

ANYAGVIZSGÁLÓK LAPJA

2006/II. 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

ÁLLAPOTELLENŐRZÉS, ÉLETTARTAM GAZDÁLKODÁS - CONDITION CONTROL, SERVICE LIFE ECONOMY

R. K. CHAPMAN, A. ERIKSSON	1
Az ENIQ szervezet feladata és tevékenysége Európában Recent work in ENIQ and related activities in Europe	
LEHOFER Kornél	44
A reaktortartály acélanyagának ridegedése Embrittlement of the reactor vessel steels	

MÉRÉSTECHNIKA - MEASURING TECHNIQUES

PÖLÖSKEI Kornél, KOVÁCS Norbert Krisztián	48
A kritikus szálhossz elemzése bazaltszál-erősítésű kompozitokban Analysing of the critical fibre length with basalt fibre reinforced polymer	
TÁBI Tamás	54
Fröccsöntött termékek vetemedésének jellemzése újfajta módszerrel Warping characterization of the injection moulded parts by novel method	

ANYAGOK - MATERIALS

NÉMETH Árpád, ORBULOV Imre Norbert	58
Fémhabok, porózus fémanyagok előállítása és tulajdonságai Production of metal foams, porous metals and their properties	
OLÁH László, BORBÁS Lajos, CZIGÁNY Tibor	67
Porózus, csontpótló poli(ε-kaprolakton) szerkezetek fejlesztése Development of porous bone substitute poly(ε-caprolactone) structures	

BESZÁMOLÓK - REPORTS

LEHOFER Kornél	71
Az 1. Magyar-Ukrán Közös Konferenciáról: A technika biztonsága, megbízhatósága és kockázata Account about the 1st Hungarian-Ukrainian Joint Conference on Safety, Reliability and Risk of Engineering.	

SZABVÁNYOSÍTÁS - STANDARDISATION

Új hazai és nemzetközi szabványok	75
--	-----------

Recent work in ENIQ and related activities in Europe¹

R. K. Chapman² – A. Eriksson³

Összefoglalás

Az ENIQ feladata és tevékenysége Európában

A cikk az 1992-ben alapított ENIQ (European Network for Inspection and Qualification), azaz az *ellenőrzés és minősítés európai hálózata* tevékenységét, és azokat az elsősorban atomerőművekben végzett időszakos roncsolásmentes vizsgálatokkal kapcsolatos munkákat ismerteti, amelyek inkább európai, mint nemzeti szinten folynak. Alapításakor az ENIQ a vizsgálatminősítésre koncentrált, de mára ezzel egyenértékű területévé vált a kockázati szempontokat figyelembe vevő időszakos vizsgálatok kérdésköre is.

Vizsgálatminősítés

Az ENIQ legjelentősebb eredménye az európai minősítési irányelvek publikálása [2], amit lényegében egész Európa alkalmaz.* Az irányelvben foglaltak gyakorlati alkalmazhatóságának ellenőrzése érdekében az ENIQ esettanulmányokat szervez. Az esettanulmányok keretében atomerőművek főberendezéseit szimuláló ellenőrző testeken hajtanak végre minősítést. Az első esettanulmány egy ausztenites csővezeték vizsgálatának minősítésével ([lásd pl. [1]], a jelenleg a befejezéséhez közeledő **második esettanulmány** egy forralóvízes atomerőmű plattírozott reaktortartálya csonkvarratának (2. ábra) gépesített ultrahangos vizsgálatával foglalkozik. Az utóbbi célja az, hogy megvizsgálja a műszaki bizonyításban rejlő potenciális lehetőségeket a teljes léptékű ellenőrző testeken végrehajtandó, és ezért rendkívül költséges gyakorlati vizsgák terjedelmének csökkentése vagy azok teljes elhagyása érdekében. A második esettanulmány, amelynek részleteit a cikk ismerteti, igazolja a műszaki bizonyítás lehetőségeit, de arra is rámutat, hogy ennek mértéke esetről esetre különböző lehet, és a vizsgálat bonyolultságától, a rendelkezésre álló információk mennyiségétől illetve új információhoz való jutás lehetőségétől függ. Világossá vált továbbá a vizsgálat modellezésének a jelentősége, amennyiben a modell kísérletileg verifikált és kizárólag az érvényességi tartományán belül alkalmazák.

A vizsgálatminősítés európai módszertanának a támogatása érdekében ENIQ időről időre háttérdokumentumokat ad ki, amelyek a minősítés egy-egy területének javasolt gyakorlatát foglalják össze. Eddig nyolc *javasolt gyakorlat* dokumentumot adtak ki, amelyeket a cikk 1. táblázata foglal össze.

A cikk ezt követően példákat sorol fel az európai módszertan alkalmazásáról különböző országokban, beleértve az Európai Unió új tagállamait is. Említett országok: Belgium, Csehország, Finnország, Svédország, Németország, Svájc** és az Egyesült Királyság.

Miután felismerték, hogy az európai minősítési irányelvekben foglaltak a nukleáris iparnál szélesebb körben is alkalmazhatók, a CEN (Commission for European Standardization), azaz az európai szabványosítási bizottság egy munkacsoportot hozott létre, amely kidolgozta és publikálta az ENIQ irányelvekhez nagyon hasonló minősítési dokumentumot [5].

Kockázat-szempon-tú vizsgálatok

Egyre nagyobb érdeklődés mutatkozik a kockázati szempontokat figyelembe vevő időszakos vizsgálatok iránt, és miután az amerikai módszerek alkalmazása az európai hatósági környezetben nem egyszerű, az ENIQ egy erre vonatkozó keret jellegű dokumentumot dolgozott ki [7]. A dokumentum azokat az elveket foglalja össze, melyeket a kockázati szempontokat figyelembe vevő bármelyik koncepciónak tartalmaznia kell.

A különböző módszerek összehasonlítása céljából az ENIQ – együttműködve az OECD / NEA-val – a RISMET (Risk-Informed ISI Methodologies) projektet indította el. A projektnek több mint húsz résztvevője van Európából, Észak-Amerikából, Japánból, valamint csatlakozott hozzá a Nemzetközi Atomenergia Ügynökség is. A projekt célja, hogy összehasonlítsa a különböző módszereket, amelyeket ugyanazokra a csővezeték rendszerekre alkalmaznak. A kiválasztott rendszerek a következők: egy svéd atomerőmű reaktor hűtőköre, üzemzavari hűtőrendszere, főgőz rendszere és kondenzátum rendszere.

A kockázati szempontokat figyelembe vevő vizsgálatok, és a vizsgálatminősítés közötti kapcsolat jelentőségét felismerték. Ezért a kockázati szempontokat figyelembe vevő koncepció a vizsgálat megbízhatóságának kvantitatív megadását igényli annak érdekében, hogy a kockázat csökkentését kifejezhesse. Ideális esetben ezt egy POD-görbe (Probability of Detection), azaz a hiba detektálásának valószínűségét kifejező görbe fejezné ki, de ezt a mai minősítések az ellenőrző testek, illetve az azokban el-

¹ Invited plenary lecture for the 5th Int. Conf. in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurized Components, 10–12 May, 2006, San Diego, CA, USA; Received: 15th May, 2006

² British Energy (ENIQ Chairman)

³ JRC, Petten (ENIQ Network Manager)

* A magyar nukleáris hatóság is elfogadta az európai irányelveket és javasolta a Paksi Atomerőműnek annak követését.

** Habár Svájc nem tagja az Európai Uniónak, alapító tagja az ENIQ-nek

helyezett mesterséges folytonossági hiányok korlátozott száma miatt nem tudják előállítani. ENIQ azon dolgozik, hogy erre a kérdésre megoldást javasoljon.

A jövő feladatai: Az atomerőművek időszakos vizsgálataival kapcsolatos jövőbeni kutatási igényeket kívánja azonosítani az idén befejeződő GAIN projekt (Gap Analysis for Long Term Inspection Needs of Nuclear Plants). A projekt mind a felhasználói mind a hatósági igényeket figyelembe veszi. Az ENIQ pedig saját tevékenységi körében azt tervezi, hogy megújítja az európai vizsgálatminősítési irányelvet, valamint további *javasolt gyakorlat* típusú dokumentumokat ad ki; továbbá azt, hogy jövőbeni tevékenysége középpontjába a kockázatalapú vizsgálatok és a szerkezeti megbízhatósági modellel kapcsolatát, valamint a minősítés és a kockázat kapcsolatának számszerűsítését állítja.

European approach on issues relating to the in-service inspection of nuclear power plants. ENIQ also acts as a network for the exchange of information and views among its members.

Initially ENIQ focussed on inspection qualification, but more recently it has also been addressing risk-informed in-service inspection issues. ENIQ currently comprises a Steering Committee and two Task Groups (*Figure 1*). The Steering Committee consists of voting members who are from utilities, and non-voting members who are invited onto the Committee by the voting members. The Chairmen of the two Task Groups are automatically members of the Steering Committee. All EU countries having nuclear power plant, together with Switzerland, are currently members of ENIQ, and recently the IAEA have begun to attend Steering Committee meetings as an observer.

Introduction

This paper describes recent work within ENIQ (the European Network for Inspection and Qualification), together with related activities within Europe, concentrating on those which are organised at European rather than national level. Recent ENIQ-related developments within individual countries are also discussed briefly. To some extent the paper updates a similar overview paper presented at the previous conference in this series [1], which also gave an overview of the history of ENIQ since its foundation in 1992.

ENIQ is perhaps the leading forum within Europe for the development and promotion of a harmonised

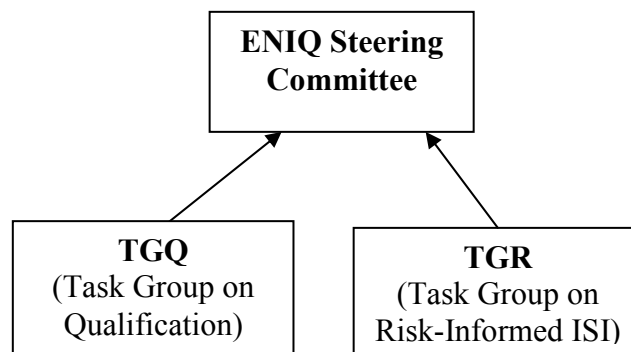


Figure 1: Current structure of ENIQ

1. ábra. Az ENIQ jelenlegi szervezete: a Minősítő (TGQ) és a Kockázatalapú állapotellenőrző (TGR) csoport munkáját a Szervezőbizottság fogja össze

Inspection qualification activities – recent developments

Second Pilot Study

A key achievement of ENIQ has been the issue of the European Qualification Methodology Document [2], which has been widely adopted across Europe. This document defines an approach to the qualification of inspection procedures, equipment and personnel based on a combination of technical justification (TJ) and test piece trials (open or blind). The TJ is a crucial element in the ENIQ approach, containing evidence justifying that the proposed inspection will meet its objectives in terms of defect detection and sizing capability. A Qualification Body reviews the TJ and the results of any test piece trials and issues the qualification certificates.

In order to test the European qualification methodology, two pilot studies have been conducted in which qualifications have been performed for

inspections of mock-ups simulating specific plant components. The First Pilot Study, on an austenitic pipework weld, is complete and has been reported elsewhere (see e.g. [1]). A Second Pilot Study is now nearing completion, for an automated ultrasonic inspection of a clad ferritic BWR-type nozzle-to-shell weld. The aim of this study was to explore the potential of a TJ to reduce or remove the need for full-scale practical trials on mock-ups

In this Second Pilot Study, a full-scale test piece containing artificially inserted defects was made to simulate the real component (*Figure 2*). A specification was drawn up of the defects which the inspection was required to find, and an automated ultrasonic inspection was designed to detect them. A TJ was written which predicted whether the designated inspection would be successful in detecting the specified defects. The evidence in the

TJ came mainly from physical reasoning, theoretical modelling and results from previous work. The effect of the cladding was quantified partly using new experimental measurements on a clad “parametric studies” block, and partly from existing evidence in the literature. The predictions of the TJ were then compared with experimental measurements taken on the defects in the test piece – these measurements simulated the actual inspection of the component.

This exercise was largely successful in demonstrating that TJs have the potential to predict the outcome of specific inspections and thus to reduce or remove the need for large-scale test pieces in qualification. However, the extent to which this can be done in practice will vary from case to case, depending on the difficulty of the inspection, the availability of relevant existing data and the ability and resources to generate new data which can be used in the TJ. The exercise also showed the value of theoretical modelling, but emphasised the importance of only using models which have been experimentally validated and using them within their regimes of validity.

Further details of the Second Pilot Study can be found in a companion paper at this conference [3].



Figure 2: Test piece for ENIQ Second Pilot Study

2. ábra. Ellenőrző test az ENIQ második esettanulmányához

Recommended Practices

RP number	Title	Issue no	Issue date	Report number
RP1	Influential/essential parameters	2	Jun 05	EUR 21751 EN
RP2	Recommended contents for a technical justification	1	Jul 98	EUR 18099 EN
RP3	Strategy document for a technical justification	1	Jul 98	EUR 18100 EN
RP4	Recommended contents for the qualification dossier	1	Feb 99	EUR 18685 EN
RP5	Guidelines for the design of test pieces and conduct of test piece trials	1	Feb 99	EUR 18686 EN
RP6	The use of modelling in inspection qualification	1	Dec 99	EUR 19017 EN
RP7	Recommended general requirements for a body operating qualification of non-destructive tests	1	Jun 02	EUR 20395 EN
RP8	Qualification levels and approaches	1	Jun 05	EUR 21761 EN
	ENIQ Glossary	2	Dec 99	EUR 18102 EN

Table 1: List of ENIQ Recommended Practices (available on the ENIQ website <http://safelife.jrc.nl/eniq/>)

1. táblázat. Az ENIQ ajánlott gyakorlatának jegyzéke (elérhető az ENIQ honlapján: <http://safelife.jrc.nl/eniq/>)

The European Qualification Methodology Document [2] is supported by eight issued Recommended Practices (Table 1), covering various aspects of qualification in more detail. All these documents provide guidance on conducting qualification, while

retaining the flexibility to allow detailed variations in implementation between different countries.

Recent developments on Recommended Practices include a new issue of RP1 on influential and

Állapotellenőrzés – élettartam-gazdálkodás

Condition control – service life economy

essential parameters, and the first issue of RP8 on qualification levels and approaches. A brief overview of these developments is given here; more detail can be found in another companion paper at this conference [4].

RP1 was revised to simplify and clarify the recommended approach to the treatment of influential and essential parameters, following feedback from users on applying Issue 1. This is a good example of how the Recommended Practices are regarded as “living documents”, to be reviewed periodically in the light of feedback from users.

The influential parameters are those parameters (for example defect orientation or probe beam angle) which can potentially affect the outcome of an inspection, while the essential parameters are those which could actually affect the outcome of a specific inspection in such a way that the inspection would no longer meet its objectives. The main changes from Issue 1 of RP1 are:

- Combining the Procedure and Equipment Parameter Groups into a single Inspection System Group.
- Clarification that the non-inclusion of parameters which are clearly non-essential need not be justified in the TJ.
- Removal of the distinction between essential Inspection System parameters which are “fixed within a tolerance” and those “covering a range”. Instead these parameters are categorised into so-called “Set 1” parameters (those which particularly

affect the outcome of the inspection) and “Set 2” parameters (those which only affect the outcome if they differ substantially from their chosen values).

- Confirmation that the essential parameters should be listed in a table in the TJ, but with clarification of how each type of parameter (Input, Inspection System Set 1, Inspection System Set 2) should be addressed.

RP8 is a new Recommended Practice on qualification levels and approaches. It recognises that some countries or organisations might wish to introduce the concept of different qualification levels, depending on the assurance required that the inspection will attain its objectives in demonstrating structural integrity. One method of setting the qualification level is using a risk-informed methodology, and the RP provides some guidance in doing this.

The qualification level in turn acts as one of the inputs in determining the qualification approach, that is, the range of qualification activities needed to achieve the desired qualification level. This qualification approach will depend on the difficulty or novelty of the proposed inspection as well as the qualification level itself. The chosen qualification approach will affect various aspects of qualification such as the realism of the test pieces used (full-scale, simplified, or flat plates), the requirements for the Qualification Body and the QA arrangements.

Examples of recent developments in qualification in European countries

The ENIQ approach to qualification has now been widely adopted across Europe, including the new EU members, and many successful qualifications have been completed. Several countries have set up their own qualification bodies. ENIQ members regularly report to ENIQ Steering Committee meetings on developments in their individual countries under a standing item on the agenda. Recent reports include:

- An update on qualification work in Belgium on RPV and primary circuit welds, including inconel safe-end welds.
- An update on the extensive qualification programme for VVER components underway in the Czech Republic.
- 10-15 qualifications underway in Finland, together with preparation of qualification of pre-service inspections at Olkiluoto 3, the new European Pressurised Reactor power station now under construction.
- Contacts initialised between Sweden and Finland to promote the mutual recognition of inspection qualification and intensify bilateral collaboration.

- A pilot study in progress to investigate the feasibility of introducing the ENIQ qualification methodology in Germany.
- A review of its activities by the Swedish Qualification Centre, which has now been in existence for 10 years.
- A 10-year timescale introduced in Switzerland in 2003 for the implementation of qualification.
- A qualification of the ultrasonic inspection of studbolts in boiler closure units at AGR power stations in the UK; also the qualified inspections of the Sizewell B RPV at the end of the first 10 years of operation.

There are several papers at this conference, from the Czech Republic, France, Germany, Sweden and the UK, describing recent developments in individual countries in more detail.

CEN Published Document on inspection qualification

Following preparation of the ENIQ Qualification Methodology Document [2], several people felt that a document describing a qualification methodology could also be of value outside the nuclear power industry. A proposal was therefore put to the CEN Technical Committee CEN/TC138 to work on deve-

loping such a document. This proposal was accepted on a vote, a Working Group (WG9) was set up under the convenorship of JRC Petten, and work began in 1999. The main reference documents were the ENIQ Methodology Document, a draft British Standard and a German DIN Standard. Seven technical meetings of

WG9 were held over the next 3 years, resulting in an agreed document which was approved by CEN in September 2004. This Published Document [5] has much in common with the ENIQ Methodology Document.

Risk-informed inspection activities – Recent developments

There is a growing interest in moving towards risk-informed ISI approaches in several European countries [6]. In most cases, the US methodologies cannot be directly adopted as such, since they were originally developed in the US regulatory environment. Thus in many European countries activities are ongoing both to carry out their own methodology development and to adjust the US methodologies to comply with national requirements.

The European Framework Document for Risk Informed In-Service Inspection

At a European level, as a result of the work of ENIQ TGR, the European Framework Document for Risk Informed In-Service Inspection [7] was published in 2005. It is intended to serve as guidelines both for organisations developing their own RI-ISI approaches and for those using or adapting already established approaches to the European environment taking into account utility-specific characteristics and national regulatory requirements. The scope of the document is limited to setting out the principles that a body carrying out RI-ISI should follow. The decision on whether a risk-informed approach should or should not be applied when devising an inspection strategy is a matter for agreement between the parties involved.

The document identifies the key principles that any RI-ISI approach needs to meet, regardless of the level of quantification in the assessment of failure probabilities and consequences. However, purely qualitative methods that do not use the Probabilistic Safety Assessment (PSA) approach in order to define the consequences of failure, or any form of structural assessment to determine the probability of failure, are not considered in the document. The document is intended to be flexible so that different countries can use it to develop RI-ISI programmes which are consistent throughout Europe but which also meet their different national legal, regulatory and technical requirements.

The following key elements constituting the process of risk-informed ISI planning are identified in the Framework Document: (1) assurance of the long-term commitment of senior management to the risk-informed methodology; (2) formation of the RI-ISI assessment team; (3) definition of the scope of the equipment/structures to be considered in the application; (4) collection and analysis of the information required to carry out the risk assessment;

(5) definition of the level of the evaluation; (6) assessment of the probability of failure for all the components included in the scope of the application; (7) assessment of the consequences of failure for all the components included in the scope of the application; (8) ranking the risk associated with all the components; (9) carrying out sensitivity studies to determine the impact of changes in key assumptions or data; (10) choice of the components to be inspected according to chosen criteria; (11) assessment of the implications for inspection qualification; (12) feedback of the obtained information after completing the inspection. The European Framework Document for RI-ISI can be downloaded from the ENIQ website: <http://safelife.jrc.nl/eniq/>.

International benchmark of RI-ISI methodologies – RISMET

The benchmarking of various RI-ISI methodologies was considered as one of the top priorities for ENIQ TGR. At present, there is no known direct comparison of different RI-ISI methodologies applied to an identical scope of components (system, class, etc.). Several international groups and committees have given recommendations and support for performing a benchmarking of various RI-ISI approaches (NRWG, OECD/NEA CSNI, ENIQ TGR, several national regulators etc.).

A benchmark project called RISMET – Risk-Informed ISI Methodologies – has been successfully launched in co-operation between JRC, TGR and the OECD Nuclear Energy Agency. The project has more than twenty participating organisations from Europe, USA, Canada and Japan, including also the IAEA. More than half of the participants are also members of TGR.

The overall objective of the project is to apply various RI-ISI methodologies to the same case, namely, selected pipe work systems at Ringhals NPP: the reactor coolant system, the safety injection system, the main steam system and the condensate system. The comparative study aims at identifying the impact of the differences in methodologies on the final results, i.e. the definition of the risk-informed inspection programme. In addition, one objective is to identify how the various approaches fulfil requirements and recommendations put forward in the ENIQ Framework Document for RI-ISI [7], in the

NRWG document [8] and in the NURBIM project. More information regarding the RISMET project can be found at <http://safelife.jrc.nl/eniq/projects/RISMET>.

Link between risk-informed ISI and inspection qualification

It is recognised that there is an important link between risk-informed ISI and inspection qualification. The RI-ISI approach requires a quantitative measure of inspection effectiveness in order to calculate the reduction in risk associated with the inspection. Ideally this would be provided through a probability of detection (POD) curve, and it would be helpful if inspection qualification could provide this POD information.

In reality, however, the outcome of an inspection qualification is usually expressed in qualitative terms, for example a statement that there is “high confidence” that the required inspection capability will be achieved. Quantitative statements based purely on factual evidence are difficult to make, because of the limited number of artificial defects introduced into any test pieces, and the problems of quantifying, in POD terms, any other evidence included in the TJ such as theoretical modelling predictions or results obtained from the literature.

Nevertheless, some possible methods for quantifying the POD have been proposed. One approach uses Bayesian modelling of the qualification process [9, 10] in which the “degree of belief” in the TJ is expressed in probabilistic terms, and then combined with the results of any practical trials. Work is about to start on applying this approach to a particular case study of a completed qualification of an ultrasonic inspection on Magnox power plant in the UK.

Another approach is to produce a user-defined POD curve as a target for qualification. This could be a simple curve such as a step-function. The results of work currently underway on relating POD to the margin of detection (signal to noise level or signal relative to reporting threshold) could be of value here. The user-defined POD curves could also be related to the risk reduction and the inspection interval. The objective of the qualification body would then be to assess whether or not the user-defined POD curve can be considered a lower bound for the NDT system under consideration.

Analysis of future R&D needs for nuclear plant

An ongoing European attempt to identify future research needs in the area of ISI is the GAIN project. GAIN – Gap Analysis for Long Term Inspection Needs of Nuclear Plant – is a project under the EURATOM Framework Program 6, funded by the European Commission. The three partners involved are Mitsui Babcock Technology, JRC Petten and the Nuclear Research Institute in the Czech Republic (NRI Rez).

The objective of the study is to identify the medium- to long-term inspection needs of the nuclear industry, assess where these can be met by recent/current research and technological development work (including EC Programmes), and perform a gap analysis which will attempt to direct future EC Research and Technological Development (RTD) activities and other initiatives.

