±0,08	1,08±0,06	1,11±0,09
ETV-ICP-AES módszerrel nyert átlagos intenzitásértékek	34	16,5	17,8
SD	0,65	0,73	0,43
RSD (%)	1,9	4,4	2,4

2. táblázat. Az alumínium-jelintenzitás reprodukálhatóságának vizsgálata 1 mg LPS-SiC elpárolgatásával hét különböző grafitcsónakban
Table 2: Reproducibility test of aluminum signals based on vaporization of 1 mg LPS-SiC from seven graphite boats

koncentrációértékek relatív szórása 2,4 – 4,4 %, ami elfogadható a szilárdminták közvetlen plazmába vite-lén alapuló mérés technikáknál.

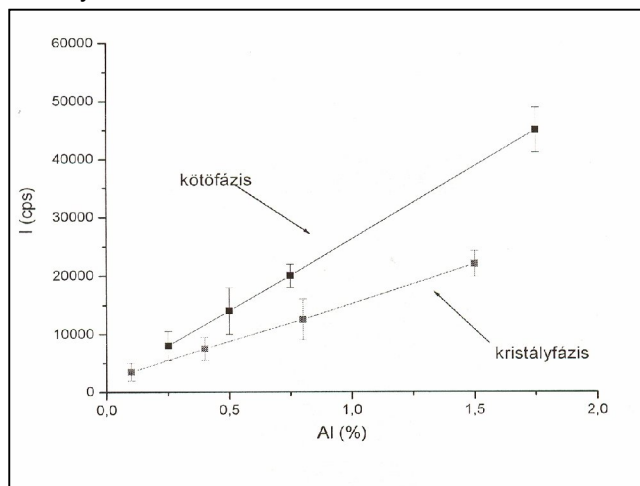
A módszer sarkalatos pontja a kalibráció, mivel a 1150 és 2450 °C közötti hőmérséklettartományban a következő jelenségekkel kell számolni:

2000 °C felett az aeroszol képződése és szállításja változik a szilíciummátrix jelenlétében.

A mátrixelem viszonylag nagy mennyiségének a plazmába jutásakor változás áll be a plazmában lejátszódó ionizációs és gerjesztési folyamatokban.

Ezen utóbbi problémák házi készítésű standardanyagok felhasználásával oldhatók meg, amelyekben a két különböző fázisban jelenlévő alumínium koncentrációját előzetesen oldatos analitikai módszerekkel meghatároztuk.

A kötőfázisban és a kristályrácsban lévő alumíniumra 0,1 és 2,0 % koncentrációtartományban vettük fel az analitikai mérőgörbéket, mivel e koncentrációtartomány jellemző az LPS-SiC-gyártásánál. A két analitikai mérőgörbét a 3. ábra szemlélteti. Megállapítható, hogy az ETV-ICP-AES-módszer érzékenysége a kristályrácsban lévő alumíniumra vonatkozóan a má-



3. ábra. A kötőfázisban (a) és a kristályrácsban (b) lévő alumínium meghatározására szolgáló analitikai mérőgörbék

Figure 3: Calibration curves of binder (a) and lattice phase (b) aluminum determined by home-made standard materials.

rixhatásoknak köszönhetően jelentősebben kisebb, mint a kötőfázisbeli alumínium esetében. Ettől függetlenül az analitikai mérések minden nehézség nélkül kivitelezhetők és a teljes analitikai eljárás időigénye kb. másfél óra. Hagyományos oldatos analitikai elemzést alkalmazva, az analízisidő 16 óra. Hiteles anyagminta hiányában a mérés pontosságának tanulmányozására hat különböző LPS-SiC-mintát elemeztünk meg egyidejűleg a klasszikus oldatos, illetve az ETV-ICP-AES-módszerrel. A kapott alumínium-koncentrációértékeket a 3. táblázat tünteti fel. Az oldatos elemzéssel kapott eredmények 13-20%-ban térnek el az ETV-ICP-AES-módszerrel kapott eredményektől. Ezek az eltérések eleget tesznek az LPS-SiC gyártásközi ellenőrzésénél és a minőségbiztosításánál megkövetelt elvárásoknak.

Összefoglalás

A szinterelt SiC (LPS-SiC) két fázisában lévő alumínium koncentrációjának meghatározására gyors módszert fejlesztettünk ki, amely a vizsgálandó alkotó elektrotermikus elpárolgatásán és a keletkezett aeroszol induktív csatolású plazma atomemissziós módszerrel való vizsgálatán alapul. A kötőfázisban lévő alumíniumot termikus frakcionálással párologtattuk el 1250-2000 °C-on, míg a kristályrácsba beépült 2000-2450 °C-on. A szilícium-karbidnak 2000 °C felett bekövetkező bomlása és ennek következtében a szilícium növekvő elpárolgása miatt, erős mátrixhatás volt megfigyelhető, ami azt eredményezte, hogy eltérő érzékenységgel lehetett meghatározni a kötőfázisban lévő, illetve a kristályrácsbeli alumínium kon-

centrációját. Ennek következtében két különböző analitikai mérőgörbét kellett felvenni házi készítésű standard anyagokkal a fent említett hőmérséklet tartományokban. Ezt a módszert alkalmazva, az alumínium a két különböző fázisban a 0,1 - 2,0 % koncentráció tartományban mintegy 90 perc alatt meghatározható.

Az ehhez hasonló, azonban hagyományos nedves analitikai meghatározás időigénye 16 óra. Az általunk javasolt módszerrel kapott eredmények 13 – 20 %-ban térnek el a hagyományos meghatározástól, ami elfogadható az LPS-SiC gyártásának minőségbiztosításánál.

Köszönetnyilvánítás: A módszer kidolgozását az OTKA T047174 számú pályázat anyagi támogatása tette lehetővé.

Minta sor-száma	Al össz		Al kötő		Al rács	
	oldatos	ETV	oldatos	ETV	oldatos	ETV
1	2,19	2,14	1,08	1,09	1,11	1,05
2	1,72	1,85	1,56	1,49	0,16	0,17
3	1,66	1,85	1,35	1,34	0,31	0,38
4	1,12	1,09	0,69	0,60	0,43	0,44
5	1,13	1,07	0,47	0,44	0,66	0,70
6	0,75	0,65	0,05	0,07	0,70	0,61
Eltérés	-14% +13%		-13% +20%		-13% +19%	

3. táblázat. A hagyományos oldatos és az ETV-ICP-AES szilárdmintás módszerekkel kapott alumínium-átlagkoncentrációk (m/m %) összehasonlítása

Table 3: Comparison of mean Al concentration data (m/m%) obtained by wet chemical (oldatos) and ETV-ICP-AES method respectively

Irodalomjegyzék

- [1] K. A. Schwetz: Handbook of Ceramic Hard Materials, Szerk.: R. Riedel, Wiley – VCH Weinheim, 2000, 2. kötet, pp. 683-748.
- [2] K. Y. Chia, S. K. Lau: Ceram. Eng. Sci. Proc., 1991, 12, 1845.
- [3] L. S. Sigl, H. J. Kleebe, J.: Am. Ceram. Soc., 1993, 76, 773.
- [4] K. A. Schwetz, E. Schaefer, R. Telle: CFI Ceram. Forum Int., 2003, 80(3), E40-E45.
- [5] K. A. Schwetz, H. Werheit, E. Nold: CFI Ceram. Forum Int., 2003, 80(12), E40-E45
- [6] K. A. Schwetz, J. Hassler: CFI Ceram. Forum Int., 2002, 79(11), D14-D19.
- [7] G. Záray, T. Kántor, J. Hassler, F. Leis, G. Tölgy: Proceedings of CANAS 93, 1993, pp. 50-54.
- [8] Gy. Záray, T. Kántor: Spectrochim. Acta 1995, 50B, 489-495.
- [9] M. Óvári, Gy. Záray, J. Hassler: Microchem. J. 2002, 73, 125-130.

Munkaülés a biomechanika eszközeiről, eredményeiről

Summary

Workshop about the instruments and the results of biomechanics. The workshop was organized by the Research Centre of Biomechanics of Budapest University of Technology and Economics (BME) on 25th November 2005. Both the results and the instruments of the domestic [3–6] and the Transylvanian University [2] and the supply of the Instron Ltd. [7] and the CSM Instruments [8] could be got to know by the participants.

