

ICONISMUS XI



Fig. IV.

VAKUUMIST

ČASOPIS ZA VAKUUMSKO ZNANOST, TEHNIKO IN TEHNOLOGIJE, VAKUUMSKO
METALURGIJO, TANKE PLASTI, POVRŠINE IN FIZIKO PLAZME

51 let
DVTS

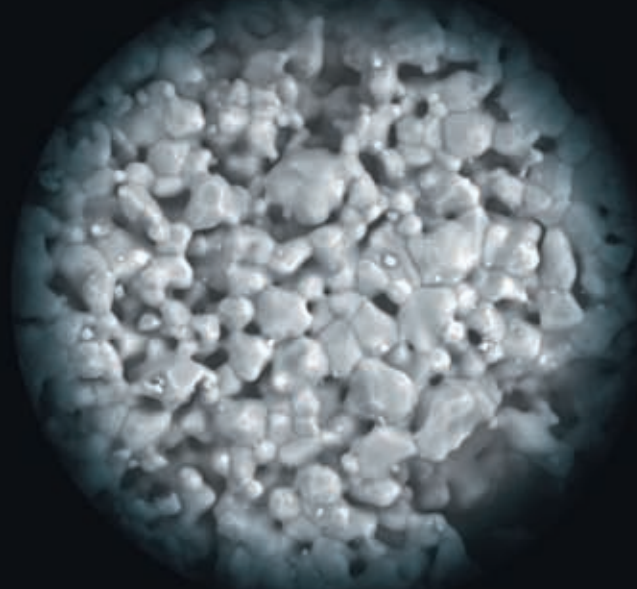
LJUBLJANA, NOVEMBER 2010

ISSN 0351-9716

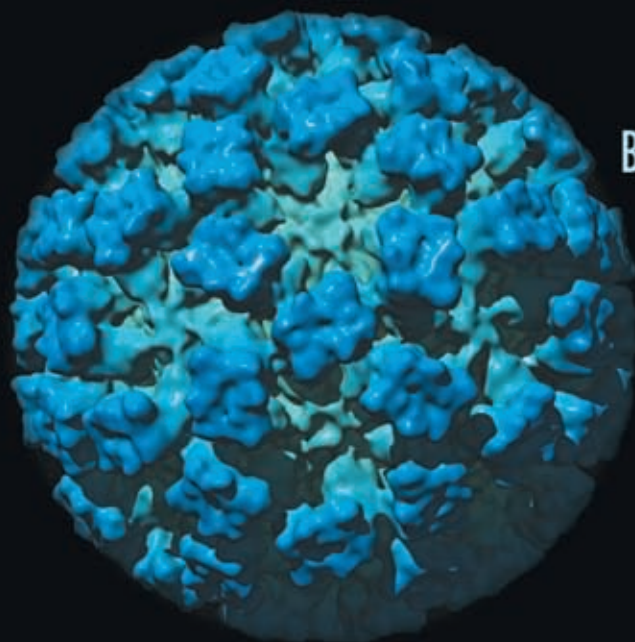
LETNIK 30, ŠT. 4

UDK 533.5.62:539.2:669-982

JEOL Application Driven Solutions for Life Sciences

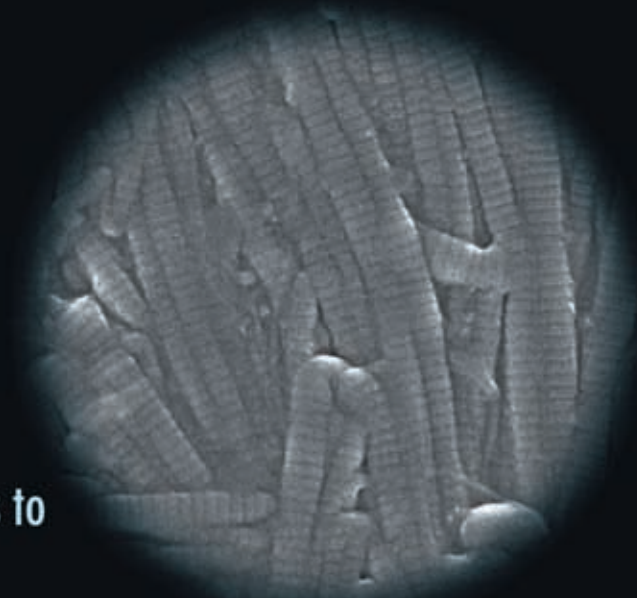


SEM image of HA Scaffold
taken on the JSM-6610LV



9 Angstrom structure of Feline Calicivirus
taken on the JEM-2200FS

Bring your samples to one of our European
Application Centres and see for yourself



FEGSEM image of Collagen
taken on the JSM-7500F

From Gentle Beam Imaging of Biomaterials to
In Vitro High Resolution Reconstructions
JEOL lead the way in Life Science Development

JEOL

www.jeol.com

+386 41 63 66 57

info@scan.si

JEOL

9 Angstrom structure of Feline Calicivirus; David Bhella of MRC Virology Unit
University of Glasgow and Ian Goodfellow of Imperial College
Hydroxy Apatite scaffold SEM image; The School of Pharmacy, The University of Nottingham

VAKUUMIST 30/4, november 2010

VSEBINA

ČLANKI

Razelektritveni parametri pri prehodu iz E- v H-način v kisikovi plazmi Rok Zaplotnik, Alenka Vesel, Miran Mozetič	4
Mikrostrukture kontinuirno litih palic iz zlitine z oblikovnim spominom Cu-Al-Ni Gorazd Lojen, Ivan Anžel	9
Fotobiološka varnost nekaterih virov nekoherentnih umetnih optičnih sevanj Marta Klanjšek Gunde, Mojca Friškovec, Andrijana Sever Škapin, Janez Bernard	19
Preizkušanje na vakuumsko tesnost – neporušitvena termovizijska metoda Jože Gasperič, Branislav Arsenijevič	26

NOVA KNJIGA

Knjigi na pot Stanislav Južnič	29
--	----

DRUŠTVENE NOVICE

Enajsta evropska vakuumaska konferenca, Salamanca, Španija, 20.–24. september 2010 Miran Mozetič	34
Pregled konferenc v letih 2010/2011	35

VAKUUMIST

Časopis za vakuumsko znanost, tehniko in tehnologije, vakuumsko metalurgijo, tanke plasti, površine in fiziko plazme

Izdajanje Vakuumista sofinancira Javna agencija za knjigo Republike Slovenije

Glavni in odgovorni urednik: doc. dr. Miha Čekada

Uredniški odbor: Matjaž Finšgar, dr. Jože Gasperič, prof. dr. Monika Jenko, dr. Stanislav Južnič, doc. dr. Marta Klanjšek Gunde, doc. dr. Janez Kovač, prof. dr. Urška Lavrenčič Štangar, dr. Peter Panjan, mag. Andrej Pregelj, dr. Drago Resnik, doc. dr. Alenka Vesel, prof. dr. Franc Zupanič

Tehnični urednik: Miro Pečar

Lektor: dr. Jože Gasperič

Korektor: Matjaž Finšgar

Oblikovanje naslovnice: Ignac Kofol

Tisk: Littera picta, d. o. o., Rožna dolina, c. IV/32–36, 1000 Ljubljana

Naklada: 320 izvodov

Vakuumist on-line: <http://www.imt.si/dvts/arhiv.htm>

Letna naročnina: 25 EUR

ISSN 0351-9716

UDK 533.5.62:539.2:669-982

Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije

Teslova 30

1000 Ljubljana

Tel. (01) 477 66 00

E-pošta: info@dvts.si

Domača stran društva: <http://www.dvts.si>

Številka transakcijskega računa pri NLB: 02083-0014712647

Uredništvo Vakuumista

doc. dr. Miha Čekada

glavni in odgovorni urednik Vakuumista

Institut »Jožef Stefan«

Jamova 39

1000 Ljubljana

e-pošta: miha.cekada@ijs.si

tel.: (01) 477 37 96

faks.: (01) 251 93 85

RAZELEKTRITVENI PARAMETRI PRI PREHODU IZ E- V H-NAČIN V KISIKOVI PLAZMI

Rok Zaplotnik^{1,2}, Alenka Vesel², Miran Mozetič²

ZNANSTVENI ČLANEK

¹Induktio, d. o. o., Litostrojska 44 d, 1000 Ljubljana

²Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

V tem članku so predstavljene meritve električnih parametrov induktivno sklopljene kisikove plazme. Električni tok in napetost na vzbujevalni tuljavi smo merili v širokem območju vzbujevalne moči, tako da smo zajeli E- in H-način delovanja plazme. Rezultati so nam razkrili vedenje impedance plazme pri obeh načinih in histerezo krivuljo E-H-prehoda.

Gljučne besede: kisikova plazma, električni parametri, E-način, H-način, E-H-histereza

Electrical parameters of E- to H-mode transition in oxygen plasma

ABSTRACT

In this paper we present measurements of electrical parameters of inductively coupled oxygen plasma. We measured electric current and voltage on an induction coil in a wide range of RF-generator power therefore embracing both E- and H-mode. The results showed us the plasma impedance behavior in both modes and the hysteresis behavior in the E-H mode transition.

Key words: oxygen plasma, electrical parameters, E-mode, H-mode, E-H-hysteresis

1 UVOD

V induktivno sklopljenih razelektritvah obstajata dva različna tipa razelektritve: E-način in H-način.

Ko tuljavo induktivno sklopljenega plazemskega sistema vzbujamo z RF-generatorjem, RF-tok, ki teče skozi tuljavo, po Faradayevem zakonu proizvede oscilirajoče inducirano električno polje, ki ima zmožnost vzdrževati plazmo v reaktorski komori. V praksi se pojavi še dodatno aksialno električno polje. Če tuljavo vzbujamo z RF-virom, je vzdolž tuljave vedno potencialna razlika, zaradi česa je poleg inducirane azimutnega električnega polja še električno polje vzdolž osi – aksialno.

Prisotnost obeh električnih polj, aksialnega in inducirane, privede do različnih načinov delovanja induktivno sklopljene plazme.

Pri manjših vzbujevalnih močeh je za razelektritev v induktivno sklopljeni plazmi značilna šibka emisija svetlobe, nizka gostota elektronov in razmeroma visoka temperatura elektronov. Na tej stopnji je aksialno električno polje večje od inducirane in je zato odgovorno za vzdrževanje plazme. Tej razelektritvi se navadno reče E-način razelektritve (angl. E-mode). Ko s povečevanjem vzbujevalne RF-moči dosežemo določeno kritično vrednost, se nenadoma povečata svetilnost plazme in gostota elektronov, temperatura elektronov se nekoliko zmanjša. Ta razelektritev je znana

kot H-način razelektritve. Ta se vzbuja predvsem z induciranim električnim poljem, aksialno električno polje pa igra le majhno vlogo.

Treba je poudariti, da v induktivno sklopljeni plazmi E-načina delovanja ne smemo identificirati s kapacitivno sklopljenim prenosom moči in H-načina z induktivno sklopljenim prenosom RF-moči. V obeh delovnih režimih sta vedno tako kapacitivna kot tudi induktivna komponenta prenosa RF-moči v plazmo. Tisto, kar se dramatično spremeni pri prehodu iz E- v H-način, pa je relativni prispevek teh komponent [1].

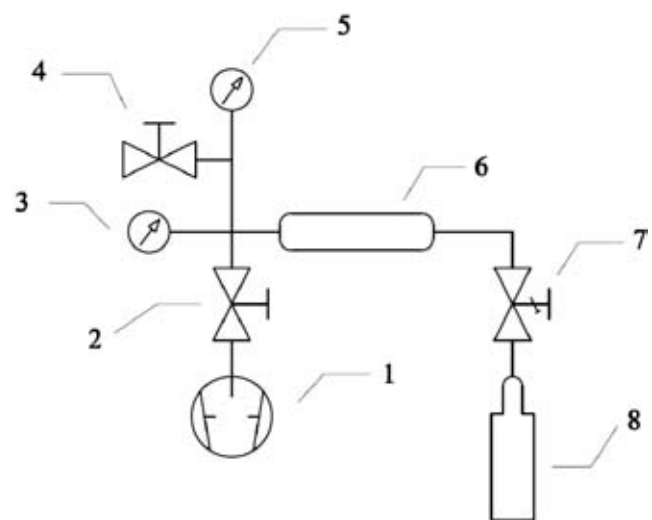
2 EKSPERIMENT

2.1 Opis plazemskega sistema

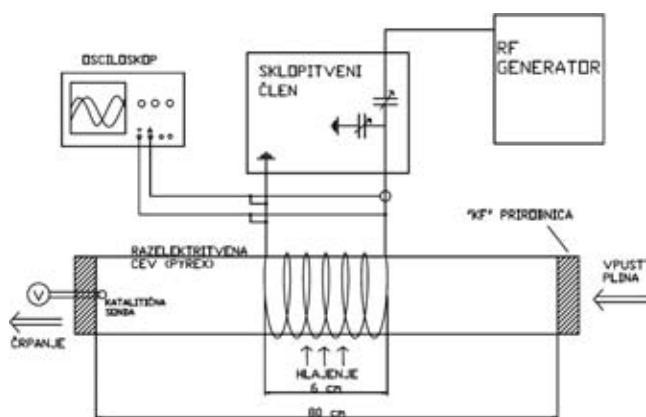
Plazemski sistem, ki smo ga uporabljali pri eksperimentih, je sestavljen iz vakuumskega in električnega dela.

Vakuumski del sestavljajo okrogla 80 cm dolga steklena cev z zunanjim premerom 40 mm, vakuumski T-kosi iz nerjavnega jekla, spojke, tesnila, ventili in vakuumska črpalka. Shematska skica vakuumskega dela je prikazana na **sliki 1**.

Na sistem je preko preciznega dozirnega ventila 7 povezana jeklenka s kisikom.



Slika 1: Vakuumski sistem, v katerem smo merili karakteristiko kisikove plazme: 1 – dvostopenjska rotacijska črpalka s črpalno hitrostjo 250 l/min, 2 – ventil, 3 – katalitična sonda, 4 – ventil za vpust zraka, 5 – merilnik tlaka (baratron), 6 – razelektritvena cev, 7 – precizni dozirni ventil, 8 – jeklenka s kisikom



Slika 2: Postavitev eksperimenta

Električni oziroma vzbujevalni del pa je sestavljen iz tuljave s šestimi ovoji oz. bakrene cevke, ki je navita okoli steklene cevi in s katero vzbujamo induktivno sklopljeno plazmo. Tuljava je pritrjena na ujemalni oz. sklopitveni člen (*matchbox*), ki je sestavljen iz dveh variabilnih vakuumskih kondenzatorjev, povezanih kot prikazuje **slika 2**. Ujemalni člen je preko koaksialnega kabla povezan z visokofrekvenčnim (13,56 MHz) generatorjem (**slika 2**).

2.2 Merilni instrumenti

Tlak v plazemskem sistemu smo merili z merilnikom tlaka MKS Baratron pressure transducer z merilnim obsegom 10 mbar (**slika 1**).

Na tuljavi smo merili električno napetost in tok, za kar smo uporabljali napetostno sondo Tektronix P6015a in tokovno sondo Tektronix A6302. Signale iz sond smo zajemali z osciloskopom Tektronix TDS3024B (**slika 2**).

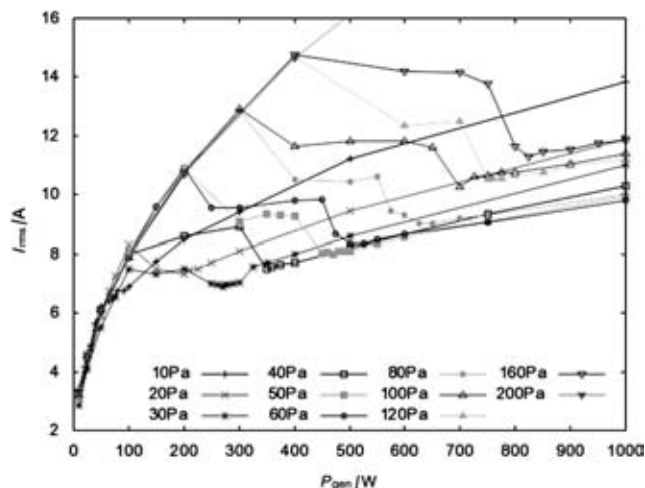
3 REZULTATI

Preden smo se lotili sistematičnih meritev, smo določili, katere parametre bomo spreminjali na plazemskem sistemu in s kakšnim korakom. Spreminjali smo tlak v sistemu in moč vzbujanja plazme. Plazmo smo vzbujali z močjo od 10 W do 1000 W, pri tlakih $p = (10, 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 160 \text{ in } 200) \text{ Pa}$.

Pri določenem tlaku smo spreminjali moč vzbujanja. Pri določeni moči vzbujanja pa smo merili električno napetost in električni tok na vzbujevalni tuljavi.

3.1 Električni tok

Merili smo tok in napetost na bakreni tuljavi, s katero smo induktivno vzbujali plazmo. Na **sliki 3** so prikazane meritve efektivnega električnega toka v odvisnosti od vzbujevalne moči. Dobro je vidna podobnost krivulj pri različnih tlakih. Nekoliko se



Slika 3: Električni tok na vzbujevalni tuljavi v odvisnosti od vzbujevalne moči za vse tlake

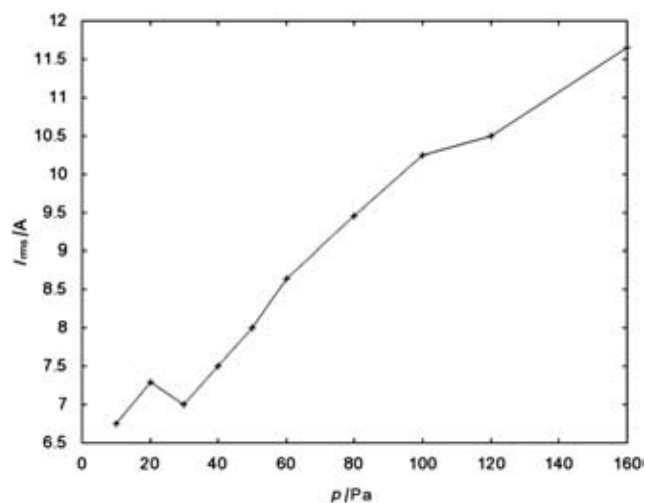
odmikajo le meritve pri nižjih tlakih. Tok skozi tuljavo se v E-načinu za vse tlake spreminja enako, po isti krivulji.

Ko plazma začne prehajati v H-način in se izmenjavata E- in H-način, tok nekoliko pade in se ustali, dokler se ne vzbudi le H-način. Takrat tok še nekoliko pade, doseže minimum, potem pa začne počasi naraščati (**slika 3**).

