

Szervesen kötött halogén- és kénvegyületek meghatározása mikrocoulómméterrel

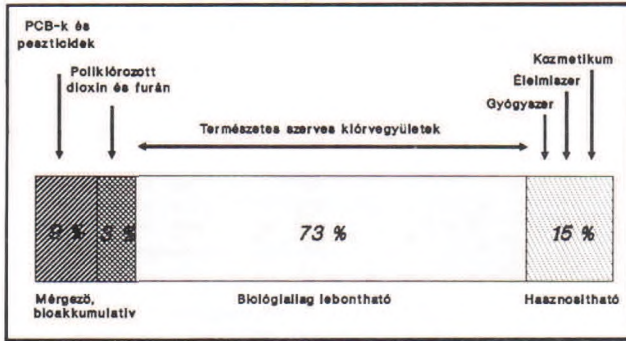
Lele István*– Rab Attila*– Dr. Polyánszky Éva*

Bevezetés

Az analitikai módszerek fejlődésével egyre több környezetszennyező anyag válik ismertté!

A környezetszennyező vegyületek közül az emberekben a legnagyobb félelmet a toxikus, karcinogén, szervesen kötött halogénvegyületek váltják ki, melyek a zsírszövetekben felhalmozódva, potenciális veszélyforrást jelentenek az emberi szervezetre.

A szervesen kötött halogénvegyületek két csoportba oszthatók: természetes és mesterséges eredetűekre, (1. ábra). A mesterségesen előállított vegyületek egy részét a gyógyszer-, élelmiszer- és kozmetikai ipar használja, míg más részük toxikus, karcinogén vegyület. A toxikus vegyületcsoport a teljes spektrumnak csak 12%-a.



1. ábra Szervesen kötött klórvagyületek spektruma

A természetben keletkező szervesen kötött halogénvegyületek nagy része elbomlik, míg a toxikus vegyületek (PCB, TCDD, TCDF stb.) felezési ideje kb. 10 év. A toxicitás mértékét a szén: halogén arány jelzi.

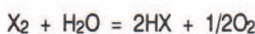
A szervesen kötött halogénvegyületek kimutatása többféle módszerrel történhet. Neutronaktivációs analízissel a kimutatható határérték 30 µg, mikrocoulómetriás módszerrel a kimutatható határérték 3 µg.

A coulometriás analízis a következő részfolyamatokból áll: szeparálás (adszorpció aktív szénen); mineralizáció (égetés, redukció); analízis (mikrocoulómetriás titrálás).

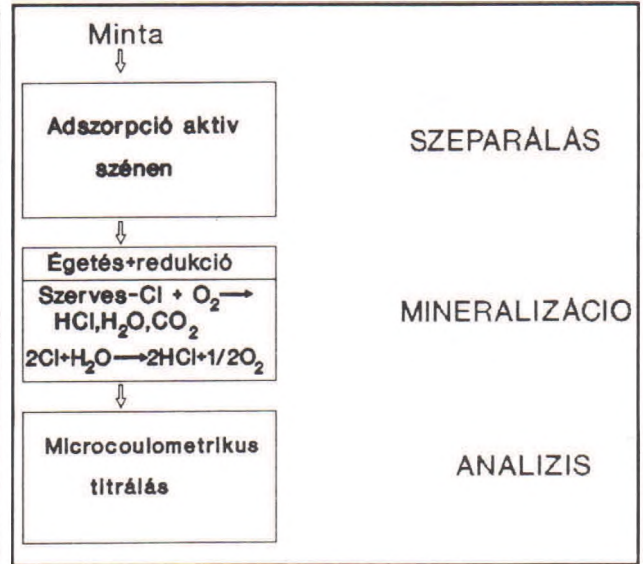
A mikrocoulómetria elve

A mikrocoulómetria valamely anyag elektrokémiai átalakításával kapcsolatos töltésmennyiség mérésén alapuló elektroanalitikai módszer. A mennyiségi meghatározás alapja a Faraday-törvény, melynek értelmében 1 grammolekula-tömegnyi anyagmennyiség átalakulásához $n \times 96500$ C töltésmennyiségre van szükség (n az elektrokémiai reakció töltésszám változása).

A coulometriás titrálásnál a meghatározni kívánt komponenst kémiai reakcióban alakítjuk át, a reagenst pedig megfelelő segédanyagból elektrolitikus úton, állandó áramerősség alkalmazásával állítjuk elő. A titrálás végpontjáig a reagensgenerálásra fordított töltésmennyiségből a mintakonzentráció meghatározható. A szerves halogénvegyületek mérésénél a vizsgálandó mintát egy infravörös égető kemencében elégetjük, ekkor széndioxid, víz és hidrogénhalogénid keletkezik. (2. ábra). Az utánkapcsolt redukciós kemencében az esetleg jelenlévő szabad halogént hidrogénhalogéniddé redukáljuk. Argon hozzáadásával, mint hordozógázzal a reakciót jobbra lehet eltolni:



*Pápiripari Kutatóintézet Kft.



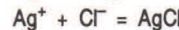
2. ábra Szervesen kötött halogének detektálása

A gázok áthaladva egy koncentrált kénsavval telített mosón, a mikrocoulómetriás titrálócellába kerülnek. A titrálócella ecetsavas elektrolitot tartalmaz. A titráláshoz elektrokémiai úton ezüstiont állítunk elő.

Az ezüstion hidrogénhalogéniddel történő reakciójában ezüsthalogénid keletkezik. Az ezüstion előállításához szükséges idő és az áramerősség szorzatából a töltésmennyiség kiszámítható. Ebből meghatározható a szervesen kötött halogének koncentrációja.

A végpontot az Ag/Hg/HgSO₄ elektródpár jelzi.

Az ezüstion és a halogének között a következő reakció játszódik le:



A szervesen kötött halogének mennyisége az alábbiak szerint számítható:

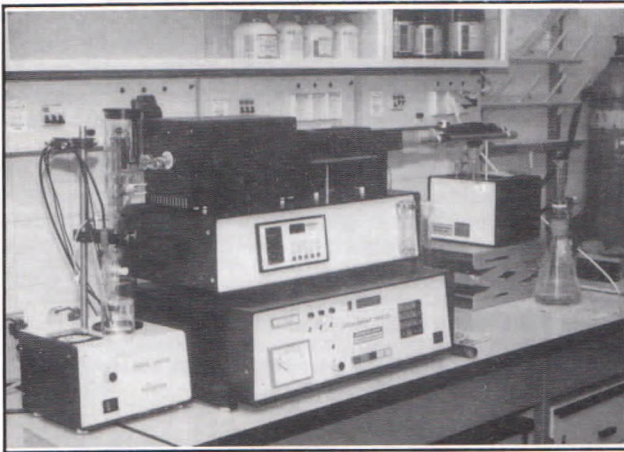
$$Cl(g) = \frac{Q}{96491} \cdot 35,45 \text{ g Cl}$$

ahol Q = töltésmennyiség, mely arányos a t idővel és az I áramerősséggel, (Q = I·t); 96491 = a Faraday-féle állandó; 35,45 = a klór egyenértékűsége.

A mikrocoulómetert és az előkészítő berendezéseket mutatja be a 3. és 4. ábra.



3. ábra. Előkészítő berendezések a szervesen kötött halogénvegyületek dúsításához



4. ábra. A Coulomas 702 mikrocoulómeter

A készülék számítógéphez csatlakoztatható, megfelelő program segítségével a mérés automatizálható.

A mikrocoulómetria alkalmazása

Többféle, szervesen kötött halogén- és kénvegyület meghatározására van lehetőség mikrocoulómetrikus titrálással megfelelő előkészítő műveletek után, mégpedig:

- az AOX = adsorbable organic halogen (adszorbeálható) meghatározásnál a mintát aktív szénen történő adszorpció után oxigénáramban elégetjük; ezzel a nem poláris és poláris halogénhidrideket határozzuk meg,
- a POX = purgable organic halogen (kihajtható szerves halogén) eljárásnál az illó vegyületeket oxigénnel való kifúvatással választjuk el és külön határozhatjuk meg a nem illanó anyagoktól,
- az EOX = extractable organic halogen (extrahálható) eljárásnál szerves oldószeres extrakció után a mintában a nem poláris halogénezett szénhidrogéneket határozzuk meg,
- az AOS = adsorbable organic sulphur (adszorbeálható szerves kén) meghatározásánál a mintát aktív szénen dúsítjuk és elégetés után a szerves kénvegyületeket határozzuk meg.

AOX meghatározása (5. ábra)

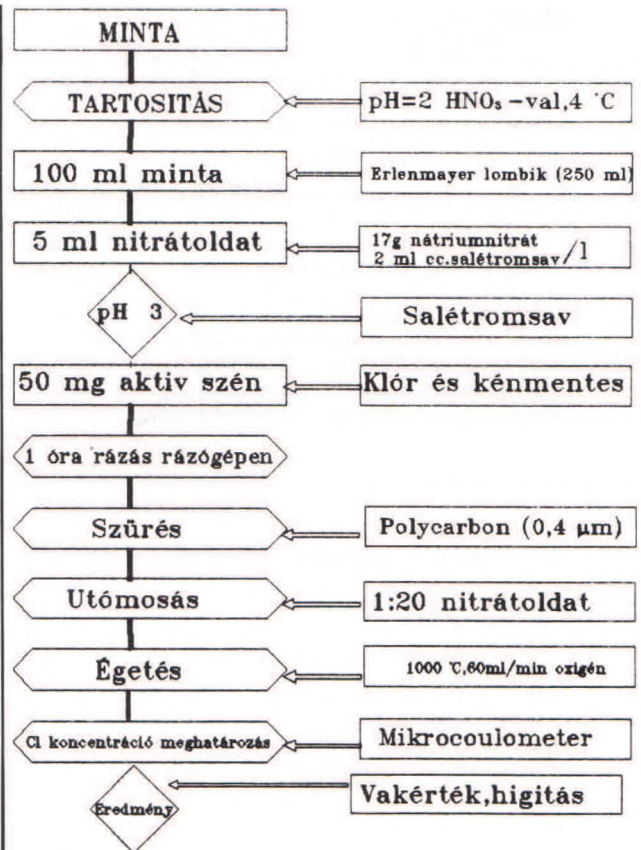
A szerves kötésű halogének analízisének és kvantitatív meghatározásának szükség van arra, hogy a klórtartalmú szerves vegyületeket elválasszuk a kovalens kötésű klórt tartalmazó szerves vegyületektől, és az utóbbiakat feldúsítsuk.

A szerves és szervesen kötött halogénvegyületek elválasztása nátriumnitráttal történik. A mintákat konzerválni kell, a pH értéket salétromsavval 2-re állítjuk be.

A dúsítás kétféleképpen történhet: oszlopos adszorpcióval vagy rázó módszerrel.

Az oszlopos adszorpciónál a mintát az adszorpció lépés előtt megfelelően kezelni kell, a fentiekben leírt módszer szerint. Az adszorpció oszlop elkészítéséhez kerámiaagyapot és speciális klórmentes aktív szenet használunk. Az így előkészített oszlopon vezetjük keresztül a minta egy adott térfogatát. Az adszorpció oszlopát a mikrocoulómeterbe helyezve 1000 °C-on elégetjük a szenet és a szerves klórvegyületeket, és a keletkezett hidrogénhalogénideket kvantitatíve meghatározzuk Faraday törvénye alapján.

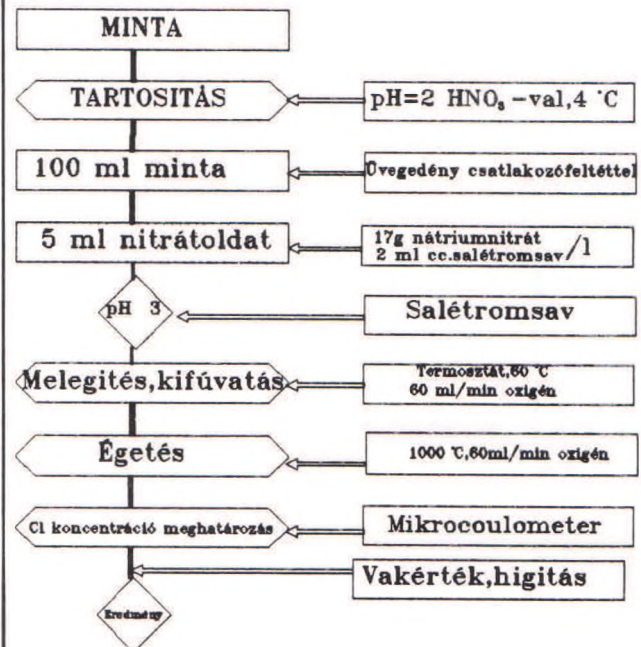
A rázó módszerrel a megfelelően előkészített (pH = 2) mintához kb. 50–60 mg aktív szenet adunk és megfelelő rázóberendezésen 1 órán keresztül rázzuk. A lombik tartalmát polikarbonát szűrőn átszűrjük és a minta AOX-tartalmát égetés után mikrocoulómetrikus titrálással határozzuk meg.



5. ábra. Az AOX-meghatározás folyamata

POX meghatározása (6. ábra)

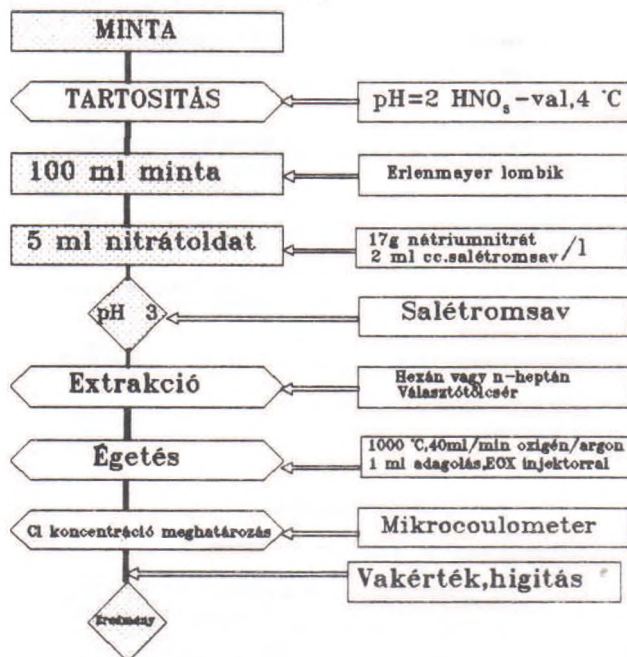
A POX az illó vegyületek meghatározását jelenti. A mintát csatlakozófeltétellel ellátott üvegedénybe helyezük és az üvegedényt termosztát segítségével 60 °C-ra fűtjük fel. Előzetesen a csatlakozófeltételt egyik ágát az oxigénáramhoz, másik ágát az égetőcsőhöz csatlakoztatjuk. Az adott hőfokon illó szervesen kötött halogénvegyületeket 1000 °C-on elégetjük és a keletkezett hidrogénhalogénideket mikrocoulómetrikus titrálással határozzuk meg.