The main activities are:

- Identification of desired future inspection methods/tools/strategies as well as training needs (“wish-list”) through a questionnaire. This questionnaire has been addressed to “end users”, meaning utilities and regulatory bodies. The replies received give good coverage of European Union countries as well as other east European countries

with nuclear power, and should provide a very good insight of future research needs.

- Review of recent and current research and technological development (including training sources and unique facilities) relevant to nuclear inspection needs.
- Match-making of recent and current work to plant operators’ and regulators’ wish-lists.
- Analysis of gaps between recent and current work and plant operators’ and regulators’ wish-lists, so as to identify those gaps which could best be addressed either by future EC activities or other forms of collaboration (e.g. cost sharing).
- The project will end with a workshop where the results of the analysis are presented to, and discussed with, the end users (nuclear utilities and regulators). This workshop is to be held in Prague on 7-8 June 2006.

The project will publish a final report containing the main findings of the study. It is envisaged that the result will form part of a European research strategy for the future and will facilitate the formation of European consortia for future R&D projects.

Future work within ENIQ

As the Framework Document provides general principles without going into details of RI-ISI implementation, ENIQ recognised the need to produce more detailed Recommended Practices and discussion documents on several RI-ISI related issues. TGR identified the following list of issues that would need further consideration within the group, and now form part of its work programme:

- Interaction between RI-ISI and inspection qualification;
- Guidelines for expert panels;
- Guidelines for use of PSA in RI-ISI;
- Defence in depth issues;
- Expert elicitation for degradation mechanisms;
- Interaction between structural reliability models (SRM) and databases; verification and validation of SRM codes;
- RI-ISI application for internals and RPV.

TGR members are also involved with the RISMET benchmarking project described above, and in the work linking RI-ISI to inspection qualification.

On the TGQ side, it has been recognised that several of the qualification documents, including the European Qualification Methodology Document [2], are now getting quite old and are in need of some review and possible revision. Initially TGQ is planning to review the Methodology Document and the two Recommended Practices (2 and 3) relating to TJs. Some further work is also still needed to complete the Second Pilot Study, mainly the destructive examination of the test piece.

In the longer term, ENIQ remains ready to address any inspection-related issues which can benefit from a co-ordinated approach at the European level. The output of the GAIN project is likely to be helpful in identifying these issues. International collaboration, through organisations such as the IAEA and OECD/NEA, is also likely to increase

Conclusions

1. ENIQ has played a central role in the development of a European approach to inspection qualification, through the issue of the European Qualification Methodology Document and its supporting Recommended Practices.
2. ENIQ has complemented this work on qualification with recent significant work in the field of risk-informed in-service inspection, including the production of the ENIQ Framework Document on RI-ISI.
3. The ENIQ approach to qualification has been widely adopted across Europe, including the new EU members. Several qualification bodies have been set up and many qualifications have been successfully completed.
4. The RISMET project will provide a useful benchmarking exercise for the different RI-ISI methodologies.
5. Areas of work within ENIQ for the immediate future have been identified for both TGQ and TGR. The GAIN project is likely to provide useful input into longer-term plans.

Additional information concerning ENIQ and its task groups and activities, as well as publications, can be obtained from the ENIQ website:

<http://safelife.jrc.nl/eniq/>.

References

1. Chapman R. K. and Eriksson A.: "ENIQ – progress to date and future directions", *Proc. 4th Intl. Conf. on NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components*, London, Dec. 2004.
2. European Methodology for Qualification, Issue 2. ENIQ report no. 2. European Commission report EUR 17299 EN, 1997. Available on the ENIQ website <http://safelife.jrc.nl/eniq/>.
3. Seldis T., Whittle M. J. and Eriksson A.: "ENIQ 2nd Pilot Study - Summary and Conclusions", this conference.
4. Chapman R. K., Whittle M. J. and Eriksson A.: "ENIQ Recommended Practices 1 (Influential /essential parameters) and 8 (Qualification levels and approaches)", this conference.
5. CEN Published Document "Non-destructive testing – Methodology for qualification of non-destructive tests", PD CEN/TR 14748:2004.
6. Eriksson A., Gandossi L. and Simola K.: "ENIQ joint European activities on risk-informed ISI", this conference.
7. European Framework Document for Risk Informed In-Service Inspection, ENIQ report no. 23, European Commission report EUR 21581 EN, 2005, (Eds.) Chapman O. J. V., Gandossi L.,

- Mengolini A., Simola K., Eyre T. and Walker A. E.*
Available on the ENIQ website
<http://safelife.jrc.nl/eniq/>.
8. Report on the regulatory experience of risk-informed in-service inspection of nuclear power plant components and common views. Prepared by the Nuclear Regulators' Working Group. European Commission report EUR 21320 EN, 2004.
 9. *Gandossi L. and Simola K.*: "Framework for the quantitative modelling of the European methodology for qualification of non-destructive testing", *Int. J. Press. Vessels and Piping*, 82 (2005), 814-824.
 10. *Gandossi L. and Simola K.*: "A Bayesian framework for the quantitative modelling of the ENIQ methodology for NDT qualification", this conference.

A reaktortartály acélanyagának ridegedése

Lehofer Kornél

Kulcsszavak: reaktortartály acélok, kiválásos keményedés, VVER reaktor acélok, neutron fluens, ridegedés

Keywords: reactor steels, precipitation hardening, WWER reactor steels, neutron fluence, embrittlement

Summary

Embrittlement of the reactor vessel steels.

Irradiation embrittlement of the precipitation hardened ferritic reactor structure steels is summarised and appreciated on the basis of published data. It is pointed to the different fundamentally causes of the temperature depending embrittlement process induced by fast neutron fluence. Namely, at the low irradiation temperatures ($< 300\text{ }^{\circ}\text{C}$) the Charpy's transient temperature shift decreases exponential with the yield point of steels measured at $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ before irradiation because the annihilation of point defects induced by fast neutron fluence depends fundamentally on the inter particles pacing (Fig. 1 and 2) and the quantity of C, O and mainly N atoms being interstitial solid solution in ferrite. But than now at the service temperature of the WWER reactors the main structural changing effects of the embrittlement are density and size of radiation-induced precipitation of the Ni and mainly the Cu, and the segregation of the P to the interfaces. These are supported by the IAEA TECDOC-1442, May 2005 guideline concerning to the WWER reactor steels recommended to determine the Charpy's transient temperature shift by Eq. (1) controlled with the measured data (Fig. 3).

Bevezetés

Az IAEA SAFELIFE programja kiemelten a VVER 440 és 1000 típusú reaktorok szerkezeti acéljainak, elsősorban a neutronsugárzás okozta, hőmérsékletfüggő anyagszerkezet-változás miatt szívósságcsökkenéssel és a rideg-képlékeny törés átmeneti hőmérséklete pozitív irányú eltolódásának összetett folyamatával foglalkozott. A reaktorok szerkezeti acéljai ferrites matrixúak, átlagosan 0,2 m% széntartalmúak és Cr-, Mo- és V-mal, esetenként Ni-lel gyengén ötvözöttek. A kovácsolt elemekből körvarratokkal összehegesztett tartályt úgy hőkezelik, hogy acélanyaga inkoherens karbidkiválásokkal keményített ferrites szövetszerkezetű legyen.

Számos vizsgálat igazolja, hogy a neutron-sugárzásnak a fémek szerkezetére és ezen keresztül tulajdonságaira gyakorolt hatása függ egyrészt az anyag összetételétől, szerkezetétől és szövetszerkezetétől, másrészt a neutronsugárzás intenzitásától, energiaspektrumától, a besugárzás időtartamától, vagyis összegezve: a neutron/cm²-ben kifejezett spektrális neutrontózási (az ún. fluenstől), továbbá

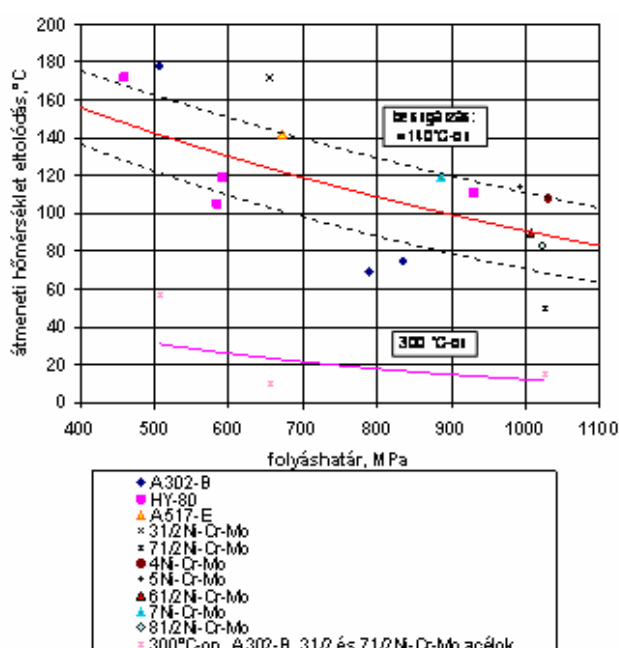
függ a besugárzás hőmérsékletétől, de független a dózisteljesítménytől. Közbevetve megjegyezzük, hogy a reaktortartályok szerkezeti acéljait, a tervezett élettartamuk alatt, $10^{19} - 10^{20}$ neutron/cm² fluens éri.

Anyagszerkezet- és tulajdonság-változás

A tulajdonság-változás anyagszerkezeti okainak lényege a következő: A fémekbe csapódó, nagy energiájú ($E > 1\text{ MeV}$), ún. gyors neutronok hatására – a termikus egyensúlyhoz képest – megnő a rácshibák mennyisége, elsősorban az üres rács helyek (vakanciák) és a rácsból intersztíciós helyzetbe kilökött atomok száma, amelyekből, diffúzió útján, különböző méretű felhalmozódások keletkeznek, illetve ezek a besugárzás előtt már meglévő rácshibákkal – főleg a diszlokációkkal –, az intersztíciósan és szubsztitúciósan oldott ötvöző- és szennyezőelemekkel kölcsönhatásba lépnek. Ennek eredményeként változnak meg a fém mechanikai tulajdonságai.

A változás mértékét jelentősen befolyásolja a besugárzás hőmérséklete, lévén, hogy az ezt okozó anyagszerkezet-változások exponenciálisan hőmérsékletfüggők. Ez okból, adott besugárzási hőmérsékleten, a mechanikai tulajdonság-változás mértéke alapvetően függ a neutronsugárzás hatására képződő és részben a nyelökként működő inkoherens határfelületeken (a szemcse- és a matrix-kiválás határok) megsemmisülő ponthibák dinamikus egyensúlyának a termikustól eltérő, magasabb szintjétől. Ezt a szintet viszont a nyelők átlagos távolsága határozza meg, mivel a ponthibák diffúziós sebessége a besugárzási hőmérséklettel adott. Az inkoherens kiválásokkal keményített matrixú fémötvözetekben (ilyenek a reaktorok ferrites acélanyagai is) a kiválások átlagos távolsága a besugárzás előtt 20°C -on mért $R_{p0,2/20}$ folyáshatárúkkal jellemezhető, így az inkoherens kiválásokkal keményített, de a minőségre és rácsszerkezetre azonos matrixú (pl. ferrites) ötvözetek neutronsugárzás okozta mechanikai tulajdonság-változására rendelkezésünkre álló kísérleti adatok együttesen értékelhetők folyáshatárúk függvényében, [Lehofer, 1978]. Ezt szemlélteti az 1. ábra, amelyen 10 különböző összetételű, csillapított, 0,12–0,20 m% C-tartalmú, zömmel Ni-Cr-Mo-ötvözetű (3–8,5 m% Ni) és korlátozott szennyezőtartalmú ($P \leq 0,01$, $\text{Cu} \leq 0,1\text{ m\%}$), és a reaktortartályoknál is szóba jöhetően hőkezelt, 25–200 mm vastag lemezekből kimunkált, Charpy-V-bemetszésű próbatestek útve hajlítóvizsgálatával elért eredményeket mutatjuk be, feldolgozva a

[Hawthorne–Steele, 1967, és Steele–Hawthorne–Gray, 1967] közleményekben foglaltakat. Az ábrán a 140 °C-nál kisebb, illetve 300°C-on, 2.10^{19} n/cm² (>1 MeV) fluenssel besugárzott acélok 41 J (30 ft.lb) energiához tartozó ΔT_{41} átmeneti hőmérséklet-növekedését ábrázoltuk a besugárzás előtt, 20 °C-on mért $R_{p0,2/20}$ folyáshatáruk függvényében. Látható, hogy a folyáshatár növekedésével – a kiválások térfogathányadának növekedésével, illetve átlagos távolságuk, azaz a diffúziós út csökkenésével – az acélok pozitív irányú átmeneti hőmérséklet-növekedésének mértéke exponenciálisan csökken. A tapasztalt ± 20 °C-os teljes szórási sáv összhangban van az átmeneti hőmérséklet-növekedés meghatározási pontosságával.

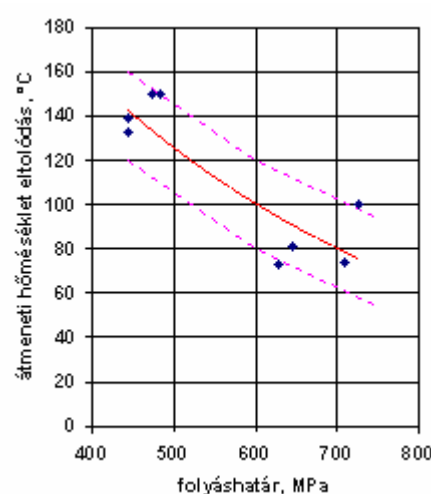


1. ábra. Kiválásokon keményített ferrites acélok 2.10^{19} n/cm² (>1 MeV) fluens okozta átmeneti hőmérséklet növekedése a besugárzás előtt 20 °C-on mért folyáshatárak függvényében. (A [Hawthorne–Steele, 1967, és Steele–Hawthorne–Gray, 1967] adatainak feldolgozása.)

Fig. 1: Transient temperature shift of the ferritic steels caused by 2.10^{19} n/cm² (>1 MeV) fluence vs. yield strength measured at 20 °C before irradiation. (Data processing of [Hawthorne–Steele, 1967, és Steele–Hawthorne–Gray, 1967]).

Elemezve kísérleteik eredményeit, az is megállapítható volt egyértelműen [Lehofer, 1978], hogy a ferrites acélok neutronsugárzás okozta mechanikai tulajdonság-változásában – a 300°C-nál kisebb besugárzási hőmérsékleteken – jelentős szerepe van a ferritben interstíciósan oldott N, O és C atomok felhalmozódásának a diszlokációk extrasíkjai környezetében, illetve az atom–vakancia párok képződésének. Különösen a N hatása jelentős. Ezeknek a 1–2 nm méretű képződményeknek a diszlokációk mozgá-

A 2. ábra – bár ugyancsak az előbbi összefüggést szemlélteti, de a 140 °C-nál kisebb hőmérsékleten, $3.2.10^{19}$ n/cm² (>1 MeV) fluenssel besugárzott acélra – azért tanulságos, mert a szerzők [Hawthorne–Steele, 1967] a nagyon gondosan gyártott, ASTM A 302–B minőségjelű, 0,20 m% C-, 1,3 m% Mn-, 0,5 m% Mo-tartalmú, gyengén ötvözött acélt kiválásokon keményített állapotban vizsgálták, de az inkoherens karbidok átlagos távolságát, és ezzel az acél folyáshatárát is, hőkezeléssel változtatták. A gondos gyártás azt jelenti, hogy az acél gyakorlatilag szennyezőktől mentes volt ($P \leq 0,005$; $S \leq 0,005$; $Ni \leq 0,05$; $Cr \leq 0,05$; $Cu \leq 0,01$; $Ti \leq 0,005$; $Sn \leq 0,005$; $N \leq 0,004$ m%).



2. ábra. A kiválásokon keményített A 302-B jelű ferrites acélok $3.2.10^{19}$ n/cm² (>1 MeV) fluens okozta átmeneti hőmérséklet növekedése a besugárzás előtt 20 °C-on mért folyáshatárak függvényében. (A [Hawthorne–Steele, 1967] adatainak feldolgozása.)

Fig. 2: Transient temperature shift of the A 302-B ferritic steels caused by $3.2.10^{19}$ n/cm² (>1 MeV) fluence vs. yield strength measured at 20 °C before irradiation.

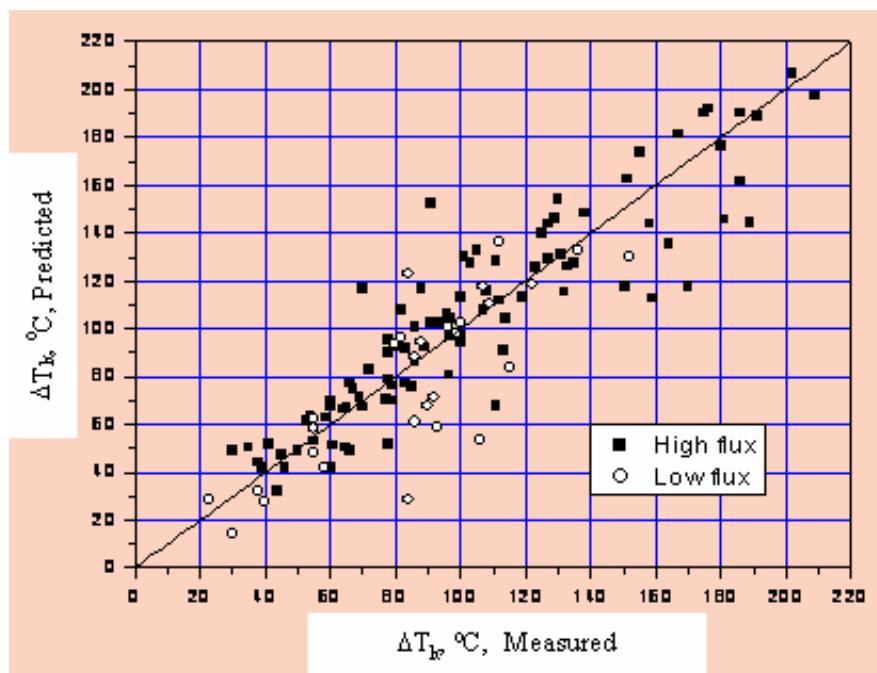
(Data processing of [Hawthorne–Steele, 1967]).

sát gátló, ridegítő hatása a besugárzási (reaktoroknál az üzemi) hőmérséklet növekedésével részben a növekedő mozgékonyosságuk révén bekövetkező egyesülésük, részben rekombinációjuk miatt jelentősen csökken. Kitűnik ez az 1. ábrából is világosan.

Viszont, a besugárzási hőmérséklet növekedésével megnő – sőt a VVER reaktorok üzemi hőmérsékletén is már uralkodóvá válik – a ferritben szubsztitúciósan oldott elemekben, például Ni-ben, de különösen Cu-ben dús fázisnak az önálló, igen finom (1–2 nm sugarú), koherens, korong alakú kiválása (ezek száma cm³-ként elérheti a 2.10^{19} értéket is), gátolva a diszlokációk mozgását; továbbá egyes szennyezők, különösen a P dúsulása a kristályok és az inkoherens matrix–kiválások határfelületein, elő-

segítve a rideg törést [Gurovich at al., 1997]. Vagyis ezek hatására nő az acél szilárdsága, de csökken a szívóssága és nő, a Charpy-féle ütve hajlítóvizsgálattal meghatározható rideg – képlékeny átmeneti hőmérsékletének pozitív irányú eltolódása. Ám ezeknek az anyagszerkezetváltozásoknak a hatása már nem írható le az acél besugárzása előtti állapotában 20°C-on mért folyáshatárával, mivel ez nem minősítheti a hosszabb besugárzási idő folyamán kialakuló, a diszlokációs mozgást akadályozó, igen finom és koherens kiválásokat. [Bár az 1. ábra szerinti, a 300 °C-on végzett $2 \cdot 10^{19}$ n/cm² (> 1 MeV) fluenssel besugárzott acélokra érvényes összefüggés alapján a VVER 440 reaktorok acélanyagaira az első indításukkor jellemző, $R_{p0,2/20} = 550\text{--}600$ MPa folyáshatárral számolva az átmeneti hőmérséklet pozitív irányú eltolódására, $\Delta T_{41} = 26\text{--}28$ °C adódik, ami jól egyezik a VVER 440 reaktorok anyagain ténylegesen mért és számolt értékkel (lásd az IAEA TECDOC-1442, May 2005 számú dokumentumból származó 3. ábrát)].

Ugyanakkor ma már igazolt tény az is, hogy a VVER típusú



3. ábra. Az üzemben lévő VVER 440 reaktortartály acélok számított és mért ridegedése.

Fig. 3: Guidelines for Prediction of Radiation Embrittlement of Operating WWER-440 RPVs,

reaktortartályok övzónájában a neutronsugárzás hatására elridegedett acél szívóssága, az övzóna helyben elvégezhető hőkezelésével, regenerálható, mégpedig az eredetihez közeli értékre, és így a reaktor-tartály élettartama a tervezetthez képest biztonságosan megnövelhető, [Trampus, 2004] A hőkezelés lényegében meg-eresztés, amelyet az üzemi hőmérsékletnél mintegy 200 °C-kal nagyobb hőmérsékleten, tartós (~100 órás) hőntartással, lassú (< 20 °C/h) felmelegítéssel és lehűtéssel végeznek el.

A VVER reaktorok acéljainak ridegedése

Visszatérve a VVER típusú reaktortartályok szerkezeti acéljainak neutronsugárzás okozta ridegedésével foglalkozó IAEA TECDOC-1442, May 2005 dokumentumra, megállapítható, hogy ennek az összetett jelenségnek a leírására napjainkban is még csak empirikus összefüggések ismertek. A dokumentum a reaktortartályok üzemi hőmérsékletén a gyors neutron fluensztől függő, egyidejűleg végbemenő, a diszlokációk mozgását akadályozó anyagszerkezetváltozás hatását három, lineárisan összegezhető tényezővel fejezi ki az (1) szerinti összefüggésben, amely leírja a ferrites, kiválásokan keményített

állapotban beépített szerkezeti acélok ridegedésére alapvető jellemző tulajdonságot, a Charpy-féle ütve hajlító vizsgálattal meghatározható átmeneti hőmérséklet pozitív irányú eltolódását, nevezetesen:

- (i) a matrix rácshiba-szerkezetének módosulását, az (1) összefüggés első tagja;
- (ii) a réz kiválását, rézben dús fázisként, igen finom, koherens, korong alakú részecskék formájában, az (1) összefüggés második tagja; és
- (iii) a foszfor dúsulását a határfelületeken, az (1) összefüggés harmadik tagja írja le.

$$\Delta T_{41} = a \cdot F^{0.5} + b_1 \cdot Cu \cdot [1 - \exp(-F / F_{sat})] + \frac{c_1 \cdot P}{2} \left[1 + \operatorname{th} \left(\frac{F - F_{start}}{d} \right) \right] \quad (1)$$

Az összefüggésben az F az acélt ért gyors neutron fluens (n/cm^2), míg az a , b_1 , c_1 d , illetve az F_{sat} és az F_{start} a VVER reaktor acélokra jellemző illesztési állandók. Megjegyezzük, hogy az (1) egyenlet második tagja az acél Cu-tartalmával (m%), míg az egyenlet harmadik tagja az acél P-tartalmával (m%) szoros lineáris korrelációban van.

Az ajánlott összefüggéssel számított és az ilyen reaktortartály típussal üzemelő atomerőművek vagy háttér intézményei laboratóriumaiban a Charpy-féle ütve hajlító vizsgálattal meghatározott átmeneti hőmérséklet pozitív irányú eltolódására vonatkozó adatok elfogadhatóan jó egyezését szemlélteti a 3. ábrán látható összesítő diagram. A diagramban feltüntetett adatok olyan VVER reaktor acélokra jellemzőek, amelyeket üzemidejük során $(3,5-60) \cdot 10^{19}$ n/cm^2 gyors neutron fluens hatás ért.

