

3D-s optikai mérőrendszer és extenzométeres alakváltozás-mérő módszerek összehasonlítása újrahasznosított PLA és organikus anyagokkal kevert PLA szakítóvizsgálata során szerzett tapasztalatok segítségével

Comparison of 3D optical measurement systems and extensometer strain measuring methods based on experiences gained during tensile testing of recycled PLA and PLA with organic fillers

BÉRES Levente, MOLNÁR Tamás, CSITKÓ Zsolt

Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft.,
H-3519 Miskolc, Iglói út 2., +36 46/560-110, <http://www.bayzoltan.hu>

Abstract

During mechanical material testing, we have the option to choose from several measurement methods if we want to measure the deformation during the test. In our studies, we have used and compared the DIC (Digital Image Correlation) optical and clip-on extensometer strain measurement methods. In this paper, we would like to summarize our experiences gained with the use of strain measurement systems during the tensile testing of recycled PLA (Polylactic acid) and PLA with organic fillers in various ratios. We will touch upon the relevant properties, advantages, disadvantages, and applicability of the measurement systems. By sharing our experiences, our goal is to assist institutions involved in mechanical material testing in selecting the deformation measurement method.

Keywords: mechanical material testing, tensile test, PLA (Polylactic acid), organic filler, DIC optical measurement, extensometer, clip-on extensometer

Kivonat

Mechanikai anyagvizsgálatok során több mérési módszer közül is választhatunk, ha a vizsgálat közbeni alakváltozásokat akarjuk mérni. Vizsgálataink során alkalmaztuk és összehasonlítottuk a DIC (Digital Image Correlation) optikai- és clip-on extenzométeres alakváltozás-mérő módszereket. Jelen írásunkban szeretnénk összefoglalni az újrahasznosított PLA (politejsav) és organikus anyagokkal kevert PLA szakítóvizsgálata során alkalmazott nyúlásmérő rendszerek segítségével szerzett tapasztalatainkat. Érinteni fogjuk a mérési rendszerek releváns tulajdonságait, előnyeit, hátrányait és alkalmazhatóságukat. Tapasztalataink ismertetésével célunk, hogy eme cikkel is segítsük a mechanikai anyagvizsgálattal foglalkozó intézményeket az alakváltozásmérési módszer kiválasztásában.

Kulcsszavak: mechanikai anyagvizsgálat, szakítóvizsgálat, PLA (politejsav), növényi töltőanyag, DIC optikai mérés, extenzométer

1. BEVEZETÉS

A mechanikai anyagvizsgálatok során alkalmazott alakváltozásmérési módszerek fejlődése következtében az elmúlt évtizedekben jelentős fejlődés történt a vizsgálatok pontossága, reprodukálhatósága, az alakváltozás-mérő technológiák és a vizsgálható környezeti körülmények terén. Jelen cikk célja a szakítóvizsgálatok során alkalmazott, elterjedt alakváltozás-mérő módszerek közül a kontakttípusú clip-on extenzométerek, valamint az optikai digitális képkorrelációs (DIC) eljárás összehasonlítása méréstechnikai és gyakorlati szempontból. A szakítóvizsgálatok során többféle újrahasznosítási fázisban lévő PLA (politejsav), illetve organikus töltőanyagokkal kevert PLA-ból készült szakítópróbatestek nyúlását követtük nyomon az említett alakváltozás-mérő módszerekkel.

A kontakt clip-on extenzométerek, amelyek a vizsgálati testre közvetlenül rögzített mechanikai érzékelőkarok segítségével mérik az alakváltozást, régóta használatos eszközök az ipari és kutatási környezetben egyaránt. Az optikai érintésmentes módszerek, különösen a 3D-s DIC eljárás, a 2000-es évektől kezdődően egyre elterjedtebbé váltak, a számítástechnikai háttér és a nagyfelbontású kamerarendszerek fejlődésének köszönhetően. A DIC módszer lényege, hogy a próbatest felületére felvitt random mintázatról készült képsorozat alapján a szoftver meghatározza a felületi pontok egymáshoz viszonyított elmozdulását és ezáltal a felületi alakváltozásokat. Számos tanulmány foglalkozott a DIC mérőrendszer pontosságával, érzékenységgel és alkalmazási lehetőségeivel [1, 2]. A mérőrendszer érintésmentes jellege lehetővé teszi érzékeny, bonyolult geometriai kialakítású vagy kis méretű próbatestek vizsgálatát is.