Előzmények

A születési, a baleseti és az időskori gerinc- és mozgásszervi, fogászati, szív- és érrendszeri és más szervi rendellenességek, sérülések és károsodások gyógyításában mind nagyobb szerepe van a különféle külső vagy belső rögzítők, illetve protézisek alkalmazásának, valamint a műtéti beavatkozásokat követő rehabilitációs kezelésekhez szükséges segéd-eszközöknek és berendezéseknek. Mindezek megtervezéséhez, előállításához egyrészt kiterjedt biomechanikai és anyagvizsgálatokra, másrészt a szakorvosok és szakmérnökök harmonikus együttműködésére van szükség. Ez a felismerés és igény vezetett a BME Biomechanikai Kutatóközpont létrehozásához és – kezdeményezésükre – az I. Magyar Biomechanikai Konferencia megszervezéséhez és a Magyar Biomechanikai Társaság megalapításához 2004 nyarán. Mindezekről lapunk is beszámolt [1].

A 2005. november 25-ei munkaülést (workshop-ot) is a BME Biomechanikai Kutatóközpontja szervezte, amelyen a biomechanika egyre bővülő honi alkotóműhelyének képviselőit megjelent mintegy 30 résztvevő megismerhette egyrészt a hazai [3–6] és a brassói egyetem [2] vizsgálati eredményeit és vizsgálattechnikáját, másrészt a vizsgálóeszköz-gyártó vállalat, az Instron Ltd. [7], valamint a svájci CSM Instruments cég [8] eszköz kínálatát.

Természetesen az elhangzottak nincsenek előzmények nélkül, és ezért beszámolónk Hivatkozások pontjában az előadásokhoz kapcsolódó forrásokat is megjelöltük. A munkaülés sikeréhez az Instron Ltd. és hazai képviselője, az Atestor Kft. bemutatásával járult hozzá.

A munkaülést, a főszervező, Borbás Lajos vezette. Baráti hangvétellű megnyitószavait követően először a műegyetemi kutatóközpont munkájáról kaptunk áttekintést.

A BME Biomechanikai Kutatóközpont

A központ gazdaságilag önálló, ám fizikai léteiben – a korszerű, szervohidraulikus Instron 8872 vizsgálógéppel felszerelt központi laboratóriumukat kivéve – virtuális kutatóközpont, amely 2002 decemberében alakult, mégpedig a Műegyetem öt kara 18 tanszékének részvételével – mondta Bojtár Imre igazgató. A mintegy 45 kutató – egymás munkáit és adottságait megismerve – ma már egyre inkább a közösen benyújtott és támogatásra méltónak ítélt pályázati témákon együttműködve dolgozik. A kutatóközpont sokrétű tevékenysége módszertanilag a kísérleti és a numerikus módszerekre alapuló elemzés, a gyógyászati eszközök fejlesztése és az elméleti kutatások csoportjaiba sorolható [3]:

Kísérleti elemző munkájuk egyik fontos területe a különféle emberi tevékenység mozgáselemzése. Ehhez ultrahangos helyzet-meghatározó vizsgálórendszert használnak (1. ábra).



1. ábra. Ultrahangos mozgáselemző rendszer
Fig. 1: The ultrasonic system for the motion analysis

Ennek lényege, hogy az ismert geometriai konfigurációban elhelyezett három ultrahang adó 50 Hz frekvenciával hangimpulzusokat küld a mozgást végző ember anatómiai pontjaira felszerelt mikrofonokba, a rendszer pedig méri a hangimpulzusok észleléseinek időpontjait. Ezek, valamint az ultrahang terjedési sebességének ismeretében a mozgást végző ember anatómiai pontjai térkoordinátáinak időbeni változása a számítógép szoftverjével számítható. Ezek az elemzések alapul szolgálhatnak, például a sportolók mozgásának optimalizálásához, vagy a mozgásszervi betegek fizioterápiás kezeléséhez, illetve – a Műegyetem gyógyászati eszközfejlesztésének eredményeként – a gyógytornáztató robot (2. ábra) egyénre szabott programozásához.

Beszámolók

Accounts



2. ábra. Gyógytornásztató robot
Fig. 2: The physiotherapist robot



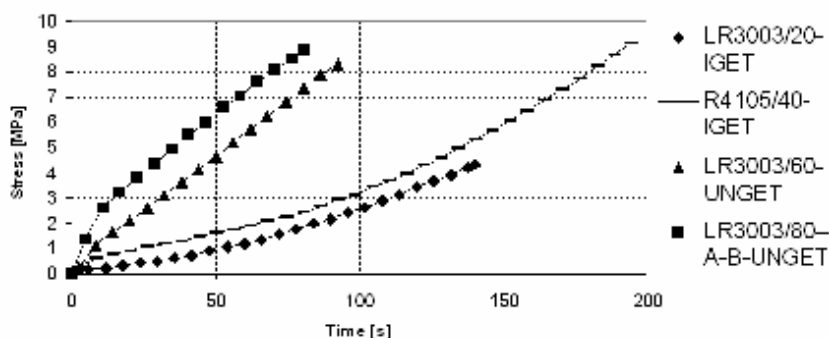
3. ábra. A súlyfürdő terápia in vivo ultrahangos vizsgálata
Fig. 3: Sub aqua ultrasonic investigation of the „weigh bath” therapy



4. ábra. Csavarokkal rögzített combnyak-törés vizsgálata
Fig. 4: Testing of a fractured femoral neck fixed by screws



5. ábra. Alsó állkapocs és fogprotézis vizsgálata
Fig. 5: Testing of a mandible and tooth prosthesis

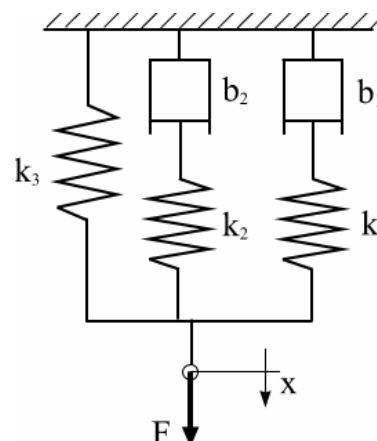


6. ábra. Különböző keménységű szilikon-gumi a) szakítódiaagramja és b) dinamikus anyagmodellje
Fig. 6: a) Strain–stress diagram of the different hardness silicon rubbers and b) one of the dynamic material model for a typical silicon rubber

Eredményesek – többek között – az ultrahangos vizsgálat víz alatti in vivo alkalmazásával (3. ábra) a gerincbetegek gyógyításához, a magyar Moll doktor által 1953-ban bevezetett, ún. súlyfürdő terápia biomechanikai hátterének feltárását célul kitűzött elemzéseik, a termovízió orvosi diagnosztikai alkalmazása érdekében végzett vizsgálataik, valamint a gépjárművek ütközései baleseteinek szimulációjára alapozott utasbiztonsági elemzéseik; továbbá a vérkeringés, a sejtosztódás modellezések.

Kiterjedt elemző munkát végeznek az emberi csontok és ízületek, az ezeket pótló protézisek és anyagainak, valamint a törött csontok külső és belső fémrögzítőinek (pl.: 4. ábra) mechanikai vizsgálatára, felszínbevonatos optikai feszültségvizsgálatára, illetve végelem-módszerrel elvégzett számításokra alapozva.