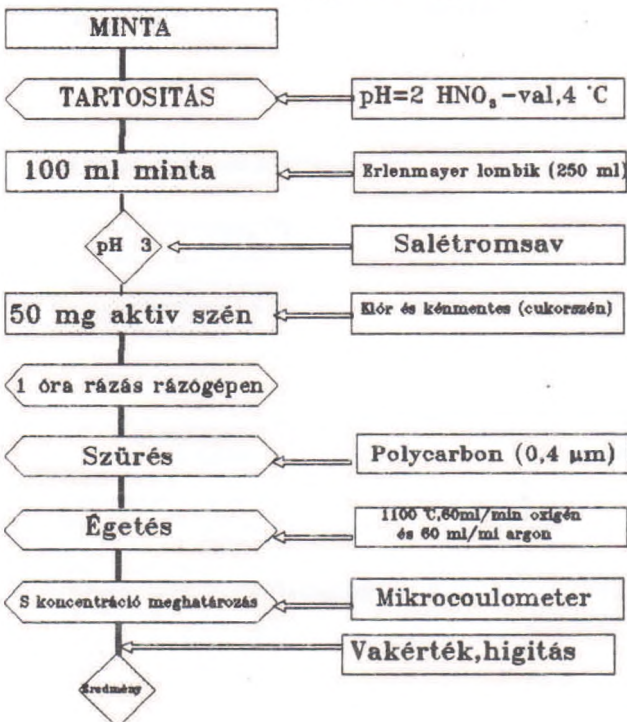
6. ábra. A POX-meghatározás folyamata

EOX meghatározása (7. ábra)

A nem poláros halogénezett szénhidrogének meghatározására szolgáló eljárás. A mintákat szerves oldószerrel, általában hexánnal vagy heptánnal választótölcsérben extrahálni kell és a szerves fázisból határozzuk meg a szervesen kötött halogéntartalmat. Az eljárás szobahőmérsékleten megy végbe. A különböző iszapok mintaelőkészítéséhez alaposabb módszerekre van szükség. Mivel a szerves halogének erősen kötődnek adszorpció kötésekkkel a szilárd anyagokhoz, így az extrakciót magasabb hőfokon kell végrehajtani. Az alkalmazott 80 °C azonban a könnyen illandó vegyületekben veszteséget okoz, így ezeket a könnyen illó vegyületeket nitrogénáram segítségével egy kromatográfiás oszlopon hajtjuk keresztül, ahol a szerves vegyületek a speciális ún. XAD gyantához kötődnek 0 °C-on. Az adszorbeált anyagokat szerves oldószerrel (hexánnal és dietiléterrel) eluáljuk és 1000 °C-on elégetjük. A keletkező HX-et mikrocoulometrikus titrálással, kloridként határozzuk meg.



7. ábra. Az EOX-meghatározás folyamata

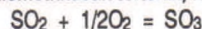


8. ábra. Az AOS-meghatározás folyamata

AOS meghatározása (8. ábra)

A számtalan szerves kénvegyület egyedi meghatározása mellett összetett mennyiségük is fontos lehet. Az összegző paraméterek jellegzetessége, hogy anyagspecifikus mérési értéket szolgáltatnak. Az AOS esetében bonyolítja a helyzetet, hogy természetes anyagok (pl.: fehérjék) bomlása is hozzáadódhat a mért értékhez.

Az AOS meghatározásánál kénmentes cukorszenet kell használni az adszorpcióhoz. A feldúsított mintát az infravörös kemencében mineralizáljuk és az itt keletkező kéndioxid gázt mikrocoulometrikusan analizáljuk. A mineralizációnál nagyon fontos az égetési hőfok és a hordozógázban az oxigén parciális nyomása. A probléma az, hogy a kén átalakítása kéndioxidra nem sztöchiometrikusan történik, kéntrioxid is keletkezik:



Az egyensúlyi állandó a következő:

$$K_p = \frac{(P_{\text{SO}_2})^2}{(P_{\text{SO}_3})^2} \cdot P_{\text{O}_2}$$

ahol K_p az egyensúlyi állandó, P a parciális nyomás.

A K_p függ a hőmérséklettől is, ezért a minta elégetését lassan, kevés oxigénnel és magas hőfokon (1100 °C) kell végezni. A hőmérsékletfüggést a következő egyenlet írja le:

$$\log K_p = 6,38 \log T_k - (9480/T_k) - 0,0049 T_k - 5,41$$

ahol T_k a hőmérséklet K-ben.

Összefoglalás

A mikrocoulométer, a speciális előkészítő berendezésekkel együtt alkalmas folyadékokból és szilárd anyagokból az AOX, az EOX (vizes, oldószeres extrakció), a POX és az AOS meghatározására.

A papíriparon kívül a következő fő tevékenységi források következménye a szerves halogénvegyületek természetbe kerülése:

- bizonyos vegyipari termelési folyamatok,
- motorok, valamint fa-, hulladék- és szennyvíziszap-égető berendezések égéstermékei,
- fosszilis tüzelőanyagokat felhasználó kis tüzelőberendezések,
- fémátolvasztó üzemek.

A leírt módszerek alkalmazásával kimutathatók a toxikus, karcinogén, bioakkumulatív, szervesen kötött halogének és a szervesen kötött kénvegyületek, elősegítve ezzel a környezetbarát termékek és technológiák nagyobb mértékű elterjedését.

933 084 115-117

Irodalom

- [1] S. M. Odendahl, K. M. Weishar, D. W. Reeve: Pulp & Paper, Canada, 91:4 T136-T140, (1990).
- [2] B. I. Fleming: Pulp & Paper, April, p. 59-62, (1992)
- [3] I. Demel: Allgemeine Papier-Fundschau, p. 56-59, (1986)
- [4] D. W. Reeve: Tappi Journal, p. 63-69, (1992)
- [5] Pungor Ernő: Analitikusok kézikönyve, (1987)

A Veszprémi Egyetem az 1993/94-es tanévben felvételt hirdet

a MŰSZERES ANALITIKAI SZAKMÉRNÖKI SZAK-RA

A szak oktatási programja 4 féléves, félévenként 3x1 hetes elméleti és gyakorlati képzéssel. A félévek 3-4 kollokviummal zárulnak, a szak oktatása pedig államvizsgálattal zárul.

Az eredményes államvizsgát tett hallgatók

okl. műszeres analitikai szakmérnök

diplomát kapnak.

Jelentkezési határidő: 1993. október 31.

Jelentkezési lap, információ:

Dr. Pap Tamás egyetemi docens
Veszprémi Egyetem, Analitikai Kémia Tanszék
8201 Veszprém, Pf. 158
Tel.: (88) 322-022 Fax: (88) 326-016

Szilikátszálak korróziója ipari körülményeknél

Dr. Wojnárovits Ilona*

Vizsgáltuk a Paksi Atomerőmű csővezetékeinek hőszigetelésére kísérletileg alkalmazott, alkálifémmentes üvegszövettel burkolt „A” típusú bazaltgyapot különböző körülmények melletti korrózióját. Megállapítottuk, hogy 260 °C átlaghőmérsékleten az „A” bazaltgyapot és üvegszövet egyaránt alkalmazható, míg 650 °C-on mindkét anyag élettartamának erős csökkenése várható. 650 °C szigetelési hőfokon célszerű a speciális, pl. az általunk is vizsgált „B” típusú bazaltgyapot felhasználása. A 260 °C átlaghőmérséklet és a vizes közeg együttes hatása az „A” bazaltgyapot nagyfokú károsodását okozza. Ilyen körülményeknél az „A” bazaltgyapot helyett pl. a kaolintípusú szálanyagok javasolhatók. Az alkálifémmentes alumínium-szilikát szálak alkalmazása kiküszöbölné az üvegszövet korróziójának iniciálódását is, amely a bazaltgyapot és üvegszövet együttes alkalmazásánál nagymértékű.

Bevezetés

Az ipari körülmények között fellépő komplex korróziós hatások a szálanyagok élettartamát erősen csökkenthetik [1]. Ez szükségessé tette, hogy a Paksi Atomerőmű csővezetékeinek hőszigetelésére kísérletileg beépített, alkálifémmentes üvegszövettel burkolt A bazaltgyapot korrózióját a következő alkalmazási feltételek mellett vizsgáljuk:

- 260 és 650 °C szigetelési hőfokon víz jelenlétének kizárásával;
- 260 °C átlaghőmérséklet és mosófolyadék (tisztá víz) együttes hatása;
- 260 °C hidrazintartalmú kazántápvíz együttes befolyása.

A lejátszódó folyamatokra egyrészt a hejlesztésről származó minták vizsgálata, másrészt a laboratóriumi modellkísérletek eredménye alapján kezeltünk. A beépített szálanyagok megengedtnél nagyobb mértékű károsodása esetén, javaslatot tettünk más típusú anyagok alkalmazására is. Ennek megalapozására egy kaolintípusú szálanyaggal és egy speciális B bazaltgyapottal is összehasonlító vizsgálatokat végeztünk. A tanulmányozott szálanyagok legfontosabb jellemzőit az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat: Vizsgált szálanyagok kémiai összetétele és átlagos szálátmérője

komponensek	A	üvegszövet	kaowool	B
	bazaltgyapot			bazaltgyapot
tömeg %				
Izz. vesz.	-	1,02	-	-
B ₂ O ₃	-	6,63	-	-
SiO ₂	48,68	53,28	53,65	46,58
Al ₂ O ₃	12,74	14,96	44,90	15,27
Fe ₂ O ₃	1,25	0,35	0,11	5,28
FeO	6,00	-	-	6,05
TiO ₂	0,72	0,33	<0,01	2,44
CaO	16,05	20,50	0,50	10,88
MgO	12,09	1,86	0,21	8,58
K ₂ O	0,43	0,42	<0,01	1,36
Na ₂ O	1,57	0,33	0,24	2,58
SO ₃	0,16	0,1	-	-
MnO	0,02	-	-	0,17
Cu, Cr, Zn	-	-	<0,10	-
Cd, Pb, Zr	-	-	<0,10	-
Cl, F	-	-	<0,01	-
átlagos szálátmérő (μm)	4,48	6,6	3,99	5,28

Vizsgálati módszer

A szálanyagok hőkezelése során létrejövő változásokat elektronmikroszkópi, röntgendiffrakciós és szálméchanikai módszerekkel tanulmányoztuk, melyeket korábbi munkánkban [2] részleteztünk.

A fokozatos felfűtés melletti hőkezelések pontos paramétereinek betartására a Pt-tégelybe helyeztünk, azonos tömegű mintákat programozható fűtési derivatográf kemencében hőkezeltük, majd szobahőmérsékletre hűtöttük. A felfűtési sebesség 5 °C/min, az adott hőfokon való hőntartás 3

óra volt. 260 °C-on háromszoros hőlökést (az ismertetett kezelés háromszori ismétlését) is alkalmaztuk.

Az eredeti és 260 °C-on (3x3 órát) hőkezelt anyagok vizes korrózióját 98 °C-on végzett folyamatos eluálással modelleztük. Ennek során a mintákat 1:40 anyag-víz tömegarány mellett (5 g anyag + 200 ml desztillált víz), csavarmenettel záródó tetejű teflon edényben 98 °C-on különböző ideig kezeltük. Ezután az oldatot szűrőpapíron való átszűréssel elkülönítettük. A szálanyag mosófolyadékával kiegészített és adott térfogatra hígított (250 ml) oldatban levő komponenseket kémiai analízissel határoztuk meg. A bazalt- és üvegszálak együttes kezelésénél az anyagfajtánként 2,5 g (azaz összesen 5g) mintát ugyanacsak 200 ml desztillált vízben eluáltuk.

2. táblázat: Hidrazintartalmú kazántápvíz szervesetlen kémiai összetétele

komponensek	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	B ₂ O ₃
menyiség (mg/l)	1,78	96,70	0,55	0,55	6940

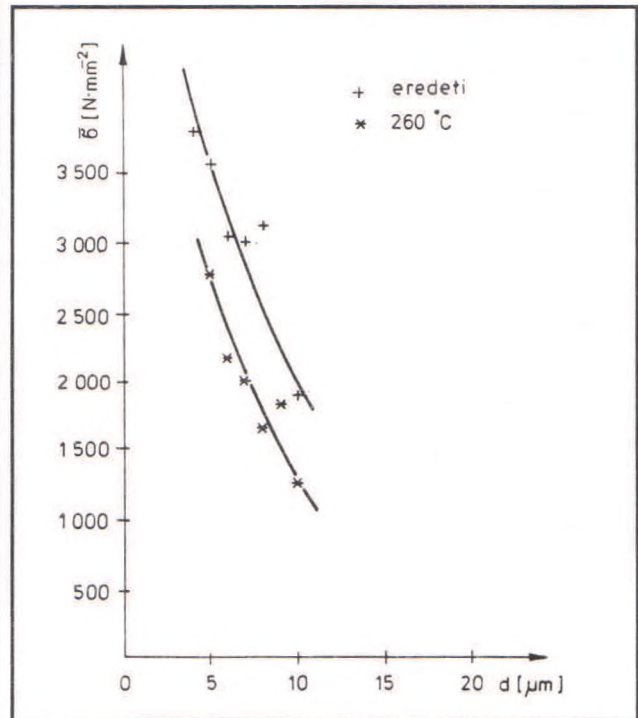
A nagymennyiségű kálium- és bór-oxidon kívül (2. táblázat), hidrazint is tartalmazó kazántápvíz hatását a desztillált vizes eluálásnak megfelelő kísérleti feltételeknél tanulmányoztuk.

A vizes közegben lejátszódó szálkorróziót a kémiai, morfológiai, mikroszondás és mechanikai változások alapján jellemeztük. Az egyes ábrákon feltüntetett kioldott anyagmennyiség 5 g mintára vonatkozik.