Több kutatás is foglalkozott már e két módszer összehasonlításával különböző anyagok és próbatest-geometriák vizsgálata során [3, 4]. Eredményeik azt mutatták, hogy mindkét módszer alkalmas a vizsgálati célok elérésére, de a mérési módszer kiválasztását számos tényező befolyásolja: ilyen például a mérendő alakváltozások mérettartománya, az anyag rugalmassági modulusa, a környezeti viszonyok, valamint a rendelkezésre álló technikai háttér és szaktudás. A vizsgálati módszer kiválasztásánál fontos szempont a mérés pontossága és reprodukálhatósága, valamint a mérésre és az eredmények elemzésére rendelkezésre álló idő is.

Jelen tanulmányban vizsgáljuk, hogy a kontakt és érintésmentes alakváltozásmérési módszerek hogyan teljesítenek, milyen előnyeik és hátrányaik vannak egy relatívan rideg alakváltozási tulajdonságokkal bíró polimer, annak újrafröccsöntött verziói és organikus anyagokkal különböző arányban kevert próbatestek változatainak a szakítóvizsgálatok során. A politejsav egy biodegradálható polimer, melynek alkalmazása az elmúlt években jelentősen megnőtt, különösen azokban az iparágakban, ahol a környezeti fenntarthatóság kulcsfontosságú. A PLA szobahőmérsékleten relatívan alacsony alakváltozó képességekkel (a maximális feszültséghez tartozó nyúlás: 2,5-6%) rendelkező műanyag [5]. A vizsgálatok során olyan tapasztalatokat kívántunk levonni, amik segíthetik az anyagvizsgáló szakembereket a célnak legmegfelelőbb mérési módszer kiválasztásában relatívan rideg polimerek esetén.

Vizsgálattervezés során előnyös ismerni a különböző alakváltozásmérési módszerek jellemzőit, előnyeit-hátrányait egymáshoz viszonyítva is. A kutatás célja, hogy feltárja a kontakt clip-on extenzométer és az érintésmentes optikai DIC alakváltozás-mérések közötti méréstechnikai különbségeket, úgy mint a mérések pontossága, az ismételt mérések eredményeinek szórása, a módszerek közötti szisztematikus, statisztikailag igazolható különbségek vizsgálata. Célja továbbá, hogy bemutassa a vizsgálat számszerű eredményét közvetlenül nem meghatározó méréstechnikai különbségeket, úgymint a vizsgált paraméter meghatározásához szükséges idő, a mérőrendszerek helyigénye, a folyamat kezelhetősége, a mérőrendszerek által meghatározható paraméterek sokfélesége és a mérőeszközök költségvonzata.

2. PRÓBATEST ÉS MÉRÉSI MÓDSZER

A vizsgálatok során PLA granulátumból és annak többszörösen újra feldolgozott granulátumaiból fröccsöntött próbatesteken végeztünk szakítóvizsgálatokat. A kiinduló PLA alapgranulátum további kilenc körön keresztül lett újra feldolgozva, melynek során nem minden egyes lépést vizsgálunk, hanem racionalizálva a mérések mennyiségét kiválasztottunk bizonyos feldolgozási állapotokat, így az alábbi fröccsöntési körökből vett próbatesteket vizsgáltunk: 1., 3., 5., 6., 8. és 10. kör. Összességében tehát hat különböző gyártási/újrafröccsöntési körből származó adagot vizsgáltunk meg részletesen. Ezen felül vizsgáltuk a PLA természetes anyagokkal kevert anyagminőségeit. A legyártott próbatestek töltőanyag típusonként (kukoricacsutka és levendulaszár granulátumok) 5-10%-os töltöttségi szinttel rendelkeztek. Tehát összesen tíz különféle anyagcsoportnak vizsgáltuk a hosszirányú alakváltozását.