A kísérleti mechanika alakváltozás- és feszültségmérő módszereit sikeresen alkalmazzák a biomechanikai elemzésekhez. Erről szövegezőbben a központi laboratórium vezetője, Borbás Lajos, aki a módszerek kiválasztásának szempontjait tekintve át előadása első részében, végül példaként a felszínbevonatos optikai feszültségvizsgálat lényegét ismertette és bemutatta ennek alkalmazását a fogászati protézisek biomechanikai elemzéséhez [4]. Az 5. ábra a kísérleti elrende-

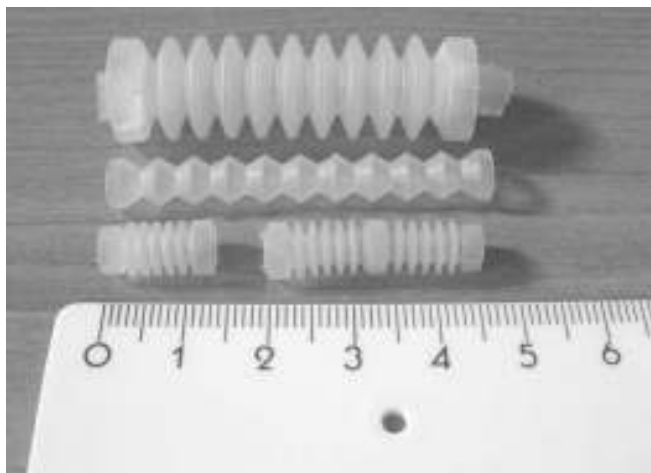


Beszámolók

Accounts

zést szemlélteti, amelyet a munkaülést záró laboratórgatás során is tanulmányozhatták a résztvevők.

A kutatóközpont egyik sikeresen művelt és kiemelt tématerülete a szövetbarát szilikon-gumi tulajdonságainak vizsgálata és anyagtörvényének modellezése, illetve diagnosztikai és gyógyászati alkalmazása. Ez meggyőzően kiderült Huba Antal professzor előadásából [6], aki kifejtette: gyógyászati eszközök megtervezéséhez és legyártásához elsődlegesen, különböző sebességgel elvégzett szakítóvizsgálatokra alapozottan, meg kellett alkotniuk, Shore-keménység csoportonként, a szilikon-gumi dinamikus – párhuzamosan és sorba kötött rugókból és csillapítókból felépített – nemlineáris anyagmodelljét. Erre mutat példát a 6. ábra. Meghatározták az anyag rugalmassági modulusának hőmérséklet- és frekvenciafüggését is. Ezek ismeretében végelelem-módszerrel szilárdsági-
lag ellenőrizhetők a szilikon-gumiból készült gyógyászati implantátumok. Belek diagnosztikai célú (pl. endoszkópos) vizsgálatához kifejlesztettek egy hidraulikusan vezérelhető és gilisztaszerűen araszolva mozgó eszközt (7. ábra).



7. ábra. A szilikon-gumiból készült, hidraulikus vezérléssel gilisztaszerűen araszolva haladó béldiagnosztikai hordozó eszköz

Fig. 7: Hydraulic controllable, inchworm actuator device made from silicon rubber for the intestine diagnostic

Kimutatták, hogy a szilikon-gumiba ágyazott szemcsés szénadalék az anyagot villamosan vezetővé teszi. Az ilyen anyag nyúlásmérő bélyegként is alkalmazható. Kísérletekkel igazolták, hogy ennek az anyagnak a villamos tulajdonságai még a hosszú időtartamú fárasztóvizsgálat során sem változnak meg, ezért mérés technikai alkalmazása megbízható.

A brassói egyetem kutatásai

Az egyetemen folyó biomechanikai kutatások egyik sikeres eredményéről Száva János professzor számolt be. Előadásában ismertette a törött, hosszú emberi csontok (például a lábszárcsont) gyógyulását

segítő, belső és külső rögzítő elemeket – köztük egy új, belső rögzítésként rugalmas, nyolcas alakú drótot – alkalmazó sebészeti eljárások összehasonlító biomechanikai vizsgálatainak céljára kidolgozott, nyúlásmérő bélyeges módszerre alapozott, mérőkészülék és eljárást, és az ezzel mért eredményeiket [3].

A Debreceni Egyetem kutatásai

Az egyetem **Biomechanikai Kutatólaboratórium**ának vezetője, Csernátó Zoltán orvosprofesszor előadásában hitelesen szemléltette, hogy a biomechanika mennyire segíti az ortopéd sebész mindennapi gyógyító munkáját [5]. Az 1993-ban alapított kutatólaboratóriumuk biomechanikai munkájára – mint mondta – a 2004-ben üzembe helyezett, korszerű, szervohidraulikus Instron 8874 típusú, biaxiális terhelésre és fárasztásra is alkalmas vizsgálógép korszakalkotó hatású. Segítségével a különböző műtéti megoldások és segédeszközei vizsgálhatók, többek között a komplett medence, illetve a különböző módon belülről rögzített törött medence (8. ábra), a gerincoszlop



8. ábra. Belül rögzített törött medence vizsgálata
Fig. 8: Testing of a fractured hip bone fixed inside

keresztirányban rögzítő belső eszköz hatásossága az állandó nyomó és ciklikus csavaró igénybevétellel szemben (9. ábra), a törött alsókar rögzítése (10. ábra).

A vizsgálati programjaikba a végzős egyetemisták is kapnak feladatokat. A közeljövőben szeretnék laboratóriumukat akkreditáltatni, és vizsgálógépü-

Beszámolók

Accounts

ket az érintésmentes video-extenzométerrel felszerelni, illetve egy csípő-szimulátort is üzembe helyezni.



Fig. 9. ábra



Fig. 10. ábra

9. ábra. A gerincoszlopot keresztirányban rögzítő belső eszköz vizsgálata állandó nyomás alatt ciklikus csavarással

Fig. 9: Investigation with cyclic rotation under constant force of the inside device fixing the spine in transversal direction

10. ábra. Belső rögzítésű törött alsókar vizsgálata

Fig. 10: Testing of a fractured forearm fixed with an inside device

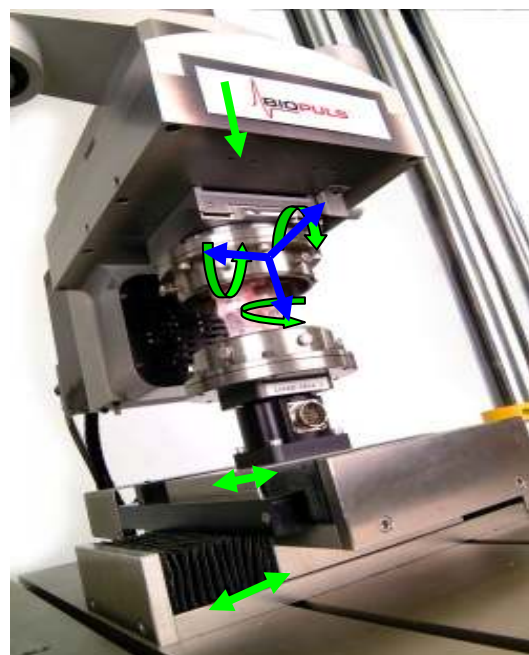
A vizsgálóeszköz-gyártók kínálata

A biomechanika vizsgálatok tapasztalatai újabb igényeket generálnak, amelyek kielégítéséhez a vizsgálóeszköz-gyártók kínálatuk folyamatos fejlesztésével kívánnak eleget tenni.

Az Instron Ltd. képviselőjében David Chang ismertette a BiopulsTM programjuk termékeit [7]: a hazai laboratóriumokban már alkalmazott (és a helyszínen működés közben is bemutatott) elektromechanikus és szervohidraulikus, számítógéppel vezérelt és korszerű értékelő szoftverrel támogatott, univerzális vizsgálógép családot és tartozékaik: a befogók és a nyúlásmérők széles választékát; a 8870 szervohidraulikus gépekre felszerelhető, a csípő és a térd protézisek összehasonlító vizsgálatára kifejlesztett Dual-StationTM (két vizsgálócellás) (11. ábra) és a gerincsigolyák többtengelyű fárasztáshoz kifejlesztett vizsgálókészüléket (12. ábra), valamint a gerincsigolyák kopásvizsgálatára alkalmas, több mérőhelyes vizsgálóberendezést (13. ábra). Speciális vizsgálati igény a kis teherbírású szövetek, mint például a bőr, az inszalag mechanikai vizsgálata. Erre a célra fejlesztették ki a statikus és kvázi dinamikus vizsgálatokra alkalmas 5848 típusszámú Micro Tester kisgépet (14. ábra). A lágy szövetek kéttengelyű, sík feszültségállapotban vizsgálhatók a Planar Bi-axial készülékben (15. ábra).