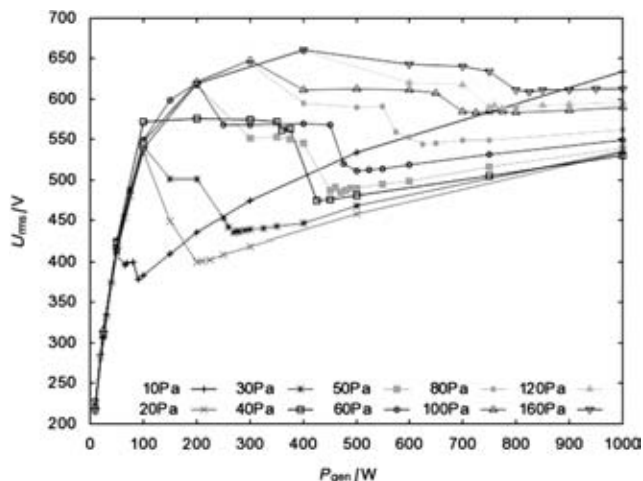
Na **sliki 4** je prikazan minimalni tok na tuljavi, ki je potreben za vzdrževanje H-načina, v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi. Krivulja je dokaj linearna.

3.2 Električna napetost

Poleg električnega toka smo merili tudi napetost med obema priključkoma tuljave. Meritve nad 600 V žal niso natančne, zaradi nevede napačno nastavljenega povprečenja na osciloskopu, kljub temu pa je dobro vidna podobnost vedenja napetosti na tuljavi pri



Slika 4: Električni tok, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo, ko plazma preide v H-način (oz. minimalni tok za vzdrževanje H-načina) v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi

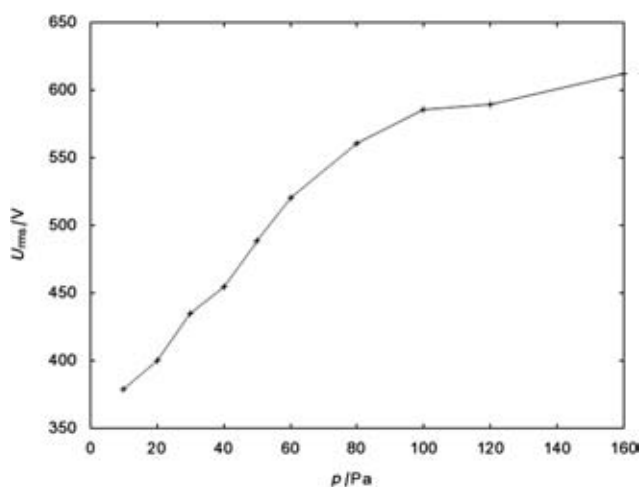


Slika 5: Električna napetost na vzbujevalni tuljavi v odvisnosti od vzbujevalne moči za vse tlake

različnih tlakih. S slike 5 je razvidno, da se napetost na tuljavi v E-načinu giblje po isti krivulji pri vseh tlakih. Ker smo podobno vedenje videli tudi pri meritvah toka, lahko sklepamo, da je impedanca Z plazme, ko je ta v E-načinu, neodvisna od tlaka v razelektritveni cevi. Ko se začeta izmenjevati E- in H-način, se povprečna napetost na tuljavi nekoliko zmanjša, a se ustali, dokler se ne vžge le H-način. Takrat napetost zopet hitro pade, doseže minimum, potem pa se začne zopet počasi večati.

Na sliki 6 je predstavljena krivulja napetosti med priključkom vzbujevalne tuljave pri parametrih, ko plazma preide v H-način, v odvisnosti od tlaka. Opazimo, da je krivulja linearna do neke vrednosti, potem pa se strmina krivulje zmanjša. Vzrok za to je verjetno že prej omenjena nenatančnost merjenja napetosti.

Ker je v E-načinu oziroma pri kapacitivni sklopitvi pomembna tudi napetost med prirobnico in tuljavo, se je pojavilo vprašanje, kje je električni potencial V_0 zemlja (masa), oziroma ali je napetost med priključki



Slika 6: Električna napetost na vzbujevalni tuljavi, ko plazma preide v H-način (oz. minimalna napetost za vzdrževanje H-načina), v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi

vzbujevalne tuljave enaka napetosti med priključkom z visoko napetostjo in bližnjo KF-prirobnico. Zato smo pri dveh tlakih (10 Pa in 20 Pa) pomerili tudi razliko teh napetosti. Pri enakih vzbujevalnih razmerah (vzbujevalna moč P_{gen} in tlak p) smo merili napetost (U_{v-h}) med priključkom tuljave z visoko napetostjo (vroč) in priključkom, priključenim na zemljo (hladen), napetost (U_{v-k}) med priključkom z visoko napetostjo (vroč) in bližnjo KF-prirobnico ter napetost (U_{h-k}) med hladnim priključkom (ozemljenim) in isto KF-prirobnico. Meritve efektivnih napetosti so prikazane v tabeli 1.

Tabela 1: Električne napetosti na vzbujevalni tuljavi (U_{v-h}), med vročim priključkom in KF prirobnico (U_{v-k}) ter med hladnim priključkom in KF-prirobnico (U_{h-k}) pri tlaku 10 Pa (zgoraj) in 20 Pa (spodaj).

$p = 10 \text{ Pa}$							
P_{gen}/W	P_{ref}/W	U_{v-h}/V	P_{ref}/W	U_{v-k}/V	P_{ref}/W	U_{h-k}/V	način
20	18	272,7	18	277,1	18	9,6	E
50	45	394,3	44	397,6	41	11,4	E
100	85	518,8	84	526,1	E-H	E-H	E
200	2	451,0	3	460,6	6	18,4	H
500	51	548,7	46	548,9	60	37,6	H

$p = 20 \text{ Pa}$							
P_{gen}/W	P_{ref}/W	U_{v-h}/V	P_{ref}/W	U_{v-k}/V	P_{ref}/W	U_{h-k}/V	način
20	19	275,6	19	281,5	18	10,3	E
50	47	400,9	47	407,1	45	14,5	E
100	88	527,3	86	528,1	82	16,0	E
200	5	463,3	5	458,3	4	19,9	H
500	35	530,6	32	529,6	43	30,2	H
1000	205	637,1	197	634,9	217	41,9	H

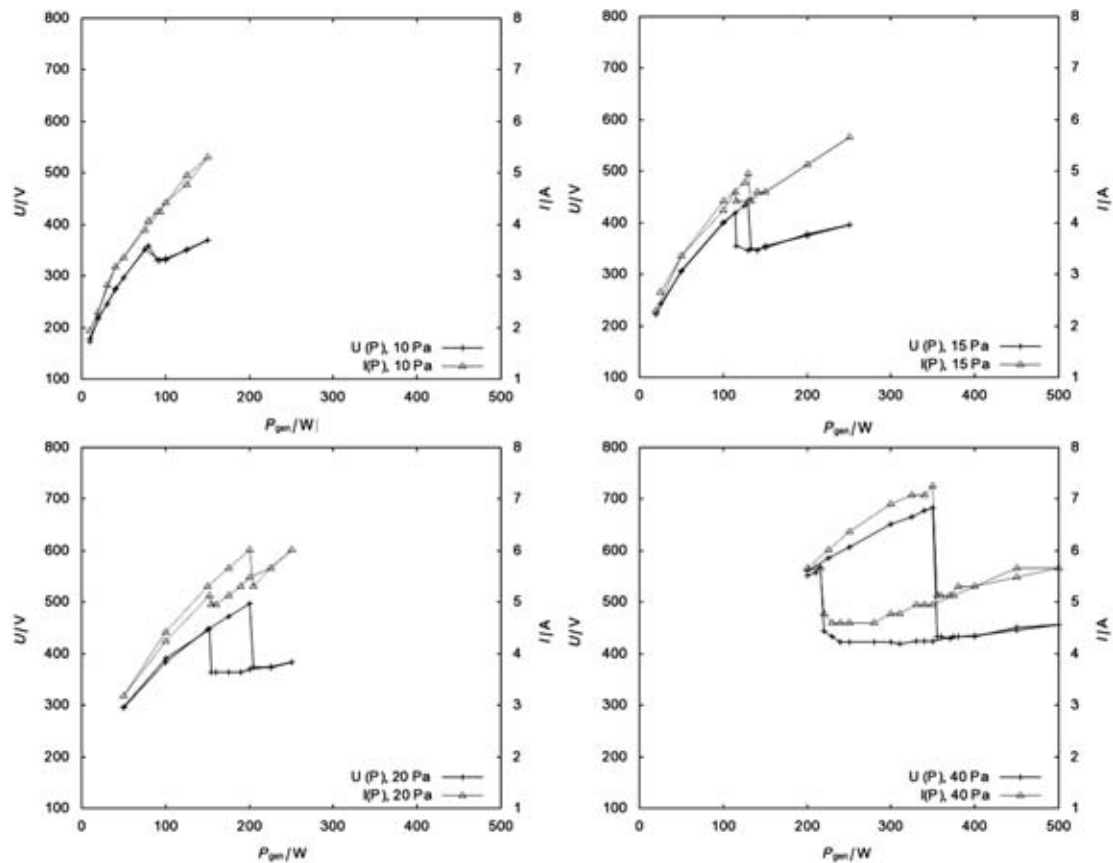
Kot je razvidno iz tabele, se napetosti U_{v-h} in U_{v-k} ne razlikujeta veliko, zato lahko rečemo, da so meritve napetosti na tuljavi ustrezne. Električna potenciala med maso na tuljavi in maso na prirobnici pa tudi nista zelo različna. Napetost med njima je le nekaj deset voltov.

Majhne razlike v reflektirani moči P_{ref} in tudi v napetosti so posledica kapacitivnosti napetostne sonde, ki je $C_s = 3 \text{ pF}$. Ker sondo različno vežemo, s tem spremenimo tudi sklopitveni člen in posledično reflektirano moč in električno vzbujevalno napetost.

3.3 Histereza pri prehodu iz E- v H-način

Poleg že opisanih meritev in rezultatov smo merili tudi električno napetost in električni tok pri neprestanem vzbujanju in večanju vzbujevalne moči. Meritve smo naredili pri tlakih (10, 15, 20 in 40) Pa.

Pri nekem tlaku smo nastavili takšno začetno moč, da je bila plazma v E-načinu. Postopoma smo večali vzbujevalno moč, ne da bi med tem radiofrekvenčno moč izklopili. Ko je plazma prešla v H-način, smo naredili še nekaj meritev v tem načinu, potem pa smo moč postopoma začeli zmanjševati, zopet, ne da bi



Slika 7: Električna napetost na vzbujevalni tuljavi (križi) in električni tok (trikotniki), ki teče skozi tuljavo v odvisnosti od vzbujevalne moči

vmes izklopili vzbujanja. Moč vzbujanja smo manjšali po enakih korakih, kot smo jo večali. Že med meritvami smo opazili, da se prehod iz E- v H-način in iz H- v E-način ne zgodi pri isti moči vzbujanja. Razlika med tema dvema močema pa se veča z večanjem tlaka.

Na **sliki 7** so predstavljeni rezultati teh meritev. Kot smo omenili že prej, je prehod iz H- v E-način pri manjši vzbujevalni moči, kot je iz E- v H-način. Histereze so prikazane na **sliki 7**, kjer so predstavljene meritve električne napetosti (križi) in električnega toka (trikotniki) na vzbujevalni tuljavi.

Pri tlaku 10 Pa je histereza komajda opazna, vendar je že pri 15 Pa izrazita. Z večanjem tlaka se širina histereze veča.

Histereze v prehodu iz E- v H-način so bile doslej raziskane predvsem v argonovi plazmi [1–8]. Nekaj eksperimentalnih del je razkrilo histereze, ko izmerjeno gostoto elektronov ali intenzitete določene spektralne črte v odvisnosti od vzbujevalne moči RF-generatorja narišemo na graf. Chen s sodel. [2] so z optično emisijsko spektroskopijo merili v območju vzbujevalne tuljave in z Langmuirjevo sondo v območju vzdolž cevi. Ugotovili so, da obstaja histerezno vedenje tako v gostoti elektronov kot v intenziteti različnih emisijskih črt.

Poleg gostote elektronov, temperature elektronov, plazemskega potenciala in intenzitete argonovih emisijskih črt pa so Xu s sodel. [5] merili tudi gostoto magnetnega polja v aksialni smeri cilindričnega plazemskega reaktorja (B_z). Pri vseh meritvah so opazili histerezo pri E-H-prehodu.

Pri eksperimentalnih delih [1,5] so histerezo razkrili tudi pri meritvah impedance plazme. Za razlago histereze je bilo tudi že predlaganih kar nekaj teoretičnih modelov [1,9,10].

Avtorji članka [1] so za razlago histereze uporabili mešanico elektromagnetne teorije, analize električnega vezja in pogoja, da se mora moč, ki jo elektroni absorbirajo in izgubijo uravnovežiti. Prehod med načini delovanja plazme naj bi se zgodil, ko ti dve moči nista več v ravnotežju.

Podobno razlago ponujata Turner in Lieberman [9], ki pravita, da histerezo lahko razumemo kot posledico nelinearnih efektov električnega vezja in plazme v enačbi ravnovesja moči elektronov.

Lee in Chung [10] sta histerezo prav tako razložila z uporabo Maxwellovih enačb. Daltrini s sodel. [11] pa trdi, da so v prejšnjih delih, povezanih z opazovanjem histereze, preveč zanemarjali sklopitveni člen in izgubo moči na njem in na tuljavi. V argonovi plazmi so namreč opazovali gostoto in temperaturo elek-

tronov, gostoto ionov in intenzitete emisijskih črt ter pokazali, da ne dobimo histereze, če si te meritve ogledamo v odvisnosti od moči, kjer odštejemo izgube moči.

V literaturi nismo našli nobenega zapisa o raziskavah histereze v kisikovi plazmi.

4 SKLEP

S tem eksperimentom smo dokaj dobro spoznali električne oz. razelektritvene parametre na vzbujevalni tuljavi induktivno sklopljene kisikove plazme.

Meritve električnega toka in napetosti med priključkoma tuljave so nam pokazale, da je impedanca plazme, ko je ta v E-načinu, neodvisna od tlaka v razelektritveni cevi. Ko preide v H-način pa se realni del impedance zelo poveča, saj se fazni kot med električnim tokom in napetostjo zmanjša. To sklepamo zato, ker se pri prehodu v H-način oba tok in napetost zmanjšata, vhodna moč pa se zelo poveča, saj se pri nekoliko večji vzbujevalni moči reflektirana moč zelo zmanjša. Iz tega pa izhaja, da se fazni kot med napetostjo in tokom zelo zmanjša, kar pomeni, da je kot med realnim delom impedance R (električna upornostjo) in imaginarnim delom X (reaktanco) manjši, oziroma R je večji. Iz prehoda iz E- v H-način se torej upornost plazme poveča.

Izmerili smo tudi histerezno vedenje kisikove plazme oziroma njenega prehoda iz E- v H-način. Meriti smo začeli pri določenem tlaku v E-načinu. Pri neprekinjenem vzbujanju smo večali vzbujevalno moč na RF-generatorju. Ko smo dosegli določeno kritično vrednost moči, je plazma prešla v H-način. Ko smo v H-načinu začeli manjšati vzbujevalno moč na visokofrekvenčnem generatorju, smo prehod nazaj v E-način dosegli pri manjši moči vzbujanja, kot prehod iz E- v H-način. To je značilno histerezno vedenje. Histereza električnega toka in napetosti na vzbujevalni tuljavi je postajala vedno bolj izrazita pri večjih tlakih.

Zahvala

Delo delno financira Evropska unija, in sicer iz Evropskega socialnega sklada.

5 LITERATURA

- [1] I. M. El-Fayoumi, I. R. Jones, M. M. Turner, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 31 (1998), 3082–3094
- [2] Y. Chen, Z.-G. Guo, X.-M. Zhu, Z.-G. Mao, Y.-K. Pu, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 40 (2007), 5112–5116
- [3] Q. Xuelian, R. Chunsheng, Z. Jian, M. Tengcai, *Plasma Science and Technology*, 9 (2007) 5, 578–581
- [4] M. Abdel-Rahman, V. Schulz-von der Gathen, T. Gans, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 40 (2007), 1678–1683
- [5] S. Xu, K. N. Ostrikov, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 18 (2000) 5, 2185–2197
- [6] P. Kempkes, S. V. Singh, C. Pargmann, H. Soltwisch, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 15 (2006), 378–383
- [7] S. V. Singh, P. Kempkes, H. Soltwisch, *Appl. Phys. Letters*, 89 (2006) 161501, 1–3
- [8] Ding, Z. F., Yuan, G. Y., Gao, W., Sun, J. C.: *Physics of Plasma* 15 (2008), 063506, 1–7
- [9] M. M. Turner, M. A. Lieberman, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 8 (1999), 313–324
- [10] M.-H. Lee, C.-W. Chung, *Physics of Plasmas*, 13 (2006) 063510, 1–10
- [11] A. M. Daltrini, S. A. Moshkalev, T. J. Morgan, R. B. Piejak, W. G. Graham, *Appl. Phys. Letters*, 92 (2008) 161504, 1–3
- [12] I. Čadež, C. Schermann, M. Landau, F. Pichou, D. Popovič, R. I. Hall, *Zeitung f. Physik D*, 35 (1993), 328–330
- [13] M. Mozetič, A. Vesel, U. Cvelbar, A. Ricard, *Plasma Chem Plasma Process*, 26 (2006) 103–117
- [14] I. Šorli, R. Ročak, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 18 (2000), 338–342
- [15] M. Balat-Pichelin, A. Vesel, *Chemical Physics*, 327 (2006), 112–118
- [16] S.-X. Zhao, X. Xu, X.-C. Li, Y.-N. Wang, *J. Appl. Phys.*, 105 (2009) 083306, 1–10
- [17] U. Cvelbar, M. Mozetič, *Vakuumist*, 27 (2007) 1–2, 24–33
- [18] A. Drenik, Raziskave gostote nevtralnih kisikovih atomov v stranski cevi plazemskega reaktorja, *diplomska naloga*, Fakulteta za matematiko in fiziko, Univerza v Ljubljani, 2005
- [19] M. Mozetič, Interakcija vodikove plazme s površinami trdnih snovi, *doktorska disertacija*, Fakulteta za elektrotehniko, računalništvo in informatiko, Univerza v Mariboru, 1997
- [20] M. Mozetič, U. Cvelbar, A. Vesel, A., Ricard, D. Babic, I. Poberaj, *J. Appl. Phys.*, 97 (2005) 103308, 1–7
- [21] A. Vesel, M. Mozetič, M. Balat-Pichelin, *Vacuum*, 81 (2007), 1088–1093
- [22] A. Vesel, A. Drenik, M. Mozetič, M. Balat-Pichelin, *Vacuum*, 84 (2010), 1–6
- [23] F. Gaboriau, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 42 (2009), 1–5

MIKROSTRUKTURE KONTINUIRNO LITIH PALIC IZ ZLITINE Z OBLIKOVNIM SPOMINOM Cu-Al-Ni

Gorazd Lojen, Ivan Anžel

ZNANSTVENI ČLANEK

Univerza v Mariboru, Fakulteta za strojništvo, Smetanova 17, 2000 Maribor

POVZETEK

Nekateri materiali niso pomembni toliko zaradi svojih lastnosti v določenih razmerah, temveč predvsem zaradi svojega nenavadnega odziva na spremembe dejavnikov iz okolja. Takšne materiale imenujemo funkcionalne in mednje prištevamo tudi zlitine z oblikovnim spominom (SMA – *shape memory alloys*). Kljub nekaterim slabostim imajo SMA iz sistema Cu-Al-Ni več pomembnih prednosti pred sedaj najbolj razširjenimi zlitinami Ni-Ti. Taljenje, litje, zagotavljanje predpisane kemične sestave in mehanska obdelava so manj zahtevni, imajo večji modul elastičnosti, dobro odpornost proti degradaciji funkcionalnih lastnosti in ugodnejše razmerje koristi/stroški. Predelava ingotov v vročem povzroča rast kristalnih zrn in zato poslabša lastnosti, predelava v hladnem pa ni mogoča zaradi prevelike krhkosti. S proizvodnjo polizdelkov manjših prerezov direktno iz taline bi se lahko tem težavam izognili.