A próbatestek MSZ EN ISO 527-2 szerinti "Type 1A" geometria szerint lettek fröccsöntve, a próbatesteken további speciális előkészítés nem történt a szabványban előírt akklimatizálódási időn túl. A szakítóvizsgálatokat az MSZ EN ISO 527-1, 527-2 szabvány szerint végeztük, amely a műanyagok szakítással kapcsolatos mechanikai tulajdonságainak meghatározására vonatkozik. A vizsgálatokat egy Instron 8874-es szervohidraulikus biaxiális anyagvizsgáló berendezéssel végeztük. Az erőt 1%-os hibahatárú 5 kN-os erőmérőcellával mértük. Az egyes anyagcsoportoknál összesen 8 db próbatest szakítóvizsgálatát végeztük el. A nyolcból három darab próbatest esetében optikai DIC mérőrendszerrel, míg öt darab próbatesten pedig clip-on extenzométerrel határoztuk meg a nyúlásértékeket.

A GOM DIC rendszer esetében a mérési sík $200 \times 200 \text{ mm}^2$ volt, ezen a területen belül bármely egyedi mintázattal ellátott pontok térbeli elmozdulását a mérőrendszer nyomon tudja követni; ehhez a mérőrendszer használata előtt festékszóróval egyedi mintázatot vittünk fel a próbatestek felületére, aminek segítségével a

vizsgálatok szoftveres kiértékelésénél 60 mm-es L_0 kezdeti jeltáv mellett mértük a nyúlást. A GOM Aramis DIC mérőrendszere Titanar 75 mm-es fókusz távolságú objektívekkel felszerelt Photron Fastcam Mini WX50 kamerákból és GOM Correlate 2017 képfeldolgozó szoftverből állt, a vizsgálati elrendezés az 1. ábrán látható.



1. ábra. Optikai nyúlásméréssel végzett vizsgálat elrendezése (fent), a próbatestre felvitt egyedi mintázat és annak nagyítása (lent).

A clip-on extenzométeres nyúlásméréshez Epsilon márkájú, 3542-025M-100-LHT típusú extenzométert használtunk, ahol 25 mm-es L_0 kezdeti jeltáv mellett vizsgáltuk a nyúlást, a vizsgálati elrendezés a 2. ábrán látható. A vizsgálatához használt mindkét alakváltozásmérési módszer egyaránt megfelel a vonatkozott szabvány által megkövetelt „class 1”-es pontossági osztálynak. A vizsgálatok laborhőmérsékleten történtek.

A cikkben szereplő mennyiségek és hozzájuk tartozó jelölések: L_0 - jeltáv [mm], E - rugalmassági modulus [MPa], ϵ_m - maximális feszültséghez tartozó nyúlás [%].



2. ábra. Extenzométeres nyúlásméréssel végzett vizsgálat elrendezése (bal oldalt) és a PLA alapú különböző anyagösszetételű szakítópróbatestek (jobb oldalt).

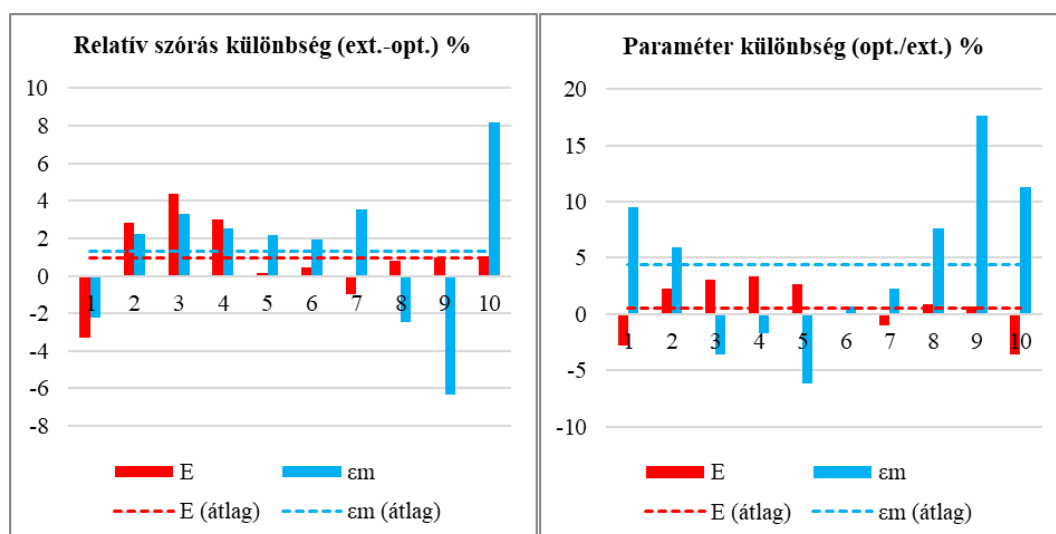
3. VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK

Az optikai DIC alakváltozás-mérő rendszer és a hagyományos clip-on extenzométeres mérés statisztikai összehasonlításának céljából a két módszerrel meghatározott rugalmassági modulus (E) és maximális feszültséghez tartozó nyúlás (ε_m) értékeit elemeztük. A gyártói specifikációk szerint és az általunk is ellenőrzött pontosságok mindkét mérési módszer esetében közel azonosak, szignifikánsan nem térnek el a tanulmányban is szereplő alakváltozási tartományoknál. A vizsgálat alapját az egyes anyagminőségekre vonatkozó, páronként összetartozó mérési eredmények képezték ($n=10$ pár), az anyagcsoportok listáját az 1. táblázat foglalja össze. Az adatok előzetes vizsgálata során megfigyelhető volt, hogy a mérési eredmények relatív szórása átlagosan magasabb volt az extenzométeres mérések esetében, mint az optikai rendszer használatakor (3. ábra). Emellett a DIC mérőrendszerrel meghatározott paraméterértékek (mind E , mind ε_m) átlagosan alig voltak magasabbak az extenzométerrel mértéknél (3. ábra).

Mivel ezek az előzetesen észlelt eltérések nem voltak kiugróan magasak, és tekintetbe véve, hogy a mért mechanikai tulajdonságokat az anyag természetes inhomogenitásából fakadó szórás (anyagyszórás) is befolyásolja, formális statisztikai elemzésre volt szükség annak eldöntésére, hogy a két mérési technika között van-e szisztematikus, statisztikailag igazolható különbség. Ennek megállapítására, a párosított adatokat figyelembe véve, párosított t-próbát alkalmaztunk a módszerek közötti különbségek átlagának szignifikanciájának vizsgálatára. A különbségbecslés pontosságát 95%-os konfidencia intervallummal jellemeztük, a különbség gyakorlati jelentőségét pedig Cohen-féle d hatásmérettel értékeltük. A különbségek eloszlását és az eredmények anyagminőségenkénti változását a 3. és 4. ábrák szemléltetik.

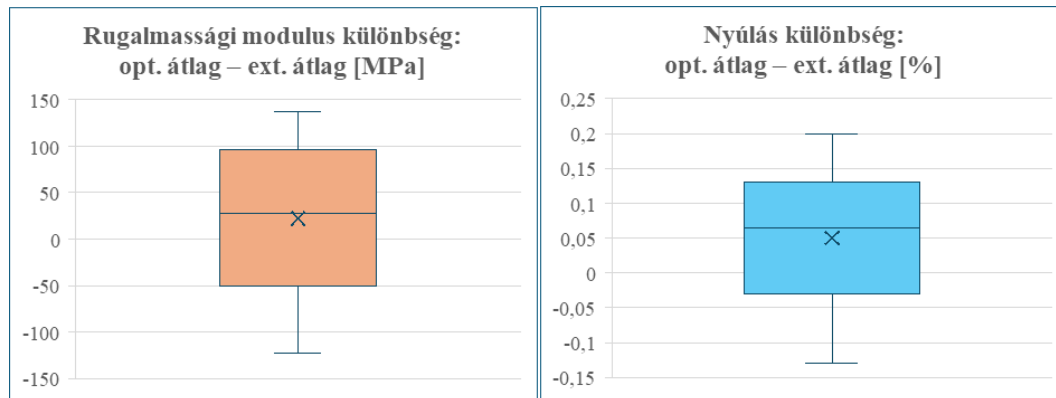
Elsőként a két módszerrel meghatározott rugalmassági modulusok közötti eltérést vizsgáltuk. A 4. ábra bal oldali dobozdiagramja a két módszer átlagai közötti különbségek (optikai átlag - extenzométeres átlag) eloszlását mutatja. A különbségek átlagának nullától való szignifikáns eltérését vizsgáló párosított t-próba $p = 0,4474$ értéket adott. Mivel ez az érték magasabb a konvencionális 0,05-ös szignifikanciaszintnél, az eredmények alapján nem találtunk statisztikailag szignifikáns különbséget a két mérési módszer által szolgáltatott rugalmassági modulus átlagértékei között. Ezt erősíti meg a különbségek átlagára számított 95%-os konfidencia intervallum is: $[-41,25 \text{ MPa}; 85,83 \text{ MPa}]$. Mivel az intervallum magában foglalja a nulla értéket, nem zárhatjuk ki, hogy a két módszer átlagosan azonos eredményt ad erre a paraméterre. A hatásméret vizsgálatára kiszámított Cohen-féle d értéke 0,25 volt, ami a konvenciók szerint kis hatásméretre utal.