Hivatkozások

- Gurovich, B. A., Kuleshova, E. A., Nikolaev, Yu. A., Shtrombakh, Ya. I. (1997): Assessment of relative contributions from different mechanisms to radiation embrittlement of reactor pressure vessel steels. Journal of Nuclear Materials, **246** pp. 91-120
- Hawthorne, J. R., Steele, L. E. (1967): Metallurgical variables as possible factors controlling irradiation response of structural steels. ASTM STP 426, pp. 534-591.
- IAEA TECDOC-1442, May 2005: Guidelines for Prediction of Radiation Embrittlement of Operating WWER-440 RPVs,
- Lehofer, K., Sipos, T. (1978): Neutronsugárzásnak kitett szerkezeti anyagok minősítő és ellenőrző fémtani vizsgálatainak sajátosságai, Gép, **XXX.**, 1., pp.6-12.
- Steele, L. E., Hawthorne, J. R., Gray, R. A. (1967): Neutron irradiation embrittlement of several higher strength steels. ASTM STP 426, pp. 346-370.
- Trampus, P. (2004): Reaktortartály acél sugárkárosodása és a károsodás csökkentése. Anyagvizsgálók Lapja, **14.**, 3., pp. 88-95.

A kritikus szálhossz elemzése bazaltszál-erősítésű kompozitokban¹

Pölöskei Kornél² – Kovács Norbert Krisztián²

Kulcsszavak: bazaltszál, kritikus szálhossz, szálhosszeloszlás, száltartalom függés

Keywords: basalt fibre, critical fibre length, fibre length distribution, dependence on fibre content

Summary

Analysing of the critical fibre length with basalt fibre reinforced polymer. The mechanical properties of short fibre reinforced polymer composites are influenced mostly by the characteristics of the reinforcing material and the matrix, as well as the interfacial connection between them. The most important geometric parameter of reinforcing fibre is its length – besides the diameter. There is a so-called critical fibre length in case of composite structures, meaning that the failure mode of fibres longer than this value is breakage. The fibres shorter than this value slide out during failure, hence they do not exert their theoretically maximal reinforcing impact. Hence, the fibre length distribution of short basalt fibre reinforced polymer composites is introduced in this paper. It was pointed out how the average fibre length of the applied reinforcing fibres changes owing to melt mixing as a function of fibre content. Based on the theoretical model of L. M. Vas, the so-called slipping-out fibre length was determined with the help of scanning electron microscopic images taken of the fracture surfaces formed during tensile tests. The lower limit of the critical fibre length was estimated with Vas model, and the obtained values were compared to the values found in the literature for cases when ideal fibre-matrix connection was supposed. The critical fibre length in our case turned out to be much larger, and this fact refers to structural, fibre discontinuity etc. errors in the composite structure.

Bevezetés

A polimer kompozitok fejlődését az elmúlt években két fő irány jellemezte. Az egyik, a legkézenfekvőbb, a minél nagyobb szilárdságú szerkezeti anyagok előállítása, amelyet az erősítő szál szakítószilárdságának növelésével, a különféle szál-típus-keverékekkel (hibridizálás) [1], illetve a szál és a mátrix anyag közötti jobb határfelületi kötődéssel értek el [2-4]. Emellett a másik, a gazdasági megfontolásokra alapozott főirány – amely egyre nagyobb teret hódít – a felhasználási célnak olcsón megfelelő, alapanyag-takarékos kompozitok előállítása [5-7]. Magyarországon ezen a vonalon évek óta folynak intenzív kutatások, amelyek eredményeként sikerült

előállítani nem folytonos bazaltszál erősítésű polimer kompozitokat. Ezek szilárdságjavulása ugyan csekély, de a bazaltszál olcsóságának köszönhetően (0,40 €/kg) [5] alkalmazásuk mégis indokolt, mivel polipropilén mátrix esetén a merevséget akár meg is háromszorozhatják, a fajlagos ütőmunkát akár több mint a hatszorosára is növelhetik. Ahhoz azonban, hogy pontosan feltárhassuk valamely erősítő-anyagnak a kompozitok mechanikai tulajdonságaira gyakorolt hatásait, tisztában kell lennünk annak geometriai viszonyaival. A rövidszálas kompozitok rendszerekben leginkább a szálhossz a meghatározó. Éppen ezért elengedhetetlen mind a felhasználás előtt, mind pedig a kész kompozit anyagban a szálhossz eloszlásának az ismerete. Erre alapozva számítások végezhetők a szálak erősítő hatásának kihasználhatóságára, továbbá kijelölhetők az anyagfejlesztés további lépései [8-13].

A közlemény célja, hogy bemutassa a Toplan Bazaltgyapot Kft. által gyártott bazaltszálakra a felhasználás előtt jellemző szálhossz eloszlásokat, és ismertesse a belőlük gyártott kompozitokra jellemző szálhossz eloszlásokat az erősítőanyag-tartalom függvényében. Célunk továbbá a kritikus szálhossz becslése, amely a szál erősítő hatására jellemző változó.

A felhasznált anyagok és mérési eljárások

A bazaltszálak – kompozit-technológiai felhasználásuk szempontjait figyelembe véve – két csoportra bonthatók. Az egyik a szálgyártás során keletkezett és a szálülepítő kamrában összegyűjtött szálhalmaz közvetlen felhasználása. Ezt alkalmazták, pl. kártolás esetén [14]. A másik felhasználási mód az előzőből indul ki, de a szálhalmazt aprítják. Ennek hatására a szálhossz nyilvánvalóan jelentősen lecsökken, ugyanakkor könnyebben felhasználhatóvá válik. Az egyébként a kócszerű szálhalmaz így egyszerűbben szétválasztható.

A kompozitok előállításához a polipropilén (PP) mátrixot és a bazaltszálakat eltérő technológiákkal egyesítettük. Egy mérési sorozatot végeztünk *nedves ülepítéssel előállított kompozitokon*. Gyártásuk során a bazaltszálakat egy síkszűrő segítségével gyűjtöttük össze egyenletes vastagságban. Ezeket a Temaforg Kft. által H 523 jelű polipropilénből gyártott flísze ráfordítva kiszárítottunk. Az eljárás lehetővé teszi a flíszben lévő bazaltszálak fajlagos felületi tömegének változtatását, ami elsősorban a vízben lévő

¹ Közlésre elfogadva 2006. május 8-án.

² Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Polimer-technika Tanszék

Méréstechnika

Measuring techniques

bazaltszálak „koncentrációjától” függ. Az így kapott PP – bazalt rétegekből 160x160 mm nagyságú négyzeteket vágtunk ki, amelyeket szendvicsszerkezet szerűen strukturáltunk. A „szendvics” tiszta PP flisz és bazaltszál PP flisz lapokból épült fel. A száltartalmat ezek arányával, illetve a bazalt rétegek fajlagos felületi tömegével tudtuk előzetesen beállítani.

A többi kompozit mintát olvadékos keveréssel állítottuk elő, mégpedig: a bazaltszálakat és a TVK Rt. által gyártott H 384 F jelű PP mátrixot egyesítettük egy Brabender PL 2100 típusú keverőgépben. A keverő kapacitásából adódóan egyszerre 250 g anyagot dolgoztunk fel. Az eljárás során először a mátrixot töltöttük a keverőbe, ami 5 perc alatt teljesen megolvadt. Ezt követően adagoltuk hozzá a bazaltszálakat, majd a nyomatékállandóság beálltáig járattuk a gépet. Bár a keverés fordulatszáma csak 15 1/perc volt, így is jelentős száltoredezéssel kellett számolnunk a bazaltszál törékenységeiből és a kamrában fellépő erős mechanikai hatásokból adódóan.

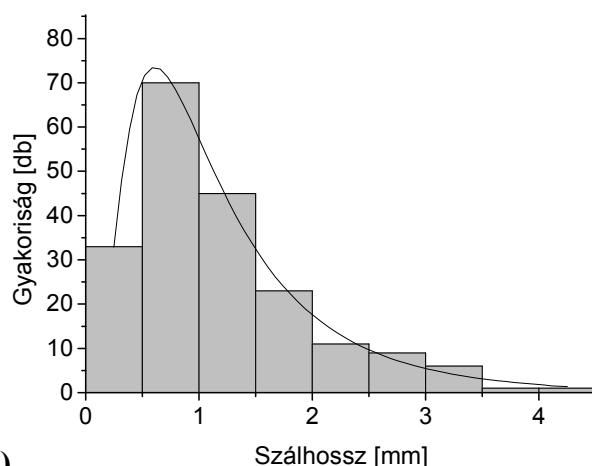
A mindkét eljárással kapott kompozit alapanyagot préseléssel alakítottuk tovább egy Collin P 200 T típusú gépen, 5 MPa nyomáson és 220 °C-on, amelyekből a kivágott 10 g tömegű darabokat 600 °C-on kiégettünk.

Újszerű szálhosszeloszlás mérési eljárást fejlesztettünk ki vizsgálatainkhoz. A kiégett szálakat, nem mechanikai, hanem hidrodinamikai úton választottuk szét, vagyis vízben „elkevertük” azokat. A szálakat is tartalmazó vizet üveglapokra öntöttük, majd azokról a nedvességet egy szárítószekrényben elpárologtattuk. Az így kapott preparátumokat egy Epson Perfection 2400 típusú szkennert segítségével 2400 pont/inch felbontással beszkeneltük, majd a felvételeken a szálak hosszát az alySIS Steel Factory szoftver segítségével mértük meg. A mérés pontossága 0,1 mm volt.

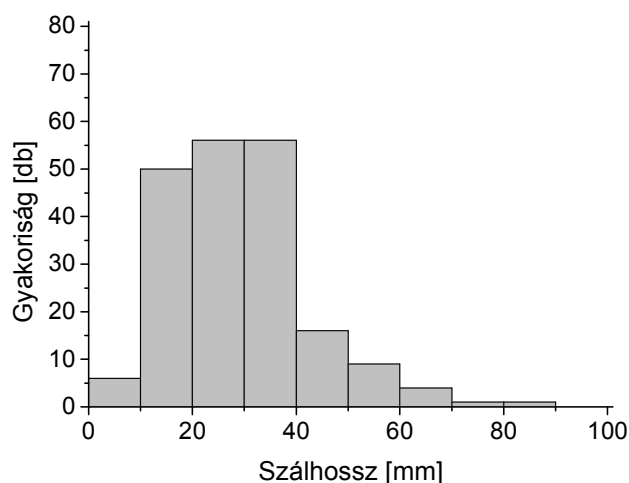
A kritikus szálhossz meghatározását a nedves ülepítéssel előállított kompozitokon végeztük. Ehhez a szakítóvizsgálattal eltört próbatest törési felületére kicsúszott, kihúzódott szálakat vizsgáltuk oly módon, hogy azokról a szakadási keresztmetszet síkjával párhuzamos felvételeket készítettünk egy JEOL JSM-6380LA típusú pásztázó elektronmikroszkóppal és a felvételeken az alySIS Steel Factory szoftver segítségével meghatároztuk a kilógó szálak hosszát, amelyekről – anyagtipusonként – eloszlásokat készítettünk.

Szálhossz eloszlások

Az 1.a ábra az aprítatlan (kócszerű), míg az 1.b ábra a mechanikusan aprított bazaltszálak hossz eloszlását mutatja.



a)



b)

1. ábra. Szálhossz eloszlás (a) az aprítatlan szálhalmazból véletlenszerűen kiválogatott szálakon mérve, átlagérték 29,35 mm, szórás 15,56 mm és (b) a mechanikusan aprított bazaltszálakon mérve, átlagérték 1,16 mm, szórás 0,82 mm

Fig. 1: Basalt fibre length distribution measured (a) fibres chosen random like from a uncut fibre mass, average value: 29,35 mm, scattering: 15,56 mm and (b) mechanical cut fibres, average value: 1,16 mm, , scattering: 0,82 mm

A 1.a ábrán bemutatott aprítatlan szálhalmaz jellemző szálhosszúságai 10 és 40 mm közé esnek. Az eloszlás jellege nem egyértelmű, ami a Junkers gyártástechnológia sajátosságaira vezethető vissza, így a hosszak egy rögzített átlagérték körül szóródnak az egyéb technológiai jellemzők bizonytalansága és az inhomogenitások miatt. Mivel a kísérleteinkhez gyártott kompozitokhoz a mechanikusan aprított bazaltszálakat használtuk fel, ezért az 1.b ábra szerinti hossz eloszlás szolgál kiinduló értéként. A csúcserék kb. 0,75 mm-re

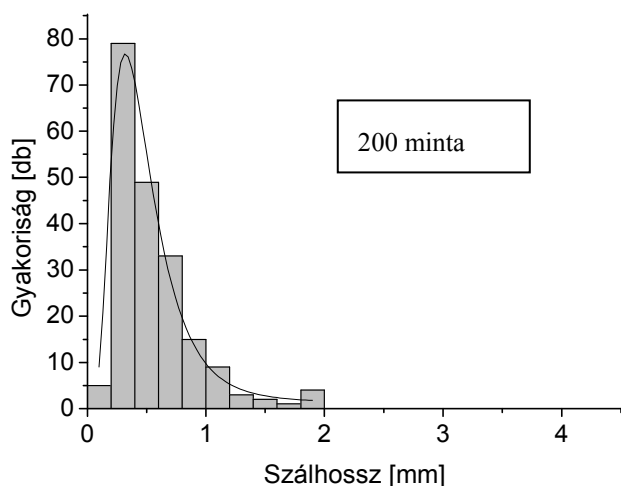
Méréstechnika

Measuring techniques

adódott, amely kevéssel alatta van az irodalomban ismertetett kritikus szálhossznak (1,03 mm) [5]. Így a kompozitok előállítása során a bazaltszál tördelődése számottevően csökkentheti annak erősítő hatását.

A 2. ábrán a nedves ülepítéssel gyártott, 20 tömeg% bazaltszál-tartalmú kompozitok szálhosszeloszlása látható

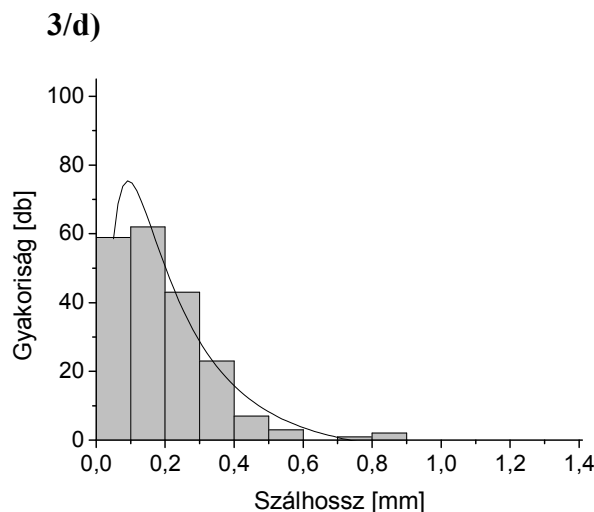
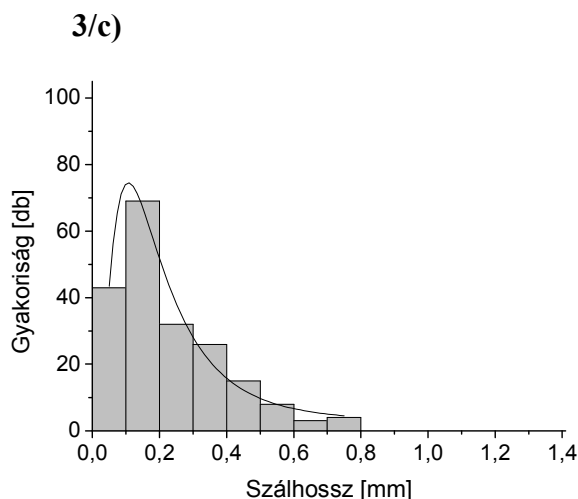
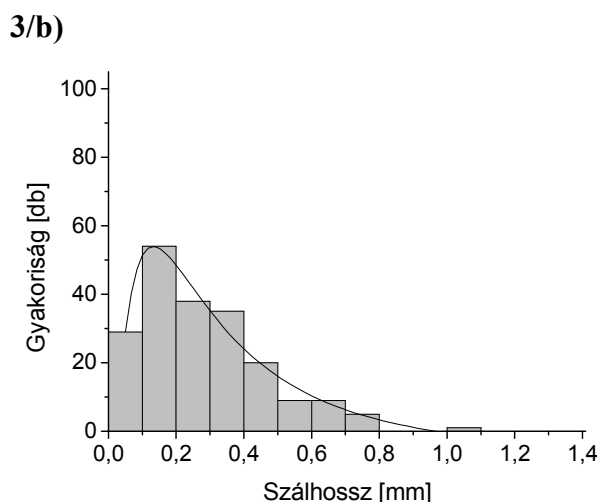
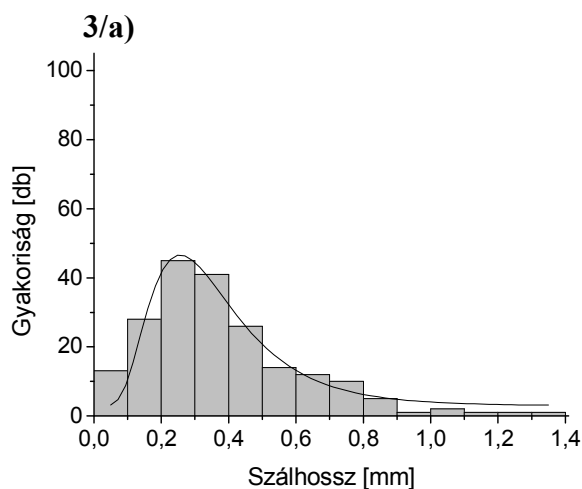
Az 1.b ábrához viszonyítva megállapítható, hogy a nedves ülepítéssel előállított kompozitokban a szálhossz átlag- és csúcstérték is jelentősen csökkent, nem érte el a kiinduló anyag felét sem.

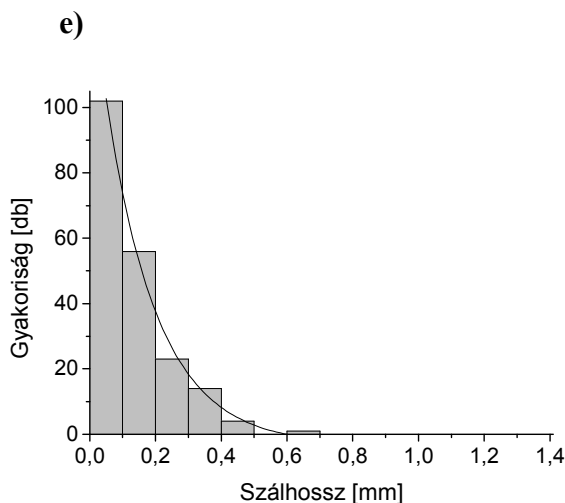


2. ábra. Nedves ülepítéssel előállított, 20 m% bazaltszál tartalmú kompozitok szálhosszeloszlása, átlagérték 0,51 mm, szórás 0,35 mm

Fig. 2: Fibre length distribution of the composite with 20m% basalt fibre content produced by wet sedimentation, average value: 0,51 mm, , scattering: 0,35 mm

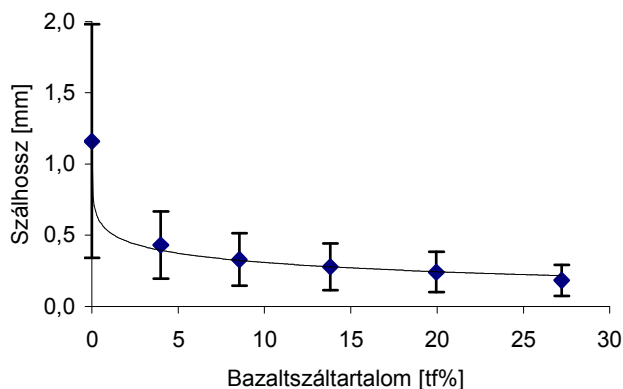
A 3./a – e ábrák mutatja az olvadékos keveréssel gyártott, eltérő száltartalmú kompozitok szálhosszeloszlásait mutatják.





A 3. ábrán is tisztán kivehető az aprításra és a tördelődésre jellemző lognormális eloszlás. A csúcserőértékek a száltartalom növekedésével csökkentek, oly mértékig, hogy az 50 tömeg % bazaltszál tartalmú kompozit esetében már az első oszlop volt a legnagyobb, a csúcserőérték méréshatárnál jobban megközelítette az origót, így ez az eloszlás – a 3.e) ábra alapján – már inkább exponenciálisnak mondható.

Eredményeinket az átláthatóság és az értékelhetőség érdekében összesítettük. A szál-hosszak átlagértékét és szórását egy diagramon mutatjuk be a száltartalom függvényében (4. ábra).



4. ábra. A szálhosszeloszlás jellemzői a száltartalom függvényében olvadékos keveréssel előállított kompozitokban

Fig. 4: Parameters of fibre length distribution vs. basalt fibre content concerning to the composites produced with melt mixing

3. ábra. Olvadékos keveréssel gyártott kompozitok szálhosszeloszlása a bazaltszál-tartalom függvényében:

- (a) 10 m%, átlagérték 0,431 mm, szórás 0,236 mm,
- (b) 20 m%, átlagérték 0,329 mm, szórás 0,185 mm,
- (c) 30 m%, átlagérték 0,278 mm, szórás 0,164 mm,
- (d) 40 m%, átlagérték 0,241 mm, szórás 0,142 mm,
- (e) 50 m%, átlagérték 0,183 mm, szórás 0,108 mm

Fig. 3: Fibre length distribution of the composites having different basalt fibre content produced with melt mixing:

- (a) 10 m%, average value: 0,431 mm, scattering: 0,236 mm,
- (b) 20 m%, average value: 0,329 mm, scattering: 0,185 mm,
- (c) 30 m%, average value: 0,278 mm, scattering: 0,164 mm,
- (d) 40 m%, average value: 0,241 mm, scattering: 0,142 mm,
- (e) 50 m%, average value: 0,183 mm, scattering: 0,108 mm

A 4. ábra alapján megállapítható, hogy olvadékos keveréssel előállított kompozitokban a szálhosszeloszlás átlagértékének változása a száltartalom függvényében exponenciális jellegű, amely az (1) általános összefüggéssel jellemezhető:

$$\bar{l}_{szál} = \bar{l}_{szál0} + A_1 \exp\left(-\frac{B_t}{t_1}\right) + A_2 \exp\left(-\frac{B_t}{t_2}\right) \quad (1)$$

$R=0,987$ korrelációs együttható mellett, ahol:

$\bar{l}_{szál}$ az átlagos bazaltszálhossz, B_t a bazaltszáltartalom, $\bar{l}_{szál0} = 0,188$, $A_1 = 0,532$, $t_1 = 0,018$, $A_2 = 0,427$, $t_2 = 8,043$.