Poizkusi so bili izvedeni z laboratorijsko napravo z vakuumsko indukcijsko pečjo, ki omogoča vertikalno kontinuirno litje neposredno iz talilnega lonca. Palice iz zlitine Cu-Al-Ni z masnim deležem 13 % Al in 4 % Ni, premera 16 mm, so bile ulite z različnimi kombinacijami parametrov s povprečnimi hitrostmi litja med 250 mm/min in 625 mm/min. Rezultati kažejo, da je zlitina livna z izbranim postopkom litja.

V prispevku so predstavljene kakovosti površin, makrostrukture in mikrostrukture ulitih palic, obravnavana pa je tudi njihova odvisnost od parametrov litja. Martenzitna mikrostruktura, dosežena pri vseh hitrostih litja, dokazuje sposobnost oblikovnega spomina že v litem stanju.

Ključne besede: zlitine z oblikovnim spominom, Cu-Al-Ni, vertikalno kontinuirno litje, mikrostruktura

Microstructures of continuously cast Cu-Al-Ni shape memory alloy rods

ABSTRACT

Some materials, the so-called functional materials, are known for their unusual reactions to changes of environmental effects. Into this group belong also the shape memory alloys (SMA). Although the Cu-Al-Ni SMAs, especially the polycrystalline one, have some disadvantages, they outclass the Ni-Ti alloys in many properties: melting, casting, composition control and machining of Cu-Al-Ni alloys are less demanding, they have a higher Young's modulus, higher resistance to degradation of functional properties and better cost/benefit ratio. Unfortunately, hot processing of slabs and ingots downgrades the functional properties due to grain coarsening, while cold processing is impossible due to the brittleness. Manufacturing of half-finished products of smaller cross-sections directly from the melt could help to overcome these problems.

In our experiments, a laboratory device for vertical continuous casting directly from the vacuum induction melting furnace was used. Round Cu – 13 % Al – 4 % Ni bars, 16 mm in diameter were cast using different sets of casting parameters which enabled average casting speeds in the range from 250 mm/min to 625 mm/min. Castability of the alloy appeared to be good.

In the paper the surface quality, macrostructures and microstructures of the cast rods are presented and relations to the casting parameters are discussed. Martensitic structure, obtained even at the lowest casting speed, indicates the ability of shape memory effect in the as-cast condition.

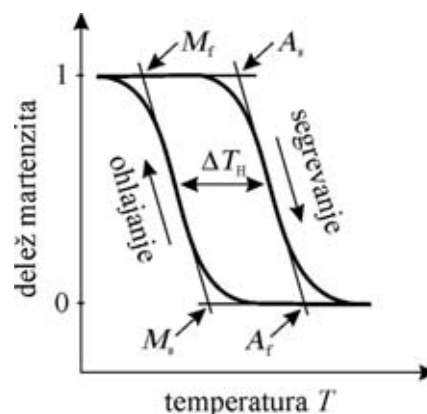
Keywords: shape memory alloys, Cu-Al-Ni, vertical continuous casting, microstructure

1 UVOD

1.1 Oblikovni spomin

Tehniški pomen konstrukcijskih materialov temelji na neki lastnosti ali kombinaciji lastnosti, za katere v večini primerov želimo, da bi bile čim bolj neodvisne od vpliva zunanjih dejavnikov. Razen teh, konvencionalnih materialov pa poznamo tudi take, ki niso pomembni toliko zaradi svojih lastnosti v določenih razmerah, temveč predvsem zaradi svojih nenavadnih odzivov na spremembe določenih dejavnikov iz okolja. Takšne materiale imenujemo funkcionalni materiali. Mednje prištevamo tudi materiale z oblikovnim spominom. Tudi te, kakor vse druge materiale, delimo v tri osnovne skupine: polimerne, keramične in kovinske zlitine z oblikovnim spominom (v nadaljevanju SMA – *shape memory alloys*). SMA se med vsemi spominskimi materiali odlikujejo po največji mehanski moči oz. napetosti, s katero lahko opravljajo mehansko delo, če spremembo oblike med spominskim efektom ovira zunanja sila.

Za SMA je značilna termoelastična (tj. kristalografsko reverzibilna) martenzitna fazna transformacija, ki omogoča edinstveno, nekonvencionalno povezanost mehanskih napetosti, deformacije in temperature. Kakor pri kaljenju jekel, tudi pri SMA imenujemo nizkotemperaturno fazo martenzit, visokotemperaturno pa avstenit. Analogno sta temperaturi začetka in konca transformacije pri segrevanju A_s (*austenite start*) in A_f (*austenite finish*), pri ohlajanju pa M_s (*martensite start*) in M_f (*martensite finish*), **slika 1**. V



Slika 1: Karakteristične temperature martenzitne transformacije; A_s = *austenite start*, A_f = *austenite finish*, M_s = *martensite start*, M_f = *martensite finish*, ΔT_H = širina temperaturne histeze; narisano po [15]

nasprotju z jekli je lahko trdota martenzita pri SMA manjša od trdote počasi ohlajenega materiala.

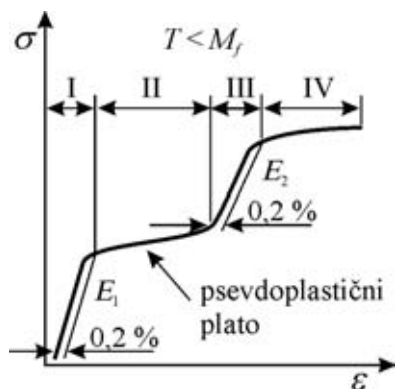
Pri temperaturah nad določeno mejo, ki jo imenujemo M_d ($M_d > A_f$), se SMA vedejo kakor večina drugih kovinskih zlitin – to pomeni, da je deformacija bodisi elastična ali pa plastična, ki temelji na drsenju dislokacij. Pri temperaturah pod M_d lahko opazujemo nenavadno povezavo temperature, termoelastične martenzitne transformacije, napetosti in deformacij. Značilne pojave imenujemo psevdoplastičnost (PP), enosmerni oblikovni spomin (SME – *shape memory effect*), dvosmerni oblikovni spomin (TWSME – *two way shape memory effect*) in superelastičnost (SE).

1.1.1 Psevdoplastičnost

Pri temperaturah pod M_f se zlitine z oblikovnim spominom vedejo pri majhnih obremenitvah elastično kakor drugi materiali. Nad mejo elastičnosti se drugi kovinski materiali začno plastično deformirati, pri čemer je najpomembnejši mehanizem deformacije drsenje dislokacij. Tudi zlitine z oblikovnim spominom se začno plastično deformirati, le da praktično brez drsenja dislokacij (psevdoplastični plato, **slika 2**, področje II).

Deformacija temelji na koalescenci martenzitnih variant (rast glede na zunanjo obremenitev najugodnejše orientiranih variant na račun drugih). Meje med posameznimi variantami imajo karakter dvojčičnih ravnin, ki so gibljive že pri majhnih napetostih [1, str. 85], zato med psevdoplastičnim deformiranjem napetost le počasi narašča. Če so v preostali martenzitni varianti dvojčične ravnine, tudi premikanje le-teh prispeva k deformaciji elementa. Deformacija po razbremenitvi ne izgine sama od sebe, je pa reverzibilna. Zato ta pojav imenujemo psevdoplastičnost.

Napetost začne ponovno hitro naraščati šele, ko nadaljnja deformacija ni več mogoča z zgoraj opisanimi mehanizmi – začne se elastična deformacija poravnane martenzita (**slika 2**, področje III) in nato

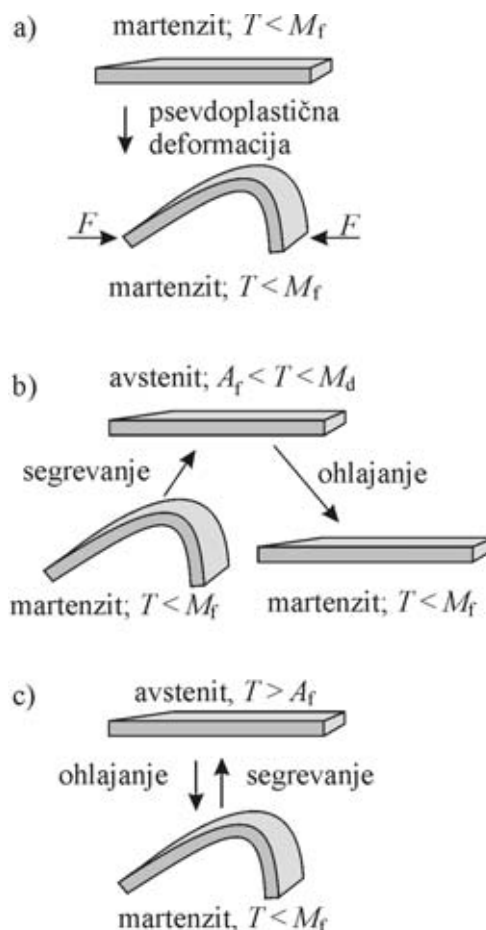


Slika 2: Diagram napetost – deformacija pri natezni obremenitvi SMA v martenzitnem stanju; območje I: elastična deformacija, območje II: psevdoplastična deformacija, območje III: elastična deformacija, območje IV: prava (nereverzibilna) plastična deformacija; narisano po [15]

prava plastična deformacija, ki tudi pri SMA temelji predvsem na drsenju dislokacij (**slika 2**, področje IV).

1.1.2 Enosmerni oblikovni spomin – SME

Če SMA v martenzitnem stanju psevdoplastično deformiramo (**slika 2**, področje II in **slika 3a**), nato pa segrejemo do temperature višje od A_f , se martenzit transformira v tako oblikovana in orientirana avstenitna zrna, iz kakršnih je nastal (kristalografsko reverzibilna martenzitna transformacija). Zato se materialu povrne zunanja oblika, kakršno je imel pred PP-deformacijo. Pri ponovnem ohlajanju v martenzitno stanje ostane zunanja oblika nespremenjena, **slika 3b**. Ta pojav imenujemo enosmerni oblikovni spomin (SME). Če med segrevanjem vračanje v prvotno obliko ovira zunanja mehanska obremenitev, napetost lahko naraste tudi do 1000 MPa [2, str. 185],



Slika 3: Enosmerni oblikovni spomin (SME) in dvosmerni oblikovni spomin (TWSME): a) psevdoplastična (PP) deformacija v martenzitnem stanju; b) SME – segrevanje nad A_f povzroči transformacijo martenzita v avstenit in psevdoplastično deformiran element dobi prvotno zunanjo obliko. Pri ponovnem ohlajanju spet poteče martenzitna transformacija, vendar se zunanja oblika ne spremeni; c) TWSME – psevdoplastično deformiran element spremeni zunanjo obliko vsakič, ko zaradi segrevanja ali ohlajanja skozi temperaturni interval med M_f in A_f poteče martenzitna transformacija v eno ali drugo smer [19].

konstrukcijski element pa je pri tem sposoben opraviti mehansko delo.

V tehniški praksi SME izkoriščamo pri konstrukcijskih elementih, pri katerih zadošča enkratna sprememba oblike. Aplikacije te vrste so npr. cevaste spojke (obroči) iz Ni-Ti za spajanje cevi brez varjenja ali vijakov pri gradnji cevovodov, v medicini vstavki za širjenje žil, v vesoljski tehniki elementi sistemov za razpiranje nosilcev sončnih celic, anten satelitov ... Če želimo izkoriščati SME pri aplikacijah, ki zahtevajo večkratno spremembo oblike, moramo v konstrukcijo vgraditi tudi elemente (npr. jeklene vzmeti), ki po vsaki ohladitvi poskrbijo za ponovno PP-deformacijo martenzita.

1.1.3 Dvosmerni oblikovni spomin – TWSME

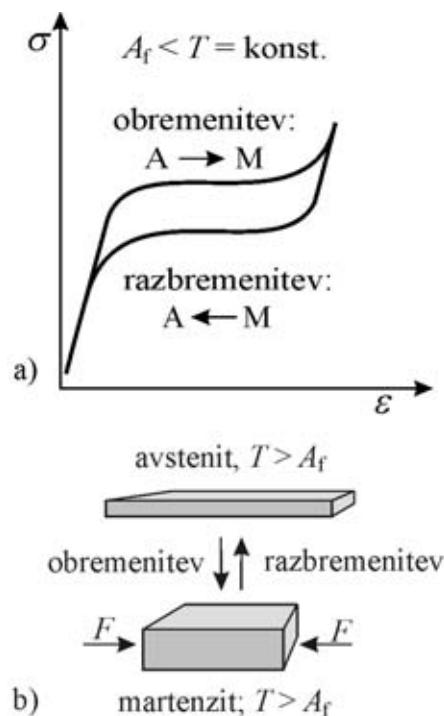
Naravna lastnost SMA je, da si »zapomni« svojo obliko pred PP-deformacijo. Če pa hočemo, da si zapomni tudi obliko, ki so jo dobili s PP-deformacijo, jih moramo tega »naučiti« s treningom. Trening imenujemo ciklične termomehanske obdelave, s katerimi dosežemo, da se pri ohlajanju avstenit transformira v tiste martenzitivne variante in s tem tudi v tisto zunanjo obliko, ki smo jo ustvarili s PP-deformacijo. TWSME torej pomeni, da ima material v martenzitivnem stanju eno obliko, v avstenitivnem stanju pa drugo, pri čemer spremeni obliko iz ene v drugo vsakič, ko zaradi spremembe temperature poteče reverzibilna martenzitivna transformacija v eno ali v drugo smer, **slika 3c**. Dvosmerna reverzibilna deformacija je manjša kot enosmerna.

V tehniki TWSME odpira pot za hkratno miniaturizacijo in povečanje zanesljivosti oz. neobčutljivosti naprav, kot so aktuatorji (mehanizem za izvajanje mehanskega dela), manipulatorji, zlasti mikromanipulatorji, in sistemi senzor-aktuator. Uporaba SMA omogoča izdelavo konstrukcij, ki za izvajanje gibov in mehanskega dela ne potrebujejo motorčkov in gonil, zglobov, gredi, osi in ležajev ter zato ne potrebujejo mazanja, so neobčutljivi za elektromagnetne motnje, prah, vodo, goriva, večino kemikalij, vakuum ... Za sprožitev giba je potrebna le sprememba temperature, ki jo lahko zagotovimo s preprostimi in zanesljivimi grelniki, pogosto pa za segrevanje zadošča že lastna električna upornost elementa iz SMA.

Če je veličina, na katero reagira senzor, sprememba temperature, lahko element iz SMA sočasno opravlja funkcijo senzorja in aktuatorja, pri čemer ob vseh že naštetih prednostih ni potrebno niti napajanje z energijo, kar omogoča povsem avtonomno delovanje.

1.1.4 Superelastičnost (SE)

Pojem superelastičnost označuje reverzibilno martenzitivno transformacijo, ki ni posledica spremembe temperature, ampak spremembe napetostnega stanja.



Slika 4: Superelastična (SE) deformacija: a) pri temperaturah nad A_f zadostna zunanja mehanska obremenitev povzroči martenzitivno transformacijo. Transformacijo spremlja velika reverzibilna deformacija. Razbremenitev omogoči ponovno transformacijo martenzita v avstenit, pri čemer se elementu povrne prvotna zunanja oblika; narisano po [15]; b) shematičen prikaz spreminjanja oblike pri SE-deformaciji.

Pri temperaturah v območju $A_f < T < M_d$ dovolj velika obremenitev (mehanska napetost) najprej povzroči transformacijo avstenita v martenziti, nato pa, če napetost še naprej narašča, še spremembo strukture martenzita. Pri ponovnem zmanjšanju napetosti potečeta transformaciji v nasprotni smeri in v nasprotnem vrstnem redu, pri čemer se elementu povrne prvotna oblika, **slika 4**.

Ker je za napetostno inducirane transformacije potrebno veliko mehanskega dela, superelastičnost SMA izkoriščamo za izdelavo dušilnih elementov za dušenje mehanskih nihanj. Ker ne vsebujejo gibljivih delov in fluidov, zanesljivo delujejo tudi pri ekstremnih mehanskih obremenitvah. So neobčutljivi na večino vplivov iz okolja, razen za prevelike spremembe temperature – ta mora biti, če želimo izkoriščati največjo možno SE deformacijo, v območju med A_f in M_d .

Pri strojnih konstrukcijah superelastični elementi lahko ščitijo konstrukcijo pred nihanji iz okolice ali nasprotno, za potrebe gradbeništva pa iz SMA izdejemo elemente za blaženje potresnih sunkov za mostove in visoke gradnje. Ena od prvih aplikacij superelastičnosti v medicini so bile ortodontske žice – superelastičnost omogoča izdelavo ortodontskih

aparator, pri katerih pritiska na zobe pacienta ni treba periodično uravnavati z vijaki.

1.1.5 Stabilnost funkcionalnih lastnosti

Z opisanimi pojavi so povezane lastnosti zlitin, ki jih imenujemo funkcionalne lastnosti: velikost reverzibilnih deformacij, temperatura martenzitne transformacije in širina temperaturne histereze. O degradaciji funkcionalnih lastnosti govorimo, če se z naraščajočim številom ciklov zmanjšuje velikost reverzibilnih deformacij, se spreminjajo karakteristične temperature martenzitne transformacije in širina temperaturne histerezne zanke. Zato je odpornost SMA proti degradaciji funkcionalnih lastnosti pogosto pomembnejša od maksimalne velikosti reverzibilnih deformacij.

1.2 Zlitine z oblikovnim spominom

Sedaj so najbolj razširjene SMA-zlitine iz sistema Ni-Ti, zlitine na osnovi železa ter zlitine na osnovi bakra. Zlitine na osnovi železa Fe-Pt in Fe-Pd imajo nizke temperature martenzitne transformacije, $A_f < 0$ °C, in so zaradi velikih vsebnosti platine oz. paladija izjemno drage. Cenejše so zlitine Fe-Mn-Si, Fe-Cr-Ni-Mn-Si in Fe-Mn-Si-C, pri katerih z ustrezno kemično sestavo lahko dosežemo temperaturo A_f do približno 300 °C, ne moremo pa dvigniti M_s , ki ostane okrog sobne temperature ali pod njo [3, str. 120], tako da je temperaturna histereza ΔT_H (slika 1) zelo velika.