A 3. ábra diagramjai a rugalmassági modulus mérésének relatív szórásában, illetve a két módszerrel kapott paraméterértékek százalékos eltérésében mutatkozó különbségeket szemléltetik anyagtípusonként, jelezve az eredmények anyagminőségtől is függő változékonyságát.



3. ábra. A két mérési módszerrel kapott eredmények különbségei anyagtípusonként (1-10): a relatív szórás különbsége (balra) és a paraméterértékek százalékos különbsége (jobbra) a rugalmassági modulus és a maximális feszültséghez tartozó nyúlás esetében. Az ábrához tartozó vízszintes vonalak az átlagértékeket jelölik.

A maximális feszültséghez tartozó nyúlás esetében a két mérési módszer közötti különbségek eloszlását a 4. ábra jobb oldali dobozdiagramja szemlélteti. A párosított t-próba $p = 0,1429$ értéket eredményezett. Ez az érték szintén meghaladja a 0,05-ös szignifikanciaszintet, így ebben a paraméterben sem mutatható ki statisztikailag szignifikáns különbség a két módszer átlagos eredményei között ezen elemzés alapján. A különbségek átlagára vonatkozó 95%-os konfidencia intervallum $[-0,0212\%; 0,1244\%]$ volt, amely szintén tartalmazza a nullát, megerősítve a szignifikáns eltérés hiányát. A Cohen-féle d hatásméret ebben az esetben 0,51, ami közepes hatásméretnek felel meg. Bár a hatásméret közepes, a statisztikai próba a vizsgált mintán ($n=10$) nem mutatott szignifikáns eltérést.



4. ábra. A két mérési módszer átlagai közötti különbségek eloszlása (optikai átlag - extenzométeres átlag) dobozdiagramon ábrázolva a rugalmassági modulus (balra) és a maximális feszültséghez tartozó nyúlás (jobbra) esetében ($n=10$). A doboz az interkvartilis terjedelmet, a vonal a mediánt, az 'x' az átlagot, a bajuszok pedig az adatsor minimumát és maximumát mutatják.

A 3. ábra diagramjai a maximális feszültséghez tartozó nyúlás esetében is bemutatják a relatív szórás és a paraméterérték különbségének anyagminőségnekénti alakulását.

Az elvégzett párosított t-próbák és a konfidencia intervallumok elemzése alapján a 3D optikai és az extenzométeres módszerrel meghatározott rugalmassági modulus és maximális feszültséghez tartozó nyúlás átlagértékei között statisztikailag szignifikáns különbség nem volt kimutatható ezen elemzés keretében. Bár a hatásméret a nyúlás esetében közepes volt, a statisztikai szignifikancia szintjét a különbség nem érte el.