A kritikus szálhossz vizsgálata

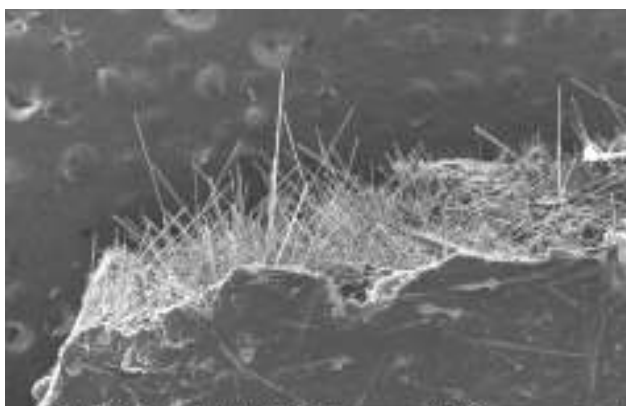
A kritikus szálhossz meghatározására a töretfelületekről készített mikroszkopikus felvételeket választottuk. Elve, hogy anyagvizsgálatok során keletkező törési felületekből kicsúszott, kihúzódt szálak összefüggésbe hozhatók a szál–matrix közötti adhézióval, illetve a szál szilárdságával. Vas a szálkötegcella modelljét [8, 9] az egy irányba rendezett, azonos hosszúságú szálakkal erősített polimer kompozitokra alkalmazva megállapította, hogy egy feltételezett szakadási keresztmetszetből kicsúszott szálak hosszának eloszlása úgynevezett szakáldiagramot képez. Esetünkben a helyzet lényegesen bonyolultabb, mivel a szálhosszak eloszlása lognormális, és a kompozit szálszerkezete orientálatlan. Éppen ezért mértük meg a bemutatott módon a szálak hosszát, hogy értékelhető információkat kapjunk. A Vas-modell alapján a kicsúszott szál megmért hossza a kritikus szálhosszal hozható összefüggésbe:

$$l_{p,max} \leq \frac{l_c}{2} \quad (2)$$

ahol: $l_{p,max}$ a kicsúszott szál hossza, l_c a kritikus szálhossz.

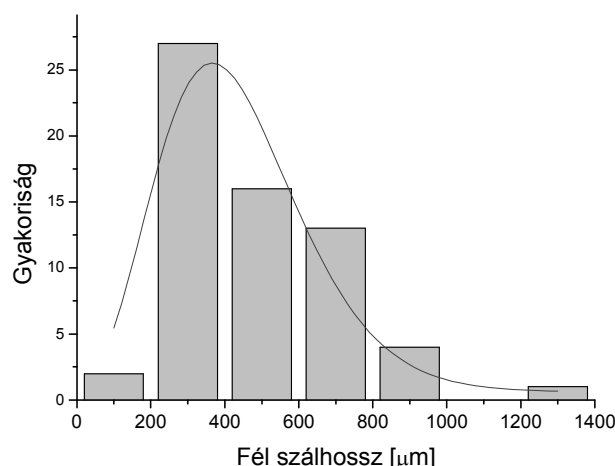
Ezek szerint a kicsúszási hossz maximuma adja a kritikus szálhossz felét. Mivel a szálak hosszának a szórása jelentős, a helyes mérés szükséges feltétele, hogy a kompozit szerkezet erősítő szálai jelentős hányadának a hossza haladjon meg a kritikus szálhosszt.

A kritikus szálhosszakat a töretfelületekről kicsúszott szálakról készített SEM (pásztázó elektronmikroszkópos) felvételekről határoztuk meg. Példaként a nedves ülepítéssel előállított polipropilén mátrixú bazaltszállal erősített kompozit töretfelületét az 5. ábra mutatja. A merőleges irányból készített felvételeken látható szálakat a felvételek síkjával párhuzamosnak tekintettük, és számítógépes képfeldolgozás segítségével készítettük el a kicsúszott szálak hosszeloszlás diagramját (6. ábra).



5. ábra. Rövid bazaltszállal erősített PP töretfelületének pásztázó elektronmikroszkópos felvétele

Fig. 5: Scanning electron microscopic photo of fracture surface of a PP reinforced with short basalt fibres



6. ábra. Rövid szálfajmentes bazaltszál erősítésű PP szálhossz eloszlása

Fig. 6: Fibre length distribution of a PP reinforced with short basalt fibres without head

A kicsúszott szálak hosszeloszlása lognormális jelleget mutat, amely az irodalmak alapján helytálló [15], így valóban alkalmas további statisztikai elemzésekre. A kicsúszott szálak hosszeloszlásának csúcserkéből – amely esetünkben $l_{p,max} = 1250 \mu\text{m}$ -re adódott – az elméleti Vas-modell alapján számolt kritikus szálhossz $l_c > 2500 \mu\text{m}$.

Szabó fragmentációs eljárással [5] és Czigány cseppelhúzással [16] mért kritikus szálhosszakat, amelyek szinte egyezők, de az általunk mért értékek mindössze a 40%-át teszik ki. Ennek oka, hogy méréseik ideális szál–mátrix határfelületi kapcsolatot esetén érvényesek, míg a kicsúszott szálhosszakból meghatározott értékek a kompozit szerkezetre jellemzők. Eredményeink így közvetlenül felhasználhatók, mivel tartalmazzák a jellemző mátrix folytonossági hibák, a gyengébb nedvesítés és a keresztteffektusok – pl. szálak kereszteződése – okozta hatásokat is.

Összefoglalás

A közleményben bemutatjuk a bazaltszálak és a belőlük készített kompozitok jellemző szálhossz-eloszlásait. Bebizonyítottuk, hogy a bazaltszál erősítésű, olvadékos keveréssel gyártott kompozitokban az átlagos szálhossz és a térfogat%-ban mért erősítőanyag-tartalom között másodrendű exponenciális összefüggés van. Szakítóvizsgálat során keletkezett töretfelületekről készített pásztázó elektronmikroszkópos felvételek segítségével meghatároztuk a kicsúszott szálak hosszát, amelyből kritikus szálhosszt becsültünk. A kapott érték jóval meghaladta az ideális esetre vonatkozó irodalmi adatokat, amely a szerkezet viszonylag gyenge szál–mátrix határfelületi kölcsönhatására utal.

Irodalomjegyzék

- [1] Czigány T.: Hibrid-szál erősítésű polimer kompozitok. Anyagvizsgálók Lapja 14 (2004) 59-62
- [2] Fejes-Kozma Zs., Karger-Kocsis J.: Fracture Mechanical Characterization of a Glass Fibre Mat-Reinforced Polypropylene by Instrumented Impact Bending, Journal of reinforced Plastics and Composites 13 (1994) 822-833
- [3] Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimer-technika alapjai. Műgyetemi Kiadó, Budapest, 2000
- [4] Gaál J.: Hőre lágyuló műanyagok tulajdonság-módosítása hosszú erősítőszálakkal, Műanyag és Gumi 31 (1994) 209-213

Méréstechnika

Measuring techniques

- [5] Szabó J. S., Czigány T.: Static Fracture and Failure Behavior of Aligned Discontinuous Mineral Fiber Reinforced Polypropylene Composites, *Polymer Testing* 22 (2003) 711-719
- [6] Thomason J. L., Groenewoud M. W.: The Influence of Fibre Length and Concentration on the Properties of Glass Fibre Reinforced Polypropylene: 2. Thermal Properties, *Composites* 27 (1996) 666-665
- [7] Lee N. J., Jang J.: The Effect of Fiber Content on the Mechanical Properties of Glass Fiber Mat/Polypropylene Composites, *Composites* 30 (1999) 815-822
- [8] Vas L. M.: Strength of Unidirectional Short Fibre Structures as a Function of Fibre Length, *Journal of Composite Materials*, elfogadva, megjelenés alatt (2005)
- [9] Vas L. M.: Statistical Modelling of Uniaxially Oriented Fibrous Structures, 8th International Symposium on Polymers for Advanced Technologies 2005 (2005) 79
- [10] Ageorges C., Friedrich K., Schüller T., Lauke B.: Single-fiber Broutman Test: Fiber-matrix Interface Transverse Debonding, *Composites* 30 (1999) 1423-1434
- [11] Ageorges C., Friedrich K., Ye L.: Experiment to Relate Carbon-fiber Surface Treatment to Composite Mechanical Properties, *Composites Science and Technology* 59 (1999) 2101-2113
- [12] Kocsis Z.: Bazaltszál erősítésű biokompozit előállítása és tulajdonságainak meghatározása. Diplomamunka, BME, Gépészmérnöki Kar, Polimertechnika Tsz., Budapest, 2004
- [13] Czigány T.: Basalt fiber reinforced hybrid polymer composites. *Materials Science Forum* 473-474 (2005) 59-66
- [14] Pölöskei K., Czigány T.: Kártolt előgyártmányból melegpréselt bazaltszál erősítésű polipropilén mátrixú kompozitok vizsgálata, *Műanyag és Gumi* 42 (2005) 449-453
- [15] Fu S. Y., Mai Y. W., Ching E. C. Y., Li R. K. Y.: Correction of the Measurement of Fiber Length of Short Fiber Reinforced Thermoplastics, *Composites* 33 (2002) 1549-1555
- [16] Czigány T.: Bazaltszálalás hibridkompozitok, MTA Doktori Értekezés, Budapest, 2004

Köszönetnyilvánítás

A cikkben közölt eredmények megszületését a Magyar–Ukrán Tudományos és Technológiai Program TÉT UKR-9/04 pályázata támogatta.

Fröccsöntött termékek vetemedésének jellemzése újfajta módszerrel¹

Tábi Tamás²

Kulcsszavak: zsugorodás, vetemedés, szálerősítés, töltőanyag
Keywords: shrinkage, warping, fibre reinforcement, filler material

Summary

Warping characterization of the injection moulded parts by novel method. In this study the nylon (PA6) filled with glass fibre and glass bead was examined for warping and shrinkage measurements. Sixteen different mixtures were made with various fibre and bend content. Shrinkage measurements were made on these composites in five different places. Three special warping parameters, and a holding pressure parameter were introduced to describe warping and shrinkage characteristics of the injection moulded part as a function of the holding pressure parameter. It was found out that the holding pressure decreased all the measured shrinkages, but it increased the warping parameter, because the shrinkage was uneven. Applying glass bends into the composites – which made the shrinkages more uniform – reduced this effect. The newly introduced warping parameters succeeded in quantifying and qualifying the extent of warping of the injection moulded part.

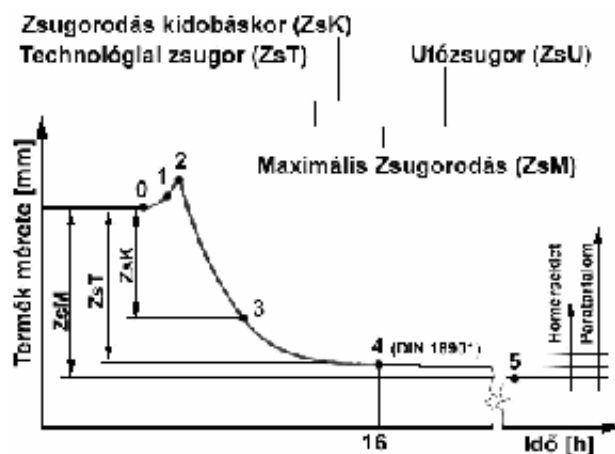
Bevezetés

A hőre lágyuló polimerek egyik legfontosabb feldolgozási területe a fröccsöntés. A folyamat során az ömledék állapotban lévő polimer nagy nyomással és nagy sebességgel, zárt szerszámba való befröccsöntése, alakadása, alakrögzítése történik. A termelékeny fröccsöntési folyamat során azonban különböző hibák léphetnek fel, amelyeket okozhatja a rossz szerszámtervezés, vagy a nem megfelelő gépbeállítás. A zsugorodás nem minősül fröccsöntési hibának, mivel a technológiai folyamat velejárója, azonban az egyenetlen zsugorodás, és annak következménye a vetemedés már fröccsöntési hiba [1-4].

Zsugorodás

Zsugorodás alatt a fröccstermék térfogatcsökkenését értjük a lehűlés folyamán. A termék egyik legfontosabb minőségi jellemzője a méretpontosság, amelyet az alapanyag és a fröccsöntött termék alakján kívül a fröccsöntési technológia is befolyásol. A műszaki haladás megköveteli, hogy a fröccsöntés során kialakított termékek méretpontossága egyre jobb legyen és a termék e tulajdonságát az idő előrehaladtával is képes legyen megtartani [2].

A zsugorodás időbeni lefutásánál megkülönböztethetünk technológiai és utózsugorodást (1. ábra).



1. ábra. A zsugorodás időbeni lefutása (a teljes zsugorodás a technológiai és az utózsugorodás összege) [5]

Fig. 1: The shrinkage as a function of time (the total shrinkage is the sum of technological and post-shrinkage) [5]

A technológiai zsugorodás alatt az MSZ EN ISO 294-4 szabvány szerint a 16-24 óráig hűlni hagyott termék méretváltozását értjük, az utózsugorodás alatt pedig a teljes és a technológiai zsugorodás különbségét.

Továbbá, a termék szempontjából megkülönböztetünk lineáris és térfogati zsugorodást [4]. A térfogati zsugorodás felírható a lineáris zsugorodások segítségével:

$$S_v = 1 - (1 - S_x)(1 - S_y)(1 - S_z), \quad (1)$$

ahol S_v a térfogati zsugorodás, S_x , S_y , S_z a lineáris zsugorodások, L_x , L_y , L_z pedig a szerszámüreg méretei. Az S_i százalékos zsugorodást ki lehet számítani a fröccstermék és a szerszámüreg megfelelő méreteivel az alábbi módon:

$$S_i = \frac{L_c - L_i}{L_c} \cdot 100 \quad (\%), \quad (2)$$

ahol az L_c a szerszámüreg, az L_i pedig a termék adott helyen mért mérete [3, 4].

Méréstechnika

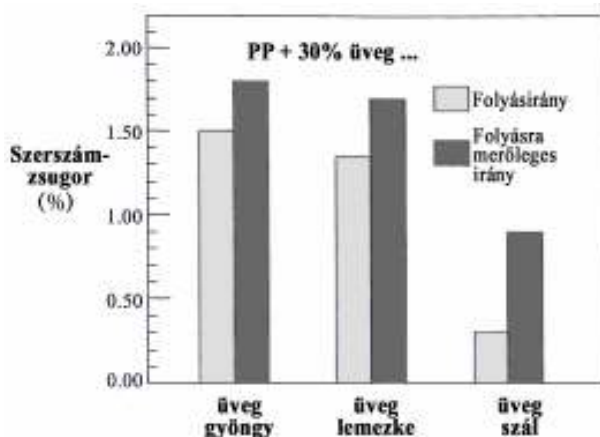
Measuring technique

A fröccstermékek zsugorodása a műszaki haladás ellenére még mindig problémát jelent a mérnökök számára, hiszen nem becsülhető pontosan előre a nagysága, illetve egy esetleges szerszámjavítás költsége nagy lehet. Ez egy olyan jellegű jelenség, amely „csak” csökkenthető, de a gyártás során meg nem szüntethető. A polimerek anyagszerkezetéből adódóan hűléskor csökken a térfogatuk, ami a gát lefagyásáig kiegyenlíthető, de utána a folyamatot tovább nem lehet befolyásolni és csak becsült értékek, mérések állnak rendelkezésre a szerszámot elhagyó termék méreteit illetően. Gondos szerszámtervezéssel a zsugorodás figyelembe vehető, azaz annyival nagyobb szerszáműreget tervez a konstruktőr, hogy a termék a kívánt méretekre zsugorodjon, ezzel közel méretpontos alkatrész készíthető.

Vetemedés

Vetemedés a késztermék különböző helyein kialakult eltérő zsugorodások miatt jelentkező, az ideális (tervezett) alakhoz képest kialakult deformáció, ahol a termék síkja eltorzul, és kilép a síkból [4].

Szálerősített anyagok fröccsöntésbeli használatánál arra a megállapításra jutottak, hogy a folyásirányú zsugorodás nagymértékben lecsökken, így jelentős eltérést létrehozva a kereszt-, illetve folyásirányú zsugorodás arányában. Amíg a hosszirányú zsugorodás 0.5% alá csökkent, addig sok esetben a keresztirányú zsugorodás nem változott számottevően az erősítést megelőző állapothoz képest (2. ábra), ami a termék vetemedéséhez vezetett.



2. ábra. A szálerősítés és töltőanyag tartalom hatása a folyásirányú és arra merőleges zsugorodásra [6]

Fig. 2: The effect of the fibre reinforcement and filler material content on the in-flow and cross-flow shrinkages [6]

Kimutatható tehát, hogy a szálerősítés hatására a vetemedés nő az egyes folyásirányokban jelentkező relatív zsugorodáskülönbség miatt. Mindezek mellett az is megállapítható, hogy az erősítő-, illetve töltőanyag geometriájának szintén jelentős

hatása van a zsugorodások egyenletességére. San-schagrin kimutatta, hogy PP-ben 30% üveggyöngy, üveglemezke, illetve üvegszál tartalom milyen hatás-sal van a folyásirányú, illetve az arra merőleges irányú zsugorodásra [7]. Ezen túlmutató eredményeket nyújtott Galucci társaival végzett munkája, amiben a speciális keresztmetszetű és hibrid töltésű anyagok zsugorodás egyenletesebbé tevő hatását mutatták be, ezáltal csökkentették a próbatestek vetemedését [8].

Kísérletek

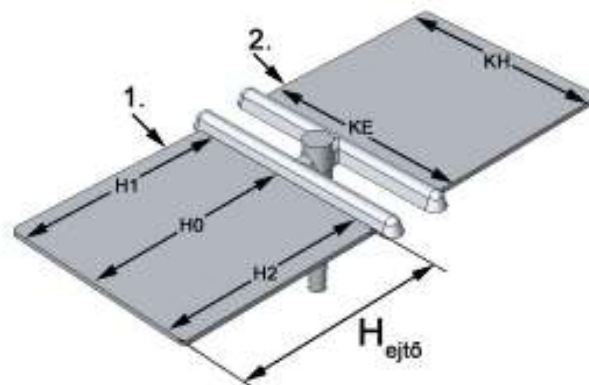
A kísérletek során 0, 10, 20, 30 tömegszázalék üvegszál tartalmú, 0, 1, 2, 3 tömegszázalék üveggyöngy tartalmú, és Durethan B 30 S típusú (gyártó: Lanxess, Németország) poliamid 6 (PA6) alapanyagú keverékeket állítottam össze.

A keveréket Brabender 814402 típusú kétsziges extruderen kevertem be, 3 mm átmérőjű előgyártmányt készítettem, és granuláltam a Brabender 881203 típusú darálóval. Különleges (ejtősúlyos) próbatesteket fröccsöntöttem a keverékekből az Arburg Allrounder 420 C 1000-250 Advance típusú fröccsöntőgépen. A fröccsnyomás a szálerősítés-, és töltőanyag-tartalom függvényében változott, az utónyomás hatását pedig 200 és 1000 bar között vizsgáltam.

A fröccs-szerszámból kivett és lehűlt, különböző szál- és töltőanyag tartalmú próbatestek célszerűen megválasztott helyein (3. ábra) mértem a lineáris zsugorodásokat (a HK – hosszirányú zsugorodás közepén, a HSZ – hosszirányú zsugorodás a szélén, amit a H1 és H2 értékekkel definiáltam:

$$HSZ = \frac{H1 + H2}{2}, \quad (3)$$

továbbá a KE – keresztirányú zsugorodás előtt és a KH – keresztirányú zsugorodás hátul), majd a mért értékekből vetemedési paramétereket határoztam meg, amelyekkel az egyenetlen zsugorodást jellemeztem.



3. ábra. A fröccsöntött próbatest és a mért értékek
Fig. 3: The injection moulded part and the measured lengths

Az általam bevezetett vetemedési tényezők a termék vetemedésének mértékét jellemzik. Ezekkel nyomon lehet követni (i) a hosszirányú zsugorodás helyfüggését (H0/HSZ), azaz az elosztó csatornától mért távolság zsugorodásra gyakorolt hatását, (ii) a zsugorodás nyomásfüggését (KE/KH), azaz a zsugorodás növekedését a gáttól távolodva, valamint (iii) a zsugorodás irányfüggését ($K_{\text{átlag}}/H_{\text{átlag}}$), tehát a kereszt- és hosszirányú zsugorodások arányát:

$$K_{\text{átlag}} / H_{\text{átlag}} = \frac{KE + KH}{2} / \frac{H0 + HSZ}{2} \quad (4)$$

Ideális esetben a vetemedési tényezők értéke 1, amely egyenletes zsugorodásra, torzulásmentes termékre utal. Minél jobban eltér a számolt vetemedési tényező értéke az ideális 1-től, annál jobban torzult a termék.

Továbbá bevezettem egy nyomástényezőt ($P_{\text{utó}}/P_{\text{befröccs}}$), amely az utónyomás és befröccsöntési nyomás hányadosa. Ezzel a nyomástényezővel az eltérő szál- és töltőanyag tartalom miatt eltérő fröccsnyomást igénylő termékek utónyomás függése vizsgálható.

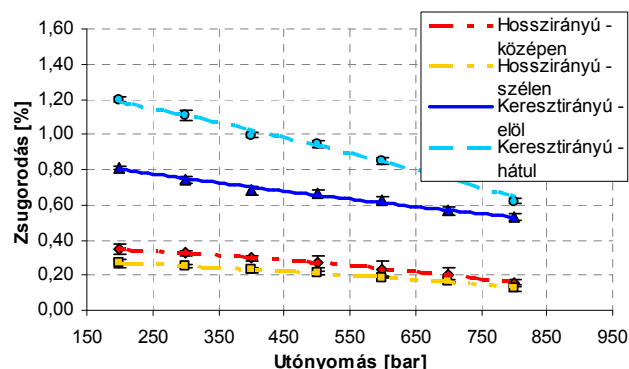
Eredmények

Mivel a zsugorodás szempontjából a legjelentősebb technológiai paraméter az utónyomás, ezért a négy zsugorodási és a három, újonnan felállított vetemedési paraméter változását nyomon követtem az utónyomás függvényében. A töltő-, és erősítőanyagtól függetlenül majdnem minden esetben megállapítható volt, hogy az utónyomás növelése a hosszirányú zsugorodást egyenletesebbé, a nyomásesés okozta zsugorodásváltozást kissebbé tette. Sorrendben előbb a zsugorodásra, majd pedig a vetemedésre jellemző értékek változását mutatom be a 30 tömeg% üvegszál, 0 tömeg% üveggyöngy, és a 30 tömeg% üvegszál, 3 tömeg% üveggyöngy tartalmú kompozitoknál.

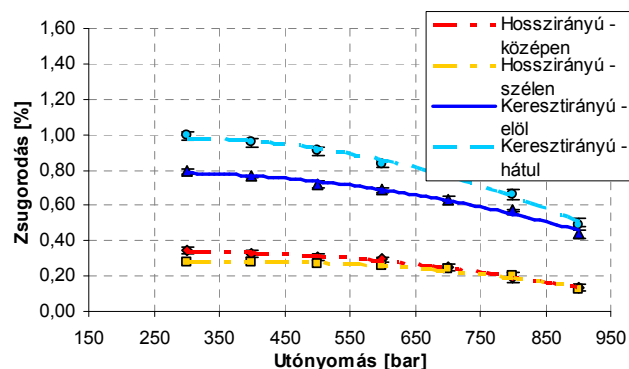
A 30 tömeg% üvegszál tartalom hatására a kompozit hosszirányú zsugorodása a keresztirányúhoz képest jelentősen lecsökkent (4. ábra), ezáltal a termék vetemedése nőtt.

A 30 tömeg% üvegszál tartalomhoz adagolt 3 tömeg% üveggyöngy hatására a kompozit zsugorodása egyenletesebb lett a keresztirányú zsugorodásának csökkenése révén (5. ábra), így a termék vetemedése is csökkent.

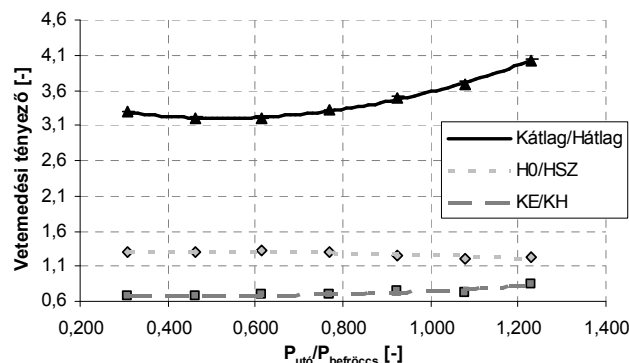
A PA6 alapanyagú 30 tömeg% üvegszál és 0 tömeg% üveggyöngy tartalmú kompozitra a 6. ábra szemlélteti a bevezetett vetemedési tényezők változását a nyomástényező függvényében. Az utónyomás hatására mind a H0/HSZ, mind pedig a KE/KH vetemedési tényezők az ideális 1 érték felé tartanak..