Vizsgálati eredmények

Hőhatásra (260 és 650 °C-on) létrejövő szálkorrózió

A szálméchanikai mérések alapján (1-2. ábrák) megállapítottuk, hogy 260 °C-on ismételt hőlökésnek (3x3 óra) kitétt A bazaltgyapot, valamint az üvegszövet szálainak szakítószilárdsága, változatlan elaszticitás mellett, egyaránt csökken, mely a röntgenamorf anyagok likvációjának tulajdonítható. 650 °C-on az üvegszálak mechanikailag már nem minősíthetők

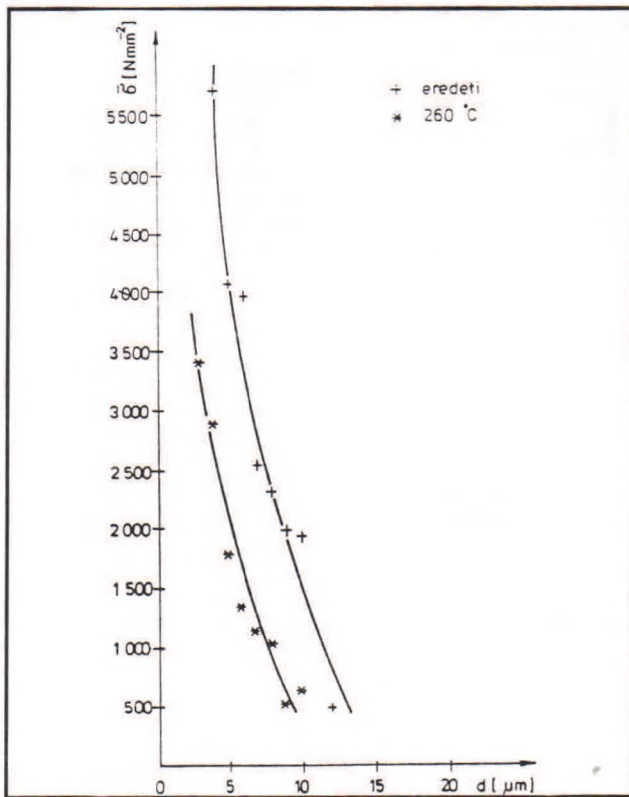


1. ábra. Hőkezelt A bazaltgyapot szakítószilárdságának változása

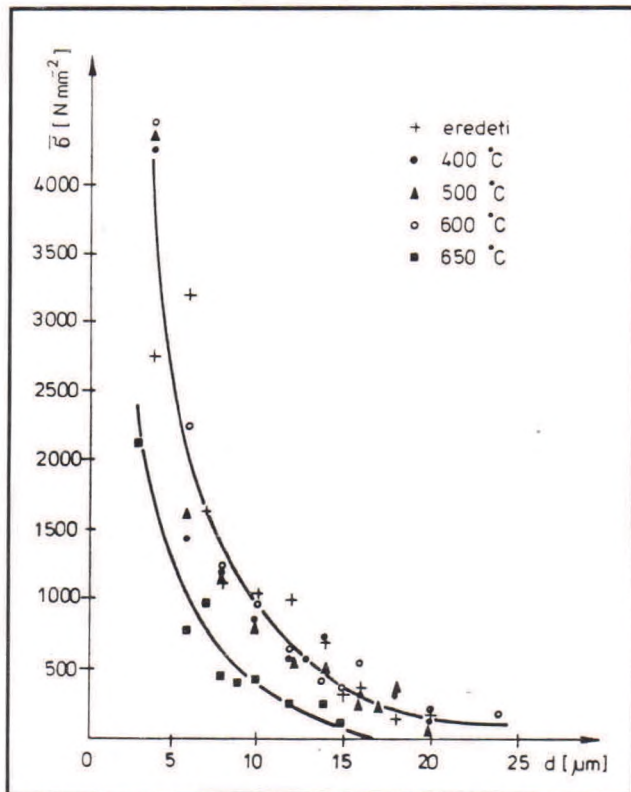
* Szilikátipari Központi Kutató és Tervező Intézet

(befogás közben eltörnek). Ez a jelenség az A bazaltgyapotnál már 500 °C-on jelentkezik.

A korrodeált szálanyagok megengedhető mechanikai változásának azt az állapotot tekintettük, amelynél az anyag még mérhető mechanikai paraméterekkel rendelkezik. A mechanikai stabilitás nagyfokú csökkenésével ugyanis a szálhalmaz erős aprózódása és ezáltal szigetelő funkciójának romlása jön létre.



2. ábra. Hőkezelés utáni üvegszövet szálak szakítószilárdságának változása



3. ábra. Hőkezelt B bazaltgyapot szakítószilárdságának változása

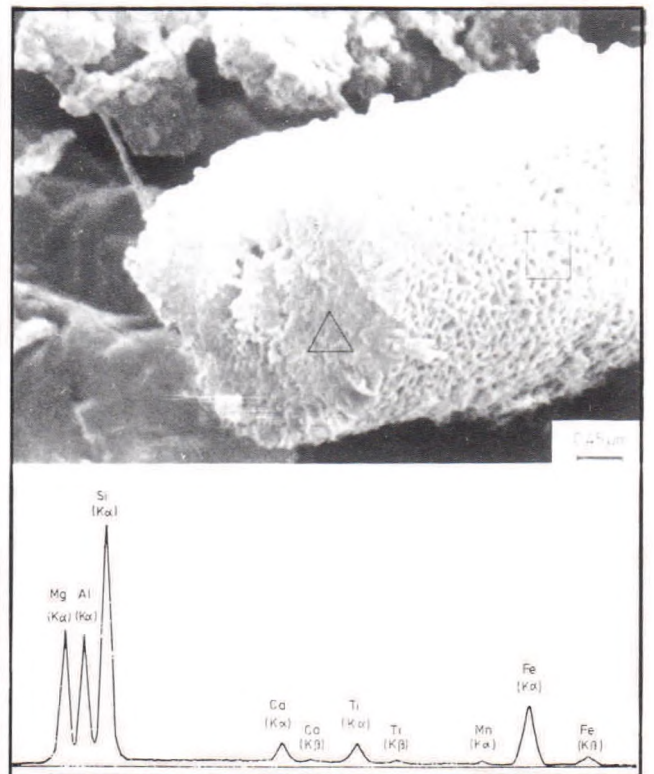
Az előzőek alapján megállapítható tehát, hogy 260 °C-on mindkét száltípus biztonságosan alkalmazható, míg 650 °C-on a szigetelés élettartamának erős csökkenése várható. 650 °C hőmérsékletnél célszerű speciális bazaltgyapotot, mint pl. a B típusú anyagot, alkalmazni, mely ezen a hőmérsékleten még mérhető szakítószilárdságú (3. ábra).

A bazaltgyapotnál lényegesen drágább, általunk vizsgált kaowoolnál 650 °C-on számottevő mechanikai változást nem tapasztaltunk. Az anyag röntgendiffrakcióval kimutatható kristályosodása kb. 1000 °C-on indul meg, míg ez a különböző bazaltgyapotoknál 700–800 °C tartományban jött létre.

A bazaltgyapotnál lényegesen drágább, általunk vizsgált kaowoolnál 650 °C-on számottevő mechanikai változást nem tapasztaltunk. Az anyag röntgendiffrakcióval kimutatható kristályosodása kb. 1000 °C-on indul meg, míg ez a különböző bazaltgyapotoknál 700–800 °C tartományban jött létre.

Ipari minták korróziója a 260 °C átlaghőmérséklet és a hidrazintartalmú kazántápvíz együttes hatására

A Paksi Atomerőmű csővezetékeinek hőszigetelésére kísérletileg beépített, üvegszövetrel burkolt A bazaltgyapot esetén vizsgáltuk a 260 °C átlaghőmérséklet és a kazántápvíz együttes hatására másfél év alatt

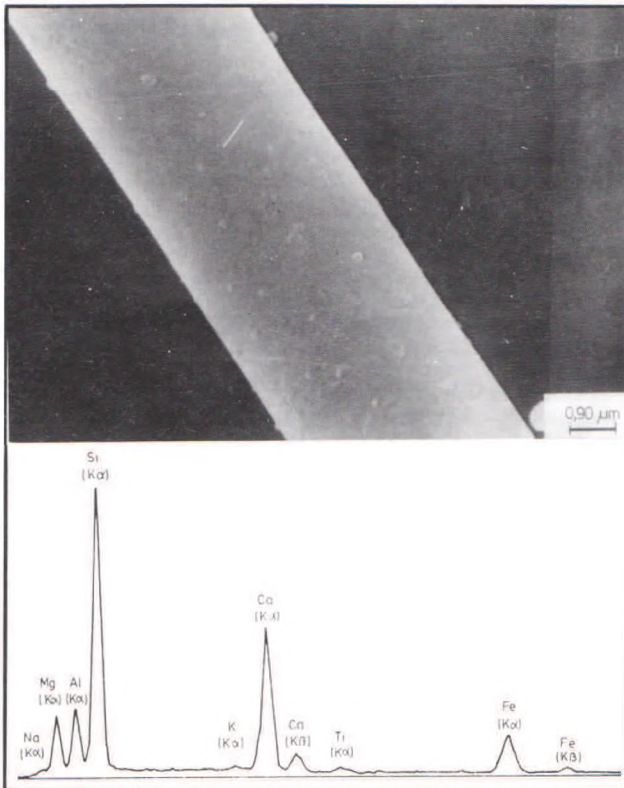


4. ábra. Iparilag másfél évet beépített A bazaltgyapot morfológiája és röntgenspektruma

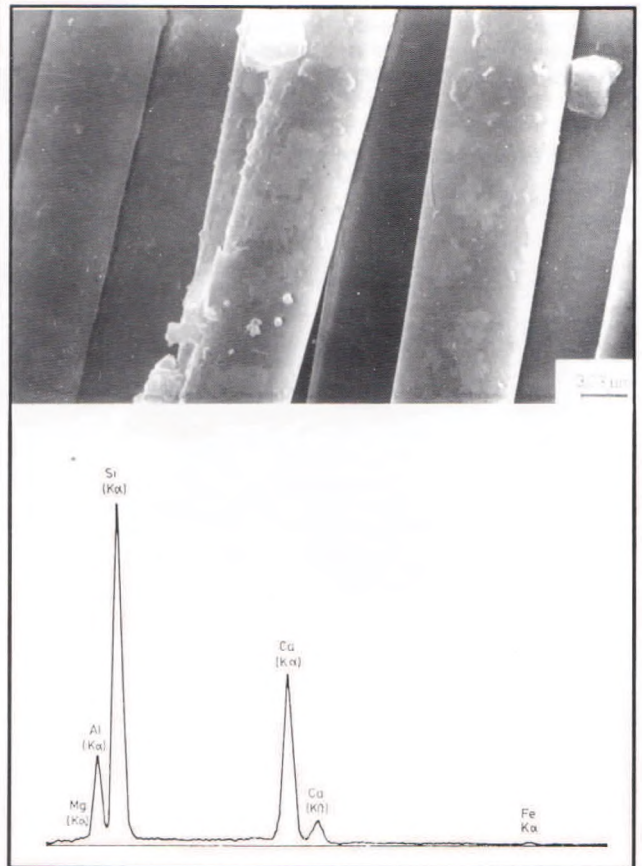
lejártszó korróziót. A bazaltszálak teljes metszetű kilugozása folytán szivacszerű textúra maradt vissza (4. ábra). Ez a jelenség a szálakról felvett röntgenspektrumok összehasonlítása alapján (4. és 5. ábrák), a bazaltgyapot kalciumtartalmának szinte teljes mértékű kioldódásával jár. Az üvegszövet szálai is nagymértékben roncsoltak (6. ábra). A belső szálrészek fokozott oldódása következtében, helyenként csőszzerű alakzatok maradtak vissza. Az eredeti anyaghoz képest (7. ábra), a korrodeált szálak kalciumtartalma csökkent, míg a magnézium, alumínium, titán, és a vas relatív koncentrációja növekedett (6. ábra).

A meglepően intenzív korrózió okával kapcsolatban a következő kérdések merültek fel:

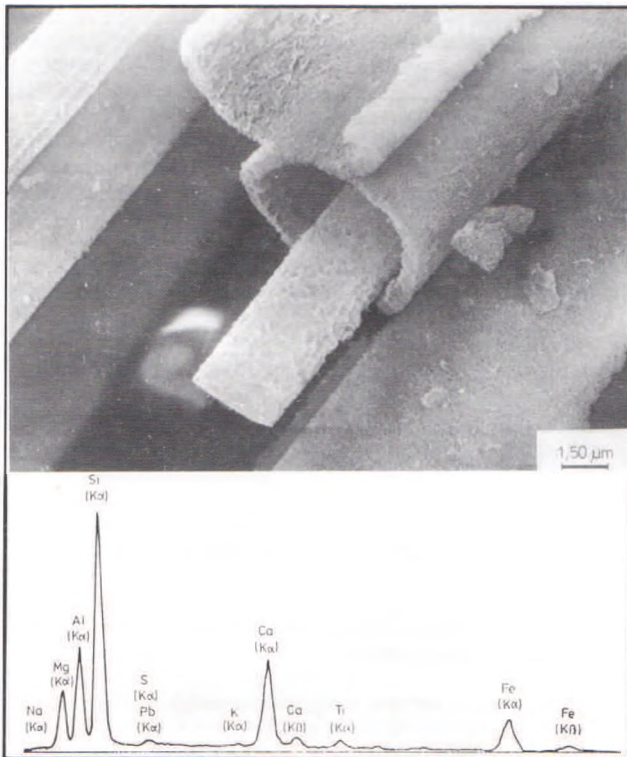
- csupán a vizes behatás okozhat-e ilyen nagymértékű változást?
 - a két szálanyag együttes jelenléte fokozza-e a korróziót?
 - mi a kazántápvízben levő komponensek hatása?
 - milyen szerepet játszik a hő és víz együtt?
- Ezeknek a kérdéseknek a megválaszolására modellkísérleteket végeztünk.



5. ábra. Eredeti A bazaltgyapot morfológiája és röntgenspektruma

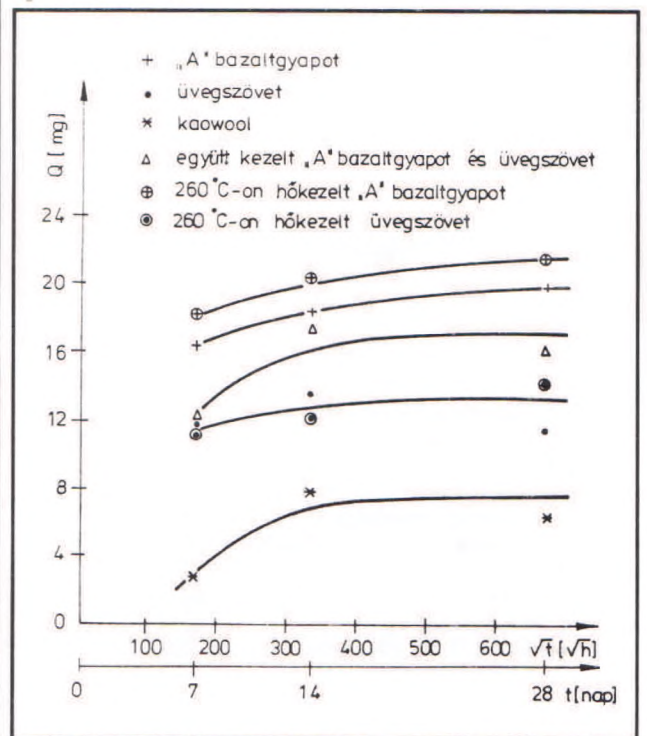


7. ábra. Eredeti üvegszövet szál morfológiája és röntgenspektruma



6. ábra. Iparilag másfél évet beépített üvegszövet szál morfológiája és röntgenspektruma

tanulmányozott kaolintípusú szál oldódásának erős csökkenése kb. 2 hét után figyelhető meg.