Zlitine na osnovi Ni-Ti so po splošnem prepričanju superiorne (biokompatibilnost, velike reverzibilne deformacije), so pa drage, ker vsebujejo molski delež Ti okoli 50 % in ker zaradi velike reaktivnosti titana smejo vsebovati le zelo majhne količine nečistot, kot so kisik, ogljik in dušik [1, str. 92].

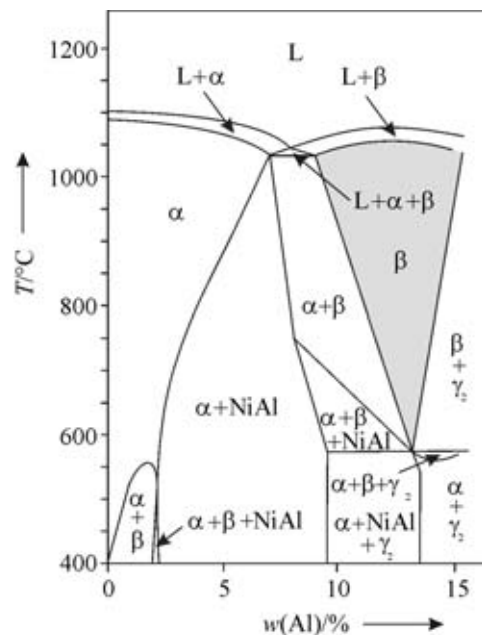
Med bakrovimi zlitinami so najpomembnejše tiste na osnovi Cu-Zn in Cu-Al-Ni. Prve so cenejše, nekoliko enostavnejše za predelavo in imajo zelo majhno histerezo ΔT_H , do 10 °C [4, str. 42], zlitine Cu-Al-Ni pa so bolj odporne proti koroziji in med vsemi bakrovimi SMA najbolj odporne proti degradaciji funkcionalnih lastnosti. Temperaturna histereza zlitin Cu-Al-Ni je podobna kot pri Ni-Ti, okoli 35 K [4, str. 42], v primerjavi z Ni-Ti pa imajo tudi nekaj pomembnih prednosti: taljenje, litje, nadzor kemične sestave in mehanska obdelava so preprostejši, imajo večji Youngov modul in ugodnejše razmerje učink/stroški [5]. Po nekaterih podatkih so tudi bolj odporne proti degradaciji spominskih lastnosti [6], najnovejše raziskave pa z ugodnimi rezultati preizkusov citotoksičnosti nakazujejo celo možnost uporabe v medicini [7]. Razen tega so zlitine Cu-Al-Ni sedaj edine »prave visokotemperaturne« SMA, saj imajo lahko temperaturo M_f visoko nad 100 °C.

1.3 Zlitine Cu-Al-Ni

Zlitine Cu-Al-Ni imajo spominske lastnosti pri kemičnih sestavah v enofaznem območju visokotemperaturne faze β , slika 5. Spominske lastnosti zlitin Cu-Al-Ni temeljijo na lastnostih faze β iz binarnega faznega diagrama Cu-Al. V binarnem sistemu pri višjih vsebnostih aluminija niti s hitrim ohlajanjem (gašenjem) ne moremo preprečiti izločanja stabilne nizekotemperaturne faze γ_2 , zato termoeastična martenzitna transformacija izostane [1, str. 123].

Pri počasnejšem ohlajanju tudi v ternarnem sistemu Cu-Al-Ni potekajo v osnovi enake transformacije kot v binarnem: visokotemperaturna faza β (avstenit) s telesno centrirano kubično strukturo evtektoidno razpade na stabilni nizekotemperaturni fazi α in γ_2 . Faza α je trdna raztopina, bogata z bakrom, in ima ploskovno centrirano kubično strukturo [8, str. 123], medtem ko je γ_2 spojina Cu_9Al_4 s kompleksno kubično strukturo s kar 52 atomi v osnovni celici [9, str. 156]. V ternarnih zlitinah vsebuje γ_2 tudi atome niklja, ki v kristalni strukturi zasedajo mesta bakrovih atomov [8, str. 107].

V ternarnih zlitinah z masnim deležem aluminija manjšim od približno 13,5 % se pojavlja tudi intermetalna spojina NiAl, ki ima urejeno telesno centrirano kubično strukturo tipa CsCl [9, str. 156] s supermrežo tipa B2 [8, str. 99]. V podevtektoidnih zlitinah se začne izločati že pred evtektoidno reakcijo, v nadevtektoidnih pa šele po njej. Nikelj učinkovito zavira difuzijo aluminija in bakra. Zato je faza β stabilnejša in je z dovolj hitrim ohlajanjem mogoče preprečiti evtektoidni razpad ter doseči martenzitno transfor-



Slika 5: Fazni diagram Cu-Al-Ni, vertikalni prerez pri masnem deležu Ni 3 %; narisano po [20]

macijo. Pri vsebnostih aluminija nad 11 % faza β med ohlajanjem pred martenzitsko transformacijo dobi urejeno strukturo – se transformira v urejeno metastabilno fazo β_1 s supermrežo tipa DO_3 . V tem primeru ima urejeno strukturo tudi martenziti, ki iz nje nastane. Pri koncentracijah Al med 11 % in 13 % nastaja pretežno martenziti β_1' , ki ima monoklinsko strukturo $18R_1$. Pri koncentracijah aluminija višjih od 13 % prevladuje martenziti γ_1' z ortorombično strukturo tipa $2H$. Če je element med transformacijo obremenjen z mehansko napetostjo, pa lahko nastajajo tudi druge vrste martenzita [10].

Z izbiro kemične sestave, zlasti vsebnosti aluminija, lahko vplivamo na temperature martenzitske transformacije, ki se z naraščajočim masnim deležem aluminija hitro linearno znižujejo. Tako ima npr. zlitina s 4 % Ni in 13,6 % Al temperaturi $A_f \cong 60^\circ\text{C}$ in $M_f \cong 20^\circ\text{C}$, pri 14 % Al pa $A_f \cong 10^\circ\text{C}$ in $M_f \cong -30^\circ\text{C}$ [1, str. 129]. Razen tega se z naraščajočo vsebnostjo aluminija povečujeta nagnjenost k izločanju nizko-temperaturne faze γ_2 in krhkost zlitine. Z naraščajočo vsebnostjo niklja narašča krhkost zlitine, obenem pa se eutektoidna točka pomika k višjim temperaturam in večjim koncentracijam aluminija. Zato je za doseganje maksimalnih reverzibilnih deformacij optimalna kemična sestava spominskih zlitin Cu-Al-Ni pri masnem deležu od 3 % do 4,5 % Ni in približno 14 % Al [8, str. 98].

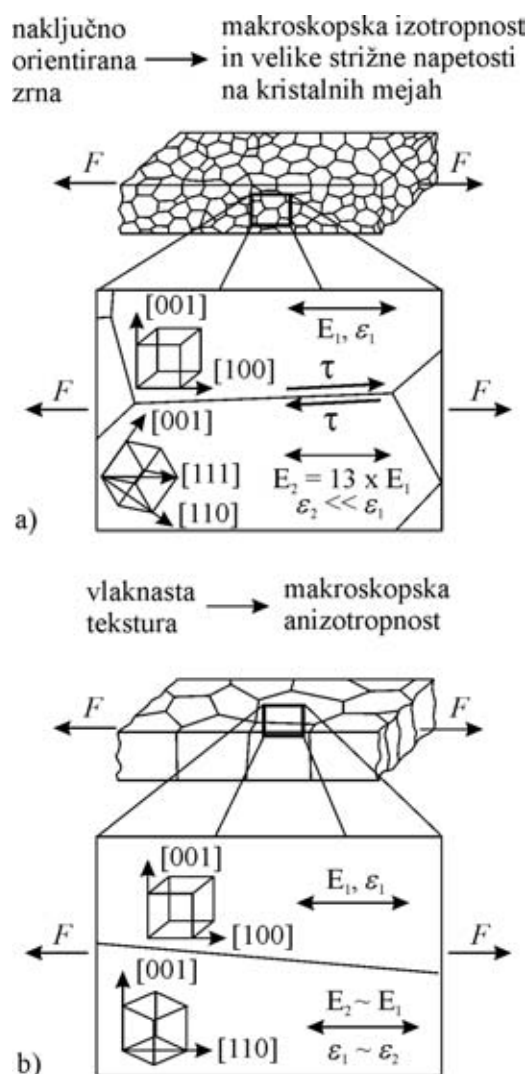
Prvi pogoj za zagotavljanje spominskih lastnosti je martenzitska transformacija. Čeprav nikelj zavira difuzijo, je potrebno podhladitev avstenita v večini primerov mogoče doseči šele s toplotno obdelavo, sestavljeno iz žarjenja v temperaturnem območju stabilnosti faze β_1 (navadno pri temperaturah okrog 800°C) in gašenja v vodi. To toplotno obdelavo navadno imenujemo betatizacija in beta-gašenje.

Monokristali Cu-Al-Ni imajo veliko boljše funkcionalne lastnosti od polikristalnih zlitin. Tako je npr. pri monokristalih mogoča izjemno velika superelastična (SE) deformacija: najprej napetostno inducirana transformacija avstenita β_1 v martenziti β_1' omogoči deformacijo do okoli 8 % pri skoraj konstantni napetosti manjši od 400 MPa, s povečanjem napetosti, ki povzroči spremembo strukture martenzita iz β_1' v α_1' , pa je mogoče SE-deformacijo povečati do približno 18 % [4, str. 34 in 35]. Po drugi strani pa je pri polikristalnih zlitinah reverzibilna deformacija pri SME le do okoli 4 %, pri TWSME pa še manj, kar je tudi ena od najpomembnejših slabosti polikristalnih zlitin. Tako majhne reverzibilne deformacije pri spominskem efektu so posledica interkristalnega loma že pri nizkih povprečnih napetostih.

Vzroki so predvsem velika elastična anizotropnost (modul E je v smereh $\langle 111 \rangle$ kar 13-krat večji kot v smereh $\langle 001 \rangle$ [11, str. 64]) in posledično velika

odvisnost transformacijske deformacije od orientacije kristalov, velika kristalna zrna in segregacije na mejah zrn. Prvi trije vzroki povzročajo velike koncentracije napetosti na kristalnih mejah, četrti pa oslabi meje same [1, str. 134].

Navadni postopek izdelave polizdelkov manjšega prereza iz zlitin Cu-Al-Ni je ulivanje v kokile in vroče iztiskovanje. Tako ni mogoče preprečiti niti naključne orientacije kristalnih zrn niti grobe zrnatosti. Hladno preoblikovanje in rekristalizacija nista mogoči, saj nastane interkristalni lom že v območju psevdoplastične deformacije, še preden se začne prava plastična deformacija.



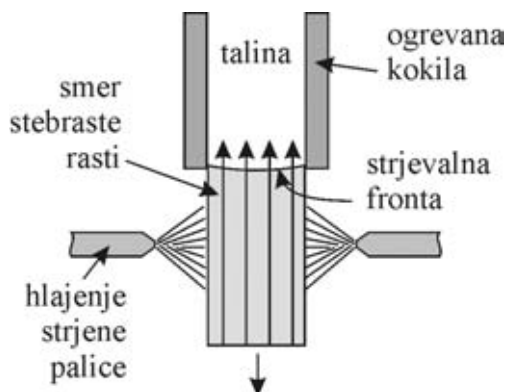
Slika 6: Mikrostrukture hitro strjenih trakov: a) večplastna mikrostruktura z naključno orientiranimi kristalnimi zrni. Sosednja zrna lahko imajo v smeri delovanja sile močno različne mehanske lastnosti, kar povzroči velike strižne napetosti na mejah in interkristalni lom že pri majhnih obremenitvah in deformacijah. b) Enoplastni trakovi z usmerjenimi stebastimi kristalnimi zrni imajo trakasto teksturo. Mehanske lastnosti sosednjih zrn v smeri delovanja sile so zelo podobne, zato so strižne napetosti na mejah manjše in trakovi prenesejo večje obremenitve in deformacije; narisano po [15].

Trdnost kristalnih mej se poveča, če na mejah preprečimo segregacijo plinov, predvsem kisika in drugih elementov. Segregacijo plinov najlaže preprečimo z litjem v vakuumu in s toplotnimi obdelavami v vakuumu ali zaščitni atmosferi, segregacijo drugih nečistoč pa omejimo z uporabo čistih komponent.

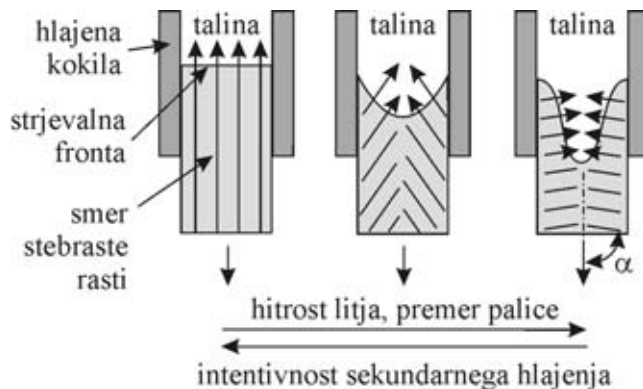
Napetosti na kristalnih mejah, ki jih povzroči deformacija, zmanjšamo, če zagotovimo, da bodo imela sosednja kristalna zrna v smeri deformacije približno enake module elastičnosti. Ker je modul elastičnosti pri zlitinah Cu-Al-Ni izjemno močno odvisen od smeri v kristalni mreži, je to mogoče doseči le z usmerjenim strjevanjem, ki zagotovi vlaknasto teksturo.

S postopki hitrega strjevanja, kakršen je npr. litje na vrteče kolo (*melt spinning*), lahko, če so uliti trakovi dovolj tanki, dosežemo enoplastno stebrasto mikrostrukturo z vlaknasto teksturo [12, str. 250], ki jo [13] imenujemo Eucken-Hirscheva tekstura. Kristalna zrna imajo v smeri vzdolžne osi trakov kristalografske smeri [100] ali [110] [13, 12, str. 256], **slika 6**. Čeprav se tudi trakovi z enoplastno stebrasto strukturo in Eucken-Hirschevo teksturo pri nateznem preizkusu trgajo že v območju psevdoplastične deformacije martenzita [12], je velikost reverzibilne deformacije trakov Cu-14Al-4Ni pri SME do 6,5 % [14]. O hitrem strjevanju govorimo, kadar je hitrost ohlajanja med strjevanjem najmanj 10^3 K/s. Že zaradi tega je debelina trakov močno omejena. Zahteva po enoplastni stebrasti strukturi še dodatno omeji dosegljivo debelino na največ nekaj deset mikrometrov [15].

Usmerjeno rast kristalnih zrn v vzdolžni smeri palice so pri zlitini Cu-Al-Ni dosegli le z Ohnovim postopkom kontinuirnega litja žice premera 2 mm [16]. Ohnov postopek dopušča le majhne hitrosti litja, saj poteka strjevanje na izstopu iz ogrevane kokile, ki ima temperaturo višjo od tališča zlitine (**slika 7**). Kadar želimo doseči vzporedno rast kristalnih zrn, je poleg hitrosti litja močno omejen tudi premer palice. Če je prevelik, je namreč nemogoče doseči po celem prerezu dovolj enakomerno odvajanje toplote v



Slika 7: Ohnov postopek kontinuirnega litja



Slika 8: Vpliv hitrosti kontinuirnega litja, intenzivnosti sekundarnega hlajenja in premera palice na obliko strjevalne fronte in na smer rasti stebrastih kristalnih zrn

vzdolžni smeri palice ne glede na hitrost litja in ne glede na intenzivnost sekundarnega hlajenja. Enako velja tudi za druge postopke kontinuirnega litja, kjer poteka strjevanje v hlajeni kokili. Tako naraščajoča hitrost litja kakor tudi premer palice povečujeta delež toplote, ki se s področja strjevanja odvaja v radialni smeri, zato dobi strjevalna fronta lijakasto obliko, stebrasta kristalna zrna pa so vse bolj radialno usmerjena, **slika 8**.

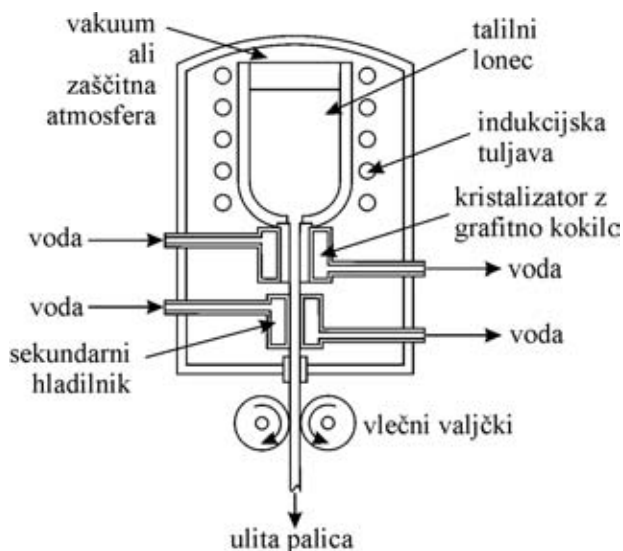
Če med ohlajanjem nastane izločanje stabilnih nizkotemperaturnih faz, postanejo zlitine Cu-Al-Ni izjemno krhke. Relativno majhna toplotna prevodnost, med $30 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ in $75 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [17], ki ne dosega niti polovice toplotne prevodnosti bakra, pa otežuje preprečevanje izločanja stabilnih nizkotemperaturnih faz ter doseganje aksialno usmerjene rasti zrn. Morda je prav to razlog, da v literaturi nismo našli poročil o kontinuirnem litju spominskih zlitin Cu-Al-Ni. Izjema so le prispevki o litju tankih trakov s postopki, temelječimi na hitrem strjevanju, in en sam prispevek o litju po Ohnovem postopku [16]. To pa je, kljub pričakovanim težavam, presenetljivo, saj bi kontinuirno litje lahko precej poenostavilo proizvodnjo paličastih polizdelkov in ob ustrezni mikrostrukturi omogočilo tudi izboljšanje njihovih funkcionalnih lastnosti.

2 POIZKUSI

2.1 Naprava za kontinuirno litje

Eksperimentalno litje spominske zlitine Cu-Al-Ni je bilo izvedeno z napravo za vertikalno kontinuirno litje (Technica Guss, danes SMS Meer, Demag Technica), ki je priključena na vakuumsko srednjefrekvenčno (4 kHz, 60 kW) indukcijsko peč (Leybold Hereaus, danes ALD). Obe napravi se nahajata v Laboratoriju za materiale na Fakulteti za strojništvo Univerze v Mariboru.

Vakuumska talilna peč in laboratorijska naprava za kontinuirno litje sta konstruirani tako, da je mogoče



Slika 9: Eksperimentalna naprava za vertikalno kontinuirno litje z vakuumsko indukcijsko talilno pečjo

talilno peč uporabljati samostojno ali pa z napravo za kontinuirno litje. Naprava za kontinuirno litje se namesti pod peč namesto dna vakuumske komore peči. Kontinuirno litje poteka neposredno iz talilnega lonca. Volumen talilnega lonca je okrog 3 L, pri čemer je minimalni potrební volumen vložka le okoli 1,5 L. Zato je naprava izredno primerna za eksperimentalno kontinuirno litje, za pilotske serije in za drage zlitine.