4. ábra. A 30 tömeg% üvegszál és 0 tömeg% üveggyöngy töltésű PA6 alapanyag zsugorodása
Fig. 4: Shrinkage characteristics of PA6 base material with 30 m/m% glass fibre and 0 m/m% glass bend content



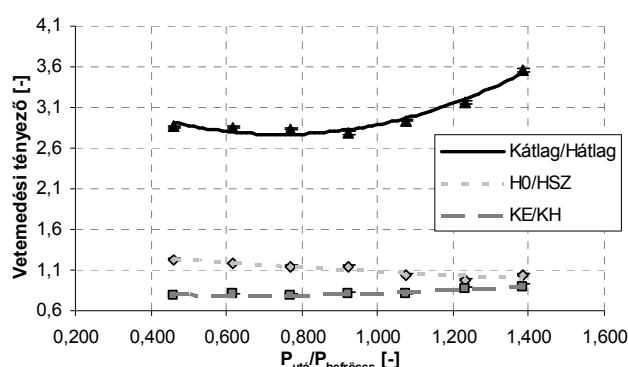
5. ábra. A 30 tömeg% üvegszál és 3 tömeg% üveggyöngy töltésű PA6 alapanyag zsugorodása
Fig. 5: Shrinkage characteristics of PA6 base material with 30 m/m% glass fibre and 3 m/m% glass bend content



6. ábra. A 30 tömeg% üvegszál és 0 tömeg% üveggyöngy töltésű PA6 alapanyag vetemedési tényezőinek változása
Fig. 6: Warping characteristics of PA6 base material with 30 m/m% glass fibre and 0 m/m% glass bend content

Az ideális 1-et akkor érnék el a vetemedési tényezők, ha a 4. ábra diagramján a hossz- és a keresztirányú zsugorodások görbéi érintenék egymást. A hosszirányú zsugorodások jobban lecsökkennek, mint a keresztirányúak, ezáltal a termék $K_{\text{átleg}}/H_{\text{átleg}}$ vetemedési tényezője jelentősen nő.

A 30 tömeg% üvegszál tartalomhoz adagolt 3 tömeg% üveggyöngy hatására a $K_{\text{átleg}}/H_{\text{átleg}}$ vetemedési tényező jelentősen csökkent, a másik két vetemedési tényező viszont alig (7. ábra). A termék kereszt- és hosszirányú zsugorodásai az üveggyöngy tartalom hatására egyenletesebbek lettek, amit a $K_{\text{átleg}}/H_{\text{átleg}}$ újfajta vetemedési tényező csökkenése ki is mutatott.



7. ábra. A 30 tömeg% üvegszál és 3 tömeg% üveggyöngy töltésű PA6 alapanyag vetemedési tényezői

Fig. 7: Warping characteristics of PA6 base material with 30 m/m% glass fibre and 3 m/m% glass bead content

Összegzés

Munkámban 16 különböző üvegszál és üveggyöngy tartalmú poliamid keverékből fröccsöntött kompozit lapok zsugorodását és vetemedését vizsgáltam mérve öt különböző helyen a lapok méreteit. Ezekből az adatokból zsugorodási értékeket számítottam, továbbá bevezettem három, speciális vetemedési paramétert, illetve egy nyomástényezőt, amelynek segítségével vizsgálható volt az eltérő fröccsnyomást igénylő keverékek utónyomás függése.

Bemutattam a zsugorodást és vetemedést diagramokban és vizsgáltam a szálerősítés és a töltőanyag adagolásának hatását. Megállapítottam, hogy az utónyomás az összes mért zsugorodási értéket csökkentette, de egyenetlenül, ezért megnövelte a vetemedési hajlamot. Szálerősítés hatására a hosszirányú zsugorodások jelentősebben csökkentek mint a keresztirányúakat, ezért megnőtt a vetemedési hajlam. Ha az üvegszál mellé üveggyöngyöt is adagoltunk töltőanyagként az alapanyagba, akkor az üveggyöngy hatására arányosan lecsökkent a kereszt- és hosszirányú zsugorodás, így az ezek hányadosából képzett vetemedési paraméter is csökkent. Ezeket a hatásokat az általam bevezetett újfajta vetemedési tényezők jól számszerűsítették, és ezáltal követhetővé, minősíthetővé tették.

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnék köszönetet mondani az Arburg Hungária Kft-nek, hogy rendelkezésünkre bocsátotta az Arburg Allrounder 420C típusú fröccsöntőgépet, valamint az Anton Kft-nek a cserélhető betétes fröccsöntő szerszámért.

Irodalom

1. Czvikovszky T., Nagy P., Gaál J.: A polimertechnika alapjai, Műegyetemi Kiadó, Budapest, 2000
2. Dunai A., Macskási L.: Műanyagok fröccsöntése, Lexica Kft., Budapest, 2003
3. Sors L., Bardócz L., Radnóti I.: Műanyagalkító szerszámok – Második bővített és átdolgozott kiadás, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1977
4. Robert A. Malloy: Plastic Part Design for Injection Molding, Hanser Publishers, Munich, 1994
5. G. Menges, W. Michaeli, P. Mohren: How to Make Injection Molds, Hanser Publishers, Munich, 1998.
6. Kovács J. G.: Szálerősített fröccsöntés (Előadásvázlat és ábragyűjtemény) Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, 2003
7. Sanschagrin, B.: SPE Annual Technical Conference, 35, 1051, 1989
8. R. Galucci, et al.: Plastics Engineering, 49 (5), 23, 1993

Fémhabok, porózus fémanyagok előállítása és tulajdonságai*

Németh Árpád¹ – Orbulov Imre Norbert²

Kulcsszavak: porózus fémek, habosított fém, szivacs szerkezet, energia-elnyelés, csillapítás

Keywords: porous metals, foamed metal, porous structure, energy absorbing, damping

Összefoglalás

A fémhabok speciális anyagok cellás szerkezettel, kis sűrűséggel, kedvező fajlagos mechanikai és különleges termikus tulajdonságokkal. Ha a természet könnyű, nagy szilárdságú szerkezetet akar létrehozni, cellás szerkezetű anyagokat használ (például emberi csontszövet, 1. és 2. ábra). Kis sűrűségük lehetővé teszi könnyű alkatrészek gyártását, amelyek egyben gazdaságosabbak is. A fémhabokat energia-elnyelésre és általában ott használják, ahol kis súlyra és nagy merevségre van szükség, pl. a járműgyártásban. Manapság több módszerrel állítanak elő porózus fémeket. A cikk célja, hogy bemutassa az alapvető gyártási módszereket és a fémhabok tulajdonságait, valamint a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék (ATT) Fémes Kompozitok Laboratóriumának ilyen irányú munkáját.

Summary

Production of metal foams, porous metals and their properties. Metal foams are special materials with cellular structure, low density, advantageous specific mechanical- and special thermal properties. If the nature wants to build a high strength structure, it

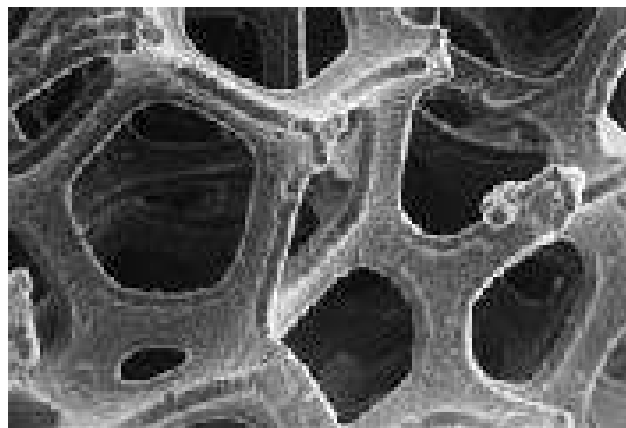
uses cellular materials (for example human bone-tissue, Fig. 1 and 2). Their low density allows to make light components which are more economical. Metal foams are used for energy absorbing applications and, in general, where low weight and high stiffness are required, e.g. in the transport industry. Nowadays many ways are known to produce porous metals. The aim of this article is to present the main methods and the properties of metallic foams, and also to present the research work done on this field by the Metal Matrix Composite Laboratory (Department of Materials Science and Technology at BME).

Bevezetés

A múlt század végén erőteljesen hatott a mérnöki közgondolkodásban az a vélemény, hogy az alkalmazott gépeink tömege túl nagy és ezért működtetésük többletenergia befektetést igényel. A mai energiatakarékosságra törekvő világunkban ez a többletkiadás megengedhetetlen. Ez az egyik fő motiváció, hogy a mérnöktársadalom figyelme egyre inkább a kisebb fajsúlyú szerkezeti anyagok alkalmazásának lehetősége és így a tömegoptimalizált tervezés felé fordult.



1. ábra. Csontszövet – Fig. 1: Bone-tissue



2. ábra. Porózus fém – Fig. 2: Porous metal

* Közlésre elfogadva: 2006. május 8.

¹ Dr., egyetemi adjunktus, arpinem@eik.bme.hu ; ² V. éves, diplomatervező hallgató, orbulov@eik.bme.hu; Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék (BME ATT),

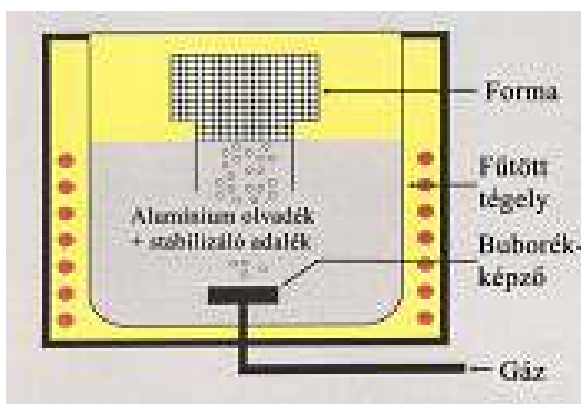
A konvencionális könnyűfémek és különböző ötvözeteik mellett ezen a téren jelennek meg a cikkünk tárgyát képező zárt és nyílt pórusú fémhabok, a jelen és a közeljövő speciális szerkezeti anyagai. Ugyancsak a fémhabok jutnak tágabb szerepkörhöz akkor is, ha energiaelnyelés, szűrés, vagy nagy

fajlagos felületet kívánó katalitikus folyamatok számára keresünk váz anyagokat. Napjainkban a fémhabok egyre elterjedtebben kerülnek alkalmazásra [2].

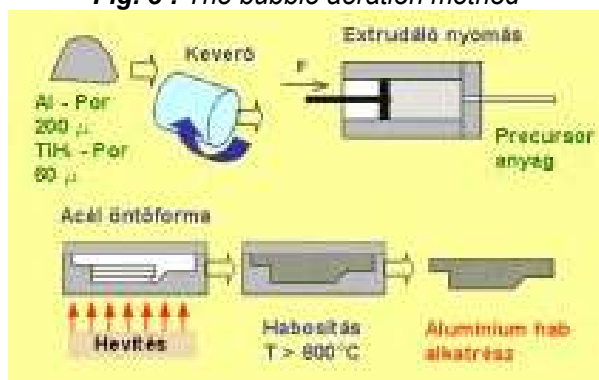
Gyártási módszerek

A fémhabok előállítására több kísérleti-, fél ipari és ipari módszer terjedt el. Az előállítási technológia befolyással van a kialakuló fémhab szerkezetére, porozítására és ezeken keresztül csaknem minden tulajdonságára. A következő felsorolás tartalmazza a leginkább elterjedt módszereket, a főbb gyártókat és a termékek kereskedelmi neveit [5].

- 1.) *gáz-átbuborékolatás* (Alcan, Cymat, hydro, zárt cellás, 3. ábra; ilyen területen folynak kutatások a Miskolci Egyetemen jelenleg a nanoméretű habstabilizáló részecskék irányában [6])
- 2.) *előállítás habképző anyaggal* (Mepura, Fraunhofer Intézet, zárt cellás, 4. ábra)
- 3.) *ömlédé-metallurgiai habosító eljárás* (Alporas, zárt cellás, 5. ábra)
- 4.) *előállítása hő hatására kiolvadó anyaggal* (nyílt cellás)
- 5.) *fémhabok folyamatos előállítása* (zárt cellás, 6. ábra)
- 6.) *előállítása különálló fém gömbhéjakból* (zárt cellás) (Fraunhofer Intézet, Németország)



3. ábra. Az átbuborékolatásos módszer
Fig. 3 : The bubble aeration method



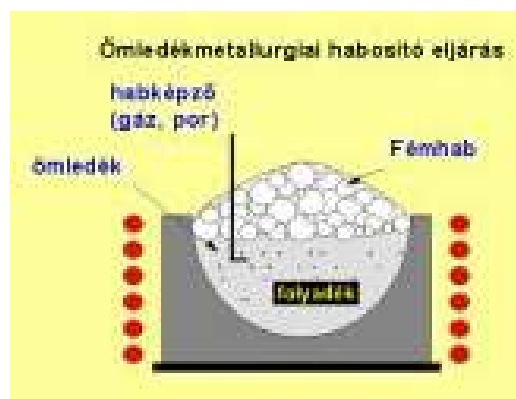
4. ábra. Porózus fém előállítása habképző anyaggal
Fig. 4: Making porous metal with foaming agent

- 7.) *előállítása kioldódó töltőanyaggal, infiltrációval* (kísérleti célra, nyílt cellás, BME-ATT Fémek Kompozit Laboratórium)
- 8.) *előállítása üreges kerámia töltőanyaggal*. (zárt cellás, BME-ATT)

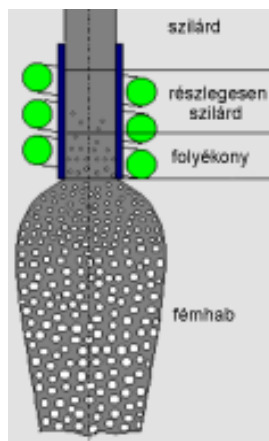
A gáz-átbuborékolatásos eljárásnál olvadt fémfűrdőn buborékolatnak keresztül inert gázt. Kulcs feladat: a buborékok stabilitásának biztosítása. Ezt befolyásolja a fémfűrdő viszkozitása, így legfőképpen vegyi összetétele és az olvadék hőmérséklete. Szintén erős befolyása van a buborékok méretének is.

A habképző anyagot felhasználó eljárások (2., 3. és 5. technológiák) leginkább TiH_2 -et használnak. Ez az anyag magasabb hőmérsékleten reakcióba lép a fémfűrdővel és gázképződéssel habosít. Ezekkel az eljárásokkal könnyen állíthatunk elő adott formát kitöltő, zárt cellás fémhab alkatrészeket.

Szintén a zárt cellás fémhabok előállítására alkalmas a különböző gömbhéjakat felhasználó eljárások (6. és 8. eljárás). A gömbhéjak készülhetnek fémes anyagból, ekkor azokat (akár szabályszerűen) elrendezve, egymáshoz nyomva, majd szinterelve jutnak zárt cellás fémhabhoz. A héjak készülhetnek kémiai ellenálló anyagból (jellemzően kerámiából) is. Ezeket a gömbhéjakat fémbe ágyazva zárt cellás fémhabokat gyártanak. A módszert mi is alkalmaztuk.



5. ábra. Ömlédé-metallurgiai habosító eljárás
Fig. 5: Melt metallurgical foaming process



6. ábra. Fémhab
folyamatos
előállítása

Fig. 6:
Continuous
production of
metal foams

A hő hatására kiolvadó előformák alkalmazásával nyílt cellás fémhabokat állítanak elő. A töltőanyagból készítenek egy előformát (prekurzort), majd erre valamilyen alacsony hőmérsékletű technológiával (általában PVD) fémréteget hordanak fel, végül az alapformát magasabb hőmérsékleten kiolvasztják. Ezzel az eljárással állíthatóak elő a legnagyobb porozitású (~80 %) fémhabok.

Hasonló technológia a kioldódó töltőanyagot felhasználó technológia is. Ebben az esetben az előformát olyan anyag alkotja, amely az alapfém olvadási hőmérséklete felett káros reakciók nélkül infiltrálható, majd a megszilárdult fémből kémiai úton kioldható [3]. Ezt a módszert a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékén évek óta sikerrel alkalmazzuk.

Felismerve ennek az anyagtípusnak a korszerűségét, kezdetben az volt a célunk, hogy a kísérleteinkhez olcsón állítsunk elő fémhabokat, amelyeknek a tulajdonságait széles sűrűség és pórusméret paraméter-tartományban vizsgálni tudjuk. Későbbi célként azt tűztük ki, hogy megismerve ezen anyagok tulajdonságait adatokat szolgáltatassunk konstrukciós felhasználásaikhoz segítve hazai elterjedésüket. Ezzel az eljárással jól szabályozható, egyenletes pórusméret valósítható meg, ez ad lehetőséget az állandó tulajdonságú anyag gyártására. Tapasztalataink alapján ez sem a buborékos, sem a titánhidrides eljárásokkal nem biztosítható.

Mivel a gépészeti felhasználást tekintettük fő iránynak, elsősorban olyan sűrűségű gyártmányokra koncentráltunk, amelyeknek megfelelő a szilárdsága. Így nem volt célunk az igen kis sűrűségű, igazán habszerű anyagok előállítása és kutatása (annál is inkább, hiszen ebben az irányban a Miskolci Egyetemen a Bécsi Műszaki Egyetemen és az ausztriai LKR céggel együttműködve széles körű vizsgálatok folynak [7]).

A vizsgált anyagtípusok

A munkánk során nyílt cellás fémhabot, kioldódó töltőanyagot, illetve zárt cellás fémhabot infiltrált kerámia gömbhéjakat alkalmazva állítottunk elő. Az alapfém minden esetben eutektikus alumínium ötvözet (AlSi12Mg volt.) Alkalmazását indokolják jó öntési tulajdonságai, amely az infiltráló technológiák alkalmazásánál nagy előnyt jelent. További kísérletek folynak jelenleg 99,5 % tisztaságú alumínium alapanyaggal.

A nyílt cellás fémhabok porozitását a kioldódó töltőanyag szemcseméretének változtatásával lehetőségünk van befolyásolni. Előállítottunk 0,5 – 1; 1 – 2; 2 – 3 és 4 – 5 (mm) pórus méretű fémhabokat. A zárt cellás fémhabok az adott kerámia gömbhéjak mérete által meghatározott módon egyféle porozitás

mérettel készültek (az Ø150 µm-es gömbhéjak falvastagsága 5 µm).

A fémhabok egyik legfontosabb fizikai jellemzője a sűrűség, amely közvetlenül meghatározza az alkatrészek tömegét. Az 1. táblázat az általunk előállított nyílt és zárt cellás fémhabok sűrűség értékeit tartalmazza. Látható, hogy több esetben is a vízénél kisebb sűrűségű anyagot állítottunk elő (7. ábra).

A következő fejezetben a felsorolt anyagoknak a mechanikai tulajdonságait tekintjük át.

1. táblázat. Table 1

Cella- méret, mm	Cella típus	Sűrű- ség, g/cm ³	Rel. sűrű- ség %	
alapfém	–	2,7	–	
0,5 – 1	nyílt	1,132	41,93	
1 – 2	nyílt	0,821	30,41	
2 – 3	nyílt	0,964	35,70	
4 – 5	nyílt	0,962	35,63	7. ábra. Vízben lebegő fémhab Fig. 7: Afloating metal foam
0,15	zárt	1,315	48,7	

A fémhabok mechanikai tulajdonságai

A fémhabok mechanikai viselkedésének megismeréséhez három, hagyományosnak számító mechanikai vizsgálatot hajtottunk végre, mégpedig szakító-, zömítő- és hárompontos hajlítóvizsgálatot.

Szakítóvizsgálat

A legelterjedtebb módszer a mechanikai szilárdság meghatározására a szakítóvizsgálat, amely közvetlenül összehasonlítható számeredményt ad. Ezért a 0,5 – 1 és a 2 – 3 mm pórusméretű fémhabokon elvégeztük ezt a vizsgálatot. A mérnöki gyakorlatban szokásos tömör anyagok mérésének körülményeiről, a próbatestek geometriájáról és az egyes mérőszámokról az MSZ EN 10002-1:2001 szabvány ad felvilágosítást, ezeket az ajánlásokat követtük a fémhabok esetében is. A keresztfej sebessége 0,1 mm/s volt. Az anyag porózus szerkezete miatt a próbatestek kimunkálása viszonylag körülményes volt. Emellett felmerült a roncsolásmentes befogás és a töretfelület megfigyelésének problémája is. Az előbbi epoxigyantába ágyazással az utóbbit a szakítás előtti felületfestéssel valósítottunk meg (8. és 9. ábra). A 2. táblázat a vizsgálataink eredményeit rögzíti.

A táblázatban a maximális erő (F_m), a próbatestek kiinduló átmérője, (d_0), az eredeti hosszuk (L), a megnyúlásuk (ΔL) és a szakítószilárdságuk (R_m)

szerepel. Az alakváltozási jellemzőket nem tüntettük fel, mert értékük elhanyagolhatóan kicsi.

2. táblázat Table 2

Cella- méret, mm	Jel -	F_m N	d_0 mm	L mm	ΔL mm	R_m MPa
0,5 – 1	NA1	620	6,14	öntvény jellegű próbatest		20,9
	NA2	460	6,02			16,2
	NA3	650	6,15			21,9
2 – 3	ND1	835	14,00	56,3	1,50	5,4
	ND2	1321	14,05	56,0	2,59	8,5
0,15	ZA- ZB	1080	6,07	öntvény		37,5



8. ábra. Nyílt cellás próbatest a szakítás után

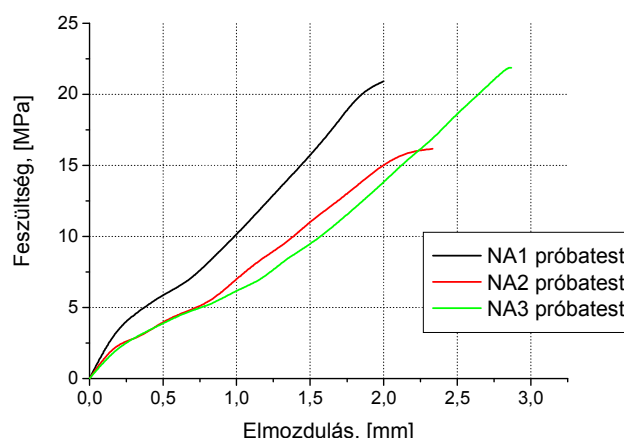
Fig. 8: Open cell tensile specimen after the test



9. ábra. Nyílt cellás szakító próbatest töretfelülete

Fig. 9: Surface of broken open cell tensile specimen

A nyílt cellás fémhabok mérési eredményeiből megállapíthatjuk, hogy a szakítószilárdság mértéke még a vártnál is nagyobb mértékben csökkent. A rideg (szilumin) alapanyag miatt a fémhab szakadási nyúlása a vártnak megfelelően kicsi, ezért a legkisebb cellaméretű darabokból már öntvény jellegű próbatesteket munkáltattunk ki. Azt is megállapíthatjuk, hogy a kisebb cellaméretű NA1, NA2 és NA3 próbatestek szakítószilárdsága jóval meghaladja a 2 – 3 mm cellaméretű fémhabokét. Ezt azzal magyarázhatjuk, hogy a kisebb cellaméret esetén valószínűsíthetően nagyobb a maradó teherviselő keresztmetszet. A törési mechanizmus jelentősen eltér a tömör anyagétól, a fémes cellafalak mérete nem azonos, a cellafalakban jelentős hajlítófeszültség is keletkezik. Húzásra csak abban az esetben lenne optimális az anyagunk, ha a cellák gyakorlatilag teljes próbatest hosszúságú, vékonyfalú csövek lennének. Megfigyelhető, hogy az NA1-es darab diagramjának meredeksége nagyobb, ami jobb merevségi jellemzőre utal. Ugyanakkor az NA2-es darab szakítószilárdsága elmarad a másik két darabétól (10. ábra)..