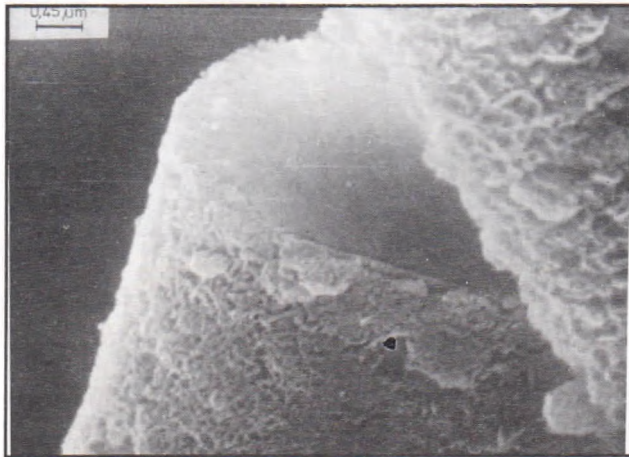
8. ábra. Különböző minták 98 °C-os folyamatos desztillált vizes eluálásánál kioldott komponensek tömege

Modellkísérletek

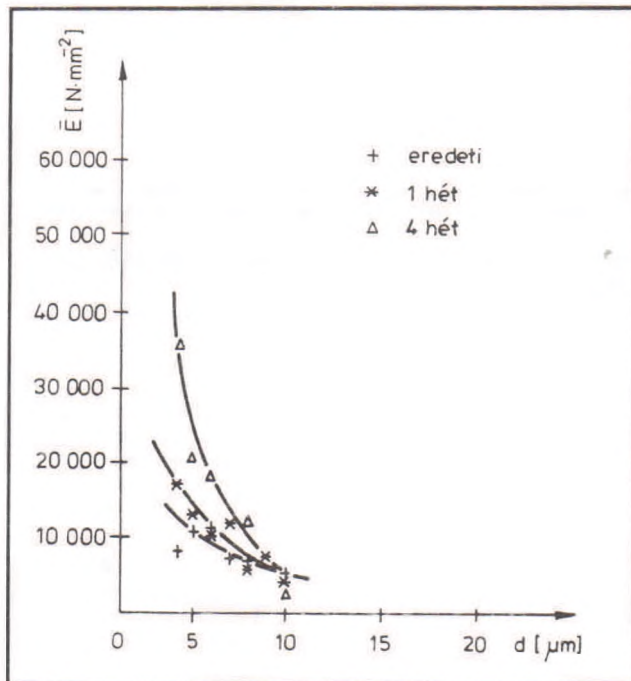
1. Folyamatos desztillált vizes kezelés során, a bazalt- és üvegszálak korróziója, feltehetően a kioldott komponensek inhibitor szerepe miatt [3], már egy hét után erősen lelassul (8. ábra). Az összehasonlításképpen

A bazaltgyapot vizes korróziójánál erős morfológiai változás jellemző (9. ábra) és egy hét után, a nagyfokú szálaprózódás miatt, az anyag mecha-

nikai vizsgálatra már alkalmatlan. A nagyobb hálózatkötő-oxid ($\text{SiO}_2 + \text{B}_2\text{O}_3$) tartalmú üvegszálak szakítószilárdsága a négyhetes kezelés során változatlan, csak növekvő száleliridgedés jön létre (10. ábra). A négy hétig kezelt kaowool megőrizte mechanikai stabilitását és mikroszkópi vizsgálattal sem volt megállapítható lényeges változás.



9. ábra. Az A bazaltgyapot 1 hét 98 °C-os folyamatos desztillált vizes kezelés után



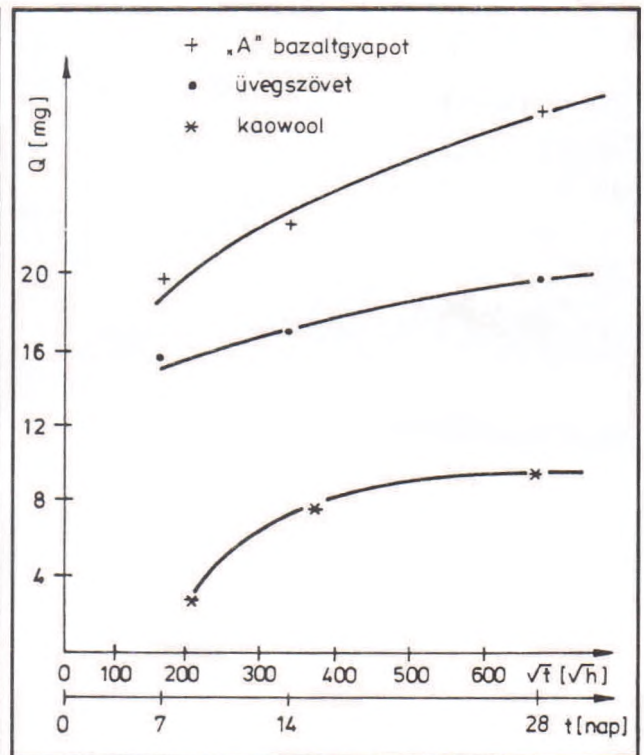
10. ábra. Üvegszövet szál elaszticitásának változása 98 °C-os folyamatos desztillált vizes kezeléskor

2. A bazaltgyapot és üvegszövet 1:1 tömegarányú együttes vizes korróziója során, a kioldott komponensek mennyisége a két mintára külön-külön jellemző adatok közötti értékeket ad (8. ábra).

Az elektronmikroszkópi vizsgálatok alapján megállapítottuk, hogy a két anyag együttes jelenléte a bazaltgyaptra inhibitor, míg az üvegszövetre iniciáló hatású. Ez utóbbi oka, hogy az üvegszövethez képest több módosító kationt tartalmazó bazaltgyapot kilugozódásával, az oldat megnövekedett pH értéke folytán az üvegszálak erősebben oldódnak, mint önmagukban.

3. A 260 °C-on a 3x3 órás hőkezelés az üvegszálak oldódását nem befolyásolja, míg a bazaltgyapotét fokozza (8. ábra). Ez utóbbi magyarázata, hogy a bazaltszálak nagyobb mértékű likvációja segíti a repedési helyek kialakulását és ezáltal a száloldódást.

4. A hasonló körülményű desztillált vizes eluáláshoz képest, a hidrazintartalmú kazántápvíz a bazalt és üvegszálak korrózióját elősegíti, míg a kaowoolt lényegesen nem befolyásolja (8. és 11. ábrák).



11. ábra. Szálasanyagok 98 °C-os folyamatos kazántápvizes eluálásakor a kioldott komponensek tömege

Következtetések

A Paksi Atomerőműből származó szigetelések vizsgálata, valamint a modellkísérletek eredménye alapján az A bazaltgyapot és az alkálifémmentes üvegszövet alkalmazhatóságára a következő megállapítások tehetők:

- 260 °C-on (víz kizárásával) mindkét száltípus időálló, míg 650 °C-on a szigetelés élettartamának erős csökkenése várható. 650 °C hőmérsékletnél célszerű speciális, pl. B típusú bazaltgyapotot alkalmazni;
- Folyamatos vizes behatásnál (az önmagukban korrodált mintáknál) a bazaltszálak teljes metszetű kilugozódása és ezáltal mechanikai stabilitásának megszűnése jön létre. Az üvegszálaknál ezzel szemben csak kismértékű a korróziós változás. Vízzel érintett helyeken a bazaltgyapot helyett, pl. kaolintípusú anyagok javasolhatók;
- A két szálasanyag együttes vizes korróziója (pl. üvegszövetburkolatú bazaltgyapot) a bazaltszálak oldódására fékező, míg az üvegszálakéra fokozó hatású;
- A „tisztá” víz jelenlétéhez képest, a hidrazintartalmú kazántápvíz mindkét anyag korrózióját gyorsítja;
- Hő és víz együttes hatása az üvegszálak korrózióját nem befolyásolja, míg a bazaltgyapotnál iniciáló hatású.

993 087 119

Irodalom

- [1] Wojnárovits, I.: Sprechsaal, 121, 1988, 6, 470–473.
- [2] Wojnárovits, I.: Glastechn. Ber., 61, 1988, 6, 157–160.
- [3] Wojnárovits, I.: Sprechsaal, 120, 1987, 9, 752–755.

Polietilén gázvezetékcsövek gyorsrepedésterjedési tulajdonságainak vizsgálati tapasztalatai

Mihálovits István*

A polietilén csöveket gázvezeték építése céljára a 60-as évek elején kezdték alkalmazni, először az USA-ban, ahol a DuPont cég vezette be a gázhálózat fejlesztésénél. Még a 60-as évek során megkezdődött Nyugat-Európában is a polietilén gázvezeték építése. A 70-es évek elején a polietilén csövek anyagának második generációja révén, az anyagtulajdonságok javításával együtt nőtt a gázhálózatokban megengedett nyomás, a kezdeti 2 barról 4 bar nyomásra, számos helyen ezt meghaladó értékre.

Magyarországon 1972 óta folyik polietilén csövekből a gázhálózatok építése, és ma az ország gázelosztó-hálózatának tekintélyes hányadát képezi.

1988-ban jelent meg a polietilén harmadik generációja, az Eltex TUB 121 márkajelű anyag.

Kezdetben a gázcsőgyártáshoz szükséges alapanyag kiválasztásánál olyan szempontokat vettek figyelembe, mint a feldolgozhatóság, a hegeszthetőség, a megfelelő szilárdság és ennek feltételezhető időbeli állandósága, amelyek ma is az alkalmazás elsődleges kritériumai.

A gyakorlati alkalmazás során – az üzemi nyomások sokszor kényszerű, de gazdaságilag is csábító növelése folytán – észlelték – különösképp alacsony környezeti hőmérséklet mellett – az ún. gyorsrepedési jelenséget. Ennek során a belső gáznyomás alá helyezett csöveken (valamely repedésindítási hatásra) hosszirányú repedés jön létre, amely a belső gáznyomás szolgáltatta energia hatására a cső jelentős hosszán nagy sebességgel végighalad, miközben sajátos repedésalakot ír le. Előfordultak több száz méter hosszúságú gyorsrepedési esetek is.

E gyakorlati tapasztalatok nyomán kezdtek foglalkozni a jelenség megismerésével, létrejötte feltételeinek, valamint a különböző anyagok repedés-szel szembeni ellenállóképességének vizsgálatával.

A vizsgálatok során többféle úton indultak el:

- a már ismert és használt laboratóriumi mechanikai anyagvizsgálati módszerek irányába, illetve ezek reproduktív problémái miatt
- a valóságos csöveken, a valóságoshoz közelálló körülmények között végzett módszerek irányába.

Kezdetől fogva nyilvánvaló volt, hogy e módszerek egymást kiegészítve lesznek majd alkalmasak az anyagok tulajdonságainak jellemzésére.

Jelen cikkben azon – polietilén csöveken végzett – gyorsrepedési hajlam vizsgálatokról számolok be, amelyeket az AGMI Rt-ben az elmúlt néhány év során hajtottunk végre. A csövek gyorsrepedési hajlamának vizsgálatához a módosított Robertson és a teljes méretű (full-scale) eljárásokat alkalmaztuk, amelyekhez megfelelő berendezéseket építettünk 1990-ben.

A gyorsrepedési hajlam Robertson-féle vizsgálati módszerei

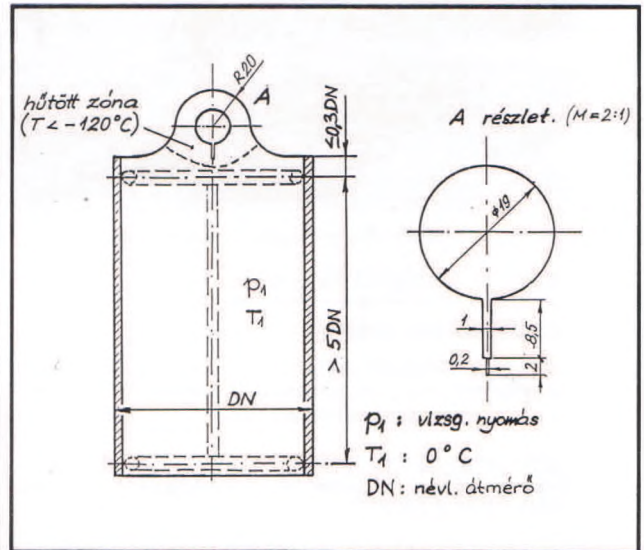
A Robertson-féle eljárások egyike a kemény polietilén (KPE) csőből megfelelően kialakított próbadarabokat használ, amelynek vázlatát az 1. ábra mutatja. A cső két vége gáznyomásra tömített, egyik végére sajátos kialakítású fül, a fülön belül bemetszés készül. A cső hossza – a vizsgálati hossz – a módosított Robertson eljárásnál legalább $5 \cdot D$ (ahol D a cső külső átmérője).

A másik, a full-scale módszernél a cső egyik végét ugyancsak az 1. ábra szerinti fül zárja le, míg a vizsgálati hossz – a kísérleti körülmények megszabta korlátok között – megközelíti a hálózatba épített cső viselkedését biztosító, a végtelen hosszúsághoz közelálló csöveket.

A vizsgálati hőmérséklet: 0°C .

Mindkét módszernél a repedés indítása a fülrészre mért, megfelelő energiájú ütéssel történik. A szokásos ütőenergia 50 J. Annak érdekében, hogy az ütés hatására a repedés a csőnek a belső nyomással terhelt szakaszáig terjedjen – a fül ugyanis a nyomásmentes zónában van – a bemetszés környékét (a fülel) folyékony nitrogénnel lehűtik kb. -120°C hőmérsékletre. A repedésindítás ellenőrzésére egy belső nyomással nem terhelt csövön végzik el a vizsgálatot.

*AGMI Anyagvizsgáló és Minőségellenőrző Rt.



1. ábra A próbatest kiképzése a csövekből

A csövek gyorsrepedési hajlamának vizsgálatát különböző nagyságú belső nyomás mellett végzik el. Ennek során vizsgálják a létrejött repedés hosszát, illetve viszonyítják azt a csőtámróhoz.

Az AGMI Rt-ben kétféle berendezést építettünk a leírt változatok szerinti vizsgálatához:

- a módosított Robertson-féle próbához egy ejtőberendezést 50 J ütőenergiával. Itt a cső vizsgálati hossza $5 \cdot D$. A vizsgálható legnagyobb csőméret: $D = 200$ mm.
- a teljes méretű (full-scale) eljárásához ingás ütőművet. Az ütőenergia ugyancsak 50 J, az ütőmű és ejtőmű azonos ütéssebességgel van tervezve. A vizsgálható csőhossz gyakorlatilag korlátlan, csupán technikai kérdés. A csövek hűtése, jelenlegi kiépítésben, 6 méter hosszúságig megoldott.

Az elvégzett gyorsrepedési hajlam vizsgálatok

- Különböző márkajelű, második és harmadik generációs keménypolietilén (KPE) alapanyagból készült csövek módosított Robertson-féle vizsgálata az ejtőgéppel.

A csövek átmérője: 110, 160 és 200 mm.

Nyomásfokozata: P 10 (SDR = 11) (SDR = átmérő-falvastagság viszony).

A vizsgálati nyomástartomány a második generációs csöveknél:

1–10 bar, a harmadik generációs csöveknél: 4–15 bar.

- A harmadik generációs alapanyagból gyártott, 110 mm átmérőjű, P 6 nyomásfokozatú (SDR = 17.6) csövek módosított Robertson-féle vizsgálata ejtőgéppel.

A vizsgálati nyomástartomány: 4–15 bar.

- A második generációs alapanyagú, 6 m gyártási hosszúságú csövek vizsgálata fekvő helyzetben, ingás ütőművel, (2. ábra).