Vizsgált anyagcsoportok listája

1. táblázat

Csoportazonosító	Anyagmegnevezés
1.	PLA alapanyag 5% kukoricacsutka granulátum töltőanyaggal
2.	PLA alapanyag 10% kukoricacsutka granulátum töltőanyaggal
3.	PLA alapanyag 5% levendulaszár granulátum töltőanyaggal
4.	PLA alapanyag 10% levendulaszár granulátum töltőanyaggal
5.	PLA alapanyag - 1. fröccsöntési kör
6.	PLA alapanyag - 3. fröccsöntési kör
7.	PLA alapanyag - 5. fröccsöntési kör
8.	PLA alapanyag - 6. fröccsöntési kör
9.	PLA alapanyag - 8. fröccsöntési kör
10.	PLA alapanyag - 10. fröccsöntési kör

A továbbiakban gyakorlati szempontok alapján is szeretnénk a különböző alakváltozás-mérő módszerek alkalmazása során szerzett tapasztalatokról szót ejteni.

Mérési előkészületek tekintetében a clip-on extenzométerek gyors és egyszerű beüzemeltetőséget biztosítanak. A készülék kalibrálása általában 5-10 percet vesz igénybe, míg az eszköz beállítása jellemzően 5 percen belül elvégezhető. Ezzel szemben a DIC mérőrendszerek kalibrálása - amely kalibrálótáblával és szoftveres számításokkal történik - lényegesen időigényesebb, átlagosan 30 percet vesz igénybe. A rendszer teljes beállítása, beleértve a kamerák és világítási eszközök elhelyezését, valamint az állványok pozícionálását és a kamerafókusz beállítását, akár 30-60 percet is igénybe vehet.

A DIC technológia esetén kritikus fontosságú a vizsgált felület megfelelő előkészítése, a felvitt mintázat rétegvastagsága és rugalmassága; mivel ha a mintázat nem követi a próbatest tényleges alakváltozását, akkor a mérési eredmények se tükrözik a valós alakváltozást. A clip-on extenzométerek esetében a gyenge vagy túl erős rögzítés okozhat pontatlan alakváltozás-mérést; túl laza rögzítés esetén a mérőkarok nem közvetítik pontosan a deformációt, míg túlzottan szoros rögzítés a minta nemkívánt benyomódását okozhatja, ami szintén befolyásolhatja a mérési eredményeket.

A mérési folyamat során a clip-on extenzométerek adatgyűjtése közvetlenül a mechanikai vizsgálattal párhuzamosan történik, az adatok valós időben (online) megjeleníthetők, és a vizsgálat befejeztével azonnal rendelkezésre állnak az alakváltozási értékek. Ezzel szemben a DIC mérőrendszerrel végzett mérések utólagos, offline adatfeldolgozást igényelnek. A vizsgálat során rögzített képek feldolgozása - a felbontás, a rögzített képek száma, valamint a képfeldolgozó rendszer teljesítménye függvényében - egy átlagos szakítóvizsgálat esetén 5-40 percet is igénybe vehet. A képek kiértékelése további 15-30 percet vehet igénybe.

A clip-on extenzométerek további előnye, hogy klímakamrás vizsgálatok során is jól alkalmazhatók, lehetővé teszik a széles hőmérséklet-tartományban való alakváltozás-mérést. Ezzel szemben a DIC alkalmazása klímakamrával jelentős technikai kihívásokkal jár: a megfelelő megvilágítás biztosítása, a kamraablak optikai torzításainak kiküszöbölése, valamint a szélsőséges hőmérsékleti körülményeknek is ellenálló felületmintázat anyagának kiválasztása mind korlátozzák a módszer alkalmazhatóságát.

A fizikai helyigény is jelentős különbségeket mutat. A clip-on eszköz kompakt, minimális helyet igényel, míg a DIC rendszer működéséhez nagyságrendileg nagyobb tér szükséges - különösen a kamerarendszer mérete és a megfelelő tárgytávolság biztosítása miatt.