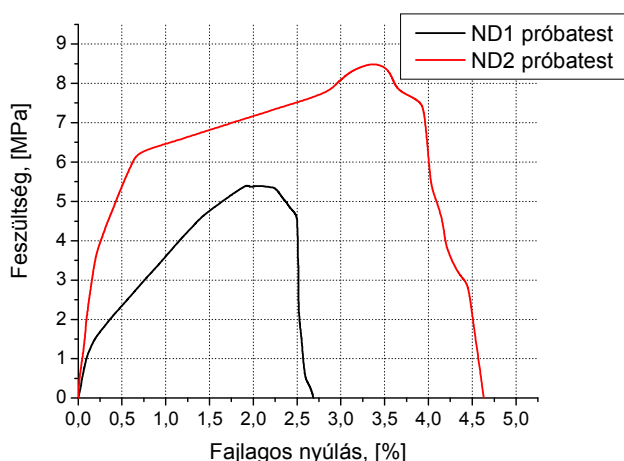


10. ábra. A 0,5 – 1 mm pórusméretű, nyílt cellás fémhabok szakítódigramjai

Fig. 10: Tensile test diagrams of open cell metal foams with 0,5–1 mm pore size

Ezek a különbségek a cellák véletlenszerű elhelyezkedésével magyarázhatók. A 11. ábrán két, 2 – 3 mm cellaméretű fémhab szakítódigramja látható az erő–elmozdulás koordináta-rendszerben ábrázolva. Jól látható az ND1 jelű próbadarab „gyengesége” az ND2 jelűhöz képest, amely egy más szemcse-eloszlásra, esetleg öntési hibára utal.

Összességében a nyílt cellás fémhabok szakítóvizsgálatai a várt értékeknek megfelelő eredményeket nyújtottak. Az erős gyengítés és a töltőanyag éles felületi átmenetei mint bemetszések eredményeként drasztikusan csökkent a szakítószilárdság, az energiaelnyelés nem számottevő.



11. ábra. A 2 – 3 mm pórusméretű, nyílt cellás fémhabok szakítódiagramjai

Fig. 11: Tensile test diagrams of open cell metal foams with 2–3 mm pore size

A zárt cellás fémhabok megmunkálása igen körülményes a nagy kerámiatartalom miatt. A szerszámok élettartama kicsi, a hagyományos anyagú és élgeometriájú szerszámok csak kísérleti célra megfelelők. Ezért technológiai és gazdasági megfontolások alapján az öntvények vizsgálatánál megszo-

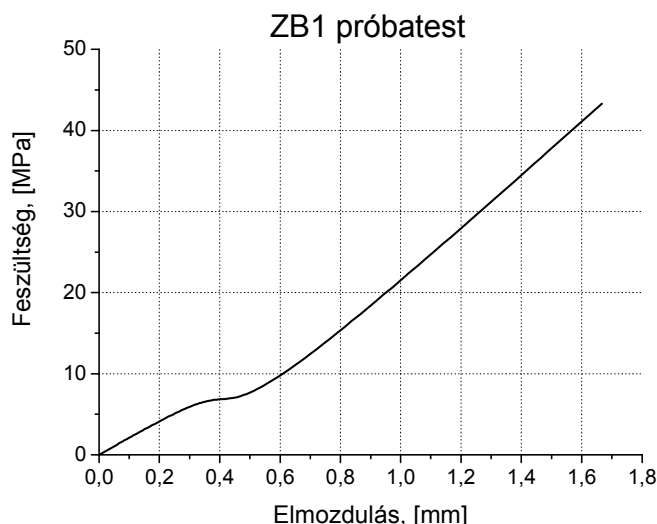


12. ábra. Zárt cellás szakító próbatest a vizsgálat után

Fig. 12: Closed cell tensile specimen after the test

Az öntvény alakú próbatestek mellett szól az is, hogy a minták viselkedését (az öntészeti Al-ötvözet tulajdonsága miatt) ridegnek várjuk és így a szakítószilárdság meghatározásához a kisebb méretű öntvény jellegű próbatestek is megfelelnek. Ezzel egyben anyagot is takarítunk meg, több vizsgálatot hajthatunk végre. A szakítószilárdság értékeken megfigyelhető a nyílt cellás fémhaboknál tapasztalt tendencia, miszerint a pórusméret csökkentésével közelebb kerülünk az alapanyag szakítószilárdságához, holott a térkitöltés (vagyis a gyengítés) alig

marad el (~7 % az eltérés) a nyílt cellás fémhabokétól. (A törési mechanizmus mikromechanikai elemzése valószínűleg rá fog mutatni, hogy jelentős járulékos nyomatermek keletkeznek a pórusszerkezetben, hajlító- és csavarófeszültségek keltésével.) Mint azt a 13. ábrán látható szakítódiagram is mutatja, a minták valóban ridegen viselkedtek. Akárcsak a lemezgrafitos öntöttvasnál, itt sem számíthatunk mérhető alakváltozási jellemzőkre. A maximális erőnél kontrakció nélküli törés lép fel.



13. ábra. Zárt cellás fémhabok szakítódiagramja

Fig. 13: Tensile test diagram of a closed cell metal foam

Zömítővizsgálat

Elvégzése azért lényeges, mert a hab jellegű anyagoknak a mechanikai energiaelnyelő képességét ezzel a módszerrel tudjuk vizsgálni. A felhasználási területeken is ez a leggyakrabban fellépő igénybevételi mód fémhabok esetén, ilyen terhelésnél használható ki legjobban az üreges szerkezet előnye. Ezzel a vizsgálattal ki tudjuk mutatni az anyag alakváltozás által elnyelt, térfogatra vonatkoztatott munkáját. A mérésre előkészített próbatesteteket láthatunk a 14. ábrán. A keresztfej sebességét 0,1 mm/s értékre állítottuk.

A számításoknál felételeztük a térfogat állandóságát, bár ez a fémhabok esetében nem teljesül, hiszen a cellák összenyomódásával a térfogat csökken. Ezért az így kiszámított adatok csupán látszólagosak, de összehasonlításra alkalmasak. A próbatest által elnyelt munka meghatározásához numerikusan integráltuk a zömítődiagram alatti területet. Az így kapott munkát a kiinduló térfogatra és tömegre vonatkoztattuk.

A nyílt cellás fémhabok vizsgálataiban során a fémhabokra jellemzően platós diagram alakult ki, a teljes diagram alatti terület az elnyelt energiával

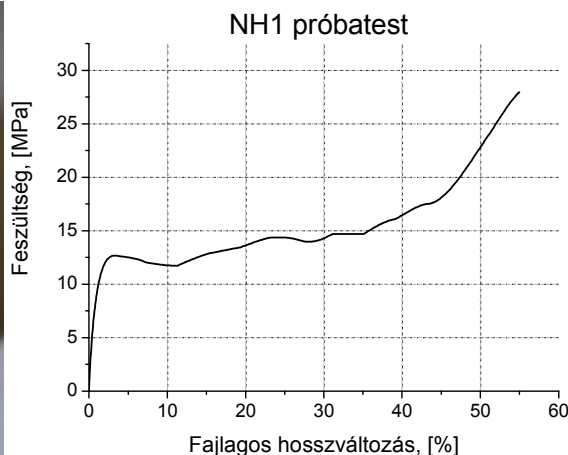
arányos (15. ábra). Jól megfigyelhető a viszonylag hosszú, állandósult (platós), valamint a felfelé ívelő progresszív szakasz a görbe végén. Mivel a platós

rész relatíve hosszú, az elnyelt energia is nagy (kis erő melletti nagy energiaelnyelés ütközéskor kedvező lassulási viszonyokat biztosít). Az erőplató azért alakul



14. ábra. Nyílt cellás zömítő próbatetest

Fig. 14: Open cell upsetting test specimen



15. ábra. Nyílt cellás próbatetest zömítő diagramja

Fig. 15: Upsetting diagram of open cell specimen

3. táblázat. Table 3

Cella- méret mm	Jel -	H mm	D mm	ΔH mm	V cm ³	W J	ϵ %	W/V J/cm ³	W/m J/g
0,5 – 1	NA	25	13,6	16,3	3,64	156,1	65,2	42,88	37,68
1 – 2	NB- NC	30,7	20	19	9,61	134,5	61,9	14,99	17,12
2 – 3	NE- NI	31,7	21,1	16,7	11,17	58,2	52,7	5,21	6,59
4 – 5	NJ- NK	29,5	19,9	17,7	9,19	91,8	60	9,99	10,41
~0,15	ZA- ZB	25,1	14	9,7	3,87	175,8	38,5	45,48	34,58

A táblázatból kitűnik, hogy a legjobb térfogategységre vonatkoztatott energiaelnyelő képessége a 0,5 – 1 mm cellaméretű fémhaboknak van. A térfogatra vonatkoztatott elnyelt energia a nyílt cellás fémhabok csoportján belül kimagaslóan jó, a nagyobb cellaméretű próbatestek kisebb teljesítményre képesek. A tönkrement munkadarabokon jól megfigyelhető hordósodás, az ilyen kis cellaméretű darabokra nem volt jellemző a törési sík makroszkopikus megjelenése (16. ábra).

A mért és számított értékek alapján megállapíthatjuk, hogy az 1-2 mm cellaméretű, nyílt cellás fémhab több energiát képes elnyelni, mint a közel azonos képességű, 2-3 és 4-5 mm cellaméretű fémszivacs. Viszont nem jellemző rá tipikusan a platós rész megjelenése, tehát az alakváltozás növekedéséhez növekvő erő tartozik. A cellák kisebb mérete miatt a platón belüli ingadozás nem mutatkozik, ami pedig a nagyobb szemcsékkel gyártott daraboknál, jellemzően 3 mm-es cellaméret felett, már

ki, mert ahogy nő a darabban a feszültség egy-egy cella össze-roppan, ekkor az erő visszaesik, majd újra nőni kezd, míg egy újabb cella össze nem roppan. A diagram meredeken emelkedő, progresszív szakaszban fejeződik be, ennek praktikus jelentése az, hogy nem maradt ép cella, ami a továbbiakban összeroppanhatna, így a tiszta alapanyag sajtolódik tovább (biztonságot jelent a katasztrofális tönkremenetellel szemben).

Az eredményeket a 3. táblázat foglalja magába. A táblázatban feltüntettük a próbatestek kiinduló geometriai méreteit (H magasság és D átmérő) valamint a belőlük számított térfogatot (V).

Feltüntettük, továbbá a darabok magasságváltozását (ΔH) és mérnöki alakváltozását ($\epsilon = \Delta H/H$) és a zömítés során elnyelt munkát (W). A táblázat tartalmazza még a zömítés során elnyelt munka térfogatra és a tömegre vonatkoztatott értékét is (W/V és W/m).



16. ábra. Zömített nyílt cellás próbatetest

Fig. 16: Compressed open cell specimen

erősen jelentkeznek a diagramokban. És ugyancsak a nagyobb cellaméretű darabok tönkremenetele során a hordósodás mellett makroszkopikus csúszási sík jelent meg.

Összességében elmondhatjuk, hogy ha az energia minél gyorsabb (rövidebb úton) elnyelése a cél, akkor célszerűbb a kisebb pórusú, nyílt cellás fémhabot alkalmazni. Egyébként a nagyobb cellás fémhab mutat jobb tulajdonságokat a kisebb energia-

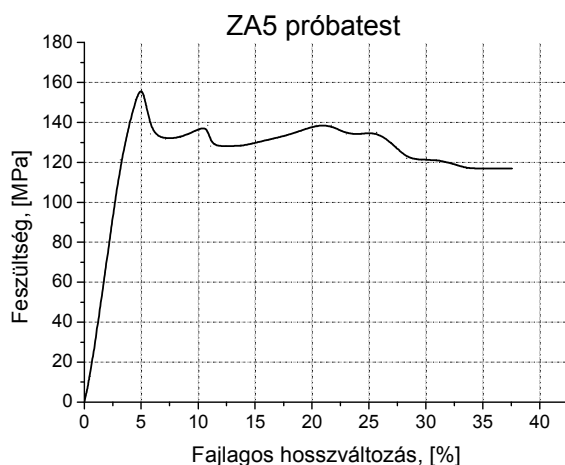
elnyelő képessége ellenére, mert itt az alakváltozás során a platós szakaszon nem nő az erő, így például egy ütközés esetén kisebb reakcióerő keletkezik, azaz hosszabb úton kisebb lassulás megy végbe. A túl nagy méretű cellás fémhabok veszítenek az állandó erő nyújtotta előnyös tulajdonságukból a platón belüli nagy erőingadozások miatt.

A 3. táblázat utolsó oszlopát tanulmányozva megfigyelhetjük, hogy a zárt cellás fémhabok nagyságrendileg ugyanannyi mechanikai energiát képesek elnyelni, mint a 0,5 – 1 mm cellaméretű, nyílt cellás fémhabok. A fajlagos munkák szórása azonban kisebb, mint a nyílt cellás fémhaboké. A hasonlóság a közeleső cellaméreteknél, a kisebb szórás pedig valószínűleg a parányi gömbhéjak nagyobb fokú rendezettségének és a közel azonos méretű gömbök kisebb (szemben a sókristályok éles és különböző) bemetsző hatásának tudható be. A 17. ábra a jellegzetes tönkremeneteli formát, a 18. ábra pedig a jellemző diagramot mutatja [4].



17. ábra. Zömített, zárt cellás próbatest

Fig. 17: Broken closed cell specimen by upsetting



18. ábra. Zárt cellás fémhab zömítő diagramja

Fig. 18: Upsetting diagram of closed cell specimen

A tönkremeneteli mód nagyon jellegzetes, az összes próbatestre azonosan jellemző. A terhelő erő növekedése kezdetben lineáris, egészen a maximális terhelésig. A maximális erő elérésekor hirtelen megjelenik egy, a teljes próbatesten végigfutó, az alapsíkkal közel 45°-ot bezáró repedés. A repedés minden esetben az alaplap, vagy a felső síklap széléről indul (ezt indokolhatják a súrlódási és a geometriai viszonyok). Ekkor a feszültség visszaesik, jellemzően 120 – 140 MPa értékre, majd megkezdődik az alakváltozás és folyamatos, akár 10 mm-es magasságcsökkenés mellett a feszültség közel állandó, ~140 MPa, értéken marad [10]. A nagy terhelőerőből eredő nagy felületi nyomás hatására a törési síkon a két próbatest fél elcsúszik, de csúszás közben a nagy nyomásnak hatására folyamatosan erős kapcsolatban maradnak. Ez teszi lehetővé a nagy erő folyamatos fennmaradását, ami biztosítja a további csúszást és a platós diagram szakasz kialakulását.

A zárt cellás fémhabok ugyanolyan nagy mértékben képesek az energiaelnyelésre, mint a kis cellaméretű, nyílt cellás fémhabok. Alapvető különbség a két rendszer között a platós szakasz erőértéke, amely a zárt cellás fémhaboknál nagyobb. A zárt cellás fémhabok rugalmas alakváltozással és nagyobb maximális terhelő erőnél ridegen megrepednek, majd a terhelő erő állandósága mellett alakváltozásuk folyamatos, azaz létrejön az energiaelnyelést biztosító platós szakasz a zömítő diagramban.

Hárompontos hajlítóvizsgálat

A próbatestek kimunkálása valamivel egyszerűbb volt, hiszen nem forgástestekről, hanem hasábokról van szó, így az esztergáló megmunkáláskor szükséges megtámasztásra nem volt szükség. A hajlítási támaszköz: 80 mm, a támaszok és a nyomófej sugara: 10 mm, a keresztfej sebessége 0,1 mm/s volt.

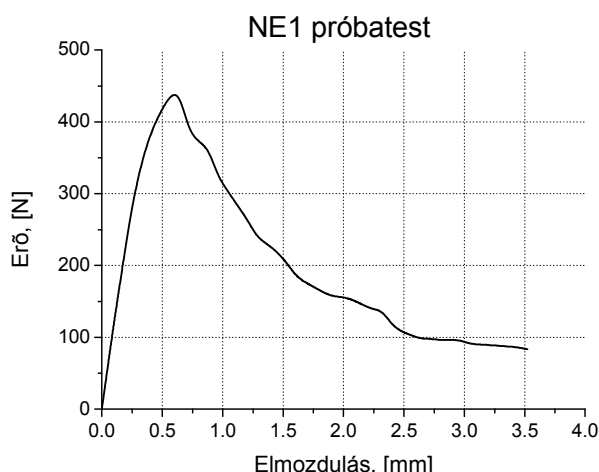
A próbatestet minden esetben a keresztmetszet hosszabb oldalára merőlegesen (a nagyobb másodrendű nyomaték ellenében) hajlítottuk. Vizsgálat közben regisztráltuk a lehajlás-erő diagramot, és meghatároztuk a hajlítómerevséget és a fajlagos hajlítómerevséget, amely alkalmas a különböző anyagok összehasonlítására. A mérések eredményeit a 4. táblázat rögzíti. Azonban a szemcsék méretének és eloszlásának a hatása az inercianyomatékokra még kérdéses. A rugalmassági modulus keverési törvényét alkalmazva az inercianyomaték becsülhető, de a szerkezeti viszonyok miatt ez a módszer sem kellően megbízható.

A táblázat tartalmaz egy erő–elmozdulás adatpárt (F és f), valamint az ezekből az adatokból mechanikai járulékképlettel számított hajlítómerevség (D) és fajlagos hajlítómerevség (D/p) értéket.

4. táblázat Table 4

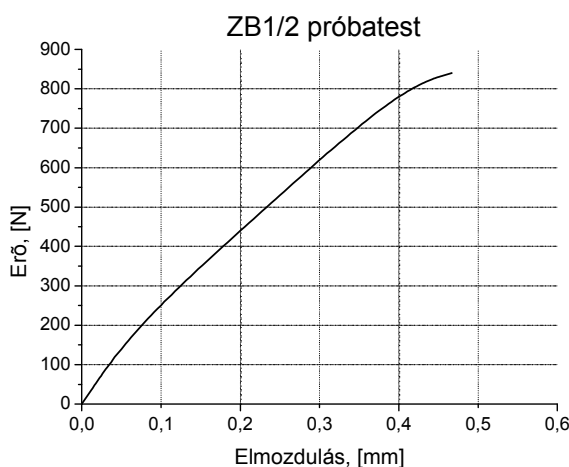
Cellaméret mm	Jel -	F N	f mm	D Nm ²	D/p ·10 ⁻³ m ⁶ /s ²
0,5 – 1	NA	410	1,59	2,78	7,12
1 – 2	NB-NC	471	0,84	6,42	22,79
2 – 3	NE-NI	392	0,66	7,28	12,68
4 – 5	NJ-NK	410	0,69	6,47	17,24
~0,15	ZA-ZB	809	0,88	9,80	15,06

A 19. ábra a nyílt cellás anyagra jellemző hajlító-diagramot mutat. A hajlítóvizsgálatokat elvégeztük a zárt cellás fémhabokon is. Amint a jellemző hajlító-diagramból (20. ábra) látható a próbatest a folyamatos terhelés hatására előbb rugalmas alakváltozást szenved, majd a maximális terhelő erő elérésekor ridegen elpattan.



19. ábra. Nyílt cellás próbatest hajlító diagramja

Fig. 19: Bending diagram of open cell specimen



20. ábra. Zárt cellás próbatest hajlító diagramja

Fig. 20: Bending diagram of closed cell specimen

A hajlítómerevség szórásának tartománya a nyílt cellás fémhabokéhoz képest jóval kisebb, amiből arra következtethetünk, hogy a kisebb cellaméret esetében kisebb szerep jut a cellák véletlenszerű eloszlásának. A határozottabb hajlítómerevség segítségével magabiztosabban tervezhetünk és kevesebb plusz mérésre lehet szükség. A gömbhéj erősítésű kompozitok jóval kisebb energiát képesek elnyelni és azt is maradó alakváltozás nélkül teszik, ami azt jelenti, hogy ez az anyagtípus jóval ridegebb a nyílt cellás fémhaboknál.

Összefoglalás

A cikkünk első részében összefoglaltuk a fémhabok előállítási módszereit, majd ismertettük az általunk előállított fémhabokat. A második részben képekkel és diagramokkal illusztrálva ismertettük az elvégzett méréseinket és eredményeinket. Ezzel közelebb kerültünk a fémhabok mechanikai viselkedésének megértéséhez.

Egyik legfontosabb célunknak tartjuk a szilumin és az erősítő anyagok (több kerámia típusból készült gömbhéj, kiolvadó töltőanyag) közötti átmeneti réteg mibenlétének megismerését, kialakulási feltételeik tisztázását. A tulajdonságok teljes körű ismeretében szeretnénk minél több alkalmazási lehetőséget felderíteni, mindhárom vizsgált anyagcsoport számára.

A leghasznosabb alkalmazási törekvések, az energia- és hangelnyelés speciális területei mellett, szendvicsszerkezetek létrehozására, a vékonyfalú cső és a zártszelvények horpadás elleni biztonságának növelésére, különleges áramlástani és hőtani feladatok elvégzésére irányulnak. Olcsó adalékanyagoktól a kiváló minőségű kerámiáig több anyagtípust felhasználhatunk létrehozásukhoz. Ahogy a kohászatban is minőségi változást jelent a kerámiaszűrők alkalmazása, úgy a nyílt cellás fémhabok szűrőként való alkalmazása is áttörést hozhat. A magas hőmérsékletű alkalmazások, a kiegészítő tisztítás lehetősége, mind, mind jelentős potenciális alkalmazási lehetőség a szűrőtechnika terén.

Mindemellett meg kell jegyeznünk, hogy a tulajdonságok szórása nagy, a fémhabok nagyon szerkezetérzékenyek és ezek a hatások növelik a tervezés bizonytalanságait.

Vizsgálati és gyártási körülményeink javulásában ugrásszerű változást jelent az Anyagtudomány és Technológia Tanszéken üzembe helyezett Fémek Kompozit Laboratórium és a körötte szerveződő munkacsoport. Ezeket és a tanszék anyagvizsgálati és technológiai lehetőségeit maximálisan kihasználva reális lehetőséget látunk a vázolt célok elérésére. A munkacsoport további kutatási területe a nagy térkitöltésű (legalább 60 %) szénszál-erősítésű, alumínium ötvözet mátrixú tömbi

kompozitok vizsgálata, valamint a szintén nagy térkitöltésű, alumínium ötvözet mátrixú kompozithuzalok előállítása és vizsgálata. Az ezekhez a területekhez kapcsolódó eredményeinkről a legközelebbi cikkünkben számolunk be.

Forrásjegyzék

[1] *H. P. Degischer*: Innovative light metals: metal matrix composites and foamed aluminium, *Materials & Design*, vol. 18, 4-6, (1997) pp. 221-226

[2] *P. Grant, J. Lord*: Review of industrial survey on metallic foams, National Physical Laboratory, Egyesült Királyság, 2000

[3] *Bartolf József, Keébe György, Kötél Antal, Dr. Stefániay Vilmos, Török Éva, Vajda Imre*: Porózus (nyitott pórusú) és energia-elnyelő (zárt pórusú) alumínium testek előállítása öntéssel, *Know-how leírás*, Budapest, 1996

[4] *P. K. Rohatgi, J. K. Kim, N. Gupta, S. Alaraj, A Daoud*: Compressive characteristics of A356/fly ash chemosphere composites synthesized by pressure infiltration technique, *Composites Part A* 37, (2006), pp. 430-437

[5] *M. F. Ashby, A. G. Evans, J. W. Hutchinson, N. A. Fleck*: Metal foams: a design guide, Cambridge Centre for Micromechanics, 1998

[6] *N. Babcsán, D. Leitmeier, J. Banhart*: Metal foams – high temperature colloids: Part I. Ex situ analysis of metal foams, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 261, pp 123-130, 2005

[7] *N. Babcsán, D. Leitmeier, H.P. Degischer*: Foamability of particle reinforced aluminium melt, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 34. pp 22-29, 2003

[8] *Détári P., Németh Á.*: Könnyített alumínium alapú anyagok vizsgálata, Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás, Balatonfüred, 2001. október 14-17.