Najvišja temperatura taline je 2000 °C. Brez naprave za kontinuirno litje je v peči mogoče doseči vakuum do 10^{-2} mbar, če je priključena naprava za kontinuirno litje, je mogoče vzdrževati vakuum do $5 \cdot 10^{-1}$ mbar. Celoten proces, od začetka taljenja do popolne strditve kontinuirno lite palice, je mogoče izvesti v vakuumu ali zaščitni atmosferi. Palice okroglega prereza lahko imajo premer do $d_{\max} = 30$ mm, ploščate palice pa prereze do 10 mm × 100 mm. Kokila je bakrena ali grafitna. V obeh primerih lahko ima še dodatni keramični vložek (npr. iz BN). Z izbiro keramike in dimenzij dodatnega vložka je mogoče vplivati na toplotno prevodnost in tribološke lastnosti kokile.

Naprava omogoča različne načine vlečenja: ciklično, s povratnim sunkom ali brez, brez postankov, z enim ali z dvema postankoma, kontinuirno vlečenje s

konstantno hitrostjo in kontinuirno vlečenje s ciklično spreminjajočo se hitrostjo. Krivuljo hitrosti vleka v odvisnosti od časa je mogoče programirati. Shematično je naprava prikazana na **sliki 9**.

2.2 Izbira kemične sestave zlitine

Za prvi poizkus kontinuirnega litja zlitin Cu-Al-Ni smo izbrali zlitino z masnim deležem Al 13 % in Ni 4 %. Ker ni bilo na voljo podatkov o livnosti tovrstnih zlitin z izbranim postopkom, smo izbrali kemično sestavo, ki naj bi na osnovi faznega diagrama in naših izkušenj z zlitinami Cu-Al-Ni [15] zagotavljala največjo verjetnost uspešnega litja. Vsebnost 13 % Al pomeni skoraj natančno eutektoidno sestavo, s tem pa se izognemo nevarnosti predevtektoidnega izločanja stabilnih nizkotemperaturnih faz, kar pomeni, da je mogoče doseči vsaj pretežno martenzitno mikrostrukturo z manjšimi hitrostmi ohlajanja kakor pri drugačnih vsebnostih aluminija. Tudi relativno visoka vsebnost niklja je bila izbrana z istim namenom. Cilj je bil že v litem stanju doseči martenzitno strukturo in s tem povečati varnost proti pretrganju ulitka, saj je martenzit veliko manj krhek kot stabilne nizkotemperaturne faze.

Zlitina je bila izdelana iz industrijsko čistih kovin s pretaljevanjem v vakuumu ter odlita v kokilo. Kokilni ulitek je bil očiščen in uporabljen kot vložek za kontinuirno litje.

2.3 Izbira kokile, premera palice in parametrov litja

Da bi povečali verjetnost uspešnega začetka litja, smo izbrali grafitno kokilo in grafitni sekundarni hladilnik. Po naših izkušnjah so namreč grafitne kokile bolj »tolerantne«, če izbrani parametri niso optimalni. Z istim namenom sta bila izbrana tudi majhna začetna hitrost litja in relativno velik (za našo napravo) premer palice. Temperatura taline je bila izbrana na osnovi likvidusne temperature zlitine, predhodno ugotovljene z DSC-analizo. Med eksperimentom smo postopno povečevali dolžino livnega koraka in skrajševali čas mirovanja med koraki. Uporabljene kombinacije livnih parametrov so podane v **tabeli 1**.

Tabela 1: Parametri litja

Parametri	P1	P2	P3	P4	P5
Temperatura litja / °C	1230	1230	1230	1230	1230
Premer palice / mm	16	16	16	16	16
Livni korak / mm	2	3	4	5	5
Postanek 1 / s	0,3	0,3	0,2	0,2	0,1
Povratni sunek / mm	0	0	0	0	0
Postanek 2 / s	0	0	0	0	0
Povprečna hitrost litja / (mm/min)	255	335	470	510	625
Pretok hladilne vode / (L/min)	20	20	20	20	20

2.4 Preiskave ulitih palic

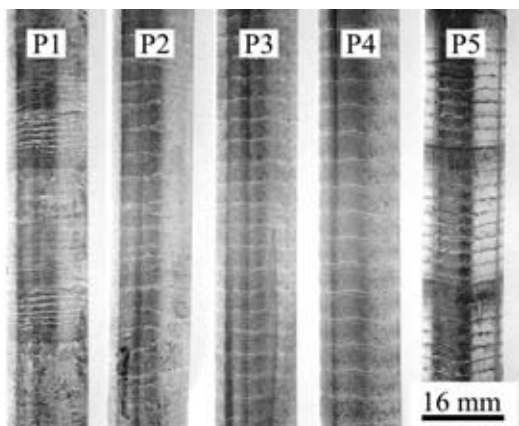
Površine ulitih palic so bile najprej pregledane makroskopsko. Nato so bili odvzeti vzorci za pripravo metalografskih obrusov vzdolžnih in prečnih prerezov palic. Metalografske preiskave so obsegale makrofotografiranje celih obrusov in preiskave s svetlobnim mikroskopom.

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

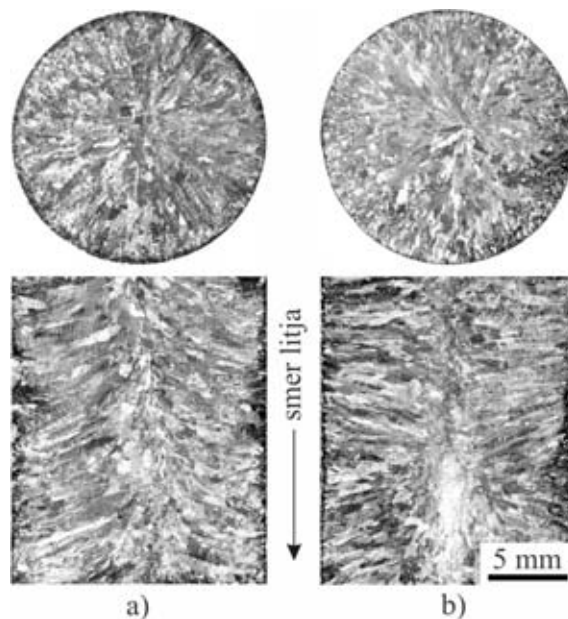
Izrazito najbolj kritična točka kontinuirnega litja, ne samo pri eksperimentalnem litju, temveč tudi v industrijski praksi, je njegov začetek. Najpogostejši težavi sta, da slepe palice sploh ni mogoče premakniti ali pa se ulita palica po nekaj korakih pretrga. Eksperimentalno kontinuirno litje je uspešno, če je dolžina ulite palice nekaj metrov [18]. Pri startu se je slepa palica premaknila mehko, brez sunka, in litje je do konca, dokler ni zmanjkalo taline, potekalo brez težav. S tega stališča je bil eksperiment uspešen.

Palice, ulite pri različnih parametrih litja, so prikazane na **sliki 10**. Površina palice je bila pri začetnih parametrih (P1) neenakomerna. Čeprav je bila za začetek poizkusa izbrana dokaj majhna hitrost litja z namenom, da se med posameznimi potegi izoblikuje dovolj debela strjena plast, da bo zanesljivo preprečila trganje palice, je videti, kot da se nekatera znamenja združitve nadaljujejo v razpoke. S povečevanjem hitrosti litja je postajala površina palic do parametrov P4 vse bolj gladka in enakomerna, kar je pomembno za nadaljnjo predelavo palic. Nadaljnje povečanje hitrosti litja (parametri P5) je povzročilo ponovno poslabšanje kakovosti površine. Znamenja združitve so spet postala globlja, razdalje med njimi pa neenakomerne.

Makrofotografije obrusov (**slika 11**) prikazujejo zgradbo, značilno za kontinuirno lite palice podobnih premerov. Ob površini palice je plast drobnih, enakoosnih zrn, sledijo dolga, proti jedru prereza usmerjena



Slika 10: Površine kontinuirno litih palic Cu-13Al-4Ni

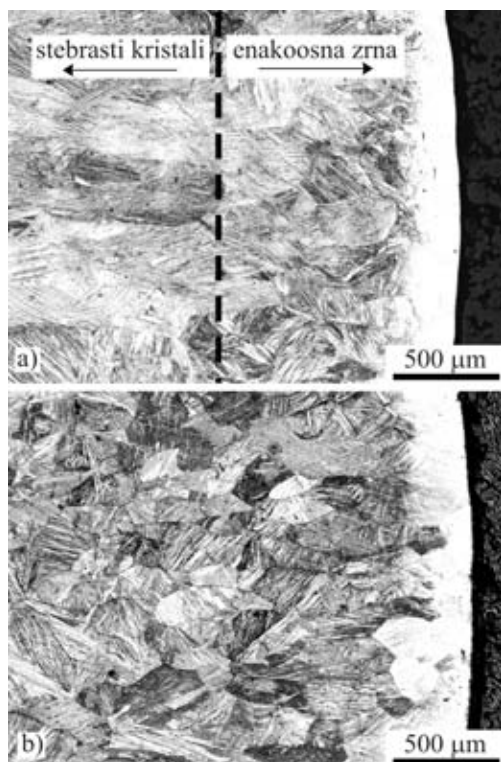


Slika 11: Prečni in vzdolžni prerez palic, makrofotografije: a) palica, ulita z livnimi parametri P1; b) palica, ulita z livnimi parametri P5.

stebrasta zrna in v jedru prereza ponovno enakoosna zrna. Vpliv hitrosti litja je na makroposnetkih najbolj opazen pri stebrastih kristalnih zrnih: z naraščajočo hitrostjo litja postajajo vse bolj ozka, spreminja pa se tudi njihova orientacija.

Pri najmanjši povprečni hitrosti litja (parametri P1) oklepajo stebrasta zrna z vzdolžno osjo palice kot $\alpha \approx 60^\circ$, z naraščanjem hitrosti litja, pri parametrih P2 do P4, se kot α večja. Medtem ko je pri parametrih P1 do P4 kot α v posamezni palici skoraj konstanten (**slika 11a**, vzdolžni prerez), se v palici P5 v livnem koraku močno spreminja. Povprečna velikost je okoli 90° (**11b**, vzdolžni prerez). Dokaj velik kot med vzdolžno osjo palice in stebrastimi kristali je že pri majhni hitrosti litja (P1) posledica sekundarnega hladilnika, po konstrukciji podobnega kristalizatorju. Ker ni neposrednega stika palice s hladilnim sredstvom, odvaja relativno malo toplote. Posledično je temperaturni gradient vzdolž palice majhen in večina toplote se s področja kristalizacije odvede skozi stene kokile.

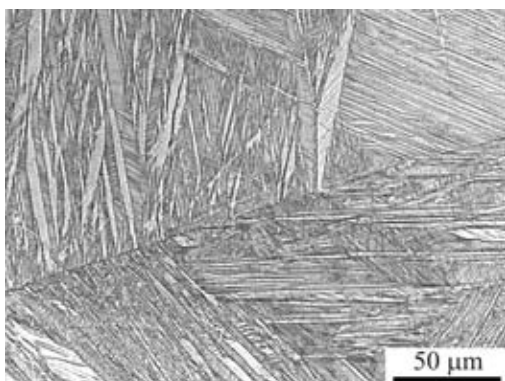
Preiskave pri nekoliko večjih povečavah s svetlobnim mikroskopom skladno s pričakovanji potrjujejo, da se z naraščajočo povprečno hitrostjo litja velikost enakoosnih kristalnih zrn zmanjšuje, debelina plasti enakoosnih zrn ob površini palic pa narašča. S **slike 12a** je razvidno, da se je pri parametrih P1 začela usmerjena stebrasta rast že na globini okoli 1 mm, medtem ko so pri parametrih P5 v globini okoli 2,5 mm, do katere segata sliki, še vedno le enakoosna zrna, **slika 12b**. Tudi pri najmanjši povprečni hitrosti litja je hitrost ohlajanja zadoščala za martenzitno



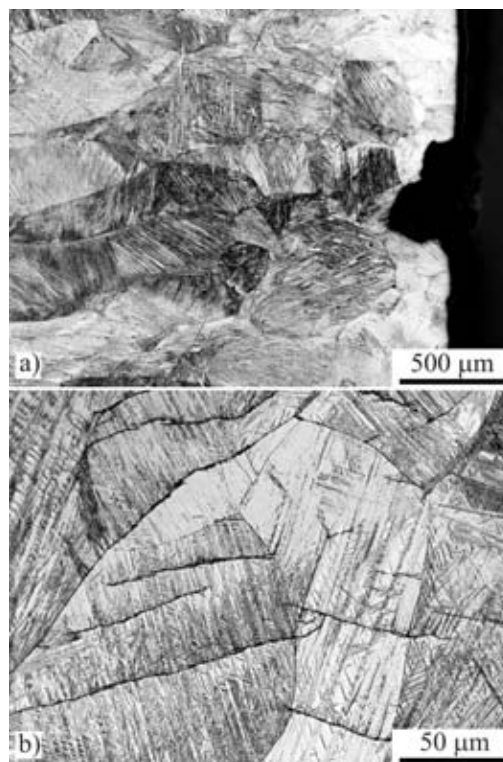
Slika 12: a) Usmerjena rast stebrastih kristalnih zrn se je pri livnih parametrih P1 začela na globini okrog 1 mm; prečni prerez, fotografirano pri 50-kratni povečavi. b) Pri livnih parametrih P5 je plast enakoosnih, naključno orientiranih zrn debelejša od 2,5 mm; prečni prerez, fotografirano pri 50-kratni povečavi.

transformacijo tudi v jedru prereza, **slika 13**. To dokazuje, da imajo vse palice, tudi tiste, ulite z najmanjšo hitrostjo litja, že v litem stanju sposobnost oblikovnega spomina.

Opazovanje vzdolžnih prereзов je pokazalo, da so palice P1, ki so ulite z najmanjšo hitrostjo litja, praktično brez razpok. Čeprav se je pri makroskopskem pregledu palice P1 zdelo, da se mnoga znamenja združitve nadaljujejo v razpoke, preiskave z mikroskopom tega niso potrdile. Večina znamenj združitve, tudi globokih, in površinske poškodbe se praviloma ne



Slika 13: Martenzitna mikrostruktura v jedru prereza palice, ulite s parametri P1; prečni prerez, fotografirano pri 500-kratni povečavi.



Slika 14: a) V palicah, ulitih z livnimi parametri P1, se niti globoka znamenja združitve praviloma ne nadaljujejo v razpoke; vzdolžni prerez, fotografirano pri 50-kratni povečavi; b) razpoke v jedru prereza palice, ulite s parametri P4; vzdolžni prerez, fotografirano pri 500-kratni povečavi.

nadaljujejo v razpoko, **slika 14a**. Z večanjem hitrosti litja sta se povečala tako število razpok kakor njihova dolžina.

Pri parametrih P4 posamezne razpoke že segajo do jedra prereza, **slika 14b**. Menimo pa, da pogostosti in dolžine razpok ne smemo neposredno povezati s povprečno hitrostjo litja. Pomemben vpliv ima namreč način, kako je bilo povečanje hitrosti doseženo: v našem primeru ne samo z daljšanjem koraka, temveč tudi s krajšanjem časa mirovanja med livnimi koraki. Prav zadnje pa ob konstantnih parametrih delovanja hladilnih sistemov prej ali slej povzroči, da med mirovanjem ne more več zrasti dovolj debela in trdna skorja, da bi prenesla poteg brez poškodb.

4 SKLEP

Izvedeno je bilo eksperimentalno kontinuirno litje zlitine Cu-13Al-4Ni. Uporabljena je bila grafitna koka premera 16 mm, vstavljena v bakren vodni hladilnik. Variabilni parametri so bili: dolžina livnega koraka (od 2 mm do 5 mm), čas mirovanja med livnimi koraki (od 0,3 s do 0,1 s) in povprečna hitrost litja, ki smo jo z daljšanjem koraka litja in s skrajševanjem časa mirovanja postopno povečevali v območju med 255 mm/min in 625 mm/min.

Velikosti, oblike in usmerjenost kristalnih zrn v ulitih palicah so značilne za kontinuirno lite palice podobnih premerov. S svetlobnim mikroskopom je mikrostruktura videti popolnoma martenzitna tudi pri palici, uliti z najmanjšo hitrostjo. Preiskave vzdolžnih prerezov palic nakazujejo povezavo pogostosti in globine razpok s hitrostjo litja. Menimo pa, vzrok za povečevanje pogostosti ni povečevanje hitrosti litja samo po sebi, temveč način povečevanja hitrosti – skrajševanje časa mirovanja med koraki, zaradi česar strjujoča se zlitina med posameznimi potegi ni več dosegla zadostne trdnosti.

Ekspiriment lahko ocenjujemo kot uspešen, saj smo brez zastojev odlili vso razpoložljivo talino, palica nima lunckerjev ali poroznosti, pri vseh kombinacijah livnih parametrov smo dosegli martenzitno strukturo, pri srednjih hitrostih litja pa je tudi površina gladka in enakomerna.

Seveda pa ne moremo biti povsem zadovoljni, ker glede na prisotnost razpok, orientacijo transkristalov in prisotnost velikega deleža enakoosnih kristalnih zrn (ker so le-ta naključno orientirana) ne moremo pričakovati optimalnih mehanskih in funkcionalnih lastnosti palic. Prav tako svetlobna mikroskopija ne zadošča, da bi lahko popolnoma izključili prisotnost ravnatežnih nizekotemperaturnih faz, ki, če so prisotne, dodatno poslabšajo tako mehanske kakor tudi funkcionalne lastnosti.

Toda kljub temu so rezultati spodbudni, saj so bili doseženi s parametri, ki so bili izbrani predvsem z namenom poizkus najprej zanesljivo začeti, nato pa izpeljati do konca. Zato verjamemo, da bo z nadaljnjimi raziskavami mogoče doseči še znaten napredek.