11. ábra. Az Instron Dual-StationTM vizsgálókészüléke
Fig. 11: The Instron's Dual-StationTM testing system



12. ábra. Az Instron vizsgálókészüléke gerincsigolyák fárasztásához
Fig. 12: The Instron's testing device for fatigue of the spine vertebrae

Beszámolók

Accounts



13. ábra. Az Instron több-mérőhelyes vizsgáló-berendezése gerinccsigolyák kopásvizsgálatához
Fig. 13: The Instron's multi-station wear instrument for testing of spine vertebrae



15. ábra. Az Instron Planar Bi-axial készüléke
Fig. 15: The Instron's Planar Bi-axial instrument

A CSM Instruments SA. svájci cég felületek, felületi bevonatok mechanikai vizsgálatára kifejlesztett eszköz kínálatát Florent Juvet ismertette [8]. Műszereik biomechanikai alkalmazása nyilvánvaló, hiszen a különböző protézisek testszövettel érintkező felületeit rendszerint vékony szövetbarát bevonattal kell ellátni, és a bevonatok minőségét ellenőrizni kell. A vékony bevonatok anyagi minősége és vastagsága különböző. Például a combnyak protézis gömbbe végződő felületét kemény TiN réteg boríthatja, míg az értágító, fémhuzalból készült ún. stentek felületét vékony polimer réteg. De vizsgálni kell az emberi fogak kemény fogzománcát csakúgy, mint a fogprotézisek kopásálló bevonatait, vagy a kontaktlencsék karcállóságát. A csontritkulás igen gyakori betegség. Az egészséges és a károsodott csontszövetek összehasonlító biomechanikai vizsgálata a műszerezett nano-kemény-ségmérővel elvégezhető és a kapott eredményekből megítélhető az alkalmazott terápia hatékonysága.



14. ábra. Az Instron 5848 típusszámú Micro Tester kisgépe
Fig. 14: The Instron's 5848 Micro Tester

A műszerezett karcvizsgálat lényege: a gyémánt Rockwell-kúp vagy -gömb szűrőszerszámot a vizsgált felületre merőleges helyzetben meghatározott (előválaszthatóan 0,4 – 600 mm/min) sebességgel, állandó vagy folyamatosan növekvő terheléssel megkarcolják a felületet és mérik az út függvényében a normál és az érintő irányú (súrlódó) erőnek, a behatolás teljes és maradó mélységének és a súrlódási tényezőnek a változását. Végül a diagramot összevetik a karcolás okozta és mikroszkóppal megfigyelhető felületi károsodással. A karcvizsgálathoz kifejlesztett Scratch Tester család Nano, Micro (16. ábra) és Revetest változatainak a karcolási úthossz-tartománya azonos: 10 μm – 20 mm, de terhelési tartománya rendre: 0,01 mN – 1 N; 30 mN – 30 N; 0,9 – 200 N.



16. ábra. A CSM Instruments Micro Scratch Tester vizsgálóberendezése

Fig. 16: The Micro Scratch Tester of the CSM Instruments

Beszámolók

Accounts

A műszerezett keménységmérő családot a vékony felületi bevonatok rugalmassági modulusának, illetve keménységének a méréséhez fejlesztették ki. A család Ultra Nano, Nano (17. ábra) és Micro Hardness tagjainak legnagyobb terhelhetősége rendre: 100 mN, 500 mN és 30 N. A bevonat tulajdonságának méréséhez a legnagyobb terhelés értékét úgy kell megválasztani, hogy a gyémánt Vickers-gúla behatolási mélysége a rétegvastagság egy tizedénél kisebb legyen. A szűrőszerszám folyamatos behatolása közben méri az erő növekedését, illetve a legnagyobb érték elérését követő tehermentesítés közben az erő csökkenését (18. ábra). A bevonat nanokeménységét vagy a maximális erőnek (F_m) a lenyomat erőre merőleges vetületére vonatkoztatva (szűrő-



17. ábra. A CSM Instruments NanoHardness keménységmérő készüléke

Fig. 17: The NanoHardness of the CSM Instruments

Az előadásokat követő kérdez-felelek, és a munkaülés ebédszünetének, majd a műegyetemi központi laboratórium záró programjának oldott légköre is hozzájárult a munkaülés alapvető céljának teljesítéséhez, az eredményes tapasztalatcseréhez. Köszönet illeti mindenek előtt az előadókat, de a szervezők jó munkáját és szponzorok támogatását is.

A biomechanika honi művelői legközelebb 2006. június 30. – július 1. között találkoznak Debrecenben a 2. Magyar Biomechanikai Konferencián.

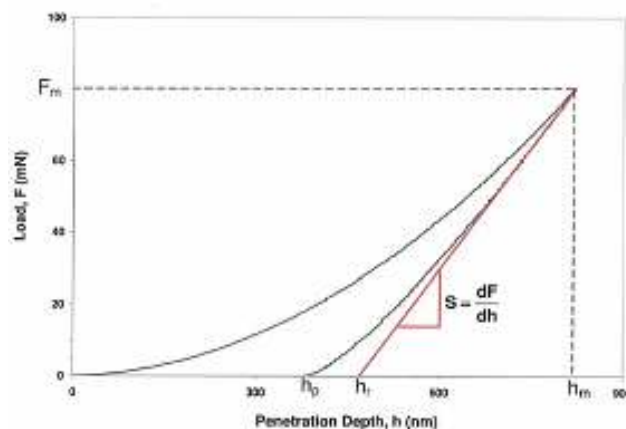
Lehofer Kornél

Hivatkozások

1. Borbás Lajos: Beszámoló az I. Magyar Biomechanikai Konferenciáról – About the first Hungarian biomechanical conference; Anyagvizsgálók Lapja 14. 2004/3. p. 101.

keménység), SI egységekben fejezik ki, vagy a szabvány szerint, Vickers-keménységként adják meg (azaz az $F_m/9,8065$ értéket a lenyomat tényleges felületére vonatkoztatva) adják meg. A bevonat rugalmassági modulusa a leterhelési görbe kezdeti S meredekségéből határozható meg, figyelembe véve a szűrőszerszám geometriáját és anyagának rugalmassági modulusát is.

Bevonatok kopásállóságának összehasonlító vizsgálatára fejlesztették ki a Nanotribometert, amelynek forgó korongjára helyeztetik a minta felületét merőlegesen terheli egy félgömb végű tű. Ennek koptató hatására a minta felülete vályúsodik, a súrlódási tényező pedig a károsodás kezdetén ugrásszerűen megnő.



18. ábra. A felületi rétegnek a CSM Instruments Nano Hardness készülékével felvett erő-behatolás diagramja (vázlat)

Fig. 18: The force v. penetration diagram of a coating material measured by the Nano Hardness of CSM Instruments (sketch)

2. Száva János (egyetemi tanár, Brassói Transzilvánia Egyetem, Románia) előadása: Törött, hosszú emberi csontok vizsgálata az Instron 4303 vizsgálógéppel – lecture: Instron 4304 testing machine in fractured long human bones' investigation

Előzmény – previously: Száva, J. at al.: Elektrotenzométeres próbapad a törött, hosszú csontok viszonylag nagy elmozdulásának mérésére – Electrotensometric test-bench for measuring of relatively large move of fractured long bones; Anyagvizsgálók Lapja, 12. 2002/3. p. 87.

3. Bojtár Imre (egyetemi tanár, a BME Biomechanikai Kutató Központ igazgatója) előadása: A BME Biomechanikai Kutató Központ munkájáról – lecture: About the works of the Research Centre of Biomechanics of BME

Beszámolók

Accounts

Előzmény – previously: Research News 2003/1. Issue of the Budapest University of Technology and Economics

4. *Borbás Lajos* (egyetemi docens, BME Biomechanikai Kutatóközpont) előadása: Alsó állkapocs és fogprotézis kísérletekre alapozott vizsgálata – lecture: Investigation on mandible and tooth prostheses based on experimental test

Előzmény – previously: *Borbás, L. at all.*: Csípőcsont-szár felszínbevonatos optikai feszültségvizsgálata – Testing of the hip-bone by means of photoelastic coating technique, *Anyagvizsgálók Lapja*, 6. 1996/3. p. 87.; Research News 2003/1 p. 10, Issue of the Budapest University of Technology and Economics; *Gáspár, Judit, Borbás, Lajos, Thamm, Frigyes*: Experimental tests on mandible and tooth prosthesis. XXII. DAS, Parma, 2005. Sept. 28 – Oct. 1, pp.: 130–131.