[9] *P. Détári, Á. Németh*: Test analysis of enhanced lightweight aluminium materials, *Materials Science Forum* vols. 414-415, pp 75-78 (2003), Trans Tech Publications, Switzerland

[10] *Szöllősi Árpád, Orbulov Imre Norbert*: Fémhabok és fémalapú kompozitok előállítása és tulajdonságai, XXVII. Országos Tudományos Diákköri Konferencia, Anyagtudomány II. szekció, Gödöllő, 2005. március

Porózus, csontpótló poli(ϵ -kaprolakton) szerkezetek fejlesztése

Oláh László^{0,1,2} – Borbás Lajos² – Czigány Tibor¹

Kulcsszavak: felszívódó polimer, polikaprolakton, kalcium-karbonát, csontpótló

Keywords: biodegradable polymer, biocompatible, tissue engineering, poly-caprolactone, calcium carbonate

Summary

Development of porous poly(ϵ -caprolactone) (PCL) scaffolds for guided bone regeneration. In this work, highly porous PCL and inorganic material reinforced PCL scaffolds were prepared by solvent casting / particulate leaching technique. We performed compressive tests, estimation of the porosity and slat-leaching out time; moreover we investigated the surface morphology of the obtained scaffolds. We found that the pure PCL scaffolds could be utilized in maxillofacial surgery or in other non-load bearing application, till the CaCO_3 reinforced scaffolds could be applied as a generally used bone substitute.

Bevezetés

A szövetépítés (angolul: tissue engineering) napjainkban mind fontosabb helyet követel az orvos-, illetve az anyagtudomány területén. A szövetépítés célja, hogy laboratóriumi körülmények között emberi szöveteket hozzunk létre, vagy olyan vázat alkossunk mesterséges anyagokból, amely elősegíti az emberi szövetek regenerációját, olyan károsodások esetén, amelyet a szervezet, külső beavatkozás nélkül, helyreállítani nem képes. Ehhez valamilyen biokompatibilis anyagból, tipikusan felszívódó polimerből vagy kerámiából, olyan porózus szerkezetet állítunk elő, amelynek bomlástermékei nem okoznak szövet-irritációt, és funkciója betöltéséhez szükséges mechanikai tulajdonságokkal rendelkezik.

Orvosi célokra tipikusan poli(α -hidroxí észtereket), például a poli(tejsavat) és kompozitjait, valamint poli(ϵ -kaprolaktont) alkalmaznak. A poli(ϵ -kaprolakton) (PCL) részben kristályos, lineáris, lebomló, alifás poliészter, amely az alifás észter kötés hidrolízisével bomlik le, mégpedig lassan – a lebomlási ideje mintegy 3 év –, és ezért a PCL hosszú élet-tartamú termékek (mint például csontpótló anyagok) gyártáshoz használható [1], azonban nyomószilárdsága és nyomómodulusa viszonylag kicsi (a tömb polimer nyomómodulusa: 0,4 GPa) [2, 3].

Számos eljárás létezik, amellyel porózus termékeket állíthatunk elő, például a szál-kötés, oldat-

öntéses / részecske kioldásos technika, gáz-fúvás, vagy fázis-szeparációs eljárás [4, 5, 6]. Hutmacher egyik cikkében [6] azt írta, hogy a sejtek benövését leginkább a 100 μm feletti pórusok segítik elő, míg a kisebb pórusok inkább csak az érképződést és a víz-, gáz- transzportot segítik elő. Ideális esetben a pórusok többsége 100 μm feletti, de kisebb pórusok is megtalálhatóak.

Problémaként merül fel a szövetépítésre alkalmas, porózus termékek gyártásakor, hogy az anyag nyomószilárdsága és nyomómodulusa a porozitás négyzetével fordítottan arányosan változik [7], így nehéz a megfelelő nyomószilárdságú és nyomómodulusú polimer terméket előállítani. A lebomló termékek alkalmazását tovább nehezíti, hogy a polimer bomlása során nagy mennyiségben savas bomlástermék szabadul fel, amely a szervezet normál pH értékét megváltoztatja, ezáltal szövetirritációt okozhat [6].

Az említett nehézségek áthidalására gyakran alkalmaznak inorganikus erősítőanyagot, például hidroxipatitot, amely erősíti a polimert, s emellett nagymértékben javítja az alapanyag biokompatibilitását is. Epple és társai [8] kimutatták, hogy a kalcium-karbonáttal töltött kompozit a szervezet 7-es pH értékét nem változtatja számottevően; míg tiszta polimer implantátum használata esetén a pH akár 3-ra is lecsökkenhet 25 napos időtartam alatt.

Cikkünk célja egy porózus anyag fejlesztése, amely megfelelő mechanikai tulajdonságokkal, lebomlási idővel és biokompatibilitással rendelkezik.

Anyagok és eljárások

Kísérleteinkhez Sigma-Aldrich poli(ϵ -kaprolakton)-ját használtuk, amelynek névleges molekulasúlya: $M_n = 80$ kDa. A polimert használat előtt vákuumban, 40 °C-on 1 napig szárítottuk.

A polimer mátrix erősítése érdekében a varsói, Institute of Glass and Ceramics inorganikus töltőanyagát: kalcit és aragonit kristályszerkezetű kalcium-karbonátot alkalmaztunk. A kalcit átlagos szemcseátmérője: 1 μm .

Ebben a munkában oldatöntéses – só-kioldásos technikát alkalmaztunk, hogy porózus próbatesteket állítsunk elő. A makropórusok kialakításához sókristályokat alkalmaztunk. A 20%-os acetone - PCL

⁰olah@pt.bme.hu

¹ Dr., tanszékvezető, BME Polimertechnika Tanszék

² Dr., BME Biomechanikai Kutatóközpont

oldatot sóval összekevertük, majd ezt a keveréket egy rozsdamentes acél szerszámba (15x15x10 mm) töltöttük; a szerszámot desztillált vízbe helyeztük, hogy elősegítsük a polimer kicsapódását. A polimer kiválását követően, megközelítőleg 12 óra után, a szilárd próbatesteket desztillált vízbe merítettük és 14 napon keresztül keringetett fürdőben a sót kioldottuk, és az így előállított porózus polimer terméket vizsgáltuk. Mivel a fejlesztett termék az emberi szövetekkel kerül kapcsolatba, fontos, hogy a gyártás során bevitt só (nátrium-klorid (NaCl)) mennyiségét 100 százalékban eltávolítsuk, mert a szövetek között feldúsuló NaCl a sejtek elhalását eredményezheti.

A minták előállításához különböző frakciójú (<63 μm , 63-125 μm , 125-250 μm , 250-500 μm) sókristályokat használtunk. A só-kioldási vizsgálathoz a próbatesteket 50-50 tömegszázaléknyi (250-500 μm méretű) só és (20%-os acetone - PCL) oldat felhasználásával készítettük el. A mechanikai vizsgálatokhoz háromfajta próbatesteket állítottunk elő: a) állandó, 33 tömegszázalék só-tartalmú, de különböző szemcse-átmérőjű sókristályok felhasználásával gyártott próbatesteket; b) állandó, 250-500 μm szemnagyságú só-frakciót különböző só-koncentrációban tartalmazó próbatesteket; és c) 25 tömegszázalék inorganikus erősítőanyag hozzáadásával gyártott próbatesteket. Minden próbatesthez 20 százalékos acetone - poli(ϵ -kapolakton) oldatot használtunk.

A só-kioldási időt vezetőképesség méréssel határoztuk meg. Felvettük a kalibrációs görbét, majd a próbatestet körül vevő desztillált víz vezetőképességét vizsgáltuk különböző időközönként.

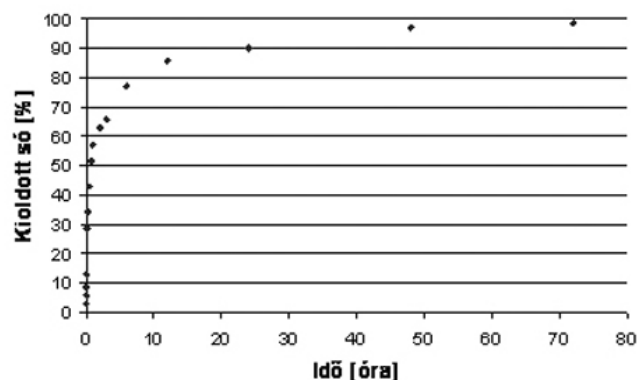
A porózus anyagok szerkezetét Canon EOS50 fényképezőgéppel szerelt Euromex márkájú optikai és JEOL 5500LV típusú pásztázó elektron-mikroszkóppal vizsgáltuk, és hasonlítottuk össze.

A nyomóvizsgálatokat Zwick BZ2.5/TN1S univerzális szakítógépen, 100 N-os, illetve 1 kN-os erőmérőcellával végeztük el, majd az ISO604:2002 szabvány ajánlása alapján a nyomószilárdságot és a nyomómodulust számítottuk. A méréseket szobahőmérsékleten, 1 mm/perc keresztfejsebesség mellett végeztük el.

Eredmények

Az 1. ábrán látható a só-kioldási kinetika; a kioldott só mennyiségét az idő függvényében ábrázoltuk, ahol a 100% az egy próbatestben megtalálható összes só mennyiségét jelenti. A próbatest só-tartalmát a só és az oldat mennyiségének arányából számoltuk, majd ehhez hasonlítottuk az eredményeket. Az első nap végére jó közelítéssel a teljes só mennyiségének 90 százaléka, míg a harmadik nap végére már több mint a 97 százaléka oldódott ki. Így az általunk alkalmazott 14 napos kioldási idő, az

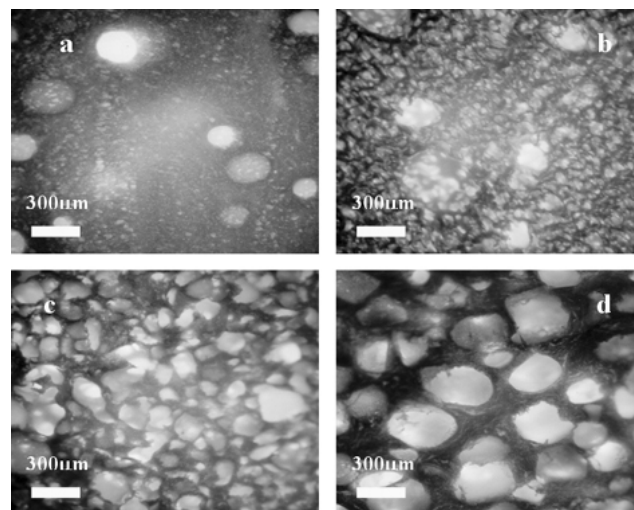
egymásba nyíló pórusok esetén, nagy valószínűséggel már só mentes próbatesteket eredményezett a mérésekhez.



1. ábra. Az előállításakor bevitt só kioldódott arányának változása

Figure 1: Leached out salt compared to the amount of salt in the initial mixture

A 2/a-d ábrák tartalmazzák a különböző szemcseátmérőjű minták optikai mikroszkópos felvételeit. Az optikai mikroszkópos felvételeken is jól látszik a szemcse méret hatása a mintákban kialakuló pórusméretekre; s az is, hogy a fázis-szeparációs eljárás során túlnyomó részben mikropórusok alakulnak ki. Ez a módszer, kis só-szemcse méret esetén, egy finom „habszerű” anyagot eredményez, azonban a 250-500 μm -es só-frakció esetén már a makropórusok dominálnak.

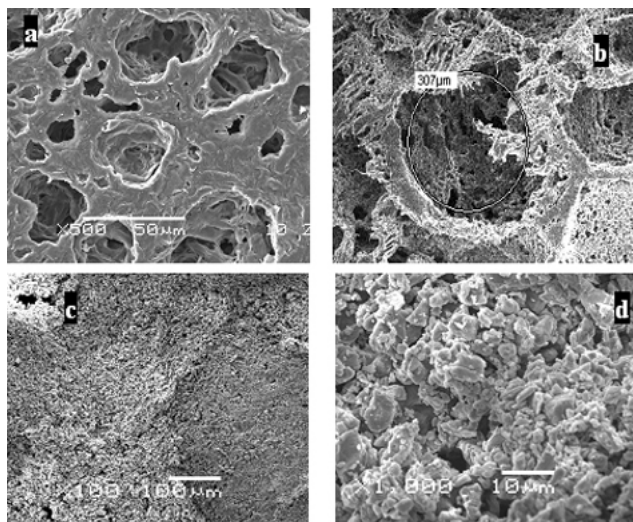


2. ábra. Különböző pórusméretű próbatestek optikai mikroszkópos felvételei

Figure 2: Optical microscopic pictures of the different pore-size scaffolds:

- a) 63 μm >; b) 63–125 μm ; c) 125–250 μm ;
d) 250–500 μm

A 3/a ábrán látható a fázis-szeperációs eljárással előállított anyag mikropórusos felépítése. Az ábrán megfigyelhető, hogy a pórusok mérete nem haladja meg az 50 μm -es értéket. Ezen pórusok közvetlenül nem segítik elő a sejtek benövését, de hasznosak a gáz-, víz-, tápanyagtranszport szempontjából, ezzel javítva a termék biokompatibilitást. A 3/b elektronmikroszkópos felvételt egy porózus polimer termékről készítettük, amelyet oldatöntéses – só-kioldásos technikával állítottunk elő. A képen egyaránt megtalálhatóak a mikro- és makropórusok. A tipikusan <50 μm méretű mikropórusok a fázis-szeperációs eljárás következtében alakulnak ki. Ugyanilyen mikropórusok láthatóak a kalcittal töltött minta felvételén (3/c-d ábra) is. Jól látszik a felvételen, ahogy a polimer mátrix körbe ágyazza a töltőanyagot. Megfigyelhető, hogy az 1 μm -es kalcit szemcsék helyett nagyobb aggregátumok alakulnak ki a feldolgozás során; ami a mátrix és szemcsék közti jó kapcsolatot sugallja.



3. ábra. Porózus PCL minták szerkezete:

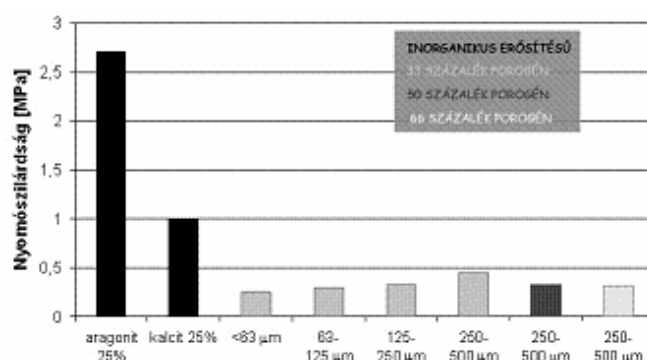
- a) mikroporózus PCL szerkezete;
- b) 250-500 μm só-frakcióval előállított, porózus PCL szerkezete; c) 25 tömegszázaléknyi kalcitot tartalmazó PCL szerkezete 100x-os és d) 1000x-es nagyításban.

Figure 3: Surface morphology of the porous PCL:

- a) micro-pore PCL;
- b) scaffold structure obtained with 250-500 μm salt-fraction; c) Structure of PCL and 25 percent (by weight) calcite samples at 100x zoom; and d) at 1000x zoom

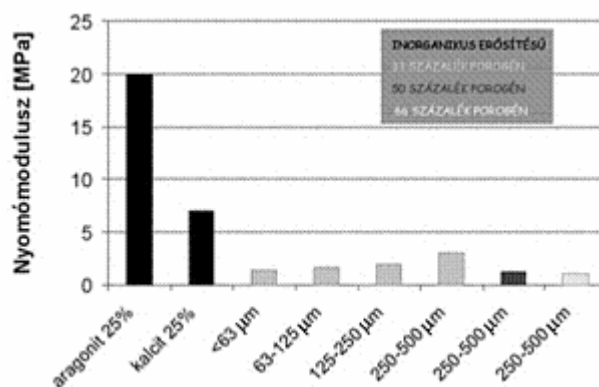
A felhasználás szempontjából az egyik legfontosabb jellemző, hogy az előállított anyag, termék rendelkezik-e a szükséges nyomószilárdsággal, nyomómodulussal. Ramakrishna egy cikkében [9] azt írta, hogy napi tevékenységünk során 4 MPa körüli terhelés léphet fel a szivacsos csontállományban, így nagyméretű csontpótló anyagok esetén ez a nyomószilárdság érték elérése lenne az ideális. A készített

minták nyomószilárdságát a 4. ábrán ábrázoltuk. Minden próbatesten, amelyet só-kioldásos technikával készítettünk, 0,5 MPa alatti nyomószilárdságot mérünk, amely érték kicsi, s így csak kis kiterjedésű csontpótló anyagként, vagy arc-sebészetben, vagy egyéb, nem teherhordó helyen, esetlegesen lágy-szövet építésekhez jöhet szóba. Az erősített anyagok nyomószilárdsága már nagyobb: a kalcittöltésű PCL átlagos nyomószilárdsággal már 1 MPa, míg az aragonit töltésű kompozit nyomószilárdsága megközelíti a 3 MPa értéket. Ez a 3 MPa-os érték még mindig alacsonyabb, mint a napi aktivitás során fellépő 4 MPa-os terhelés, de már elfogadhatóan megközelíti azt, így már nagyobb kiterjedésű csontbetegségek is helyreállíthatók ezzel a kompozittal.



4. ábra. Az előállított porózus termékek nyomószilárdság értékei

Figure 4: Compressive strength of the obtained porous scaffolds



5. ábra. Az előállított porózus termékek nyomómodulus értékei

Figure 5: Compressive modulus of the obtained porous scaffolds

Látható az 5. ábrából, hogy a nyomómodulusok azonos tendencia szerint változnak, mint a nyomószilárdságok. A négy vizsgált só-frakció (ábrán világos szürke színnel) közül a 250-500 μm szemcseméretével kaptuk a legnagyobb, mintegy 3 MPa

értéket. Amennyiben a nyomómodulust a sótartalom függvényében vizsgáltuk (világos, sötét, világos szürke; az ábrán balról jobbra), akkor az eredmények azt mutatták, hogy a 33 tömegszázalékos (szintén 3 MPa) volt a legnagyobb, míg az 50 és 66%-os között számottevő eltérést nem tapasztaltunk, mindkét esetben 1 MPa körüli értéket kaptunk.

Viszont, a kompozit anyagok nyomómodulusa: 7 illetve 20 MPa, amely szignifikánsan eltér a porózus, polimer anyag nyomómodulusától. Fontos megjegyezni, hogy ezek a minták csak mikropórusokat tartalmaztak, ahogy azt a 3/c-d ábrákon megmutattuk, de a minta porozitása így is megközelítőleg 50 százalék volt.

Következtetések

A 4. és az 5. ábrából kitűnik, hogy a 33% sótartalmú mintasorozaton belül mind a nyomószilárdság, mind a nyomómodulus a só szem nagyságának növekedésével enyhén, de nem lineárisan nő, míg ugyanezek a tulajdonságok, az azonos (250-500 μm) szem nagyságú sóval készített mintákon mérve, a sótartalom növekedésével enyhén, de nem lineárisan csökkennek. Irodalmi adatok alapján [5] feltételezhető, hogy ez a nem egymásba nyíló pórusok képződésével és a nem kioldott só jelenlétével magyarázható.

Ám, mivel a legnagyobb szilárdsági érték sem elegendően nagy ahhoz, hogy a porózus PCL termék betöltse a neki szánt funkciót, ezért megvizsgáltuk az inorganikus anyaggal erősített polimer termékek tulajdonságait is. Azt találtuk, hogy mind a kalcit, mind az aragonit jelentősen javította az anyagok nyomószilárdságát és nyomómodulusát, így az első vizsgálatok alapján feltételezhető, hogy ezen kompozit rendszerek már nagyméretű csontpótló anyagként is alkalmazhatóak lesznek.

Irodalom

- [1] D. Darwis, H. Mitomo, T. Enjoji, F. Yoshii, K. Makuuchi: Enzymatic degradation of radiation crosslinked poly(ϵ -caprolactone); Polymer Degradation and Stability **62** (1998) 259-265
- [2] J. M. Williams, A. Adewunmi, R. M. Schek, C. L. Flanagan, P. H. Krebsbach, S. E. Feinbergd, S. J. Hollister, S. Das: Bone tissue engineering using polycaprolactone scaffolds fabricated via selective laser sintering; Biomaterials **26** (2005) 4817-4827
- [3] J. C. Middleton, A. J. Tipton: Synthetic biodegradable polymers as orthopedic devices; Biomaterials **21** (2000) 2335-2346
- [4] A. G. Mikos, J. S. Temenoff: Formation of highly porous biodegradable scaffolds for tissue engineering; Electronic Journal of Biotechnology, **3** (2000) 114-119
- [5] P. X. Ma: Scaffolds for tissue fabrication; Materials today, **5** (2004) 30-40
- [6] D. W. Hutmacher: Scaffolds in tissue engineering bone and cartilage; Biomaterials **21** (2000) 2529-2543
- [7] L. J. Gibson: Biomechanics of cellular solids; Journal of Biomechanics **38** (2005) 377-399
- [8] C. Schiller, C. Rasche, M. Wehmöller, F. Beckmann, H. Eufinger, M. Eppele, S. Weihe: Geometrically structured implants for cranial reconstruction made of biodegradable polyesters and calcium phosphate/calcium carbonate; Biomaterials **25** (2004) 1239-1247
- [9] S. Ramakrishna, J. Mayer, E. Wintermantel, K. W. Leong: Biomedical applications of polymer-composite materials: a review; Composite Science and Technology **61** (2001) 1189-1224

Az 1. Magyar–Ukrán Közös Konferenciáról:

A technika biztonsága, megbízhatósága és kockázata

A csernobili nukleáris katasztrófa 20. évfordulója arra ösztönzi az embert, hogy átgondolja a technika alkalmazásának előnyeit és hátrányait. Ugyanis az ipari forradalom koráig a maihoz képest lényegesen kisebb létszámú földlakók alapvetően a megújuló energiaforrások: a nap-, a víz- és a szél-energia, az erdő- és mezőgazdaság termékei, hulladékai (a biomassa) és az igavonó állatok izomerejének hasznosításával fedezték energiaigényeiket. E hosszú, több évszázadot átívelő korszaknak az emberi lelemény és találékonyság ma is fellelhető berendezéseit, tárgyait a ma embere leginkább műemlékeknek csodálja, miközben alapvetően a szén, a kőolaj és a földgáz véges készletére alapozott technika növekvő kényelmét és biztonságát élvezi. Pedig az ipari forradalomtól a ma kényelméig vezető utat sajnos ipari balesetek is szegélyezik rendszerint a még nem kellő tudásunkat elégségesnek véelve az elhamarkodott, vagy valóban elégséges tudásunk ellenére a felelőtlen cselekedeteink következményeként. Igaz, hogy a technika fejlődésével sikerült a közvetlen hatású katasztrófák bekövetkezésének a valószínűségét jelentősen lecsökkenteni olyan szintre, hogy alkalmazásának kockázatát az általa nyújtott kényelemért cserébe a társadalom elfogadja, de lakhelyünk, a Föld megbomlani látszó ökológia egyensúlyában az emberi tevékenység nem elhanyagolható mértékben részesedik! És bár a tudomány és a technika fejlődésének eredményeként ma már a megújuló energia a régmúlt gyakorlatánál hatékonyabban hasznosítható, és elterjesztésük támogatásra méltó, helyénvaló és nem is eredménytelen törekvés, mégis a földlakók számának gyors-ütemű növekedését kísérő energiaigény környezetbarát kielégítésének jelenleg egyik alapvető módja az atomenergia békés és felelősségteljes alkalmazása. Ehhez, mint máskor is, fel kell, kellett szakértő elemzésekkel tárnunk az ipari baleseteknek, így a csernobili katasztrófának is az okait, hogy a technika iparszerű üzemvitelére és a technikát működtető ember képességeire, személyiségére vonatkozó tanulságok visszacsatolása, és a tudásunk felismert hiányait csökkentő újabb kutatás és fejlesztés eredményei a földlakók növekvő energiaigénye biztonságos kielégítését szolgálja. De mindenkor szem előtt kell tartanunk – különösen, a tudósok felelősségteljes figyelmeztetése ellenére, az atomenergia első, feleslegesen erőt fitogtató, felelőtlen alkalmazásának pusztító társadalmi élményére tekintettel –, hogy eredményeinket, tudásunkat hitelesen és színvonalasan át is kell adni ahhoz, hogy a társadalom be tudja fogadni és értelmesen hasznosítani is tudja azokat – akár demokratikus kényszerek: törvények, szabványok hatályba lépésével is segítve. Hisz' az új gondolat mindig kisebb-

ségben van, és ahhoz, hogy a társadalom jó értelemben vett és önvédelemből is nélkülözhetetlen konzervatizmusának szűrőjén át többségivé válva érvényre jusson, az újat hiteles eredményekkel és meggyőző érvekkel alátámasztva kell bemutatnunk.