5 LITERATURA

- [1] S. Myazaki, Developmant and characterisation of shape memory alloys. V: M. Freemond, S. Myazaki (urednika), Shape Memory Alloys, CISM courses and lectures No. 351, International centre for mechanical sciences, Springer-Verlag, Wien, New York, 1996
- [2] K. Uchino, Shape memory ceramics. V: K. Otsuka, C.M. Wayman (urednika), Shape memory materials, Cambridge university press, Cambridge, 1998
- [3] T. Maki, Ferrous shape memory alloys. V: K. Otsuka, C. M. Wayman (urednika), Shape memory materials, Cambridge university press, Cambridge, 1998
- [4] K. Otsuka, C. M. Wayman, Mechanism of shape memory effect and superelasticity. V: K. Otsuka, C. M. Wayman (urednika), Shape memory materials, Cambridge university press, Cambridge, 1998
- [5] W. Huang, *Materials and Design*, 23 (2002), 11–19
- [6] H. Sherrgell, A. C. Kneissl, *Acta Materialia*, 50 (2002), 327–341
- [7] M. Čolić, R. Rudolf, D. Stamenković, I. Anžel, D. Vučević, M. Jenko, V. Lazić, G. Lojen, *Acta biomaterialia*, 6 (2010) 1, 308–317
- [8] T. Tadaki, Cu-based shape memory alloys. V: K. Otsuka, C. M. Wayman (urednika), Shape memory materials, Cambridge university press, Cambridge, 1998
- [9] R. E. Smallman, Modern Physical Metallurgy, 3. Edition, Butterworths & Co., London, Boston 1980
- [10] K. Otsuka, H. Sakamoto, K. Shimizu, *Acta Metallurgica*, 27 (1979), 585; Povzeto po [1]
- [11] P. Donner, Die Herstellung von Bändern und Drähten aus Legierungen mit Formgedächtnis, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 259, VDI Verlag, 1992
- [12] S. Eucken, Pogress in Shape Memory alloys, DGM Informationsgesellschaft mbH, 1992
- [13] K. Bhattacharya, R. V. Kohn, *Acta Materialia*, 44 (1996) 2, 529–542
- [14] S. Eucken, J. Hirsch, *Mat. Sci. Forum*, 56–58 (1990), 487; Povzeto po [13]
- [15] G. Lojen, I. Anžel, A. C. Kneissl, E. Unterweger, B. Kosec, M. Bizjak, *Journal of Materials Processing Technology*, 162/163 (2005), 220–229
- [16] G. Motoyasu, M. Kaneko, H. Soda, A. Mclean, *Metallurgical and materials transactions A*, 32a (2001), 585–593
- [17] J. Van Humbeck, R. Stalmans: Characteristics of shape memory alloys. V: K. Otsuka, C. M. Wayman (urednika), Shape memory materials, Cambridge university press, Cambridge, 1998
- [18] F. Zupanič, G. Lojen, M. Brunčko, N. Rozman, I. Anžel, *Livarski vestnik*, 55 (2008) 3, 141–153
- [19] G. Lojen, A. C. Kneissl, I. Anžel, *IRT 3000*, 2 (2007) 12, 81–86.
- [20] D. P. Dunne, N. F. Kennon, *Metals Forum*, 4 (1981) 3, 176–183, povzeto po [8, slika 4.2, str. 99]

FOTOBIOLOŠKA VARNOST NEKATERIH VIROV NEKOHERENTNIH UMETNIH OPTIČNIH SEVANJ

Marta Klanjšek Gunde¹, Mojca Friškovec², Andrijana Sever Škapin³, Janez Bernard³

ZNANSTVENI ČLANEK

¹Kemijski inštitut, Hajdrihova 19, 1001 Ljubljana

²Cetis, d. d., Čopova 24, 3000 Celje

³Zavod za Gradbeništvo Slovenije, Dimičeva 12, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Analizirali smo fotobiološko varnost treh virov nekoherentnih optičnih sevanj glede na določila Uredbe o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti umetnim optičnim sevanjem. Izbrali smo tri vire sevanj, ki jih uporabljamo pri raziskovalnem delu: laboratorijski UV-sušilnik, vir sevanja UV-A in ksenonsko svetilko. Na mestih, kjer se pri delu lahko zadržuje oseba, smo izmerili spektralno obsevanost in izračunali stopnjo tveganja za škodljive učinke ultravijoličnega sevanja in vidne svetlobe na oči in kožo. Preverili smo tudi učinkovitost zaščitnih očal, oblačil in rokavic za zaščito pred škodljivimi učinki prekomernega sevanja. Škodljivi učinki modre svetlobe so zanemarljivi za vse analizirane sevalne vire že brez kakršne koli zaščite, medtem ko je oseba z nezavarovano kožo in očmi lahko med delom izpostavljena UV-sevanju le od manj kot pol minute do nekaj minut, odvisno od vrste sevalnega vira in njegove uporabe. Škodljive učinke UV-sevanja pa močno zmanjšamo z zaščitno obleko, rokavicami in očali. Najslabšo zaščito daje tekstil, boljše pa zaščitne rokavice in očala.

Ključne besede: fotobiološka varnost, ultravijolično sevanje, škodljivi učinki modre svetlobe, zaščita pred sevanjem

Photobiological safety of some non-coherent artificial optical radiation sources

ABSTRACT

Photobiological safety of three non-coherent optical radiation sources was analysed according to the new Regulation on the protection of workers from risks related to exposure to artificial optical radiation sources. Three sources were analysed, laboratory UV-curing equipment, UV-A radiation source and xenon lamp. Spectral irradiances were measured on positions where a person is likely to be present when working with particular equipment. Exposure levels for skin and eyes were calculated for ultraviolet and visible radiation. The protection ability of the lab coat textile, protective goggles and gloves were analysed. The blue light hazard was found to be negligible for all three radiation sources without any protection. However, a person with unprotected skin and eyes is allowed to be exposed to ultraviolet radiation for up to some minutes, depending on radiation source and its application. Hazardous effects of ultraviolet radiation are greatly diminished by protective cloth, gloves and goggles. Rather poor protection is achieved by textile and better by gloves and goggles.

Keywords: photobiological safety, ultraviolet radiation, blue-light hazard, radiation protection

1 UVOD

Umetna optična sevanja se pogosto uporabljajo v najrazličnejših postopkih sodobnih tehnologij, med katerimi so najpomembnejši varjenje, različni laserji, fotolitografski in fotokopirni postopki, sterilizacija, sušenje, utrjevanje polimerov in podobno. Neokoherentni viri optičnih sevanj so se v tehnoloških postopkih začeli pogosteje uporabljati šele v zadnjem

času. Splošno so znani le škodljivi učinki ultravijoličnega (UV) sevanja in svetlobe varilnih aparatov, medtem ko se pri uporabi drugih virov nekoherentnih optičnih sevanj do sedaj praviloma ni obravnavalo mogočih škodljivih učinkov.

Skladno z evropsko zakonodajo [1] je v letu 2010 stopila v veljavo *Uredba o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti umetnim optičnim sevanjem* [2]. *Uredba* določa mejne vrednosti izpostavljenosti umetnim optičnim sevanjem, obveznosti delodajalca in kazenske določbe. Navedena zakonodaja temelji na izsledkih številnih interdisciplinarnih raziskav s področja fotobiologije, fotofizike, fotokemije in biofizike, ki obravnavajo učinke optičnih sevanj na človeško kožo in oči. Zbiranje in urejanje eksperimentalnih podatkov o učinkih nekoherentnih optičnih sevanj je opravila CIE (*Commission Internationale de l'Eclairage*), mednarodna neprofitna strokovna organizacija, ki se ukvarja z različnimi vidiki svetlobe in razsvetljave, z barvami in barvnimi prostori, s slikovnimi tehnologijami ter z biološkimi vplivi nevidne svetlobe [3].

Razloge za uvedbo novega akta na področju varovanja zdravja in najpomembnejša določila *Uredbe* za nekoherentna optična sevanja obravnava predhodni članek [4]. V tem članku pa analiziramo, kaj določila te *Uredbe* pomenijo v praksi. Izbrali smo nekaj virov UV-sevanja, ki jih uporabljamo pri vsakdanjem delu v laboratoriju. Izmerili smo izdatnost njihovega sevanja na tistih mestih, kjer se lahko nahaja operater, in izračunali mejne čase dnevne izpostavljenosti za to sevanje skladno z *Uredbo*. Preverili smo tudi učinkovitost nekaterih zaščitnih ukrepov za zmanjšanje izpostavljenosti škodljivim učinkom sevanja. Študija je osnova za pridobivanje strokovnega znanja za zaščito pred škodljivimi učinki optičnih sevanj, kot jih določa *Uredba*.

2 VIRI NEKOHERENTNIH OPTIČNIH SEVANJ

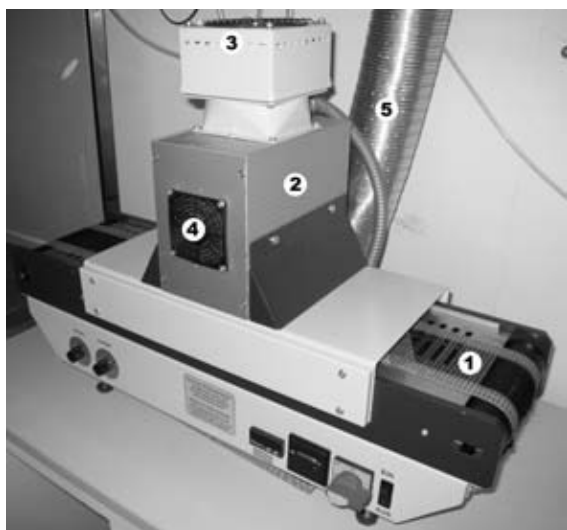
Določila *Uredbe* smo preverili za vire sevanj, ki jih uporabljamo pri vsakdanjem delu v laboratoriju: (a) srednjetačno živosrebrovo, (b) visokotlačno živosrebrovo in (c) ksenonovo svetilko. V vseh teh virih nastane primarno sevanje zaradi razelektritve v plinu. To sevanje daje črtast spekter pri prehodih med

značilnimi elektronskimi stanji plina v razelektritveni cevi. Svetilki (b) in (c) imata tudi zvezni spekter; zanj je odgovorna plast luminiscenčne snovi na notranji steni cevi, ki je lahko iz različnih stekel ali kremenca. Luminiscenčne snovi oddajajo širokopasovno zvezno sevanje, ki nastane zaradi vzbujanja s primarno svetlobo. Različni plini imajo različne značilne črte v spektru, različne luminiscenčne snovi pa različne zvezne spektre. Vsi obravnavani viri sevanja vsebujejo vidno in UV-sevanje.

Spektralno obsevanost (E_λ) smo merili na izbranem mestu med uporabo posameznega vira sevanja. Za merjenje smo uporabili spektrometar USB2000+ RAD (OceanOptics, ZDA). To je miniaturni prenosni spektrometar, ki meri absolutne vrednosti spektralne gostote svetlobnega toka, ki pade nanj iz katere koli smeri, torej spektralno obsevanost E_λ . Merilno območje je krog s premerom 7 mm. Detektor zajema spektralno območje 200–850 nm, optična resolucija pa je 0,3–10 nm. Spektrometar je prenosljiv in omogoča merjenje praktično na poljubnem mestu v prostoru. Zato ga lahko uporabimo za merjenje obsevanosti E_λ in s tem podatkom izračunamo vrednosti, ki jih za UV- in vidno svetlobo zahteva Uredba.

2.1 Laboratorijski UV-sušilnik

Laboratorijski sušilnik Aktiprint L (Technigraf, Nemčija) uporabljamo za polimerizacijo UV-sušičih se tiskarskih barv in drugih tankih plasti svetlobno občutljivih polimerov na poljubnih podlagah (slika 1). Vir sevanja je srednjetačna živosrebrena svetilka z močjo 120 W na vsak cm dolžne cevi. Za svetilko so parabolna polprepustna IR-zrcala, ki zberejo UV- in vidno sevanje na vzorcu. Vzorec se postavi na tekoči



Slika 1: Laboratorijski sušilnik Aktiprint L: 1 – tekoči trak, 2 – UV-enota, 3 – ventilator za hlajenje svetilke in odvajanje plinov, 4 – odprtina za dovod zraka, 5 – izpušna cev za odvajanje plinov. Spektralno obsevanost smo merili pravokotno na odprtino za dovod zraka na razdalji 12 cm.

trak širine 120 mm, kjer prečka sevanje. Količino svetlobe, ki pade na vzorec, uravnavamo s stopnjo moči svetilke (40–100 %) in s hitrostjo tekočega traku (3–35 m/min). Svetilka je zračno hlajena. Zrak se odsesava tudi iz prostora nad tekočim trakom, kar je pomembno zaradi odvajanja ozona in mogočih produktov reakcije, ki lahko nastanejo pod vplivom UV-sevanja v prostoru okoli vzorca in na njem.

Iz sušilnika se širi svetloba skozi odprtino za vstop in izstop vzorca ter pri režah mrežice, ki pokriva odprtino za dovod zraka na ohišju UV-enote in ventilatorja na vrhu. Ta svetloba kaže, da svetilka poleg UV-sevanja oddaja tudi vidno svetlobo. Pri delu z laboratorijskim UV-sušilnikom stoji delavec na ustrezni razdalji pred aparaturom. Za človeka, ki dela z aparaturom, je lahko kritična svetloba, ki se širi iz odprtine za dovod zraka na ohišju UV-enote. Zato smo izmerili spektralno obsevanost na mestu največje svetlosti pred odprtino za zrak na oddaljenosti 12 cm. Merilno območje spektrometra je bilo postavljeno vzporedno z odprtino. Meritev smo izvedli pri 80-odstotni moči svetilke. Izmerjena spektralna obsevanost je prikazana na sliki 4.

2.2 Svetilka s sevanjem UV-A

Kot vir sevanja UV-A najpogosteje uporabljamo svetilko Osram Eversun, ki seva večinoma le v spektralnem območju od 315 nm do 400 nm. Gre za visokotlačno živosrebreno svetilko, ki ima na notranji strani steklenega ohišja plast fotoluminiscenčne snovi. Svetilke Osram Eversun so namenjene zlasti rabi v solarijih, pa tudi v dermatologiji, za UV-polimerizacijo in pri raziskavah UV-fotosenzibilnih snovi. Velika prednost takih svetilk je, da med delovanjem ne segrevajo okolice in zato hlajenje ni potrebno. V našem laboratoriju tako svetilko najpogosteje uporabljamo pri raziskavah fotokatalitsko aktivnih snovi.



Slika 2: UV-A-svetilki v komori, namenjeni za raziskave fotokatalitsko aktivnih snovi; spektralno obsevanost smo merili na razdalji 20 cm od svetilke na vodoravni površini.

Uporabljamo dve svetilki z močjo 40 W, ki sta nameščeni v posebni komori (slika 2). Vzorce za analizo postavimo v komoro na primerno razdaljo (navadno 20 cm) od svetilk in jih obsevamo od 1 do 24 ur. Spektralno obsevanost smo izmerili na vodoravni površini, pravokotno na žarke svetlobe na razdalji 20 cm, in je prikazana na sliki 4.

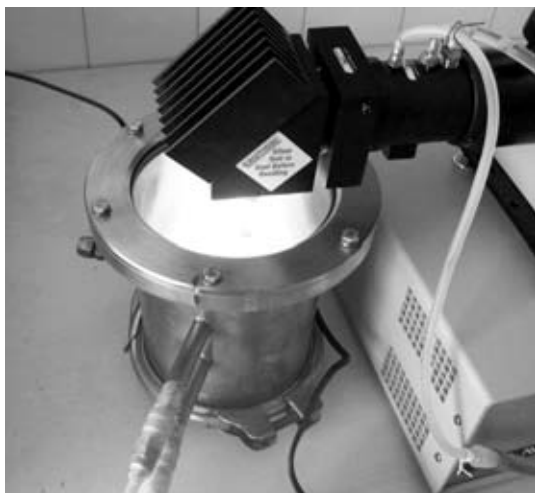
2.3 Ksenonska svetilka

Sevalni spekter ksenonske svetilke je podoben spektru sončne svetlobe, zato se navadno uporablja pri pospešenem staranju kot umetni vir sončne svetlobe. Gre za razelektrivno cev, ki je napolnjena s čistim ksenonom. Svetilko Oriol 6258, ki je nameščena v ohišju Newport 66902, uporabljamo v reaktorskem sistemu za določevanje fotokatalitske aktivnosti materialov s simulacijo sončne svetlobe na prostem (slika 3).

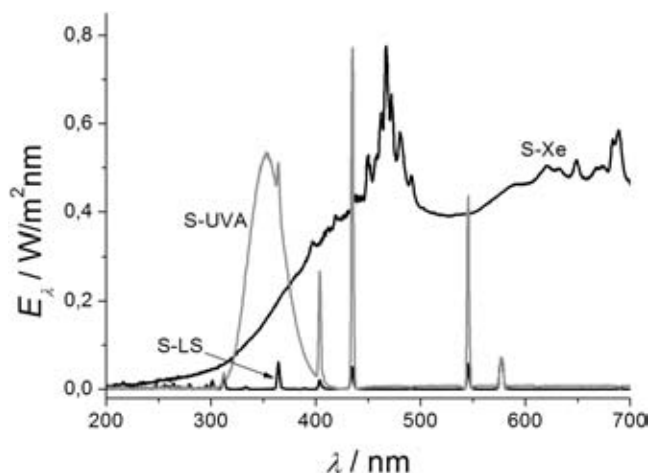
Svetilka oddaja sevanje skozi IR-filter in prek zrcala in kremenovega stekla na vzorec, ki ga postavimo v vodoravno lego v reaktor na razdalji 6 cm od konca ohišja. Spektralno obsevanost vodoravne površine pravokotno na žarke na razdalji 6 cm prikazuje slika 4.

Ksenonske svetilke pa zaradi podobnosti njenega spektra sončni svetlobi uporabljamo tudi pri pospešenem staranju materialov. V takem primeru vzorce izpostavimo sevanju svetilke za določen čas in izmerimo kritične lastnosti pred in po tem, na primer mehanske lastnosti in barvne vrednosti. Del vzorcev prekrijemo z aluminijasto folijo. S tem zagotovimo, da pokrita mesta niso izpostavljena sevanju in lahko primerjamo videz obsevanih delov z neobsevanimi.

Svetilke, ki delujejo po principu razelektritve v plinu, potrebujejo določen čas, da se stabilizira njihovo



Slika 3: Reaktorski sistem za določevanje učinkovitosti fotokatalitskih materialov pri dnevni svetlobi z uporabo ksenonske svetilke; spektralno obsevanost te svetilke smo merili na razdalji 6 cm.



Slika 4: Spektralna obsevanost analiziranih sevalnih virov: UV-svetilka v laboratorijskem sušilniku, merjeno na navpični ploskvi, ki je 12 cm oddaljena od odprtine za zrak (S-LS), UV-A-svetilka na oddaljenosti 20 cm (S-UVA) in ksenonska svetilka na oddaljenosti 6 cm (S-Xe).

vo sevanje. Ker vsako prižiganje in ugašanje skrajšuje njihovo trajnostno dobo, jih ne ugašamo, če to ni nujno potrebno. Da bi zagotovili enakomerno obsevanost vseh vzorcev, jih moramo večkrat premeščati. Ker ostane svetilka prižgana, je delavec med tem opravilom izpostavljen sevanju.

3 IZRAČUN DNEVNE IZPOSTAVLJENOSTI ZA UV-SEVANJE IN VIDNO SVETLOBO

Največjo efektivno izpostavljenost UV-sevanju (H_{eff}) smo izračunali iz:

$$H_{\text{eff}} = t \cdot \int_{180}^{400} E_{\lambda}(\lambda) \cdot S(\lambda) \cdot d\lambda \quad (1)$$

Kjer je $S(\lambda)$ funkcija tveganja za UV-sevanje (slika 5), t pa čas izpostavitve. Spektralna obsevanost E_{λ} je največja možna izpostavljenost sevanju pri delu s posameznim virom sevanja. Predpostavimo, da se E_{λ} s časom ne spreminja. Pri našem računu smo lahko upoštevali le območje 200–400 nm, saj uporabljeni merilnik ne meri pod 200 nm. Po določilih Uredbe je največja dopustna dnevna izpostavljenost 30 J/m².