A mérési tartomány tekintetében a DIC rendszer kimagasló rugalmasságot kínál. Megfelelő objektívek és kalibráló eszközök használatával széles mérési tartomány - jellemzően 25×25 mm-től egészen 1500×1500 mm-ig - lefedhető. A vizsgálatok során a próbatest teljes felületének lokális alakváltozása nyomon követhető, így a rendszer különösen alkalmas heterogén deformációk feltérképezésére. A clip-on extenzométerek ezzel szemben jellemzően szűkebb mérési tartományban működnek (5-50 mm) és egy vizsgálat során egy kijelölt irányban egy jeltáv mentén képesek adatot szolgáltatni.

Adatgyűjtés szempontjából a clip-on eszközök közel korlátlan számú adatpont rögzítésére képesek, mivel az adatok folyamatosan, elektronikus úton kerülnek tárolásra. A DIC esetében az elérhető adatpontosor méretét korlátozza az elkészíthető képek mennyisége, ami a képfelbontás és a képrögzítés sebességétől függ.

Végül, költségvonzat tekintetben a DIC mérőrendszer jelentősen nagyobb beruházást igényel, költsége hozzávetőlegesen 5-10-szerese a kontakt extenzométerekhez képest. Emellett egy DIC mérőrendszerrel kiegészített vizsgálat munkaidő és eszköz forrásigénye magasabb, ami vizsgálati költségnövekedéshez vezet.

4. ÖSSZEGZÉS

Egy relatívan rideg műanyag (PLA), annak újrafröccsöntött változatai és organikus anyagokkal kevert változatain végzett szakítóvizsgálatok során kétféle alakváltozás-mérő eszközt is volt lehetőségünk használni, összehasonlítani. Az Epsilon márkájú, 3542-025M-100-LHT típusú clip-on extenzométeres nyúlásmérő és GOM DIC felületi alakváltozás-mérő rendszer mérési pontossága közel megegyezett a szakítóvizsgálati mérési tartományban. A vizsgálati eredményeket (E , ϵ_m) statisztikailag elemeztük. Azt találtuk, hogy ϵ_m esetében a clip-on extenzométeres mérések átlagos relatív szórása magasabb volt. A párosított t-próbák és a konfidencia intervallumok alapján a 3D optikai és az extenzométeres módszerrel meghatározott rugalmassági modulus és maximális feszültséghez tartozó nyúlás átlagértékei között statisztikailag szignifikáns különbséget nem észleltünk. Emellett a vizsgálatok során azt tapasztaltuk, hogy a clip-on extenzométeres nyúlásmérő kezelhetősége, kalibrálása egyszerűbb, tágabb hőmérsékleti körülmények között használható, beszerzési költsége és humán erőforrás igénye kisebb, emellett helytakarékosabb, viszont a DIC mérőrendszer esetében, egy eszközzel szélesebb jeltáv tartomány érhető el, a kamerák által látható felület egészen végezhető alakváltozás-mérés, a felületi pontok egymáshoz képest változása, így az esetleges lokális alakváltozási inhomogenitások is megfigyelhetővé válhatnak.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Szeretnénk köszönetet mondani Ser Andrásnak a szakítóvizsgálatok elvégzésében és a clip-on extenzométerek kezelésében nyújtott értékes segítségért.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] Szalai Sz., *Alumínium jármű karosszéria lemezek alakíthatóságának elemzése*, Doktori értekezés, 2021.
- [2] Motra H.B., Hildebrand J., Dimmig-Osburg A., *Assessment of strain measurement techniques to characterise mechanical properties of structural steel*, Engineering Science and Technology, an International Journal, Volume 17, Issue 4, December 2014, Pages 260-269.
- [3] McEnteggart I., *Strain Measurement Techniques for Composites Coupon Testing*, Quality Magazine, 2015.
- [4] Chybiński M., Dębiński J., Glema A., Grzymisławska J., Jezierski D., Polus L., Szymkuć W., *A comparison of elasto-plastic parameters of S355 steel, obtained in tensile tests using an extensometer, a strain gauge and an ARAMIS 3D DIC system*, ARCHIVES OF CIVIL ENGINEERING, Vol. LXVIII., pp. 199 –217.
- [5] Farah S., Anderson D. G., *Physical and mechanical properties of PLA, and their functions in widespread applications — A comprehensive review*, Advanced Drug Delivery Reviews, 2016.