5. *Csernátorny Zoltán* (egyetemi tanár, Debreceni Egyetem Biomechanikai Kutatólaboratórium) előadása: Anyagvizsgálatok a Debreceni Egyetem Biomechanikai Kutatólaboratóriumában – lecture: Material testing at the Laboratory of Biomechanical Research of University of Debrecen

6. *Huba Antal* (egyetemi tanár, BME Finommechanika és Optika Tanszék) előadása: A finommechanika és a gyógyászat számára új szerkezeti anyag, a szilikon-gumi néhány fontos tulajdonsága – Some important properties of silicone-rubber as a new construction material for the precision engineering and for the medicine

Előzmény – previously: Research News 2003/1 p. 13, Issue of the Budapest University of Technology and Economics

7. *David Chang* (Instron Ltd., Biomedical Applications Team) előadása: Az Instron Ltd. Biopuls™ programja – lecture: About the Biopuls™ program of Instron Ltd.

Információk a www.instron.com és a www.atestor.hu honlapokon.

Előzmény – previously: Az Instron alkalmazást bővítő fejlesztései – Development news from Instron, *Anyagvizsgálók Lapja*, 13. 2003/4. p.137.

8. *Florent Juvet* (CSM Instruments SA., Svájc) előadása: A korszerű mechanikai felületvizsgálat gyógyászati alkalmazásai – lecture: Advanced mechanical surface testing on biomedical applications

Információk a www.csm-instruments.com honlapon.

Az európai és a nemzetközi szabványosítás folyamatai*

Szabó József**

Kulcsszavak: CEN és ISO NDT szabványok, képzés, vizsgáztatás

Keywords: CEN and ISO standards for NDT, education, examination

Summary

Processes of the European and international standardisation. The standardisation processes are demonstrated by the exemplar of the CEN and the ISO standards concerning to the education and examination of the NDT testers.

Bevezetés

Az európai és a nemzetközi szabványosítás menetét a roncsolásmentes vizsgálatok szabványosításának példájával szemlélítjük.

A roncsolásmentesen vizsgálók azért készítenek szabványokat, hogy a vizsgálatokhoz alkalmazott berendezések, eszközök, eljárások korszerű műszaki színvonalának megfelelő tartalmú, független elismert szervezet által kiadott szabványokkal növeljék a roncsolásmentes vizsgálatok iránti bizalmat, egyszerűsítsék a megrendelők és a vizsgálók közötti párbeszédet, elősegítsék a mindkét fél számára előnyös, korrekt megállapodás elérését, növeljék a vizsgálati eredmények megbízhatóságát és széles körű elfogadását.

A roncsolásmentesen vizsgálók képzésére és vizsgáztatására vonatkozó szabványosítási program

Mivel a vizsgálat során az ember a meghatározó tényező a vizsgálat pontossága, eredményessége szempontjából, ezért, természetesen, a vizsgálókra vonatkozó követelményeket is szabványokban rögzítik. Ma már nem tartják elegendőnek a vizsgálókra és minősítésükre, tanúsításukra vonatkozó követelmények szabványosítását. A képzés, vizsgáztatás egyéb területeire vonatkozó követelményeket is egységesíteni kívánják, hogy a roncsolásmentesen vizsgálóknak a különböző szervezetek által kiadott tanúsítványai a világ (de legalább Európa) minden részén közel azonos tudást, képességet jelentsenek. Az 1. táblázat tartalmazza e terület szabványosítási programját.

A program szerint kidolgozás alatt lévő szabványosítási témáknak olyan azonosító jelei vannak, amelyeket nem biztos, hogy mindenki helyesen tud értelmezni. Magyarozatukhoz röviden meg kell ismerni a nemzetközi és európai szabványosítás folyamatait. Az első pillantásra feltűnhet, hogy vannak olyan

szabványosítási témák, amelyekre azonos jelzetű szabványt dolgoznak ki a CEN-ben és az ISO-ban, de a roncsolásmentesen vizsgálók tanúsítására vonatkozó nemzetközi szabványdokumentum jelzete más, mint az európaié. A vizsgadarabban lévő folytonossági hiányokra pedig csak a CEN/TC 138 dolgoz ki (legalább is ez ideig) műszaki előírást.

Téma	CEN/TC 138	ISO/TC 135
Személyzet minősítése, tanúsítása	EN 473/prA1	ISO/DIS 9712
Folytonossági hiányok a vizsgadarabban	prCEN/TS 15053	—
Képzőhelyek	prCEN/ISO TR 25108	ISO DTR 25108
Jegyzetek tematikája	prCEN/ISO TR 25107	ISO DTR 25107

1. táblázat. A roncsolásmentesen vizsgálókra vonatkozó európai és nemzetközi szabványosítási program

Az európai és a nemzetközi szabványosítás együttműködése

A CEN és az ISO között érvényben van a Bécsi Egyezmény, amely lehetőséget teremt a nemzetközi és az európai szabványosító bizottságok számára, hogy egyeztessék szabványosítási programjaikat, és közös elhatározással közösen dolgozzanak ki szabványokat, így téve lehetővé a párhuzamos tevékenységek elkerülését.

Még ha az európai és nemzetközi bizottság közösen készíti is a szabványt, akkor sem sikerül mindig olyan megoldást találni, amit mind az európai, mind a világ többi részének szakértői elfogadnak. Az ellentmondások oka lehet az eltérő gazdasági, műszaki háttér és érdek. Az Európai Unióban az egységes piac megteremtését jogszabályoknak tekinthető irányelvek (direktívák) is elősegítik, és az ezeket támogató harmonizált európai szabványok nem mondhatnak ellent az irányelveknek, illetve bizonyos követelményeket tartalmazniuk kell. Az új megközelítésű irányelvekhez kapcsolódó harmonizált szabványosítási témák esetén az európai álláspontot gyakran meghatározza az, hogy a harmonizált európai szabvány követelményeinek támogatnia kell az irányelv vonatkozó előírásainak a megvalósulását.

*A 4. Roncsolásmentes anyagvizsgálat konferencián (Eger, 2005. április 13-án) elhangzott előadás aktualizált változata **Magyar Szabványügyi Testület

Szabványosítás

Standardisation

Az ilyen helyzetek kezelésére, az ellentmondások súlyosságának függvényében, a CEN a következő megoldásokat javasolja:

1. önálló, az ISO-szabványtól eltérő európai szabvány kidolgozása;
2. közös európai-nemzetközi szabvány kidolgozása, de az európai szabvány módosításokat tartalmaz a nemzetközihez képest;
3. olyan közös európai-nemzetközi szabvány kidolgozása, amely a vitatott témában eltérő követelményeket tartalmaz az európai és a más régióban való alkalmazásra.

Új szabványdokumentumok

Az európai és a nemzetközi szabványosításban is sok munka veszett kárba amiatt, hogy a szabvány a jóváhagyásának utolsó fázisában nem kapta meg a szükséges támogatottságot. Ha valamilyen oknál fogva várható, hogy a szabvány nem kapná meg szükséges támogatottságot, akkor a CEN és az ISO hivatalos szavazás nélkül, csak a műszaki bizottságban aktív szakértők jóváhagyása alapján adja ki TS-jelzetű műszaki előírásokat. Ezeket az európai szabványdokumentumokat nem kötelező a CEN-tagoknak nemzeti szabványként bevezetni, de nemzeti szinten hozzáférhetővé kell azokat tenni. Általában a TS-eket 3 év után felülvizsgálják, hogy EN-szabvánnyá átdolgozhatók-e.

A TR-jelzetű műszaki jelentések olyan útmutatókat, tájékoztató adatokat tartalmaznak, amelyek a szabványok alkalmazását támogatják, de tartalmuk nem alkalmas arra, hogy szabványosított követelmények legyenek.

Az MSZT meghirdeti a Szabványügyi Közlönyben a TS-, és a TR-jelzetű dokumentumokat, amelyek a Szabványboltban meg is vásárolhatók, de csak akkor vezeti be az ilyen dokumentumokat nemzeti szabványként, ha igény mutatkozik a magyar nyelvű változatuk kidolgozására.