Izpostavljenost sevanju UV-A izračunamo iz:

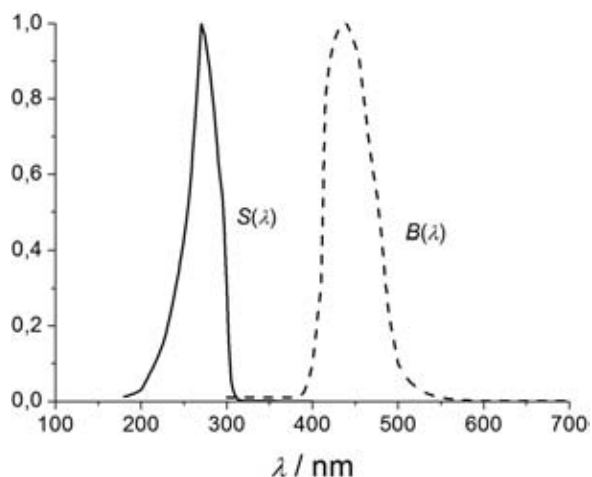
$$H_{\text{UV-A}} = t \cdot \int_{315}^{400} E_{\lambda}(\lambda) \cdot d\lambda \quad (2)$$

Največja dopustna dnevna izpostavljenost sevanju UV-A je 10⁴ J/m².

Efektivno sevnost za modro svetlobo (L_B) določimo iz:

$$L_B = \int_{300}^{700} L_{\lambda}(\lambda) \cdot B(\lambda) \cdot d\lambda, \quad L_{\lambda}(\lambda) = \frac{E_{\lambda}(\lambda)}{\Omega} \quad (3)$$

kjer je Ω prostorski kot merjenja spektralne obsevanosti, $B(\lambda)$ pa funkcija tveganja za vidno svetlobo. Za osvetlitve pri zornem kotu nad 11 mrad, ki so daljše od



Slika 5: Funkciji tveganja za UV-sevanje, $S(\lambda)$, in za vidno svetlobo, $B(\lambda)$ [1–4].

10 000 s (2,78 h), je največja dopustna efektivna sevnost $100 \text{ W}/(\text{m}^2 \text{ sr})$.

4 REZULTATI

4.1 Stopnja fotobiološke varnosti sevalnih virov brez zaščite

Z izmerjenimi spektralnimi obsevanostmi (slika 4) smo izračunali, kako dolgo bi lahko bil delavec med enim delovnim dnevom izpostavljen UV- in UV-A-sevanju teh virov ter razmerje dejanske in največje dopustne efektivne sevnosti za modro svetlobo. Pri računu smo uporabili enačbe (1)–(3) in pripadajoče največje dopustne vrednosti, ki jih določa Uredba. Rezultati so zbrani v tabeli 1.

Čas največje dopustne efektivne izpostavljenosti UV-sevanju ($t_{\max, \text{UV}}$) upošteva funkcijo tveganja za UV-sevanje $S(\lambda)$, ki je določena na območju 180–400 nm in ima največje vrednosti med 200 nm in 300 nm (slika 5). Ta funkcija podaja tveganje za poškodbe oči in kože. Glede na to tveganje je najkrajši čas zadrževanja dopuščen pri ksenonski svetilki, najdaljši pa pri UV-A-svetilki. V UV-A-spektralnem območju, kjer merimo tveganje za poškodbe globljih tkiv kože, je najkrajši čas obsevanja dopuščen za UV-A-svetilko, najdaljši pa za laboratorijski sušilnik.

Tveganje za poškodbe oči, ki jih povzročata zlasti modra svetloba, določa funkcija tveganja $B(\lambda)$. V tej funkciji ima največjo utež vidna svetloba z valovnimi dolžinami med 400 nm in 500 nm. Ker gre za tveganje fotokemijskih poškodb očesne mrežnice, je pomembna spektralna sevnost vira in ne spektralna obsevanost površine. Pri računu smo upoštevali največjo dopustno sevnost razsežnega vira (zorni kot nad 11 mrad) za daljše osvetlitve (nad 10 000 s). Rezultate smo podali kot razmerje dejanske in največje dopustne sevnosti vidne svetlobe ($L_B/L_{B, \max}$). Največje razmerje daje ksenonska svetilka, manjše laboratorijski sušilnik in zelo majhno UV-A-svetilka.

Rezultate analiziranih sevalnih virov, ki so zbrani v tabeli 1, lahko pričakujemo že na podlagi primerjave spektrov obsevanosti na sliki 4 ob upoštevanju funkcij tveganja $S(\lambda)$ in $B(\lambda)$. Hitro pa ugotovimo, da tveganja niso linearno odvisna od spektralne obsevanosti. Najstrožje omejitve so glede poškodb kože in oči s svetlobo v UV-področju, tveganje za poškodbe očesne mrežnice zaradi učinkov modre svetlobe pa je razmeroma majhno.

Tabela 1: Čas največje dopustne efektivne izpostavljenosti UV-sevanju ($t_{\max, \text{UV}}$), čas največje izpostavljenosti UV-A-sevanju ($t_{\max, \text{UV-A}}$) in delež največje dovoljene efektivne sevnosti za modro svetlobo ($L_B/L_{B, \max}$). Vsi rezultati veljajo za čas enega delovnega dneva (8 h) pri izpostavljenosti sevanju laboratorijskega UV-sušilnika (S-LS), UV-A-vira (S-UVA) in ksenonske svetilke (S-Xe).

vir sevanja	$t_{\max, \text{UV}}/\text{min}$	$t_{\max, \text{UV-A}}/\text{min}$	$L_B/L_{B, \max}$
S-LS	2,6	677	$5 \cdot 10^{-3}$
S-UVA	5,1	7,4	$2 \cdot 10^{-6}$
S-Xe	0,4	10,7	$2 \cdot 10^{-2}$

4.2 Sredstva za zaščito pred sevanjem in njihova učinkovitost

Rezultati analize škodljivih učinkov sevanja, ki so zbrani v tabeli 1, veljajo za golo kožo in proste oči. Izračuni so narejeni za položaj, kjer bi bila oseba maksimalno obsevana. V realnih razmerah se to praviloma nikoli ne zgodi. Oseba se le redko zadržuje na tem mestu daljši čas, oči in kožo pa praviloma varujejo zaščitna obleka, rokavice in očala. Zato nas je zanimalo, kako učinkovito se z njimi zaščitimo pred škodljivimi učinki nekoherentnih sevanj umetnih virov svetlobe. Za zaščito kože smo analizirali laboratorijsko haljo in zaščitne rokavice, za oči pa laboratorijska in navadna korekcijska očala.

Spektralno prepustnost zaščitnih sredstev $T(\lambda)$ smo izmerili v območju 200–700 nm na integracijski krogli Pela 1000 spektrofotometra Perkin-Elmer Lambda 950. Vzorce smo postavili na vhodno odprtino kroglice, kar pomeni, da smo izmerili celotno prepustnost ne glede na smer žarkov prepuščenega sevanja.

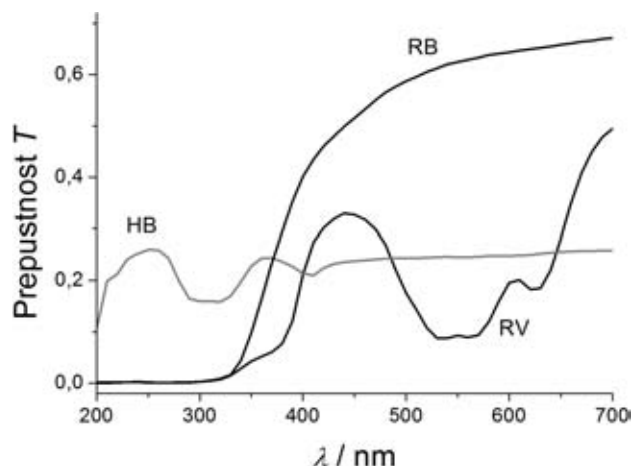
Prepustnost zaščitnih sredstev filtrira sevanje, zato je spektralna obsevanost enaka E_λ^Z :

$$E_\lambda^Z(\lambda) = E_\lambda(\lambda) \cdot T(\lambda) \quad (4)$$

V takih primerih namesto E_λ v enačbah (1)–(3) nastopa E_λ^Z .

4.3 Zaščita kože

Kožo ščiti zaščitna obleka in rokavice. Prepustnost rokavic je odvisna od materiala in debeline. Prepustnost tkanine, iz katere je halja, je odvisna od materiala in debeline niti ter od gostote in načina tkanja [5,6]. Spektri prepustnosti tkanine za navadno belo bom-



Slika 6: Spektralna prepustnost bele bombažne delovne halje (HB) ter belih (RB) in vijoličnih zaščitnih rokavic (RV).

bažno laboratorijsko haljo in dve vrsti zaščitnih rokavic so prikazani na **sliki 6**. Uporabili smo dve različni vrsti zaščitnih rokavic: bele iz lateksa (PFE) in sintetične (nitril, brez lateksa) v vijolični barvi.

Zaščita kože je pomembna za zaščito pred UV-sevanjem, torej za H_{eff} in $H_{\text{UV-A}}$, ne pa tudi za vidno svetlobo. Zato smo izmerjene prepustnosti upoštevali le pri izračunu teh dveh vrednosti. Rezultati so zbrani v **tabeli 2**.

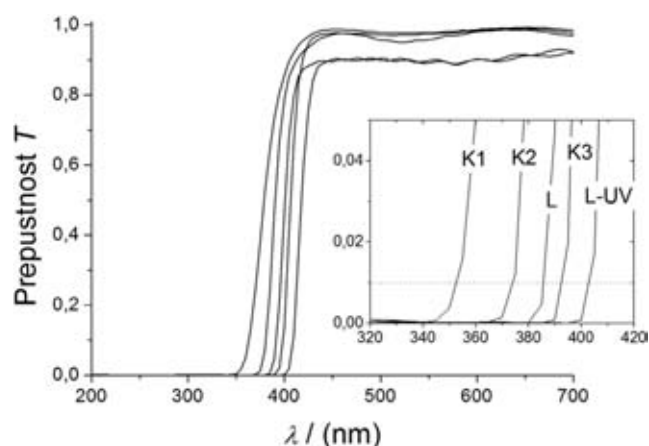
Z uporabo katerega koli od analiziranih zaščitnih sredstev se močno zmanjša tveganje zaradi škodljivih učinkov sevanja na kožo. Najslabšo zaščito daje tkanina, rokavice pa bistveno večjo; vijolične rokavice so nekoliko boljše kot bele.

Tabela 2: Učinek zaščitnih sredstev pred škodljivimi učinki UV- in UV-A-sevanja laboratorijskega sušilnika (S-LS), UV-A-svetilke (S-UVA) in ksenonske svetilke (S-Xe). Rezultati so podani kot razmerje med dejansko in maksimalno dopuščeno efektivno izpostavljenostjo UV-sevanju ($H_{\text{eff}}/H_{\text{eff}}^{\text{max}}$) ter UV-A-sevanju ($H_{\text{UV-A}}/H_{\text{UV-A}}^{\text{max}}$), ki ju določa Uredba za golo kožo, ter za kožo, ki je zaščiten z belo bombažno delovno haljo (HB), belimi (RB) in vijoličnimi zaščitnimi rokavicami (RV).

zaščita	$H_{\text{eff}}/H_{\text{eff}}^{\text{max}}$			$H_{\text{UV-A}}/H_{\text{UV-A}}^{\text{max}}$		
	S-LS	S-UVA	S-Xe	S-LS	S-UVA	S-Xe
–	183	95	1156	0,709	74,3	51,6
HB	41,3	21,4	244,8	0,166	16,5	11,5
RB	0,235	0,535	2,4	0,132	10,4	11,65
RV	0,317	0,267	1,6	0,0385	3,53	4,15

4.4 Zaščita oči

Na oči vpliva sevanje v UV- in vidnem področju prek H_{eff} , $H_{\text{UV-A}}$ in L_B . V naši študiji smo preverili stopnjo zaščite, ki jo dajejo laboratorijska zaščitna očala iz prozornega polikarbonata, UV-zaščitna antistatična laboratorijska očala ter tri različna korekcijska očala, ki jih uporabljamo soavtorji tega članka. Spektralne prepustnosti očal $T(\lambda)$ so prikazane na **sliki 7**. Ker je



Slika 7: Spektralna prepustnost očal v UV- in vidnem delu spektra (polne črte): laboratorijska zaščitna (L), laboratorijska UV-zaščitna (L-UV) in korekcijska (K1, K2, K3). Manjša slika prikazuje način določanja vrednosti $\lambda_{(0,01)}$.

delež največje dovoljene efektivne sevnosti za modro svetlobo zanemarljiv že pri nezaščitenih očeh (**tabela 1**, $L_B/L_{B, \text{max}}$), smo analizirali le zaščitne učinke očal za sevanje v celotnem UV-področju.

V UV-področju, kjer ima funkcija S zelo majhno vrednost ($<0,001$), je prepustnost vseh očal manjša od 0,001. Na prehodu med UV- in vidno svetlobo se prepustnost hitro poveča in je v vidnem delu spektra približno konstantna. Za zaščito pred UV-A-sevanjem je posebej pomembno, pri kateri valovni dolžini zaščitno sredstvo preide iz neprepustnega v prepustno. Pojav je znan kot absorpcijski rob. Opredelili smo ga z valovno dolžino, pri kateri se prepustnost dvigne nad 0,01 (**slika 7**). Podatki za analizirana očala so zbrani v **tabeli 3**.

Vsa zaščitna očala zelo učinkovito zmanjšajo tveganje pred škodljivimi učinki UV-sevanja na oči in kožo. To kažejo rezultati, zbrani v **tabeli 3**. Efekt se kaže v razmerju med efektivno dnevno izpostavljenostjo sevanju in največjo dopustno dnevno izpostavljenostjo, kot jo določa Uredba za UV ($H_{\text{eff}}/H_{\text{eff}}^{\text{max}}$). To razmerje za vse analizirane vire sevanj po prehodu očal pade pod 1. Drugače je s tveganji za UV-A-sevanje, kar podaja razmerje $H_{\text{UV-A}}/H_{\text{UV-A}}^{\text{max}}$. To razmerje pada s pomikom absorpcijskega roba očal proti večjim λ , kot prikazuje **slika 8**. Za sevanje laboratorijskega sušilnika je že brez uporabe zaščitnih očal $H_{\text{UV-A}}/H_{\text{UV-A}}^{\text{max}} < 1$, z očali pa se še dodatno zmanjša. UV-A- in ksenonska svetilka imata bistveno bolj izrazito UV-A-sevanje. Dnevna količina pade pod maksimalno dovoljeno za UV-A-svetilko pri $\lambda_{(0,01)} > 380$ nm, pri ksenonski svetilki pa šele pri $\lambda_{(0,01)} > 380$ nm. Popolno zaščito pred škodljivimi učinki sevanj vseh treh analiziranih virov dajejo UV-laboratorijska zaščitna očala in ena od korekcijskih (K3). Navadna laboratorijska zaščitna očala ne omogočajo popolne dnevne

zaščite pred UV-A-sevanjem ksenonske svetilke, korekcijska očala K1 in K2 pa so še slabša, saj ne dajejo popolne dnevne zaščite za ksenonsko in UV-A-svetilko.

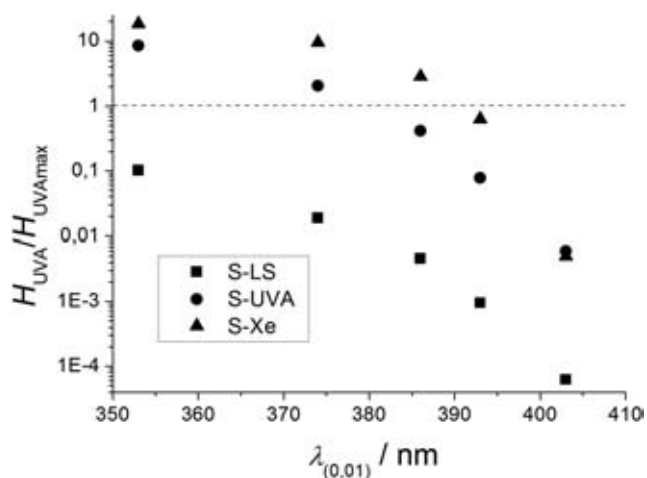
Tabela 3: Zaščita oči pred škodljivimi učinki sevanj z laboratorijskimi zaščitnimi očali (L), laboratorijskimi UV-zaščitnimi očali (L-UV) in s korekcijskimi očali (K1, K2, K3). Lastnosti očal v UV-A-delu spektra opišemo z valovno dolžino, nad katero postanejo prepustna $\lambda_{(0,01)}$. Podano je razmerje med efektivno dnevno izpostavljenostjo sevanju in največjo dopustno izpostavljenostjo, kot jo določa uredba za UV- (H_{UV}/H_{UV}^{\max}) in UV-A-sevanje (H_{UVA}/H_{UVA}^{\max}). Navedene so tudi vrednosti brez zaščite.

zaščita	$\lambda_{(0,01)}$ /nm	$H_{\text{eff}}/H_{\text{eff}}^{\max}$			H_{UVA}/H_{UVA}^{\max}		
		S-LS	S-UVA	S-Xe	S-LS	S-UVA	S-Xe
–	–	183	95	1156	0,709	74,3	51,6
L	386	0,053	0,032	0,419	0,005	0,418	2,839
L-UV	403	0,015	0,008	0,094	<0,001	0,006	0,005
K1	353	0,018	0,202	0,394	0,102	8,509	18,377
K2	374	0,053	0,057	0,511	0,019	2,060	9,550
K3	393	0,015	0,009	0,100	<0,001	0,077	0,626

5 SKLEP

Analizirali smo fotobiološko varnost treh virov nekoherentnih optičnih sevanj in stopnjo zaščite oči in kože, ki jo dajejo nekatera zaščitna sredstva. Vsi viri sevanj in vsa zaščitna sredstva so navadno v rabi v raziskovalnih, razvojnih in tehnoloških laboratorijih.

Vsi obravnavani viri sevanj so plinske razelektrotrivne cevi, v katerih poteka razelektrotritev v plinu, kar povzroči nastanek črtastega spektra. Dva vira uporabljata tudi luminiscenčne snovi, ki oddajajo zvezni spekter na širšem spektralnem območju. Svetilka s črtastim spektrom je nameščena v UV-enoti laboratorijskega UV-sušilnika, ki ga uporabljamo za UV-poli-



Slika 8: Stopnja zaščite analiziranih očal pred škodljivimi učinki UV-A-sevanja v odvisnosti od valovne dolžine, nad katero postanejo očala prepustna ($\lambda_{(0,01)}$). Rezultati so podani za laboratorijski UV-sušilnik (kvadrati, S-LS), UV-A-svetilko (krogci, S-UVA) in ksenonsko svetilko (trikotniki, S-Xe).

merizacijo tankih plasti. Svetilko, ki ima zvezni spekter v UV-A-področju, uporabljamo pri raziskavah fotokatalitsko aktivnih snovi, svetilko s širokim zveznim spektrom, ki zajema celotno UV-A- in vidno področje, pa za simulacijo sončnega sevanja, torej kot laboratorijski vir sončne svetlobe.