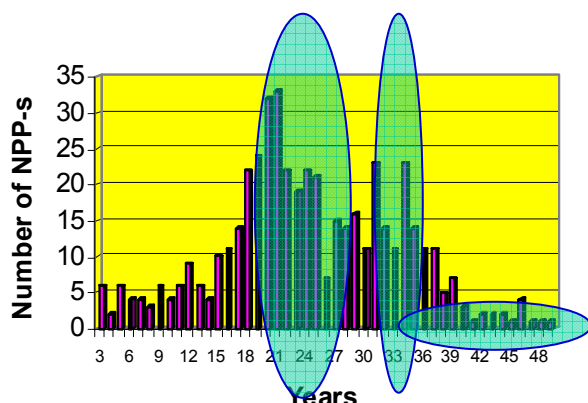
Ez az eszmeiség késztehetette a Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közalapítvány Logisztikai és Gyártástechnikai Intézete (Bay-Logi) vezető munkatársait arra, hogy az atomerőművek eddig legsúlyosabb üzemi balesetének, a csernobili katasztrófának 20. évfordulója alkalmából megszervezze – az Ukrán Tudományos Akadémia G. S. Piszarenko Szilárdsági Problémák Intézetével együttműködve – az első magyar–ukrán közös konferenciát a technika biztonsága, megbízhatósága és kockázata témakörben.

A konferenciát 2006. április 11–12-én, a miskolctapolcai Bay-Logi intézetben tartották. Az atomerőművek fokozottan biztonságos működtetése érdekében indított kutatás-fejlesztési programokat koordináló Nemzetközi Atomenergia Ügynökség (IAEA) és az Európai Kutatóintézet (EC-JRC-Institute for Energy, Petten) szakértői mellett részt vettek a programban érdekelt ukrán és magyar intézmények vezető munkatársai és szakértői (mintegy 40 fő), mégpedig, a szervező intézeteken kívül, az Ukrán Tudományos Akadémia Karpenko Fizikai, Mechanikai Intézet; az MTA AEKI – Atomenergia Kutatóintézet, a Paksi Atomerőmű Rt., a Miskolci Egyetem Mechanikai Technológia Tanszék munkatársai, valamint az MTA Anyagtudományi és Technológiai Bizottság szerkezetek integritása csoportjának és az ESIS Magyar Nemzeti Bizottság képviselői.

A szervező intézetek igazgatói, dr. Tóth László és Valeri T. Troscsenko akadémikus, köszöntötték a résztvevőket hangsúlyozva a konferencia témakörének társadalmi jelentőségét.

Tóth László programindító gondolatként rámutatott arra, hogy *a biztonság, megbízhatóság és kockázat fogalmainak* a műszakival egyenértékű *gazdasági tartalma* is van. És mivel a kockázat a szerkezet meghibásodása következményének és bekövetkezése valószínűségének a szorzata, ezért, a költségek optimalása szempontjából is, fontos irányzat a *kockázattól függő karbantartás*. Hiszen a biztonság és a megbízhatóság növelése, illetve a kockázat csökkentése egyaránt többlet pénzforrást, azaz gazdasági döntést is igénylő műszaki feladat. E tekintetben költségnövelő tényező a szóban forgó műszaki technológiai rendszernek vagy annak egyes elemeinek tervezési és üzembe helyezési dátuma, mivel ehhez köthető műszaki színvonaluk alapvetően! Például a napjainkban üzemelő atomerőművek

életkor-eloszlását tekintve (1. ábra) megállapítható, hogy többségüket az 1970-80-as években helyezték először üzembe, és tervezésük még korábbra tehető. De működnek még, igaz kis számban, az 1950-60-as években tervezett erőművek is. Nyilván való, hogy üzemben tarthatóságuk érdekében ezeket a mai biztonsági követelményeknek megfelelően, jelentős ráfordítással kellett korszerűsíteni.



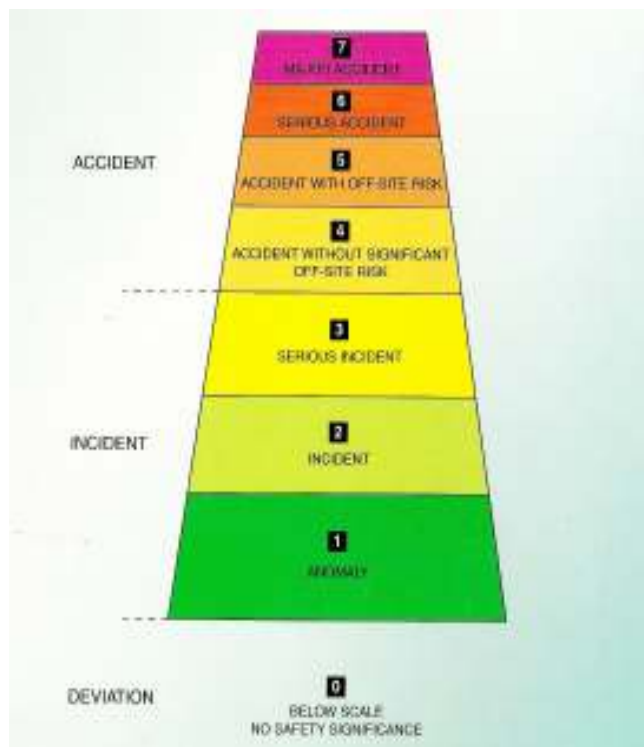
1. ábra. A napjainkban működő atomerőművek élettartam-eloszlása (2005. dec. 31.)

Fig. 1: The life distribution of NPP operated in 31. 12. 2005.

Ma a világon mintegy 440 erőműi reaktor működik, 26 van tervezés alatt és 107-et már leállítottak, viszont napjainkban mintegy 70 reaktor élettartam-hosszabbítása van, különböző szakaszban, folyamatban. Összesítve 12 ezer reaktor-üzemórányi tapasztalat áll rendelkezésünkre – tudtuk meg dr. Trampus Péternek a reaktorbalesetek áttekintésével foglalkozó előadásából. Mint mondta: a nukleáris események hétfokozatú nemzetközi skálája (INES) szerint (2. ábra) a 7-es fokozatú csernobili volt (1986-ban) a legsúlyosabb, tömeges (közvetlen 50) halált, és kiterjedt környezetszennyezést okozó reaktor-baleset, szemben a korai, 1945–1964 közötti időszakban, az USA-ban bekövetkezett, súlyos, 1-2 fő halálával járó balesetekkel. A nyomott vizes reaktorral (PWR) szerelt rendszerekben több, üzemben belül kezelhető, például csőtöréses eset ismert. Kivétel a Three Mile Island-i baleset (INES 4-es fokozatú), ahol kiterjedt belső szennyezést is okozó részleges zónaolvadás volt. Az üzemet be is zárták. Összegezve a tapasztalatokat azt mondhatjuk, hogy a halált okozó nukleáris balesetek bekövetkezésének valószínűsége nagyságrendekkel kisebb a más ipari tevékenységekhez (pl.: szénbányászat), vagy műtárgyak (pl.: vulgizáló gátek) üzemben tartásához képest.

A „kedvező statisztikák” ellenére, természetesen, a nukleáris balesetek megelőzése érde-

kében folyamatos és nemzetközi szinten összehangolt kutatás-fejlesztést kell folytatnunk. Az atomerőművek biztonságosabb működtetése érdekében, a bécsi székhelyű IAEA koordinálásával folyó k+f programokról három – társszakértők bevonásával összeállított – áttekintő előadás is elhangzott Claude Rieg (EC-JRC-Institute for Energy, Petten) tolmácsolásában.



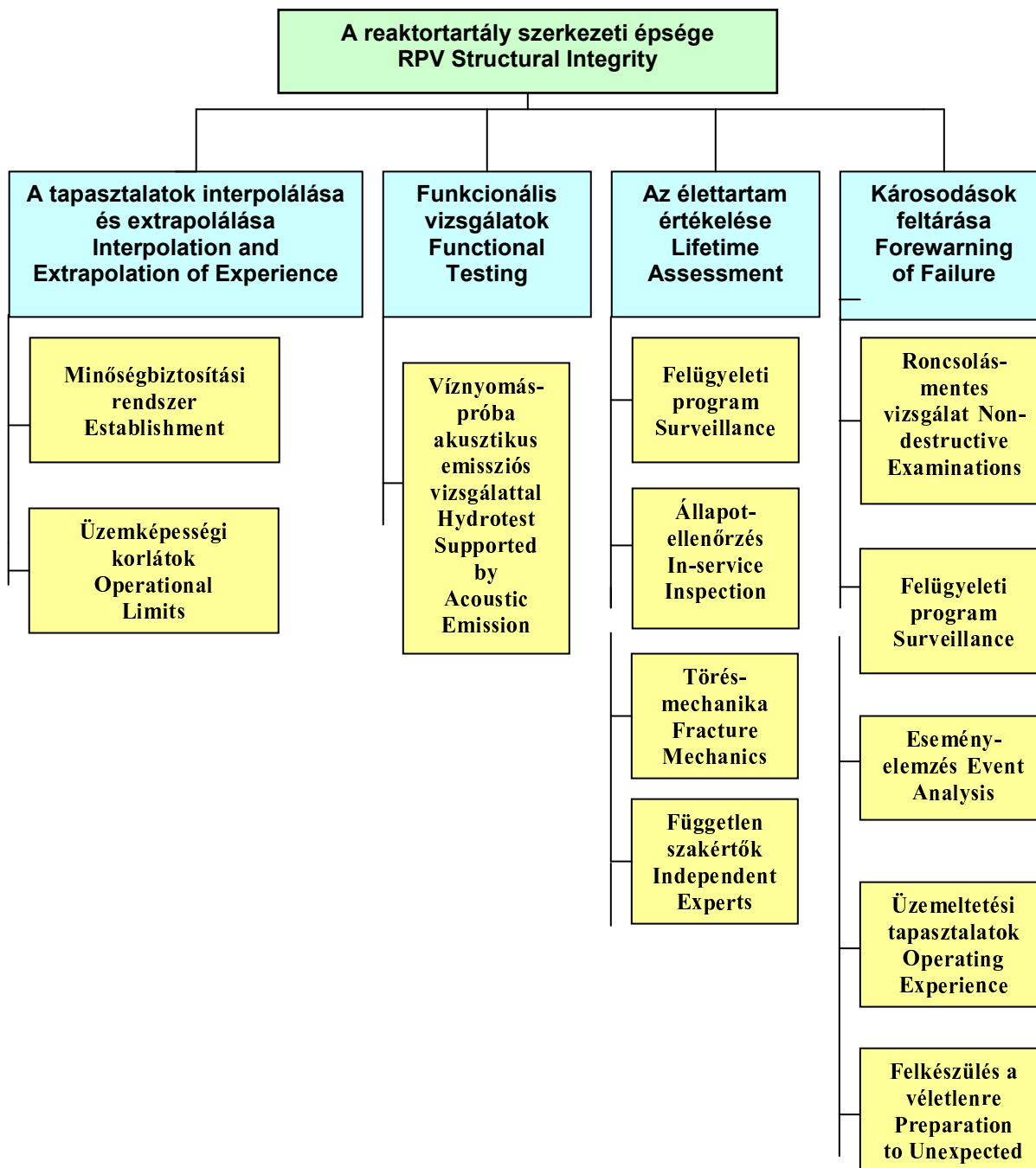
2. ábra. A nukleáris események hétfokozatú nemzetközi skálája (INES); Accident – balesetek, Incident – események, ezen belül az 1. rendeltettség (pl. a szekunder körben), Deviation (0) – a biztonságot nem érintő, a normális üzemviteltől eltérő események.

Fig. 2: The International Nuclear Event Scale (INES)

Az IAEA szerteágazó feladatainak felsorolását mellőzve kiemelendő az általa támogatott és a nemzetközi kutatási hálózat koordinálásával végrehajtott k+f programok ellenőrzött – az általa szervezett munkáüléseken és konferenciákon megvitatott – eredményeire alapozott, az atomerőművek biztonságos működtetését elősegítő irányelvek, szabványok közreadása. A ráfordítások nagyságrendjét jól érzékelteti az a tény, hogy csak az egykori Szovjetunióban felmerült nukleáris biztonsági problémák megoldására irányuló TACIS és PHARE programokra mintegy 1300 millió eurót fordítottak 1991.–2003. között. Ennek jelentős részét Oroszország és

Ukrajna kapta, de kisebb részben Örményország és Kazahsztán is részesült belőle. A programok felölelték – és a napjainkban is futók felölelik – a teljes problémakört a biztonsági kultúra kiteljesítésétől, az

atomerőművek fő szerkezeti egységei állapotfelmérésre alapozott élettartam-becslésén, a szabályozás korszerűsítésén át a radioaktív hulladék-kezelésig.



3. ábra. A virtuális mélységi védelem alkalmazása a reaktortartály szerkezeti épségéhez

Fig. 3: Virtual Defense-in-Depth Applied to RPV Integrity

A SAFELIFE program egyik kiemelt feladata volt a szovjet tervezésű, Közép- és Kelet-Európában működő VVER 440 és 1000 típusú reaktorok tartályai acélanyagainak, elsősorban a neutron-sugárzás okozta hőmérsékletfüggő mikroszerkezet-változások miatt szívósság-vesztéssel és átmeneti hőmérséklet növekedésével járó öregedési folyamatának a kutatása. Az erre vonatkozó ismereteket e lapszámunkban közölt, *A reaktortartály acélanyagának ridegedése* című cikkünkben foglaltuk össze röviden.

A konferencián a továbbiakban, az ukrán és a magyar szakértők által megtartott előadások lényegében – a Trampus Péter által összefoglalt – *virtuális mélységi védelem filozófia* szerint (3. ábra) az atomerőműi technológiai berendezések,

kiemelten a reaktortartály épsége (integritása) érdekében működtetni szükséges szakértői rendszerek egyes elemeinek fejlesztésében elért eredményeket mutatták be. Domináltak az üzemi mechanikai, termikus, nukleáris és korróziós igénybevételek hatására a szerkezeti anyagában már károsodott, primerköri berendezések (reaktortartályok, gőzfejlesztők, csőrendszerek) élettartambecsléshez nélkülözhetetlen, a numerikus módszerekkel, leginkább a végeselem-módszerrel kombinált törésmechanikára alapozott szakértői szoftverek fejlesztése és alkalmazása terén elért eredmények bemutatása. De szó volt a berendezések élettartam-növelésének technológiai és eljárásrendi lehetőségeiről is.

Lehofer Kornél

Új, érvényes nemzeti szabványok

A Magyar Szabványügyi Testület által, a Szabványügyi Közlöny 2006/3–5. számaiban közzétett és szakterületünket érintő érvényes szabványok a következők:

13 Környezet. Egészségvédelem. Biztonság

- MSZ EN 14522:2006; Gázok és gőzök öngyulladás hőmérsékletének meghatározása
- MSZ 21470-50:2006; Környezetvédelmi talajvizsgálatok. Az összes és az oldható toxikus elem-, a nehézfém- és króm(VI)tartalom meghatározása.

17 Metrológia és mérés technika. Fizikai jelenségek

- MSZ EN 10049:2006; Lapos fémtermékek R_a átlagos érdességének és RP_c kiemelkedés-számának mérése

19 Vizsgálatok

- MSZ EN 14784-1–2:2006; Roncsolásmentes vizsgálat. Ipari számítógépes radiográfia foszforlemezen való képtárolással. 1. rész: A rendszerek osztályozása. 2. rész: Fémek röntgen- és gammasugaras vizsgálatának általános alapelvei.
- MSZ EN 473:2006; Roncsolásmentes vizsgálat. Roncsolásmentes vizsgálatot végző személyzet minősítése és tanúsítása. Általános alapelvek. (Az MSZ EN 473:2001 helyett!)

25 Gyártástechnika

- MSZ EN ISO 3834-1–5:2006; Fémek ömlesztőhegesztésének minőségirányítási követelményei. 1. rész: A minőségirányítási követelmények megfelelő szintjének kiválasztási feltételei. 2. rész: Teljes körű minőségirányítási követelmények. 3. rész: Általános minőségirányítási követelmények. 4. rész: Alapvető minőségirányítási követelmények. 5. rész: Az ISO 3834-2, az ISO 3834-3 vagy az ISO 3834-4 szerinti minőségirányítási követelményeknek való megfeleléshez szükséges dokumentumok.

49 Repülőgépek és űrjárművek

- MSZ EN 2243-1–6:2006; Repülés és űrhajózás. Nemfémes anyagok. Szerkezeti ragasztók. Vizsgálati módszerek. 1. rész: Egyszeres átlapolás kötőszilárdsága. 2. rész: Fémről fém leválás. 3. rész: Fém leválásának vizsgálata méhsejt szerkezetű magról. 4. rész: A méhsejt szerkezetű mag fém fedőrétegére merőleges húzóvizsgálat. 5. rész: Öregedésvizsgálatok. 6. rész: A nyírófeszültség és a nyírási alakváltozás meghatározása.
- MSZ EN 2002-001-002:2006; Repülés és űrhajózás. Fémek. Vizsgálati módszerek. Szakítóvizsgálat környezeti (1. rész), ill. magas hőmérsékleten (2. rész).

71 Vegyipar

- MSZ EN 14727:2006; Laboratóriumi bútorok. Laboratóriumi tárlók. Követelmények és vizsgálati módszerek.

77 Kohászat

- EN ISO 4545-1–4:2005; Fémek. Knoop-keménységmérés. 1. rész: A mérési eljárás. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6506-1–4:2005; Brinell-keménységmérés. 1. rész: A mérési eljárás. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6507-1–4:2005; Vickers-keménységmérés. 1. rész: A mérési eljárás. 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása. 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása. 4. rész: A keménységértékek táblázata.
- EN ISO 6508-1–3:2005; Rockwell-keménységmérés. 1. rész: A mérési eljárás. (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T). 2. rész: A keménységmérő gépek ellenőrzése és kalibrálása (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T). 3. rész: A keménység-összehasonlító lapok kalibrálása (skálák: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T).
- MSZ EN ISO 12737:2006; Fémek. A törési szívósság meghatározása.
- MSZ EN 10246-7:2006; Acélcsővek roncsolásmentes vizsgálata. 7. rész: A varrat nélküli és a hegesztett acélcsővek (a fedett ívű acélcsővek kivételével) teljes felületre kiterjedő automatikus ultrahangos vizsgálata a hosszirányú eltérések kimutatására.
- MSZ EN 14584:2006; Roncsolásmentes vizsgálat. Akusztikus emisszió. Fémből készült nyomástartó berendezések vizsgálata a nyomáspróba során.

81 Üveg- és kerámiaipar

- MSZ EN ISO 18753:2006; Finomkerámia (nagy teljesítményű kerámia). Kerámiaporok abszolút sűrűségének meghatározása piknométerrel.
- MSZ EN ISO 18757:2006; Finomkerámia (nagy teljesítményű kerámia). Kerámiaporok fajlagos felületének meghatározása BET-eljárás szerinti gázadszorpcióval.

83 Gumi- és műanyagipar

- MSZ EN ISO Műanyagok. Szabványos kondicionálási és vizsgálati légterek.
- MSZ EN ISO 13000-1–2:2006; Műanyagok. Poli(tetrafluor-etilén) (PTFE) félkész termékek. 1. rész: Követelmények és megnevezés. 2. rész: Próbatestek készítése és a tulajdonságok meghatározása.
- MSZ EN 302-3:2006; Ragasztóanyagok teherviselő faszerkezetekhez. Vizsgálati módszerek. 3. rész: A cellulóz savas károsodása hatásának meghatározása a keresztirányú húzószilárdságra a hőmérséklet és a páratartalom ciklikus változásakor.
- MSZ EN 827:2006; Ragasztóanyagok. A hagyományos és az állandó tömegű szárazanyag-tartalom meghatározása.

91 Építőanyagok és építés

- MSZ EN 12512:2001/A1:2006; Faszerkezetek. Vizsgálati módszerek. Mechanikus kapcsolóelemekkel kialakított kapcsolatok ciklikus vizsgálata.
- MSZ EN 12697-1,-40 és -42:2006; Aszfaltkeverékek. Melegaszfalt keverékek vizsgálati módszerei. 1. rész: Oldhatókötőanyag-tartalom. 40. rész: Helyszíni vízvezető képesség. 42. rész: A durva idegen anyag mennyisége a visszanyert aszfaltban.

Új CEN-szabványok (szerkesztőségünk címfordításai)

- EN 287-1:2004/A2:2006; Hegesztők minősítő vizsgálata. Ömlesztőhegesztés. 1. rész: Acélok.

Új ISO-szabványok, amelyek 2005. október 18-a és 2006. január 24-e között jelentek meg. (Az ISO Bulletin, illetve az ISO Focus alapján készül tájékoztató címfordítások.)

- ISO 11435:2005; Nikkelötvözetek. A molibdén meghatározása. Induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriás módszer.
- ISO 22033:2005; Nikkelötvözetek. A nióbbium meghatározása. Induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriás módszer.
- ISO/TR 18392:2005; Felületi kémiai analízis. Röntgensugaras fotoelektron-spektroszkópia. A háttér-meghatározások eljárásai.
- ISO 4545-1–4:2005; Fémes anyagok. Knoop-féle keménységi vizsgálat. 1. rész: Vizsgálati módszer. 2. rész: Vizsgálógépek hitelesítése és kalibrálása. 3. rész: Referenciátömbök kalibrálása. 4. rész: A keménységi értékek táblázata.
- ISO/TR 25679:2005; Fémek mechanikai vizsgálata. Jelképek és meghatározások a megjelölt szabványokban.
- ISO 16012:2004/Cor 1:2005; Műanyagok. Vizsgálati mintadarabok lineáris méreteinek meghatározása.
- ISO 18414:2006; Elfogadási mintavételi módszerek attribútumokkal. A kezelhető minőségköltségek elfogadott elvein alapuló nulla-elfogadási mintavételi rendszerek minősítéses ellenőrzéshez.
- ISO 10308:2006; Fémes bevonatok. A porozitási vizsgálatok áttekintése.
- ISO 10062:2006; Korrozíóvizsgálatok mesterséges atmoszférában és nagyon kis koncentrációjú szennyező gáz(ok)ban.
- ISO 9000:2005; Minőségirányítási rendszerek. Alapok és szótár.