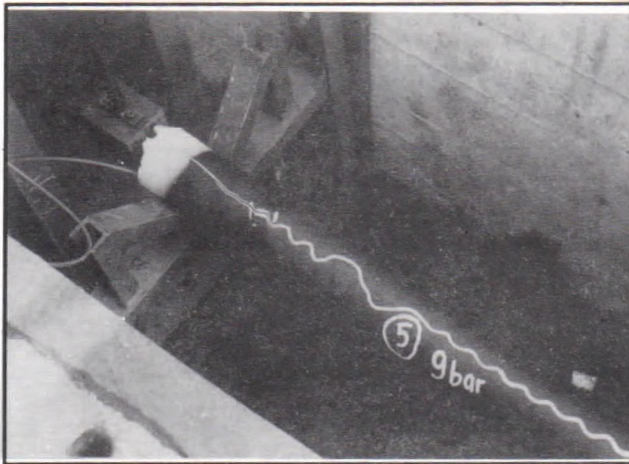
A csövek átmérője: 110, 200 és 315 mm.

Nyomásfokozat: P 10 (SDR = 11).

A vizsgálati nyomástartomány: 1–12 bar.

A vizsgálatokhoz a csövek hűtése a rövid csövek esetében kompresszoros hűtőládában, a hosszú csövek esetében hőszigetelt ládában, jégbe ágyazva történt. A hűtési idő legalább 22–24 óra.

A belső gáznyomást palackból, nyomáscsökkentőn át vett sűrített nitrogénnel biztosítottuk.



2. ábra A gyorsrepedési hajlam vizsgálata full-scale módszerrel

A vizsgálat eredményei

A módosított Robertson vizsgálat

- A vizsgálat során a második generációs anyagból készült csöveken kialakult repedéshossz már 2 bar nyomásnál az átmérő 2.5-4.4-szerese, és a nyomás növelésével lényegében nem változik. Erre mutat példát az 3. ábra.
- A harmadik generációs csöveken 4-15 bar nyomástartományban a repedéshossz független a nyomástól és hozzávetőlegesen az átmérő méretével azonos. (4. ábra)



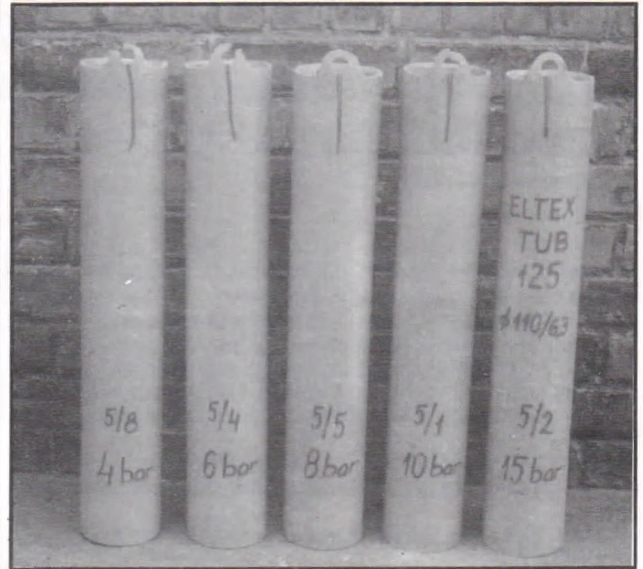
3. ábra A módosított Robertson vizsgálat során, 4 bar nyomáson létrejött repedések különböző gyártmányú, második generációs anyagú csöveken

A full-scale vizsgálat

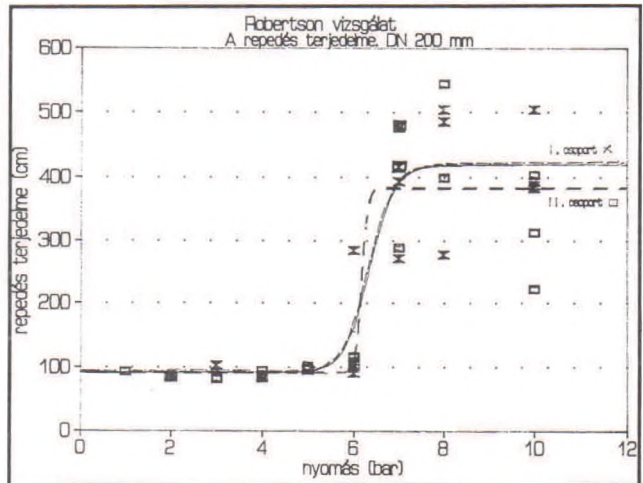
A hosszú csöveken végzett (full-scale) vizsgálat esetén – amelyet a második generációs anyagú, 6 m hosszúságú csöveken végeztünk – a repedéshossz az 5. ábrán bemutatott függvény szerint változik. Látható, hogy itt egy bizonyos nyomáshatár alatt a repedés megáll [a repedéshossz e tartományban (4-5). D és a nyomástól független], e felett a hosszát lényegében a csőhossz korlátozza. (6. ábra)

Az 5. ábra két gyártási adagból (azonos alapanyagból) készített csövek vizsgálati eredményeit tartalmazza.

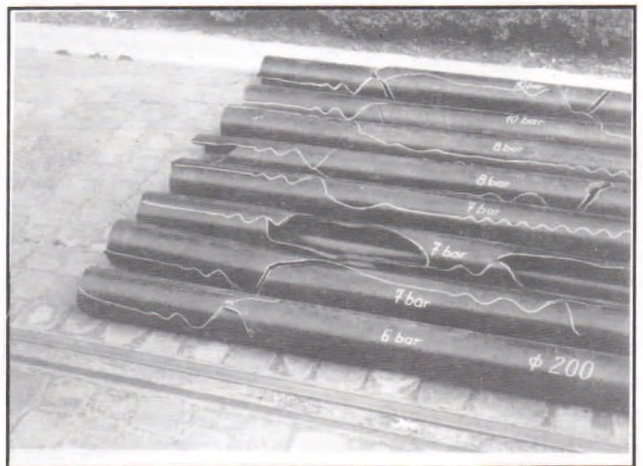
Összefoglalásként tehát megállapítható, hogy a hosszú csöveken végzett gyorsrepedési hajlam vizsgálatoknál meg lehetett határozni a repedésterjedéshez tartozó (kritikus) nyomáshatárt. Ez a nyomáshatár kis mértékben függött a csőmérettől.



4. ábra A módosított Robertson vizsgálat eredménye az Eltex TUB 121 anyagminőségű csöveken, (DN = 110 mm, P6)



5. ábra A repedés terjedelmének változása a nyomás függvényében a full-scale módszerrel vizsgált, DN = 200 mm átmérőjű, második generációs anyagú csöveken



6. ábra Az 5. ábra szerint vizsgált csövek egy csoportja. A 6 bar nyomáson végzett full-scale vizsgálatnál a repedés még megállt, de már nagyobb nyomásoknál a 6 m hosszú csöveken végigszaladt.

A D = 110 mm-es csöveknél (SDR = 11) 8 bar, D = 200 mm-es csöveknél (SDR = 11) 7 bar nyomásnál váltak terjedővé a repedések.

933 091 120

Vékonyfalú zártszelvényű Idomacélból készült hegesztett csomópont vizsgálata fotoelasztikus optikai rétegbevonatos eljárással

Kókuti Attila*

A mérnöki gyakorlatban egy-egy hegesztett csomópont kialakítása mindig kompromisszumos döntések eredménye. A konstrukció kidolgozásánál épp oly fontos a szilárdsági viszonyok ismerete, mint a gyárthatósági, gazdaságossági és funkcionális paraméterek figyelembevétele. Mindezek miatt célszerű egy olyan gyors és olcsó vizsgálat bemutatása, mely alkalmas többek között a hegesztett csomópontok felszíni nyúlásviszonyainak, és így feszültségviszonyainak a tisztázására is.

A felszíni nyúlások ismeretében a csomópont szilárdsági paraméterei nagy biztonsággal megállapíthatók, melyek mind a konstrukciók kialakításánál, mind pedig annak módosításánál mint alapinformációk használhatók.

A fotoelasztikus rétegbevonatos mérési technika Magyarországon az ismeretlenebb eljárások sorába tartozik, amit a témakörrel foglalkozó hazai cikkek alacsonyabb száma is mutat.

Jelen dolgozatban ezen eljárás egy járműparhoz kapcsolódó alkalmazását mutatom be. Teszem ezt azért is, mert a hazai járműépítési gyakorlaton belül elképzelhető, hogy lesznek olyan kritikus problémák, amelyeknek tisztázásához felmerülhet ennek a módszernek az alkalmazása.

Előzmények

Mint tervezőnek számos esetben szembe kellett nézmem azzal a problémával, hogy a járműszerkezetek vékonyfalú zártszelvényű csomópontjai milyen módon legyenek kialakítva, illetve az alkalmazott szelvények hegesztett kötése hogyan és milyen mértékben befolyásolja a csomópont szilárdsági paramétereit.

A kérdéskörre vonatkozóan a hazai szabványok nem igazán igazítják el a gyakorló mérnököt az ilyen csomópontok biztonság, gazdaságosság és megbízhatóság szempontjainak figyelembevételével történő szilárdsági ellenőrzésére, illetve kialakítására.

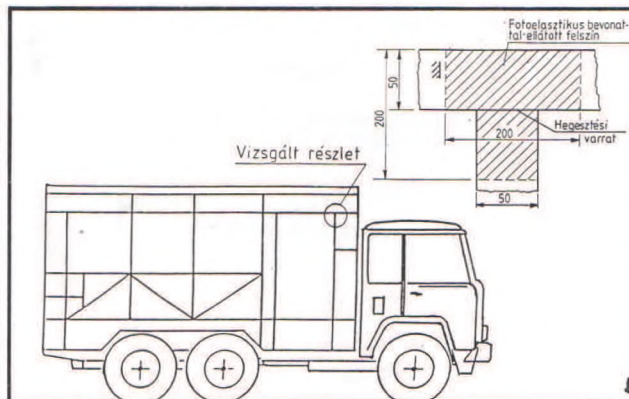
A vonatkozó szabványok szerinti ellenőrző számítások a hegesztett csomópont csak egy bizonyos területére vonatkozathatók, és a törvényszerűen alkalmazandó absztrakció mértéke és módja is nehezen becsülhető. Az ún. szinguláris helyek vizsgálata a szabvány szerinti metodikában nem lehetséges és a hegesztésből adódó járulékos hatások még inkább csökkentik a tényleges igénybevételek helyének és mértékének becsülhetőségét. A technológiai, valamint a járulékos megmunkálásból adódó hibák csak igen nagy közelítéssel vehetők figyelembe.

Ennek a ténynek felismerése tette szükségesé valamely olyan mérési eljárás alkalmazásának a keresését, amely a mérnöki gyakorlat keretei között is gyorsan, és viszonylag egyszerű eszközökkel megbízható eredményeket szolgáltat. Mindezek alapján esett a választás a fotoelasztikus rétegbevonatos mérési eljárás használatára.

Mint kiinduló vizsgálatra, a járműépítési gyakorlatban szinte általánosan alkalmazott ún. vékonyfalú zártszelvényű derékszögcsomópontra esett a választás. A vizsgálat tárgyát képező csomópont kialakítását az 1. ábra mutatja, melynek főbb jellemzői a következők:

- csatlakozó szelvények mérete: MSZ 7329-73 szerinti 50/30x2 méretű, hidegen hajlított, zártszelvényű, téglalap alakú idomacél,
- csatlakozó szelvények anyagminősége: MSZ 500 szerinti A38,
- alkalmazott hegesztési eljárás: fogyóelektródás, CO₂ védőgázás,
- alkalmazott elektródahuzal: Ø 0,8 SG-2.

A csomópontra vonatkozó szabványok szerint számított, valamint mért feszültségviszonyok elemzésével olyan általánosítható következtetések és javaslatok is levonhatók voltak, melyek úgy érzem, segítséget adhatnak a kérdéskör gyakorlati kezeléséhez.



1 ábra: A vizsgált csomópont környezete és elhelyezkedése a járművázszerkezeten

A mérési technika

Az eljárás részletes ismertetését a dolgozat terjedelmi keretei sajnos nem teszik lehetővé, ezért most csak néhány, a kapott eredmények értékeléséhez elengedhetetlenül szükséges kivonatos ismertetésére célszerű szorítkozni.

Az optikai feszültségvizsgálat elmélete arra a felismerésre épül, hogy az optikailag átlátszó izotróp homogén anyagok terhelés hatására kettőtörővé válnak, törésmutatójuk megváltozik. A rétegbevonatos technikánál, mint ahogy azt a neve is mutatja, egy, a már előzőekben említett opto-mechanikai tulajdonságokkal rendelkező bevonatot ragasztunk a vizsgált szerkezeti elem felszínére, és így az a vizsgált alkatrész, illetve felület terhelés hatására bekövetkező alakváltozásait átveszi. A kialakult kettőtörés mértéke reflexiós polarizskóp segítségével megfigyelhető, illetve mérhető.

Amikor a bevonattal ellátott terhelte szerkezetet a készülék síkban polarizált fehér fényével vizsgáljuk, fekete és színes sávok láthatók, melyek feltárják a felszíni deformációk eloszlását.

A fekete sávok, vagy izoklin sávok azoknak a pontoknak a helyei, ahol a főfeszültségeknek iránya állandó. Az eljárással az analizálandó felület minden egyes pontjára meghatározható a főfeszültségek iránya.

A készülék körkörösén polarizált fényével vizsgálva a felületet az izoklin vonalak eltűnnek és csupán színes sávok, az ún. izokromáta vonalak láthatók. Az izokromáta sávok azoknak a pontoknak a helyeit jelölik, ahol a főfeszültségek különbsége konstans. Az izokromáták az átlépési színek számával az ún. rendszámmal jellemezhetők.

Itt érdemes megjegyezni, hogy amennyiben egy adott konstrukció fejlesztésének közbeni szakaszában tartunk, többnyire elégséges az izokromáta eloszlás minőségi értékelése. Az izokromáták alapján ugyanis minden számszerűsítés mellőzésével egyértelműen megállapítható egy-egy terület teherhivatalos szempontjából homogén vagy inhomogén volta. Egyértelműen kijelölhetők a feszültségcsúcok helyei. Ezek alapján a szükséges konstrukciós javítások elvégezhetők, és az így kialakított újabb változat ismételt vizsgálatnak vehető alá.

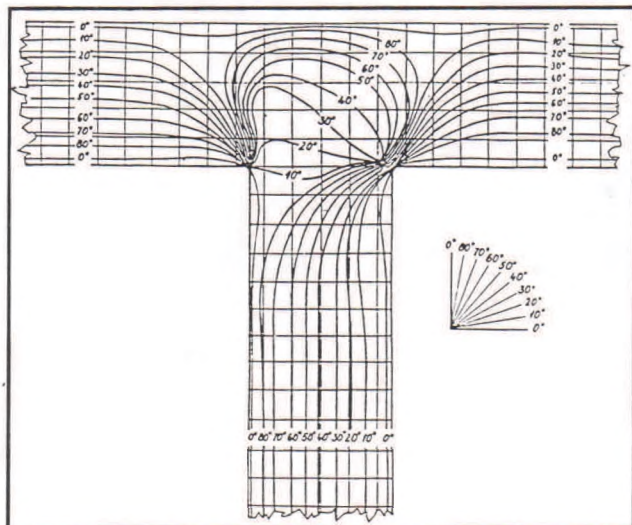
Az eljárás természetesen kvantitatív eredmények meghatározását is lehetővé teszi, az alkalmazható eljárások, illetve módszerek megismerésében a vonatkozó irodalmak nyújtanak segítséget [1], [2], [3], [4].