A roncsolásmentesen vizsgálókra vonatkozó európai és nemzetközi szabványosítás néhány munkaanyaga

Az EN 473/prA1 és az ISO 9712:2005 összehasonlítása

Az európai szabványosításban az EN 473 megújításra és újratanúsításra vonatkozó szakaszainak módosításán dolgoznak, míg nemzetközi szinten az ISO 9712-t korszerűsítették. Az EN 473 módosítástervezetének és az ISO 9712:2005 megújításra és újratanúsításra vonatkozó követelményeinek összehasonlítását tartalmazza a 2. táblázat.

A vizsgadarab kimutatandó folytonossági hiányai, CEN/TS 15053:2005

A CEN/TS 15053 műszaki előírás 3 évig érvényben lesz, de nemzeti szabványként nem lesz kötelező bevezetni. A 3 éves időszak után korszerűsítve fog várhatóan EN-szabványként megjelenni. Akkor kötelező lesz nemzeti szabványként bevezetni.

EN 473/prA1	ISO 9712:2005
Megújítás	
– látásvizsgálat – folyamatos munka jelentős megszakítás nélkül	– látásvizsgálat – folyamatos munka jelentős megszakítás nélkül
Újratanúsítás	
Az 1. és a 2. szint	
Egyszerűsített gyakorlati vizsga vizsgadarabon, mind-egyiken legalább 70%, de összesen 80% Csak a 2. szint, vizsgálati utasítás Vagy: A tanúsító szervezet vizsgáztatója a munkahelyen ellenőrzi	Gyakorlati vizsga, minden darabon legalább 70% Csak a 2. szint, vizsgálati utasítás —
A 3. szint	
Írásbeli vizsga, 20 kérdés, legalább 4 kifejtő , legalább 80%-os teljesítés Kreditpontok	2. szint teljesítése és 20 kérdésből álló írásbeli vizsga, legalább 70%-os teljesítés Kreditpontok, ha a tanúsító szervezet lehetővé teszi

2. táblázat. A roncsolásmentesen vizsgálók tanúsítványának megújítására és újratanúsításukra vonatkozó követelmények az európai szabványtervezetben és a nemzetközi szabványban

A különböző szakterületek termékeiben eltérő folytonossági hiányok jellemzőek, ezért a CEN/TS 15053:2005 a vizsgadaraboknak és folytonossági hiányaiknak jellemzőit terméktípusonként, azaz: öntvények, hegesztett kötések, kovácsdarabok, képlékenyen alakított termékek, csövek, működés közbeni ellenőrzés (mindegyik előző terméktípus lehetséges) és vizsgálati eljárásokként, azaz: röntgen, ultrahangos, mágnesezhető poros, folyadékbehatolásos, örvényáramos és szemrevételezés, tartalmazza. Az akusztikus emissziós, az infravörös termográfias és a szivárgás vizsgálatra a tervezet nem alkalmazható. A műszaki irányelv tartalmazza a vizsgadarabok felületi állapotának követelményeit, a síkszerű és térfogatos folytonossági hiányok vizsgadarabonkénti számát és jellemző méreteit, valamint a vizsgadarabok törzslapjának tartalmára vonatkozó követelményeket.

MSZ-ként nem bevezetett RmV-szabványok

A roncsolásmentes vizsgálatok minősítésének módszertana, CEN/TR 14748

2004 végén megjelent a roncsolásmentes vizsgálatok minősítésére vonatkozó alapelveket, általános útmutatót és ajánlásokat tartalmazó CEN/TR 14748. A minősítés szükségességére vonatkozó szabályzás a műszaki jelentés kidolgozása során nem változott (lásd a 3. táblázatot).

A roncsolásmentes vizsgálati módszer		
Az EN-szabványban létezik és aszerint alkalmazzák	EN-szabvány szerinti, de azt eltérésekkel alkalmazzák	Új, nem szabvány szerinti
Nem szükséges minősítés	Csak az eltérések hatására irányul a minősítés	Minősítés szükséges
3. táblázat. A minősítés szükségessége a CEN/TR 14748 szerint		

A műszaki jelentés értékes része a szakkifejezéseket és meghatározásukat tartalmazó 3. fejezet is, valamint a minősítési tervként alkalmazható, a minősítés fázisait, lépéseit és a felelősöket tartalmazó táblázat is.

Az ultrahangos vizsgálatokat végzők figyelmét érdemes felhívni a CEN/TS 14751 „Hegesztés. A futásidőszóródásos eljárás (TOFD) alkalmazása varratok vizsgálatára” európai műszaki előírás megjelenésére. A műszaki előírás a viszonylag egyszerű alakú, teljes beolvasású varratok teljesen vagy részben automatizált vizsgálatára vonatkozik és a vizsgáló személyzetre vonatkozóan azt a követelményt tartalmazza, hogy rendelkezzenek a TOFD-eljárásban való dokumentált jártassággal (képzés, gyakorlat).

Összefoglalás

A roncsolásmentes vizsgálatok területén az európai és nemzetközi szabványosítás folyamatainak rövid ismertetése alapján is belátható, hogy legalább a készülő európai és nemzetközi szabványdokumentumok minél korábbi megismerése miatt érdemes lenne

minél több roncsolásmentesen vizsgáló szervezetnek részt venni a Magyar Szabványügyi Testület segítségével ezekben a tevékenységekben. A piachoz való alkalmazkodó képesség az üzleti sikerhez szükséges egyik tulajdonság. A szabványok a piac működését elősegítő és szabályozó dokumentumok. A korszerű szabványok szerinti működés így a piachoz való alkalmazkodó képességet is javíthatja.

Az európai és nemzetközi szabványosítás lehetőségei mellett az MSZT/MB 410 Roncsolásmentes vizsgálatok műszaki bizottság számára a magyar szabványosítás területén is sok a tennivaló. A szakterületen eddig honosított szabványoknak mintegy 60%-a ma még csak angol nyelven olvasható, azaz jelentős a lemaradásunk. A nemzeti szabványosításban az Európai Unióhoz való csatlakozás óta az angol nyelvű szabványok aránya nő. A közeljövőben az MSZT/MB 410 Roncsolásmentes vizsgálatok műszaki bizottság meg fogja határozni, hogy az angol nyelvű szabványok közül melyek azok, amelyeket magyar nyelven kell közzé tenni. Bízunk abban, hogy a felmérés eredménye nem az lesz, hogy nincs szükség magyar nyelvű szabványokra.

Új, érvényes nemzeti szabványok

A Magyar Szabványügyi Testület által, a Szabványügyi Közlöny 2005/11–12. és 2006/1–2. számaiban közzétett és szakterületünket érintő érvényes szabványok a következők:

- **03 Szolgáltatások**
 - MSZ EN ISO/IEC 17025:2005; Vizsgáló- és kalibráló-laboratóriumok felkészültségének általános követelmények.
 - MSZ EN ISO 9000:2005; Minőségirányítási rendszerek. Alapok és szótár.
- **11 Egészségügy**
 - MSZ EN ISO 10993:2005 – szabványsorozat; Orvostechikai eszközök biológiai értékelése.
- **25 Gyártástechnika**
 - MSZ EN 12814-3:2000/A1:2005; Hőre lágyuló műanyag félkész termékek hegesztett kötéseinek vizsgálata. 3. rész: Szakító kúszóvizsgálat.
- **75 Kőolajipar**
 - MSZ EN 14770:2006; Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A komplex nyírási modulus és a fázisszög meghatározás. Dinamikus nyíróreométer (DSR).
- **77 Kohászat**
 - MSZ EN ISO 7438:2006; Fémek. Hajlítóvizsgálat.
- **81 Üveg- és kerámiaipar**
 - MSZ EN 843-3–4:2005; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Monolitkerámiák mechanikai tulajdonságai szobahőmérsékleten. 3. rész: A szubkritikus repedésnövekedés jellemzőinek meghatározása állandó feszültségű hajlítószilárdság-vizsgálatokkal. 4. rész: A felület keménységvizsgálata Vickers, Knoop és Rockwell szerint.
 - MSZ EN 12289:2005; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámia-kompozitok mechanikai tulajdonságai környezeti hőmérsékleten. A síkbeli nyírási tulajdonságok meghatározása.
 - MSZ EN 12290:2005; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámia-kompozitok mechanikai tulajdonságai magas hőmérsékleten, semleges légkörben. A nyomási tulajdonságok meghatározása.
 - MSZ EN 12788:2006; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. Kerámia-kompozitok mechanikai tulajdonságai magas hőmérsékleten, semleges légkörben. A hajlítószilárdság meghatározása.
 - MSZ EN ISO 15732:2005; Finomkerámiák (nagy teljesítményű kerámiák, nagy teljesítményű műszaki kerámiák). Monolitkerámiák törőszilárdsága szobahőmérsékleten, egy oldalon bemetszett próbatest hajlítópróbájával (SEPB-módszer).
 - MSZ EN ISO 18756:2006; Finomkerámiák (nagy teljesítményű kerámiák, nagy teljesítményű műszaki kerámiák). Monolitkerámiák törési szívósságának meghatározása szobahőmérsékleten, a hajlításban bekövetkezett felületi repedés (SCF) módszerrel.
 - MSZ EN 1071-3:2006; Nagy teljesítményű műszaki kerámiák. A kerámiabevonatok vizsgálati módszerei. 3. rész: A tapadás és más mechanikai törési módok meghatározása karcpróbával.
- **83 Gumi- és műanyagipar**
 - MSZ EN ISO 179-1:2000/A1:2005; Műanyagok. A Charpy-féle ütési jellemzők meghatározása. 1. rész: Nem műszeres ütésvizsgálat. 1. módosítás.
 - MSZ EN ISO 20200:2005; Műanyagok. A műanyag bomlási fokának meghatározása szimulált kompozitálási feltételek mellett, laboratóriumi vizsgálattal.
 - MSZ EN ISO Műanyagok. Próbatetek sajtolása hőre lágyuló műanyagokból.
 - MSZ EN ISO 294-2:1998/A1:2005; Műanyagok. Hőre lágyuló műanyag próbatetek fröccsöntése. 2. rész: Kisméretű rudak szakítóvizsgálathoz.
 - MSZ EN ISO 15310:2005; Szálerősítésű műanyag kompozitok. A síkban értelmezett nyírómodulus meghatározása lemeztorziós módszerrel.
- **91 Építőanyagok és építés**
 - MSZ EN 12390-1 és -5–7:2006; A megszilárdult beton vizsgálata. 1. rész: A próbatetek és sablonok alak-, méret- és egyéb követelményei. 5. rész: A próbatetek hajlító-húzó szilárdsága. 6. rész: A próbatetek hasító-húzó szilárdsága. 7. rész: A megszilárdult beton testsűrűsége.

Új CEN-szabványok

(szerkesztőségünk címfordításai)

- EN 473:2000/A1:2005; Roncsolásmentes vizsgálat. A roncsolásmentesen vizsgáló személyzet minősítése és tanúsítása.
- EN 1814:2005; Roncsolásmentes vizsgálat. Akusztikus emisszió. Fém nyomástartó edények nyomáspróba alatti vizsgálata. Sík fekvésű AE források.
- CEN/TR 15134:2005; Roncsolásmentes vizsgálat. Automatizált ultrahangos vizsgálat. A rendszerek kiválasztása és alkalmazása.
- EN 10246-7:2005; Acélcsövek roncsolásmentes vizsgálata. 7. rész: Varratnélküli és hegesztett (kivéve a fedett ívű hegesztést) csövek hosszirányú anyaghiányainak kimutatása a külső felületen végzett, automatizált ultrahangos vizsgálattal.
- EN ISO 3834-1–5:2005; Minőségi követelmények fémek ömlesztő hegesztésére. 1. rész: A minőségi követelmények alkalmas szintje megválasztásának kritériumai. 2. rész: Átfogó minőségi követelmények. 3. rész: Mértékadó minőségi követelmények. 4. rész: Elemi minőségi követelmények. 5. rész: Az ISO 3834-2, -3 vagy -4 szabványok szerinti minőségi követelményekkel való összhang igazolására alkalmas dokumentáció.
- EN ISO 4545-1–4:2005; Fémek. A Knoop-keménység vizsgálata. 1. rész: A vizsgálati módszer. 2. rész: A vizsgálógép hitelesítése és kalibrálása. 3. rész: A referencia anyagtömbök kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6506-1–4:2005; A Brinell-keménység vizsgálata. 1. rész: A vizsgálati módszer. 2. rész: A vizsgálógép hitelesítése és kalibrálása. 3. rész: A referencia anyagtömbök kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6507-1–4:2005; A Vickers-keménység vizsgálata. 1. rész: A vizsgálati módszer. 2. rész: A vizsgálógép hitelesítése és kalibrálása. 3. rész: A referencia anyagtömbök kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6508-1–3:2005; A Rockwell-keménység vizsgálata. 1. rész: A vizsgálati módszer (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T). 2. rész: A vizsgálógép hitelesítése és kalibrálása (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T). 3. rész: A referencia anyagtömbök kalibrálása (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T).

Új ISO-szabványok,

amelyek 2005. január 4-e és 2005. október 17-e között jelentek meg. (Az ISO Bulletin, illetve az ISO Focus alapján készül tájékoztató címfordítások.)

- ISO 13528:2005; Statisztikai módszerek a laboratóriumok közötti összehasonlításokban használt szakmai vizsgálatokhoz.
- ISO 18116:2005; Felületi kémiai analízis. Irányelvek az elemzési minták előkészítéséhez és összeállításához.
- ISO 12737:2005; Fémek. A törési szívósság meghatározása.
- ISO 22826:2005; Fémes anyagok hegesztéseinek roncsolásos vizsgálata. Lézer- és elektronsugárral hegesztett, keskeny varrat keménységvizsgálata Vickers- és Knoop-féle módszerrel.
- ISO 7539-7:2005; Fémek és ötvözetek korróziója. Nyomás alatti korrózió vizsgálata. 7. rész: Lassú terheléses vizsgálat.
- ISO 16151:2005; Fémek és ötvözetek korróziója. Gyorsított ciklikus vizsgálatok sószórással, száraz és nedves feltételek mellett.
- ISO 17475:2005; Fémek és ötvözetek korróziója. Elektrokémiai vizsgálati módszerek. Irányelvek a vezetőképes potenciosztatikus és potenciodynamikus polarizációs mérésekhez.
- ISO 20512:2005; Finomkerámiák (korszerű kerámiák, korszerű műszaki kerámiák). A kerámiabevonatok tapadásának meghatározása karckeménység-méréssel.