Vizsgálati eredmények

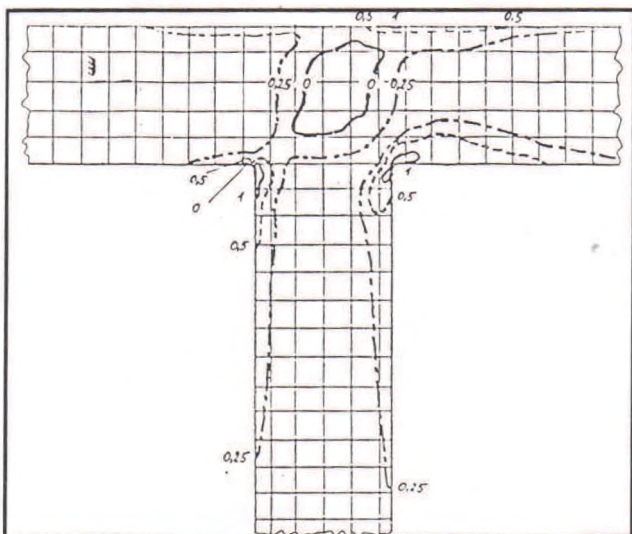
Az 1. ábrán bemutatott hegesztett csomópont vizsgálatánál az alkalmazott rúderóket és igénybevételeket egy meglévő járművázszerkezeten végzett nyúlásmérő-bélyeges mérés adatai szolgáltatották.

* Tornádó International Kft., Szeged

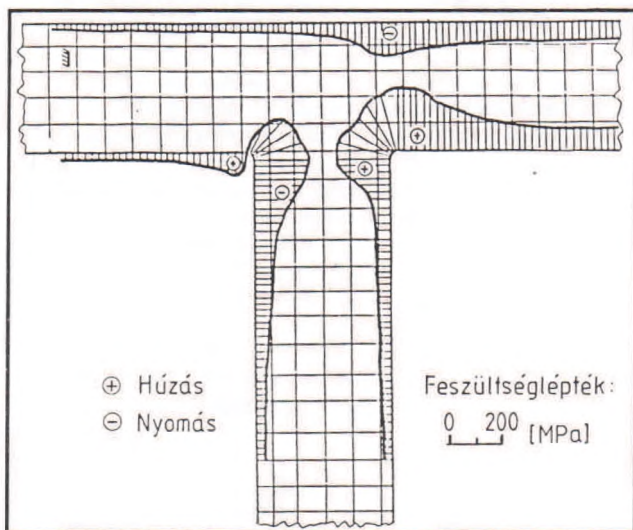
A rétegbevonatos méréssel végzett izoklin elemzés alapján 10°-ként felvett izoklineket a 2. ábra, míg az izokromáták síkbeli eloszlását a vizsgált felületen a 3. ábra mutatja.



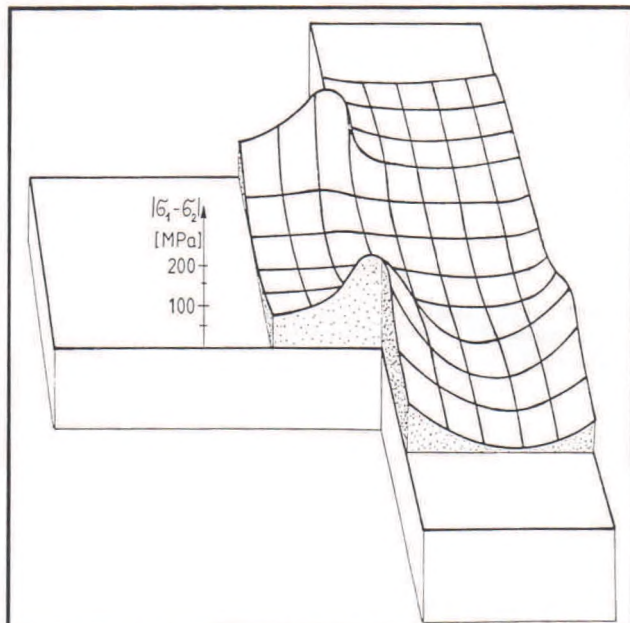
2. ábra: Nyúlási (feszültségi) főirányok helyzetét mutató izoklin eloszlás



3. ábra: Nyúláseloszlást mutató összerajzolt rendszer (izokromáta) ábra



4. ábra: Kapcsolódó rudak élei mentén kiértékelt feszültségeloszlás



5. ábra: Főfeszültség-különbség abszolút értékét bemutató térbeli diagram

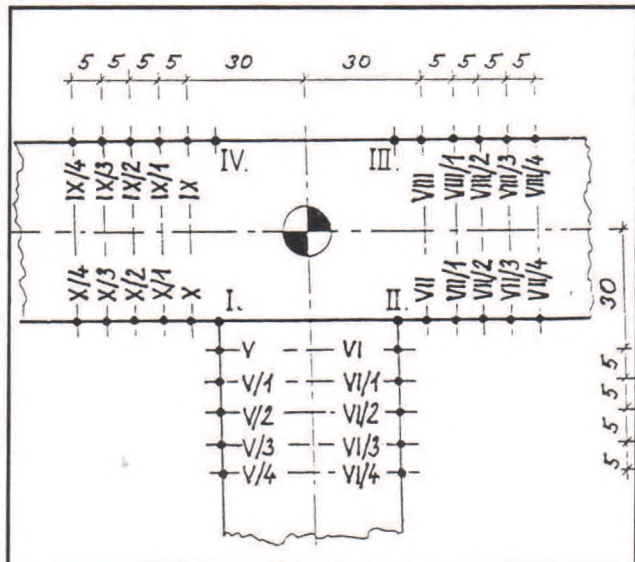
Megjegyzendő, hogy az izokromáta eloszlások tulajdonképpen feszültségeloszlást jellemeznek, azaz az éleken az érintőleges, míg a belső felületeken a $\sigma_1 - \sigma_2$ feszültségérték abszolút értékeivel arányosak.

Az élmenti feszültségek izokromátákból számítható abszolút értékeit a 4. ábra, míg a főfeszültség különbségek térbeli eloszlását az 5. ábra szemlélteti.

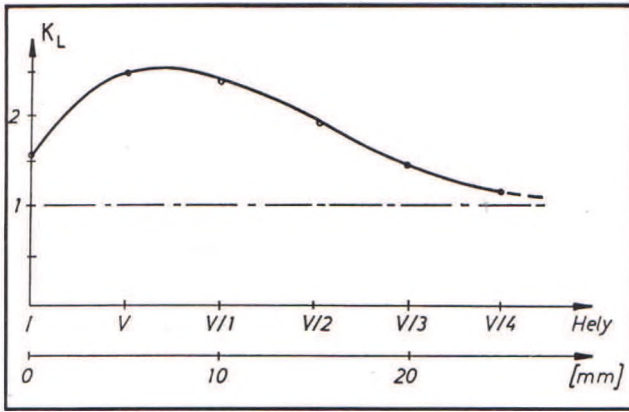
A szóbanforgó csomópont 6. ábrán jelölt jellemző helyein a feszültségek a vonatkozó szabványok szerinti számítással és méréssel is meghatározásra kerültek, így lehetőség nyílt azok összehasonlítására. Az összehasonlítás célszerűen a K_L ún. csomóponti tényező bevezetésével végezhető el, amely a mért és a számított feszültség hányadosa. (A jelölésben „L” a tényező helyi, lokális voltára utaló index.)

$$K_L = \frac{\sigma_{\text{mért}}}{\sigma_{\text{szám}}} \quad (1)$$

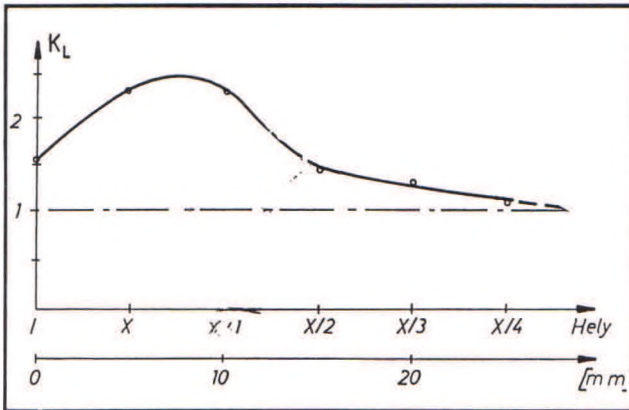
A méréssel meghatározott élmenti feszültségeloszlás (4. ábra) egyértelműen mutatja, hogy a csomópont környezetében a feszültségek ugrászerűen nőnek, és legnagyobb értéküket a keresztmetszet változási helyek környezetében veszik fel. A feszültségeloszlás szempontjából zavart környezet behatárolásához célszerű a csomóponti tényezőket a 6. ábrán



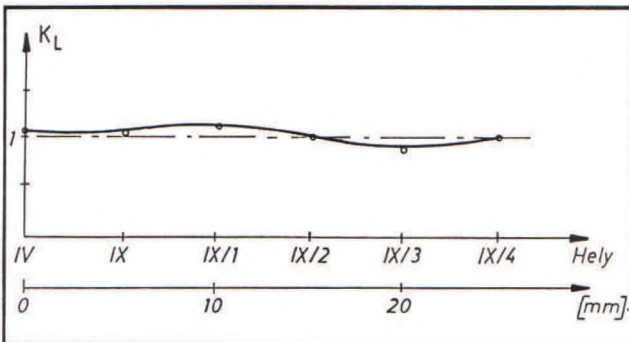
6. ábra: Vizsgált élmenti helyeket mutató ábra



7. ábra: Csomóponti tényező változása az I-V/4 él mentén



8. ábra: Csomóponti tényező változása az I-X/4 él mentén



9. ábra: Csomóponti tényező változása az IV-IX/4 él mentén

bemutatott jellemző élmenti helyek függvényében ábrázolni, melyekből néhányat a 7., 8., és 9. ábrák szemléltetnek.

Az ábrák alapján megállapítható, hogy a zavart környezet kiterjedése, illetve mértéke az élszakaszok elhelyezkedésének függvényében változik. A hegesztési varratokból kiinduló éleken a zavart környezet hosszabb, a csomóponti tényező maximális értéke nagyobb. A csomóponti tényező értékei jól mutatják, hogy a legnagyobb feszültségi tényezők nem a varratban, hanem az ún. átmeneti zónákban lépnek fel.

Azokon az éleken, ahol hegesztési varrat nem található, a tényező értéke 1 körüli, azaz a mért feszültséget a vonatkozó szabvány alapján számított értékektől alig térnek el.

Az elemi szilárdságtanon alapuló számítással nem elemezhető felületen (a 6. ábra alapján az I; II; III és IV által határolt terület) a 0-ad rendű izokromátával határolt részén $\sigma_1 - \sigma_2 = 0$ (3. ábra), vagyis az a teherviselés szempontjából a vizsgált esetben indifferensnek tekinthető.

Következtetések

A vizsgálatok eredményeit is figyelembevéve célszerűnek látszik tehát egy olyan egyszerűen elvégezhető számítás metodikájának rögzítése,

melynek segítségével a kritikus csomópontok előzetes ellenőrzése, illetve az esetleges későbbi konstrukciós átalakítás szükségessége már a tervezéskor behatárolható.

A vizsgált csomópontokhoz hasonló esetek előzetes számításához célszerű a vonatkozó szabványban is [5] rögzített eljárások használata. Ennek megfelelően a mérések eredményei alapján az alábbiak figyelembevétele javasolható:

- A csomópont, illetve a csomópont környéki feszültségeket a (2) képlettel célszerű meghatározni:

$$\sigma_{sz} = K_L \cdot \sigma_{red} \tag{2}$$

ahol σ_{red} az [5] alapján számított feszültség és K_L a csomóponti tényező, értéke: $> 2,5$

- Csomóponti környezet alatt az elméleti csomóponttól a (3) összefüggés alapján meghatározható távolságra lévő keresztmetszeteket értjük:

$$e = 2 \cdot z \tag{3}$$

ahol z a csomópontba befutó tartóelemek mértékadó szelvénymérete.

Megjegyzendő, hogy a fenti számítási metodika az egyes csomópontokra csak közelítő eredmények képzését teszi lehetővé. Abban az esetben, ha a csomópont kritikus helyen fekszik, illetve ha a számítás eredményeként adódó feszültségértékek valamelyike az [5] szabványban rögzített aktuális feszültséget meghaladja, mindenképpen indokolt valamely mérési eljárás alkalmazása.

Mérési eljárásaként javasolható a felületi rétegbevonási technika, mely a további beavatkozáshoz szükséges információkat, akár valós körülmények között is, viszonylag egyszerűen és alacsony költségűen nyújtja.

933 093 125

Irodalom

- [1] Thamm F.-Ludvig Gy.-Huszár I.-Szántó I.: Szilárdságtan kísérleti módszerei. Műszaki Könyvkiadó, Budapest 1968.
- [2] Borbás L.: Felszíni rétegbevonatos optikai feszültségvizsgálat elméletének alapjai és kiértékelési lehetősége. Budapesti Műszaki Egyetem Közlemények Működés- és Kar Gépelemek Tanszék Közleményei, 1984. 37. sz.
- [3] Zandman F.-Redner S.-Dally J. W.: Photoelastic Coatings. SESA, First edition 1977.
- [4] Schöpf H. J.-Kizler W.: Die Bohrlochmethode zur Trennung der Hauptdehnungen beim spannung-optischen Oberflächenschichtverfahren. Measurements Group Bulletin, 1987.
- [5] Építmények acélszerkezeteinek erőtan tervezése. MSZ 15024/1-85.

Mitutoyo

hivatalos szervize

hivatalos kereskedője

*Szeretettel várjuk
bemutatótermünkbe.*

TESTOR

H-1584 Budapest, Pf.: 528

H-1124 XII., Törpe u. 8.

Tel.: 361 155-9886

Fax: 361 155-2618

Járműépítésben használatos anyagok anizotrópiájának vizsgálata

Dr. Berke Péter – Dr. Michelberger Pál

Az OTKA pályázatok – 5-149, 5-420 – lehetőséget biztosítottak a Közlekedésmérnöki Kar Mechanika Tanszéke számára bizonyos alaputatások megkezdését, illetve a megkezdett kutatások folytatását. Ilyen alaputatásnak minősülhet a járműépítésben használatos anyagok anizotrópiájának a vizsgálata.

Mint ismeretes, a fémek alakítása kihat egyrészt mechanikai tulajdonságaikra, másrészt e tulajdonságaikat irányfüggővé is teszi. [1], [2], [3], [4] A járművek szilárdsági – dinamikus, fárasztó igénybevételre történő – méretezése során célszerű annak a tisztázása, hogy adott igénybevétel esetén ajánlatos-e és ha igen milyen módon figyelembe venni az egyes szilárdsági jellemzők irányfüggését?