- ISO 20505:2005; Finomkerámiák (korszerű kerámiák, korszerű műszaki kerámiák). A folyamatos szálerősítésű kompozitok rétegei közötti nyírószilárdság meghatározása környezeti hőmérsékleten, duplán bemetszett próbatestek összenyomásával és losipescu-vizsgálattal.
- ISO 20506:2005; Finomkerámiák (korszerű kerámiák, korszerű műszaki kerámiák). A folyamatos szálerősítésű kompozitok síkban fellépő nyírószilárdságának meghatározása környezeti hőmérsékleten, duplán bemetszett próbatestek összenyomásával és losipescu-vizsgálattal.
- ISO 11997-1:2005; Festékek és lakkok. Ciklikus korróziós feltételekkel szembeni ellenállás meghatározása. 1. rész: Nedves (sósold)/száraz/nyirkosság.
- ISO 20567-1–2:2005; Festékek és lakkok. Bevonatoknak kőszilánkokkal szembeni ellenállásának meghatározása. 1. rész: Többszörös ütővizsgálat. 2. rész: Egyszeri ütővizsgálat irányított ütőtesttel.
- ISO 21968:2005; Nem mágneses fémbevonatok fémes és nemfémes alapanyagokon. A bevonat vastagságának mérése. Fázisérzékeny örvényáramos módszer.
- ISO 14096-1–2:2005; Roncsolásmentes vizsgálatok. A radiográfiai filmdigitalizáló rendszerek minősítése. 1. rész: Meghatározások, a képminőségi jellemzők, a referenciafilm- és a minőségi ellenőrzés mennyiségi mérése. 2. rész: Minimumkövetelmények.
- ISO/TS 21432:2005; Roncsolásmentes vizsgálatok. Szabványos vizsgálati módszer a neutrondiffrakció okozta maradék feszültség meghatározására.
- ISO 17640:2005; Hegesztések roncsolásmentes vizsgálata. Hegesztett kötések ultrahangos vizsgálata.
- ISO 17643:2005; Hegesztések roncsolásmentes vizsgálata. Hegesztések örvényáramos vizsgálata komplex-sík elemzéssel.
- ISO 18859-1:2005; Radioaktivitás mérése a környezetben. Talaj. 1. rész: Általános irányelvek és meghatározások.
- ISO 21909:2005; Passzív személyi neutron-doziméterek. Teljesítmény és vizsgálati követelmények
- ISO 10460:2005; Gázpalackok. Hegesztett, szénacél gázpalackok. Időszakos ellenőrzés és vizsgálat.
- ISO 10461:2005; Gázpalackok. Varrat nélküli, alumíniumötvözetből készült gázpalackok. Időszakos ellenőrzés és vizsgálat.
- ISO 10462:2005; Gázpalackok. Hordozható gázpalackok oldott acetilénhez. Időszakos ellenőrzés és vizsgálat.
- ISO 1924-3:2005; Papír és karton. A szakítási tulajdonságok meghatározása. 3. rész: Az állandó nyúlássebesség módszere (100 mm/perc).
- ISO 8784-1:2005; Cellulóz, papír és karton. Mikrobiológiai vizsgálat. 1. rész: A bomláskor keletkező baktérium-, élesztő- és penészgomba összes száma.
- ISO 11556:2005; Papír és karton. A hullámosodás meghatározása egyes, függőlegesen felfüggesztett vizsgálati mintadarabbal.
- ISO 16790:2005; Műanyag. Hőre lágyuló műanyagok húzási jellemzőinek meghatározása olvadt állapotban.
- ISO 3384:2005; Gumi vagy hőre lágyuló elasztomer. A nyomófeszültség-relaxáció meghatározása környezeti és növelt hőmérsékleten.
- ISO 1926:2005; Kemény műanyaghabok. A húzási tulajdonságok meghatározása.
- ISO 11357-3:1999/Amd 1:2005; Műanyag. Páztázó differenciál-kalorimetria (DSC). 3. rész: Az olvadás és a kristályosodás hőmérsékletének és entalpiájának meghatározása.
- ISO 2859-3:2005; Mintavételi eljárások minősítéses ellenőrzéshez. 3. rész: Kihagyásos mintavételi eljárások.
- ISO 2859-5:2005; Mintavételi eljárás minősítéses ellenőrzéshez. 5. rész: Átvételi hibaszint (AQL) szerinti szekvenciális mintavételi tervrendszerek tételenkénti ellenőrzéséhez.
- ISO 15536-1:2005; Ergonómia. Számítógépes tanbábuk és testsablonok. 1. rész: Általános követelmények.

Dr. Pólos László

(1927–2005)

Lapszerkesztés ügyben megbeszéltek találkánk már elmaradt, és betegsége hírére csakhamar értesítés követte: életének 79. évében, a nyugdíjasként is aktív, fiatalos mozgású és lelkületű tanár, lapunk egyik rovatszerkesztője, 2005. december 28-án, békésen elhunyt. A Városligeti Fásor református templomában vettünk Tőle végső búcsút, január 6-án. A mintegy 300 fős gyászoló gyülekezet szomorú szívvel, de a hittel elénekelt: „Tebenned bízunk, eleitől fogva...” kezdetű dal mitikus reményt sugalló hangulatában próbálta képpé formálni az Őt méltató megemlékezők (a Műgyetem nevében: Horvai György professzor, a barátok és kollégák nevében: Inczédy János akadémikus és az öregdiákok nevében: Rigó József) által felidézett emlékezoikat. Felidézni egy tisztességes, családját szerető, és baráti, szakmai és tanítványi közösségeinek tagjait szeretve tisztelő-nevelő, a hazájához és szülőföldjéhez hű embert, aki az oktató-kutató munkáját a felkészültség igényével végezte, és akitől tanítványai is mindenekfelett ezt az igényességet tanulhatták meg.

Pólos László Felvidéken, a Gömör vármegyei Feled faluban született. Középiskolai tanulmányait Rimaszombaton, a híres Református Főgimnáziumban kezdte el, de a második világháború vihara a „zöldhatárán át” Sárospatakra sodorta. Itt érettségizett. – Kötődését a városhoz és a gimnáziumhoz misem bizonyítja jobban, mint az, hogy Ő szerkesztette 2005-ben a Pataki Tanáraink című kötetet. – Tanulmányait Budapesten, az Eötvös Lóránd Tudományegyetem (ELTE) TTK vegyész szakán folytatta és fejezte be 1952-ben, mialatt a felvidékiek Rákóczi Diákköthona lakója volt.

Szakmai életútja mindvégig a felsőoktatáshoz kötötte. Először, 1955-ig, az ELTE Szervetlen és Általános Kémia Tanszéken tanársegéd, majd a BME Általános és Analitikai Kémia Tanszék MTA Műszaki Analitikai Kutatócsoport munkatársaként dolgozott, Erdey László professzor irányításával a titrimetria és gravimetria területén tevékenykedett. Eredményeiről mintegy 20 közleményben számolt be. Erdey halálát követően Pungor Ernő professzor irányításával spektrokémiával (láng-atomabszorpcióval), majd a csapadék alapú, ionszelektív elektródok felületi morfológiáját és a felület változásait tanulmányozta (együttműködve a bécsi műszaki egyetem analitikai kémiai intézetével) SIMS és XPS módszerekkel. Ebben a témakörben mintegy 60 közlemény jelent meg,



főleg külföldi folyóiratokban. Több könyvnek volt társszerzője, ezek közül egy az USA-ban a CRC kiadónál (1977) és egy az Egyesült Királyságban, Londonban jelent meg: T.S. West professzor szerkesztésében a Butterworths kiadónál (1973). A tanszéki akadémiai kutatócsoport kandidátus minősítésű tagjaként természetesen részt vett az MTA Spektrokémiai Munkabizottság munkájában is.

Mindemellett tanított is. Évtizedeken át meghatározó egyénisége volt a szakmérnök képzésnek, amelynek szervezésében 1965 óta (1987-től nyugdíjasként is mint címzetes egyetemi docens) haláláig vezető

szerpe volt, és előadásokat tartott, laboratóriumi gyakorlatokat vezetett. Több szakmérnöki jegyzet írásában, illetve szerkesztésében vett részt. A képzés kézikönyve, az Analitikai kézikönyv (Mk., 1974 és 1987) több fejezetét Ő írta. Nagy hozzáállással és energiával végezte ezt a munkát. A mintegy 17, négyeszeszteres kurzus keretében összesen 250-300 hallgató szerzett másoddiplomát. 1996-tól részt vett a Nemzeti Akkreditáló Testület (NAT) munkájában is az egyik Szakmai Akkreditáló Bizottság tagjaként.

Szakmai közéletünk szervezésében is tevékenyen volt, többek között a hazai színképelemzők atyaként tisztelt Török Tibor professzor által, a Gépipari Tudományos Egyesület Anyagvizsgáló Szakosztályon belül 1957-ben megalapított Színképelemző Szakbizottság egyik vezetőségi tagjaként, illetve a hagyománnyá vált, évenkénti Vándorgyűlések egyik szervezője- és előadójaként. Ezt a tevékenységét 1994-től a Magyar Kémikusok Egyesülete keretében, – mint az MKE Spektrokémiai Társaság tagja – folytatta, továbbá részt vett a Magyar Kémiai Folyóirat szerkesztésében is. De haláláig, másfél évtizeden át Ő szerkesztette az Anyagvizsgálók Lapja Műszeres analitika rovatát is. Szerzőként írt: *A kémiai analízis fejlődési irányai* című, a különböző analitikai módszereket érzékenységük, pontosságuk, megbízhatóságuk, időigényük és gazdaságosságuk szerint összevető írása ma is tanulságos olvasmány (Anyagvizsgálók Lapja 1992/4. p. 114.). Halálával szerkesztőbizottságunknak egy megbízható, széles speciális és általános műveltségű munkatársat és barátot veszített el, akinek palócos akcentusa és humora is nagyon hiányzik számunkra! Emlékét kegyelettel megőrizzük!

Lehofer Kornél