Bevezetés

Annak eldöntése, hogy egyáltalában célszerű-e az alakítás okozta anizotrópiát figyelembe venni, méretezés során számolni ezzel, függ egyrészt a szilárdsági jellemzők alakítási irányban és a rá merőlegesen mérhető értékeitől, másrészt pedig attól, hogy a szerkezet felépítésénél használatos gyártástechnológia mennyiben befolyásolja, azaz változtatja meg az alakítási anizotrópia eredményezte értékeket.

A járműszerkezetek olyan összetett szerkezetek, amelyek gyártása során a szerkezeti elemeket legtöbb esetben hegesztéssel csatlakoztatjuk egymáshoz. Tudjuk azt, hogy a hegesztés, az ömlődékképzés miatt, helyileg megszünteti az eredeti anyagszerkezetet, illetve a dermedési folyamat, a hőelvezetésnek megfelelő kristályosodást indukál. Az ezzel járó szilárdságcsökkenést kompenzálhatjuk a hegesztett kötés helyének, alakjának és méreteinek célszerű megválasztásával. A hegesztési technológia uralkodó jellegre tekintettel, nyilvánvaló, hogy a szilárdság irányfüggését csak jelentős különbségek esetén érdemes a konstruktőrnek figyelembe venni.

Ismeretes a fémek szilárdsági tulajdonságainak hőfokfüggése, kérdéses lehet viszont az, hogy ez a hőfokfüggőség mennyire érzékeny az alakítási irányra. Ugyanis vannak olyan országok, ahol a járművek igen szélsőséges időjárási körülmények között üzemelnek.

Az alakítási anizotrópia vizsgálata

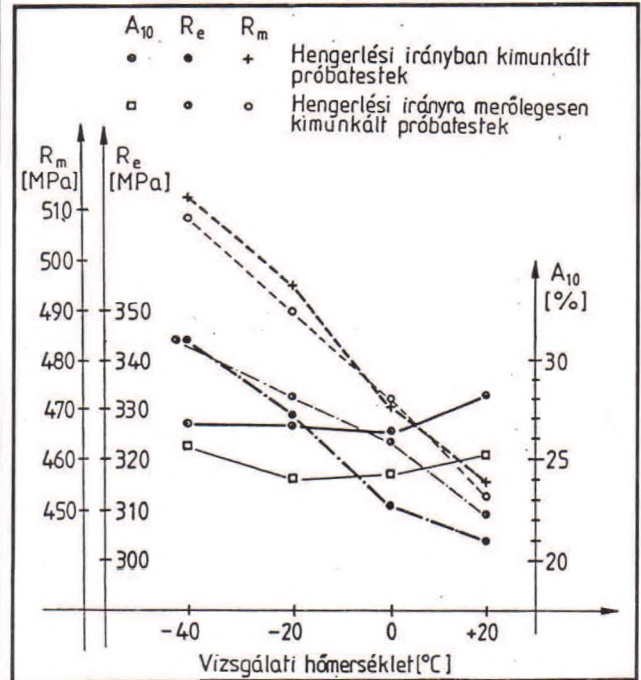
Az anizotrópia – ha létezik – általában az anyag vagy termék mindhárom dimenziójában kimutatható lehet, viszont tapasztalataink szerint a járműgyártásban használatos minőségű és vastagságú – 4...6 mm – lemezeknél az anizotrópia vastagsági irányban leginkább metallográfiailag észlelhető, eltekintve olyan extrém esetektől, mint amikor például egy réteges lemez csúsztató igénybevétellel is terhelt. [5]

A vizsgálataink azt mutatják [6], [7], hogy a járműgyártásban használatos minőségű és vastagságú lemezeknél nehéz különbséget tenni még a lemez szélességi irányában mérhető anyagjellemzők értékei között is, mivel a késztermékek szilárdsági értékeinek a megengedhetőségi határon belüli szórása meghaladja az ilyen vizsgálatok igényelte pontosságot. Az eddigi tapasztalataink azt támasztották alá, hogy általában a keresztirányban tapasztalható nagymértékű szilárdsági eltérések mögött metallográfiailag kimutatható ok, például lokális szennyeződés rejtőzik.

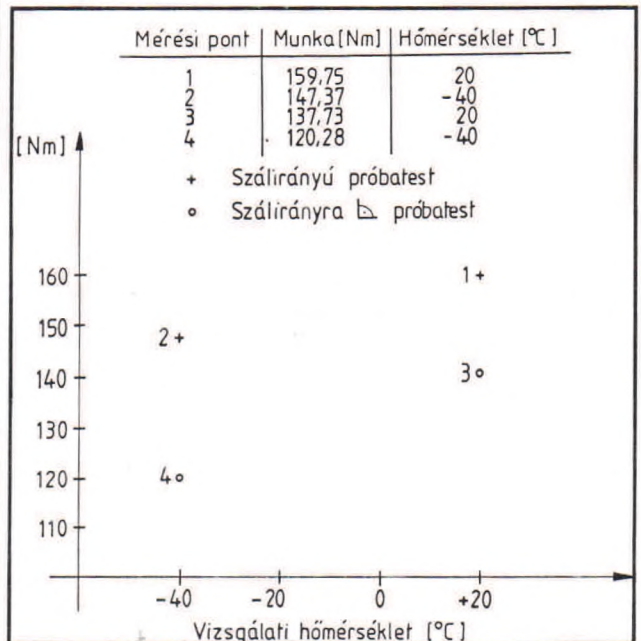
A járműgyártásban használatos lemezttermékeknel véleményünk szerint elégséges az anizotrópiát az alakítás irányában és az erre merőleges irányban mért tulajdonságok összevetésével jellemezni.

Bár, mint ahogy említettük, a méretezés során a statikus szilárdsági jellemzők mintegy kiinduló pontként jönnek csak számításba, ismeretük alapvető, ez volt az oka azirányú vizsgálatainknak, hogy az alakítási irány milyen mértékben befolyásolja a statikus szilárdsági jellemzőket. Statikus igénybevétel esetén az anizotrópia a szakítószilárdság, a folyáshatár és nyúlás értékekkel kevésbé jellemezhető, ezt mutatják az alakítási irányban és rá merőleges irányban kimunkált próbatesteken

mért értékek, a hőmérséklet függvényében ábrázolva, ld. 1. ábra. (Az ábrázolt adatok 37D jelű anyagból készült próbatestekre vonatkoznak.)



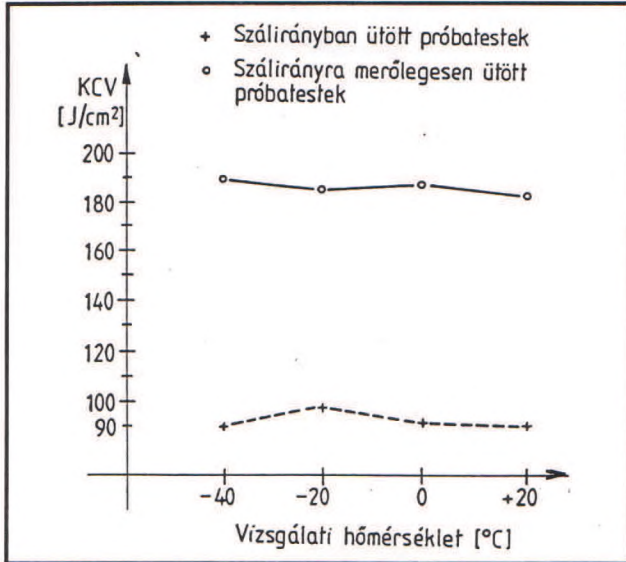
1. ábra A szakítódiaagramból meghatározható szilárdsági értékek szálirányú és szálirányra merőleges próbatesteknél



2. ábra A szakítódiaagram kontraktíós szakaszából meghatározott munka

Ha valamilyen okból a szakítóvizsgálattal mérhető értékekből kívánjuk az anizotrópiát jellemezni, célszerű a kontraktíó mértékét is megál-

lapítani, ennek mérése viszont lemez próbatesteknél nem végezhető el kellő pontossággal. E pontatlanság zavaró hatását úgy kerültük el, hogy a különböző irányokban kimunkált próbatestek szakítódigramjai kontrakciós szakaszán mérhető munkamennyiségeket hasonlítottuk össze. A – szintén 37D jelű anyagból készült – próbatesteken mért értékeink a 2. ábra szerintiek. A hők, mint független változó használata, ugyanúgy mint az előző esetben is, az elridegedés szám-szerűsíthetőségét szolgálta. A szálirányhatás és a dinamikus igény-bevétellel szembeni ellenállás összefüggéseinek vizsgálatához a leg-egyszerűbben kivitelezhető Charpy-vizsgálatot választottuk, próbates-teket ütöttünk szálirányban és szálirányra merőlegesen. (A próbatestek 37D jelű anyagból készültek, a rendelkezésre álló szelvényméret miatt mikro-ütőpróbatetek voltak.) A mért értékek a 3. ábrán láthatók.



3. ábra Charpy ütővizsgálati eredmények

A járműszerkezetek tervezéséhez elengedhetetlen a választott anyag kifáradási tulajdonságainak ismerete, mind az alapanyagra, mind pedig a különböző kialakítású hegesztett kötésekre, csomópontokra.

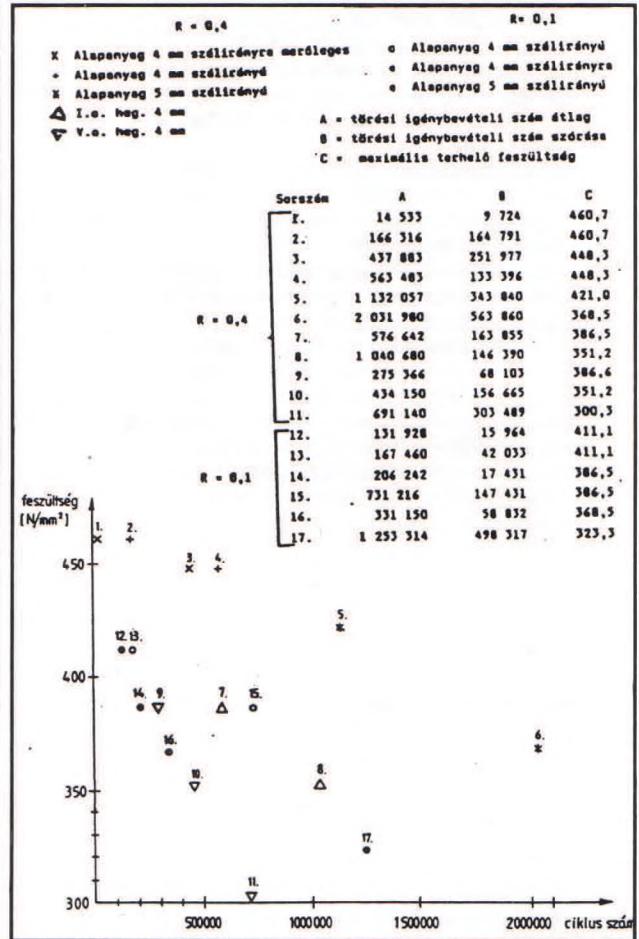
A kifáradási érték – többek között – a feszültségarány az ún. aszimmetria tényező függvénye. Az aszimmetria tényező hatását diagramokban foglalják össze, a diagramok felvétele jelentős számú próbatest fárasztását igényli. Csak két aszimmetria tényező (0,1;0,4) melletti fárasztásra volt lehetőségünk.

A különböző 0,1 és 0,4 aszimmetria tényezők melletti fárasztóvizsgálati eredményeinket a 4. ábrán közöljük.

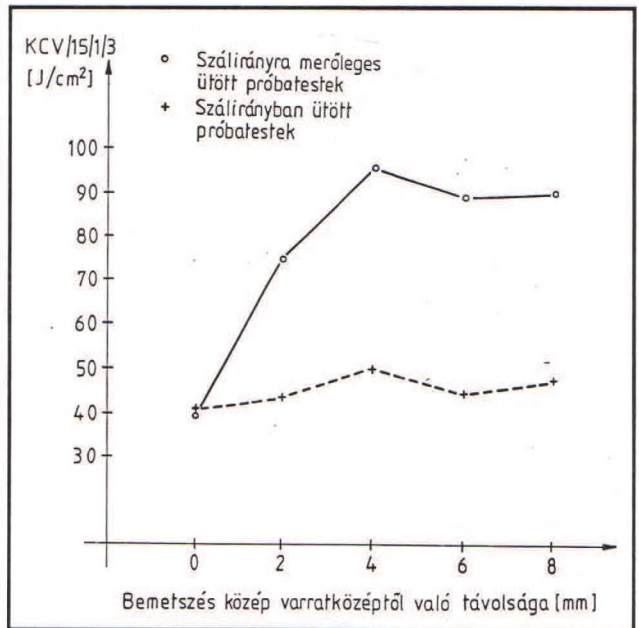
Annak ellenére, hogy – a várhatóan megfelelően – a hegesztett próbatestek szakítóvizsgálatánál bebizonyosodott a hegesztési ömledék szálirányt semlegesítő hatása, a hegesztett próbatesteket szálirány szerint párosítva fárasztottuk, azzal a megjegyzéssel, hogy ha indokolt, külön sokaságként fogjuk kezelni a szálirányban, illetve szálirányra merőlegesen kimunkált próbatest-részekből összehegesztett vizsgálati darabokat. Tekintettel arra, hogy a kapott eredmények – ismét a várhatóan megfelelően – a különválasztást nem indokolták, az eredményeket egységes sokaságként kezeltük. Az aszimmetria tényező ugyancsak 0,1 és 0,4 volt, viszont az alapanyag fárasztásánál megfelelt maximális terhelést szükségszerűen csökkenteni kellett, ahhoz, hogy értékelhető igénybevételi számokat kapjunk.

A 4. ábrán I. osztályú – röntgen vizsgálattal minősített – és V. osztályú minősítésű hegesztett próbatestek fárasztási eredményei is szerepelnek.

A dinamikus igénybevétellel szembeni irányfüggés jellemzésére a szálirányban kimunkált próbatest-részek összehegesztése, illetve a szálirányra merőlegesen kimunkált próbatest-részek összehegesztése után a varratközéptől egyenletes távolságokra munkáltuk ki az ütőpróbateteket úgy, hogy a próbatesten a bemetszések a varratközéptől számítva 2 mm-es lépcsőkben távolodtak. Az ütőmunka értékek az 5. ábrán szerepelnek.



4. ábra Fárasztóvizsgálati eredmények



5. ábra Hegesztett próbatesteken mért ütővizsgálati eredmények

Összefoglalás

Hangsúlyozni kívánjuk, hogy a bevezetésben feltett azon kérdéseinkre, hogy célszerű-e, ajánlatos-e bizonyos igénybevételeknél figyelembe venni a mechanikai tulajdonság anizotrópiáját, természetesen igen

sokféle szemszögből lehet választ keresni, így az állásfoglalás is többnyire csak az adott aspektusból kritizálható.

A vizsgálati eredményeink a bizonyos esetekben várható eredményeket támasztják alá, ennek ellenére ezek az adott anyag és hőmérsékleti változások mellett tervezési alapesetként értelmezhetők.

Megállapítható, hogy

- statikus igénybevételnek – húzásnak – kitett lemezeknél, a kontrakciós mérés bizonytalansága miatt, a próbatest alakváltozásának kontrakciós szakaszában mérhető munkamennyiség felhasználható a szálirány hatásának kimutatására;
- dinamikus igénybevételek esetén ajánlatos olyan konstrukciós kialakítást keresni, amely a szálirányt figyelembe veszi, különösen azért, mert a szálirány hatása a hegesztési ömledék közvetlen közelében is számottevő; azaz megfelelő csomóponti kialakítással a szerkezeti rész a dinamikus igénybevételeknek ellenállóbb lehet;
- fásasztóigénybevételek esetén is indokolt a szálirányt a konstrukció kialakításánál figyelembe venni, – eltekintve a hegesztett kötésektől – ugyanis az élettartam szálirányfüggőséget mutat.

Bár eredményeink egy meghatározott minőségű, adott gyártástechnológiával készített lemez vizsgálatából adódtak, úgy érezzük, hogy publikálásuk túlmutat a figyelem felkeltésén.

Irodalom

- [1] R.F.S. Hearmon: An Introduction to Applied Anisotropic Elasticity. Oxford University Press, London 1961.
- [2] M.A. Meyers–K.K. Chawla: Mechanical Metallurgy, Chap. 16, Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, N.J. 1984.
- [3] H.J. French: Trans. AIME, Vol. 206., pp. 770–782, 1956.
- [4] J.T. Ransom: Trans. Am. Soc. Met., Vol. 46, pp. 1254–1260. 1954.
- [5] Comparative Fatigue Tests Air – Spring Holders. Department of Mechanics of the Faculty of Transportation Engineering, Budapest, 1984.
- [6] OTKA pályázat 1987–1991. Hagyományos és növelt szilárdságú acél anyagok, valamint kötések tönkremeneteli folyamatainak feltárása rendszertelen terhelésváltozás esetén.
- [7] 5–420 sz. OTKA pályázat. Haszonjármű vázszerkezetek dinamikai méretezése
- [8] P. Berke, F. Galambosi, P. Michelberger: Anisotropy Examination of Metals. Periodica Polytechnica Ser. Transportation Engineering, Vol. 36. No. 1. pp. 1–15 (1992)

933 096 031 114

SZEMLE

Funkció-generátor, DS345

A Stanford Research Company DS345 típusjelzéssel új, 30 MHz, 1 µHz felbontású, szintetizált hullámformájú funkció-generátorral jelent meg a piacon. A kimenetek szinusz, háromszög, négyszög hullámformák, ugyanakkor komplex, tetszőleges jelek 25 ns mintavételezési sebességig generálhatók a műszerrel. Amplitúdó-, frekvencia-, fázismoduláció egyaránt megvalósítható a készülékkel. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Különböző ipari szenzorok

Az ipar számára nélkülözhetetlen, különböző érzékelőket foglalja össze az EDP Technology Corp. egy általuk szerkesztett, 16 oldalas katalógusban. A legkülönbözőbb gáz-szivárgást érzékelő digitális szenzoroktól a hagyományosnak mondható hőmérsékletmérő (érintkezős, illetve érintkezés mentes típusok) érzékelők lényeges tulajdonságait, műszerekhez kapcsolási lehetőségeit, egyéb, különleges jellemzőiket foglalja össze a katalógus, a felhasználó szempontjainak maximális figyelembevételével. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Érzékelő rendszerek

A németországi C.A. Weidmüller GmbH & Co. egy gyártási sorban elhelyezkedő érzékelők, elektronikák, nyomtatott áramkört elemek, csatlakozók, jelölési rendszerek, az azokkal kapcsolatos előírások és követelmények sokaságát igyekszik összefoglalni, különös tekintettel a lézeres hegesztés minőségbiztosítási rendszerében alkalmazható, kapacitív elven működő, távolságmérő szenzorokkal szembeni követelményekre. A kiadvány hasznos segédanyag mindazon, a gyártási rendszerek fejlesztésében dolgozó, ipari szakembereknek, akik a folyamatszabályozást a minőségbiztosítási rendszerek részeként tervezik. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Nyomástartó edények ellenőrzése

Biztonságos, reprodukálható, nagy pontosságú ellenőrzést biztosít az Asset Tracking Services, Inc. által kifejlesztett, vonalkód rendszeren alapuló számítógépes technika, amelyet elsősorban a nagyszámú, rendszeres ellenőrzésbe bevont tüztöltő készülékek, vész-kijáratok időszakos ellenőrzésére fejlesztettek ki az Egyesült Államokban. A kidolgozott rendszer lehetővé teszi a rendszeres, az időszakos ellenőrzést, biztosítva az ellenőrző azonosítását, az ellenőrzött készülék állapotának felmérését, a megelőző ellenőrzés időpontjának, a készülék elhelyezkedésének azonosításával. Minden ellenőrzött adat a számítógépes rendszer adatbázisába kerül, későbbi, tetszőleges feldolgozási lehetőséget biztosítva. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Mikroprocesszoros kézi, digitális erőmérőcella-mérőműszer

A készülék méreteit tekintve megfelel egy hagyományos zsebszámológépnek, ugyanakkor alkalmas az egyszerű húzó-nyomó, hajlító erőmérő cellák jeleinek feldolgozásán túl a folyamatszabályzásra, vagy automatikus ellenőrzésre használt nyúlásmérő ellenállások jeleinek fogadására. A készülék rendelkezik a szabványos számítógép (RS-232), valamint analóg kimenettel, ugyanakkor adatgyűjtésre is használható. A kijelzett mennyiségek mértékegységei az SI, illetőleg az angolszász mennyiségek szerint változtathatók. A DFG51 Model Omega termék. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Kézi nyomásmérő kalibrátor

Ugyancsak Omega termék a nyomásmérő cellák kalibrálásához használható kézi műszer, mely 4...20 mA méréstartományban (mint kimenő jel), 0,1 % pontossággal, beépített 24 V telepe segítségével a mérőcellák helyszíni ellenőrzését, szükség esetén beszabályozását teszi lehetővé. Típusjele: PCL425. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Mérőcella állapotát ellenőrző kézi műszer

Az Omega kézi, digitális ellenőrzőműszere a különböző, hídba kötött nyúlásmérő ellenállások, és azok mérőhídjainak ellenőrzésére alkalmas, HHP-SG Model jelzéssel. A készülék 9 V-os telepről működtetett, kijelzője kívánság szerint skálázható. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Gáz- és folyadékmennyiség-mérő készülék

A Houston Atlas társaság által kifejlesztett, csővezetékekbe iktatható, peremes csatlakozású mérőelem egyaránt alkalmas gázok, folyadékok áramló mennyiségének meghatározására, tekintet nélkül azok vezetőképességére, illetőleg a mérőelem pozíciójára. Alkalmazási hőmérséklet-tartomány: -25...+200 °C, amely diffúziós fém-oxid típusú szenzora segítségével valósítható meg. Különböző méretű csatlakozó elemei segítségével széles méretskálában, a legkülönbözőbb közegek áramlási viszonyainak vizsgálatát teszi lehetővé; feltehetően egy az űrutatás számára fejlesztett műszer polgári célú változata. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Áramló közeg mennyiségének újszerű mérése

A Viking Pump, Inc. olyan áramlásmérő rendszert fejlesztett ki, amely szükségtelenné teszi a hagyományos értelemben vett áramlásmérő készülékek áramló közegbe történő iktatását. A szenzorok, melyeket a közeget mozgató szivattyúk ki- és bemeneti nyílásához illesztnek, számítógéphez továbbítják a jeleket feldolgozásra. A rendszer méri a közeg viszkozitását, hőmérsékletét, és a mért adatokból, alkalmas szoftver segítségével, számítja az átáramló mennyiséget. (IIC. 1993. Jan./Febr.)

Forrás: IIC – International Instrumentation and Controls

A Bauschinger-jelenség a gyakorlatban

Dr. Szombattalvy Árpád

A Bauschinger-jelenség régóta ismert, az egyetemeken tanítják; az anyagvizsgáló, anyagszakértő azonban a szakma gyakorlása közben aránylag ritkán találkozik ezzel az utóhatással. Ezért néha megfélekedezik róla. Ilyenkor azután sok fejtörést, kellemtelenséget okozhat, ha nem veszi figyelembe. Értetlenül áll bizonyos jelenségekkel, vizsgálati eredményekkel szemben, ha nem ismeri az anyag előéletét, a gyártmány előállításának technológiáját.

A továbbiakban két esetről szeretnék röviden beszámolni, amelyekben a Bauschinger-jelenség fontos szerepet játszott. Feleslegesnek tartom számszerű adatok felsorolását, csupán az effektus jelentségére kívánok rámutatni.

A Bauschinger-jelenség

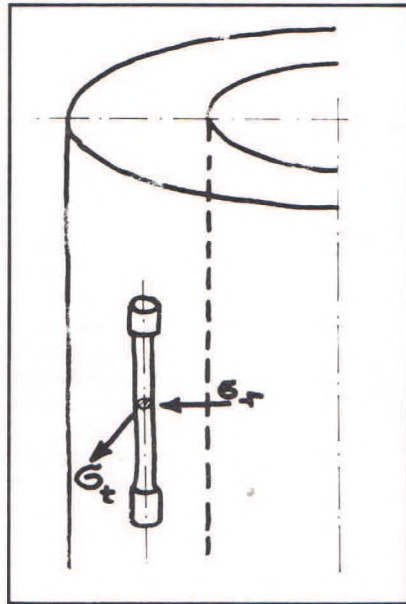
Emlékeztetőül megemlítem a Bauschinger-jelenség lényegét: ha fémötvezetet arányossági határánál nagyobb feszültséggel terhelünk, majd ellenkező előjelű igénybevételt alkalmazunk, az így mért arányossági határ kisebb, mint lett volna előzetes terhelés nélkül. Pl. ha egy próbatestet 0,005%-os maradó alakváltozásig megnyomunk, ezt követően főtvesztjük a szakító-diagramját, azt találjuk, hogy arányossági határa néhány százalékkal kisebb az előzetesen nem terhelt próbatesthez viszonyítva. Ilyenkor tehát a Hooke-törvény csak kisebb feszültségterületig érvényes.

A jelenség magyarázata, hogy az arányossági határt meghaladó terheléskor egyes, megfelelő orientációjú kristallitok maradó alakváltozást szenvednek, így az anyagban saját feszültségek maradnak vissza a terhelés megszűnte után. Ellenkező irányú terheléskor a saját feszültségek iránya egyezik a külső feszültségével, emiatt már kisebb feszültségnél bekövetkezik az anyag maradó alakváltozása. Laboratóriumban a jelenség könnyen vizsgálható, ha azonban nem ismerjük fel, hogy a Bauschinger-jelenséggel állunk szemben, nem találjuk magyarázatát az indokolatlanul alacsony arányossági határnak. – Ez történt a következő két esetben is:

Lövegcsövek minősítése

Néhány évvel ezelőtt egyik gépgyárunk lövegcsöveket gyártott – természetesen szovjet

előírások alapján – és az átadási feltételeket is a rendelő írta elő. Egyik ilyen előírás szerint a készre gyártott és hőkezelt csövek közül egyeseket ki kell választani, ezekből tengelyirányú és erre merőleges: érintő irányú szakító próbatesteket kell készíteni. Ezekon mérni kell a 0,005%-os arányossági határt, továbbá a szokásos értékeket. A csövekkel próbálövészeket kell végezni, majd megismételni a korábbi szakítókéísérletet. Az utóbbi vizsgálati értékek is meg kell hogy feleljenek az előírásoknak.



A gyártó vállalat felelős szakemberei meglepetéssel (sőt megdöbbenéssel) észlelték, hogy a fentiek szerint definiált arányossági határ a hosszirányú próbákon csökkent, nem érte el a kívánt értéket. Újabb csövekből vett próbatestek vizsgálatok ugyanezt tapasztalták. A gyártási és a hőkezelési technológia felülvizsgálata sem járt eredménnyel.

Feltűnő volt, hogy az érintő irányú próbákon a próbálövés után egyes esetekben nőtt az arányossági határ, a hosszirányúakon azonban minden esetben csökkent. Ez vetette fel a Bauschinger – jelenség szerepének a gondolatát, amit azután sikerült kísérletileg is igazolni. A próbálövés alkalmával ugyanis a

cső maradó alakváltozást szenvedett: falában tangenciális húzó és radiális nyomófeszültségek keletkeztek. Ennek következményeként a hosszirányú próbatestek keresztmetszetében az ábra szerinti feszültségek ébredtek, amelyek maradó alakváltozást okoztak. Emiatt csökkent húzókéísérletnél az arányossági határ. E vizsgálatok arra is rávilágítottak, hogy a Bauschinger-jelenség nem csupán akkor jelentkezik, ha egy nyomott próbatestet utólag húzásnak vetünk alá, hanem az arányossági határ akkor is csökken, ha húzókéísérlet előtt a tengelyirányra merőleges feszültségek okoztak kismértékű maradó alakváltozást.

Betonacél-huzalok

Egy másik esetben az váltott ki súlyos vitákat, hogy a tekercsekben szállított nagyszilárdságú beton-feszítő huzalok 0,02-es határa nem érte el az előírt értéket. Emiatt az építőipar nem volt hajlandó ezeket beépíteni a feszített szerkezetekbe.

Érthetetlen volt, hogy a korábban, azonos anyagból, azonos technológiával gyártott huzalok ellen ilyen kifogás nem merült fel. Bevezették a gyártás közbeni fokozott ellenőrzést, a vegyi összetétel vizsgálatát a nyomóelemekre is kiterjesztették, de nem sikerült a változás okainak a nyomára bukkanni. A szakítóvizsgálattal mért egyéb jellemzők gyakorlatilag változatlanok maradtak.

A raktározás és a szállítás körülményeinek az ellenőrzése során, szinte véletlenül derült fény egy lényeges különbségre: a hengerűj tekercselőgépet helyezett üzembe és ezzel 600 mm átmérőjű dobokra csévélte a huzalt, a korábban használt 2000 mm átmérőjű tekercsekkel szemben.

A gyanú a Bauschinger-jelenségre telerődött. A tekercselés előtti és a tekercselt huzalokból vett minták szakítókéísérlete alapján beigazodott, hogy valóban ez okozta az arányossági határ csökkenését. Ugyanis a kisebb sugáron való hajlítás következtében a belső oldalon a huzalban olyan nagy nyomófeszültségek ébrednek, hogy maradó alakváltozást okoznak és ezek befolyásolják a szakítókéísérletnél mért 0,02-es nyúláshatárt. A 2000 mm-es átmérő mentén való hajlítás viszont nem okoz maradó alakváltozást az egyes kristallitokban.



Az AGMI Anyagvizsgáló és Minőségellenőrző Rt.

megvételre kínál

különbéféle analitikai, mechanikai és roncsolásmentes anyagvizsgáló berendezéseket, valamint egyéb mérőműszereket.

Felvilágosítást ad:

Titka Péterné, telefon: 276-4233, 277-0732