Spektralno obsevanost smo merili na najbližjih mestih, kjer se lahko nahaja oseba pri delu z aparaturo. Zaradi dejanske konfiguracije naših aparatov in izbire merilnih mest je ta obsevanost po intenziteti najmanjša pri laboratorijskem sušilniku. Tu je svetilka zaprta v kovinskem ohišju UV-enote, sevanje pa prihaja skozi odprtino za zrak, ki je zaprta s črno plastično mrežo. Sevalni tok, ki pada na merilno mesto pred odprtino, ne prihaja direktno od vira, ampak po nekaj odbojih znotraj UV-enote. Pri uporabi drugih dveh svetilk se oseba lahko nahaja na mestu za obsevanje preizkusnih vzorcev. To se dogaja zlasti pri menjavanju položaja vzorcev, s čimer dosežemo enakomernejše obsevanje. Med takim delom ne ugašamo svetilke, saj bi s tem skrajšali njeno trajnostno dobo. Položaj osebe, ki opravlja to delo, je zelo blizu sevalnega vira, sevanje pa pade nanjo neposredno in nezastrito. Zato je sevanje teh dveh virov bistveno intenzivnejše od tistega iz laboratorijskega sušilnika.

Za merjenje spektralne obsevanosti smo uporabili merilnik, ki zajema podatke v UV- in vidnem spektralnem področju, med 200 nm in 850 nm. Za ugotavljanje ustreznosti sevalnih virov po vseh določenih Uredbe je potrebno poznanje spektralne obsevanosti na območju med 180 nm in 3000 nm. Zaradi premajhnega merilnega območja našega merilnika nismo mogli analizirati določil za škodljive učinke naših virov v IR-območju (nad 700 nm). Na podlagi ugotovitev glede škodljivih učinkov vidne svetlobe sklepamo, da je IR-sevanje najverjetneje zanemarljivo. V območju UV-sevanja smo upoštevali nekoliko ožje območje kot ga zahteva Uredba, le 200–400 nm. Ker uporabljeni viri ne sevajo pri valovnih dolžinah manjših od 250 nm, smo s tem napravili zanemarljivo napako.

Ugotovili smo, da so škodljivi učinki modre svetlobe zanemarljivi za vse analizirane sevalne vire že brez kakršne koli zaščite. Največji delež dopuščene sevnosti modre svetlobe ima ksenonska svetilka (2 %), nekoliko manjšo laboratorijski sušilnik (0,5 %), za UV-A-svetilko pa je praktično nič. Povsem drugače je z UV- in UV-A-sevanjem. Oseba z nezavarovano kožo in očmi je lahko izpostavljena UV-sevanju le nekaj minut ali celo manj (pri ksenonski svetilki le 0,4) v celem delavniku. Laboratorijski sušilnik nima škodljivih učinkov UV-A-sevanja, nevarna pa je ksenonska in še bolj UV-A-svetilka.

Škodljive učinke lahko močno zmanjšamo z zaščitno obleko, rokavicami in očali. Najslabšo zaščito

daje tekstil, saj velik del sevanja preide tudi skozi luknjice v tkanju; bistveno boljše so zaščitne rokavice. Vsa zaščitna očala, ki smo jih preverili, dajo dovolj dobro zaščito pred škodljivimi učinki UV-sevanj za celodnevno delo z vsemi analiziranimi viri sevanj. Drugače je za UV-A-sevanje. Stopnja zaščite za UV-A-sevanje je močno odvisna od valovne dolžine, kjer postanejo očala prepustna, to je od t. i. absorpcijskega roba. Za delo z vsemi tremi sevalnimi viri so povsem ustrezna laboratorijska UV-zaščitna očala, navadna laboratorijska zaščitna očala pa ne zadoščajo za celodnevno delo s ksenonsko svetilko. Zanimivo je, da so popolnoma ustrezna tudi ena od analiziranih korekcijskih očal.

Temeljita analiza fotobiološke varnosti nekoherentnih sevalnih virov je obsežno delo. Zlasti je pomembna spektralna porazdelitev sevanja v prostoru okoli vira sevanja, česar naša analiza ne obravnava. Geometrija odbojev sevanja iz aparature je lahko precej zapletena, pa tudi intenziteta se pri tem lahko močno spreminja, k sreči se kvečjemu zmanjšuje. Take študije so posebno pomembne za prostore s premočnim sevanjem, ki ga je treba zmanjšati. Analiza je pokazala, da lahko sevanje uspešno zmanjšamo z ustreznimi zasloni. Poudariti je treba tudi, da ima vsak sevalni vir drugačno spektralno obsevanost in sevnost, ki se pa med trajnostnim ciklom svetila zmanjšujeta.

Uredba o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti umetnim optičnim sevanjem je začela veljati maja 2010. V praksi to pomeni, da bo treba v razmeroma kratkem času analizirati fotobiološko varnost vseh obstoječih sevalnih virov in po potrebi

izvesti tudi vse potrebne varnostne ukrepe. Po nam znanih podatkih pri nas takšne študije še niso bile opravljene.

Zahvala

Mojca Friškovec se zahvaljuje Tehnološki agenciji Slovenije za sofinanciranje programa raziskovalnega usposabljanja v sklopu Mladi raziskovalci iz gospodarstva. Operacijo delno financira Evropska unija, in sicer iz Evropskega socialnega sklada. Operacija se izvaja v okviru Operativnega programa razvoja človeških virov za obdobje 2007–2013, 1. razvojne prioritete: Spodbujanje podjetništva in prilagodljivosti, prednostne usmeritve 1.1.: Strokovnjaki in raziskovalci za konkurenčnost podjetij.

6 Literatura

- [1] Direktiva 2006/25/EC Evropskega parlamenta in Sveta z dne 5. aprila 2006 o minimalnih zdravstvenih in varnostnih zahtevah v zvezi z izpostavljenostjo delavcev tveganjem, ki nastanejo zaradi fizikalnih dejavnikov (umetnih optičnih sevanj) (19. Posebna direktiva v smislu člena 16(1) Direktive 89/391/EGS), Uradni list Evropske Unije L 114/38, 27. 4. 2006
- [2] Uredba o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti umetnim optičnim sevanjem, Uradni list Republike Slovenije št. 34/2101 z dne 30. 4. 2010, str. 4892
- [3] Photobiological Safety of Lamps and Lamp Systems, CIE S 009/E:2002/IEC 62471:2006, Vienna: Commission Internationale de l'Eclairage, 2002
- [4] M. Klanjšek Gunde, *Vakuumist*, 30 (2010) 3, 12–16
- [5] R. Urbas, F. Sluga, I. Bartenjev, *Tekstilec*, 47 (2004) 9/12, 308–314
- [6] R. Urbas, Analiza zaščitnega učinka tekstilij pred negativnimi vplivi ultravijoličnih žarkov na kožo, doktorska disertacija, Ljubljana, 2005

PREIZKUŠANJE NA VAKUUMSKO TESNOST – NEPORUŠITVENA TERMOVIZIJSKA METODA

Jože Gasperič¹, Branislav Arsenijevič²

STROKOVNI ČLANEK

¹Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

²Medivak, d. o. o., Šolska 21, 1230 Domžale

POVZETEK

Članek obravnava iskanje netesnosti z neporušitveno termovizijsko metodo. Obstajajo tri vrste preizkušanja tesnosti z uporabo termovizije, ki temeljijo na: (1) IR-emisivnosti, (2) IR-apsorpciji in (3) IR-fotoakustiki. Metoda je uporabna predvsem za iskanje netesnosti zakopanih ali izoliranih vodov (za pline, vodo, nafto, kemikalije itd.). Opisane so tudi naprave za detekcijo.

Ključne besede: vakuumaska tesnost, termovizijska metoda, termovizijska kamera, IR-svetloba, IR-laser

Leak testing – Non-destructive thermovision technique

ABSTRACT

In this paper the nondestructive thermovision leak testing is described. Three methods of leak testing, based on the (1) IR-emissivity, (2) IR-absorption and (3) IR-photoacoustics are presented. Thermovision leak testing is used for buried and insulated lines. IR-sensors and detectors are also described.

Keywords: vacuum tightness, thermovision method, thermovision camera, IR-light, IR-laser

1 PRINCIPI TERMOVIZIJSKEGA PREIZKUŠANJA TESNOSTI

1.1 Uvod

Telesa sevajo toplotno energijo, vendar tega t. i. infrardečega sevanja človeško oko ne zazna. Termovizijske naprave, ki razširjajo vidno področje v infrardeči del svetlobnega spektra, imenujemo tudi infrardeče ali toplotne kamere, ki spreminjajo nevidni del spektra v vidnega.

Toplotna slika nekega predmeta je rezultat spreminjanja lastnega sevanja, ki je posledica temperaturnih razlik. Uporabnost termovizijskih naprav je omejena na območja, ki jih prepušča zračna atmosfera in jih zato imenujemo »atmosferska okna«. Za termovizijo sta pomembni dve okni, ki sta v valovnem območju med 3 μm in 5 μm ter med 8 μm in 14 μm . Predmeti pri temperaturi 300 K (27 °C) sevajo največ energije v valovnem območju med 8 μm in 14 μm . Največji del termičnega (IR) sevanja z valovno dolžino od 2 μm do 20 μm absorbirajo vodna para, ogljikov dioksid in ozon, ki omejujejo prepustnost ozračja na prej omenjenih »atmosferskih oknih«. Poleg naštetih snovi močno slabijo toplotno sevanje tudi aerosoli, prah, dim, meglice, megla in oblaki. Slabjenje je tem manjše, čim manjši so delci in čim daljša je valovna dolžina sevanja. To pomeni, da je sla-

benje IR-sevanja z valovnimi dolžinami med 8 μm in 14 μm bistveno (2- do 3-krat) manjše kot vidne svetlobe v ozračju v enakih razmerah.

2 NAČINI PREIZKUŠANJA TESNOSTI Z UPORABO TERMOVIZIJE

Obstajajo tri vrste preizkušanja tesnosti z uporabo termovizije, ki temeljijo na:

- 1) IR-emisivnosti
- 2) IR-apsorpciji
- 3) IR-fotoakustiki

Pri prvi vrsti uporabljamo termovizijske kamere, ki zaznavajo toplotno (IR) sevanje, ki ga oddaja predmet oz. netesno mesto in vpliva na okolico. Pri drugi opazujemo absorpcijo energije, ki jo oddaja laser pri specifični valovni dolžini sevanja. Pri tretji vrsti preizkušanja tudi uporabljamo laser z določeno valovno dolžino svetlobe v IR-spektru, ki povzroči, da začne uhajajoči plin oddajati akustični signal. Oprema za to vrsto preizkušanja je zelo zahtevna.

Prva vrsta temelji na IR-emisivnosti predmetov, uporabljajoč termovizijo za gledanje velikih površin, ki omogočajo operaterju, da opazuje splošne termične anomalije, tj. toplejša in hladnejša mesta, kot je okolica, da bi ugotovil npr. podzemne ali podpovršinske netesnosti cevovodov. Za ta način se uporabljajo prenosne termovizijske kamere, ki se lahko montirajo tudi na tovornjake ali helikopterje. S takim načinom se da na dan pregledati več deset kilometrov podzemnih cevovodov.

Druga vrsta temelji na absorpciji določenih valovnih dolžin v IR-pasu frekvenc, ki jih oddaja IR-sevalo (laser). Termovizijske naprave, ki jih uporabljamo za gledanje majhnih in srednje velikih področij, omogočajo operaterjem opazovanje celotnega področja. Tam, kjer je slika nekega območja temna, je znak, da se je energija IR-sevala absorbirala. Termovizijska naprava je lahko prirodna ali pa montirana na tovornem vozilu. Ta tehnika se uporablja za ugotavljanje uhajajočih plinov iz kemijskih naprav ali majhnih netesnosti v proizvodnji in pri delovanju naprav oz. sestavnih delov.

Tretja vrsta pa temelji na svetlobnem vzbujanju slednega plina z lasersko IR-svetlobo, ki povzroči, da ta plin oddaja specifični akustični signal, ki ga zazna bližnji mikrofoni.

2.1 Preizkušanje tesnosti z metodo infrardeče emisivnosti

Termovizijske naprave merijo samo energijo, ki jo oddaja površina predmetov, toda temperatura, ki jo merimo na talnih površinah nad zasutimi (zakopanimi) cevovodi, je odvisna od podzemnih razmer. Toplotna energija se pretaka iz toplejših mest na hladnejša, ta pretok pa se da upočasniti samo s toplotnoizolacijskimi materiali. Poznamo tri načine pretoka toplotne energije: (1) prevajanje ali kondukcijo, (2) konvekcijo in (3) sevanje. Dobri, trdni zasipi naj bi imeli najmanj upornosti pri prevajanju energije, konvekcija (prenos toplote po zračnih molekulah) naj bi bila pri tem zanemarljiva. Tako kot sonce greje zemljo podnevi, ponoči pa zemlja oddaja toploto, je s podzemnimi cevovodi, po katerih se pretaka voda, druge tekočine ali plini. Cevovodi so torej lahko viri ali ponori energije, odvisno od okoliške temperature. V vsakem primeru pa mora teči energija skozi zemljo.

2.1.1 Vpliv talne površinske plasti na meritev temperature

Talna površinska plast je drugi pomembni dejavnik za spremembo temperature, ki je povezana z različno emisivnostjo tal. Zmožnost materiala, da seva energijo, se meri z njegovo emisivnostjo. Za izračun sevanja črnega telesa uporabljamo Planckovo enačbo. Sevanje realnega telesa ali površine pa je manjše za neki faktor ϵ , čigar vrednost je 0 za belo telo in 1 za črno. Celotno sevano moč (W/m^2) pa izračunamo po znanem Stefanovem zakonu, iz katerega izhaja, da je moč sevanja odvisna od četrte potence absolutne temperature. Pri izračunu sevanja realnih teles pa je treba izračunano moč po tem zakonu pomnožiti s faktorjem emisivnosti ϵ . Ta faktor pa se glede na opazovano področje lahko močno spreminja, kar je osnova termovizije. Sprememba emisivnosti za 1 % pri temperaturi 300 K (27 °C) pomeni enako spremembo sevanje moči kot sprememba temperature za 0,76 K. Emisivnost je pri grobih površinah večja, pri gladkih manjša. Grobi beton ima lahko emisivnost npr. 0,95 (približuje se emisivnosti absolutnega črnega telesa), svetle površine tanke folije pa imajo ϵ samo 0,05.

Ko opazujemo velike talne površine, predvsem pa, ko s termovizijskimi napravami iščemo npr. pod cesto zakopane cevovode, moramo biti pozorni na npr. asfaltno površino, na kateri so sledi pnevmatik, oljnih madežev in druge umazanije, ki imajo drugačno emisivnost ϵ .

2.1.2 Vpliv okolice na meritev temperature

Pri meritvah temperature talnih površin pa ne smemo prezreti vpliva okolice. To so sončna svetloba, oblaki, okoliška temperatura zraka, veter, vlaga po tleh (rosa) ipd. Vedeti moramo tudi naslednje:

- Za sončno svetlobo je značilno, da hitro ogreje tla. Če je ni, se tla hitro ohladijo.
 - Oblaki reflektirajo IR-sevanje, kar upočasnjuje ohlajanje tal (zemlje). Pri preizkušanju (npr. pri iskanju cevovodov) želimo čim bolj učinkovit prenos toplote, zato preizkušamo ob jasnem vremenu.
 - Temperatura zraka v okolici naj bi imela le neznaten vpliv na natančnost preizkušanja, ker je pomembno le hitro ogretje oz. ohladitev talne površine. Okoliška temperatura vpliva na dolžino časa, med katerim se opravijo meritve skrajnih temperatur.
 - Veter hladi površino. Meritve je treba opravljati pri brezvetrju oz. pri hitrostih vetra največ 24 km/h.
 - Vlaga na tleh ima lastnost, da razprši površinsko toploto in pokrije (maskira) temperaturne razlike in s tem površinske anomalije. Preizkusov ne opravljamo, če so na tleh luže.
- Če torej »ujamemo« pravi čas za termovizijsko preizkušanje, lahko pregledamo velike površine.

2.1.3 Naprava za preizkušanje

Za preizkušanje talne površine na podpovršinske praznine, netesnosti zasutih cevovodov in drugih anomalij bi bil potreben zelo občutljiv kontaktni termometer. Vendar bi morali narediti na tisoče meritev, zato raje uporabimo termovizijo, ki daje sliko z različno intenziteto sivih tonov na črno-belem zaslonu ali različne barve na barvnem zaslonu. Kljub temu pa je potrebnih še veliko različnih pripomočkov in aparatov za pripravo snemanja, analizo slike in poročanje o ugotovitvah.

Termovizijsko napravo sestavljajo naslednji štirje podsestavci:

- optika
- skener z detektorjem
- elektronika
- prikazovalnik slike

2.1.4 Primeri uporabe termovizijskih naprav za iskanje netesnih mest

Uporabnost termovizijskih naprav, ki izkoriščajo učinek emisivnosti predmetov, je zelo velika.

V tem pod poglavju bomo našli nekaj značilnih primerov uporabe.

- 1) Iskanje netesnosti podzemnih cevovodov za vodo. Voda je v njih navadno pod tlakom nekaj barov in pri temperaturi okoli 10 °C. Že pri najmanjšem pritisku lahko voda, ki se izteka iz netesne (počene) cevi in se pod zemljo razliva po okolici, s seboj odnaša tudi zasipni material. Tako sčasoma nastane votlina, ki na površini tal povzroči udornino (npr. na cesti).
- 2) Iskanje netesnosti drenažnih cevi, ki lahko povzročijo enake težave, kot so navedene pred tem.

- 3) Netesnost pokritih (zasutih) plinovodov iščemo na podoben način, kajti uhajajoči plin iz netesnosti ohladi okolico zaradi znanega učinka (Venturijevo hlajenje), ki se pojavi pri ekspanziji plinov.
- 4) Cevovodi z vročo vodo, izolirani nadzemni ali podzemni, povzročijo v okolici toplejša mesta, ki jih zaznamo s termovizijskimi napravami, vendar je težko natančno ugotoviti mesto puščanja, ker se topla voda razliva ob cevi pod izolacijo in si nekje poišče izhod.
- 5) Netesnosti v izoliranih cevovodih za paro (parovodi) je lažje odkriti, ker s termovizijsko napravo hitro odkrijemo osrednje toplo mesto in postopno ohlajanje vzdolž parovoda.
- 6) Naftovodi. Opozorilo, da je nastala netesnost v naftovodu, je nenaden padec tlaka. Ker pa so navadno naftovodi napeljeni pod zemljo in so posamezni odseki dolgi do 10 km, je nemogoče iskati netesnosti brez uporabe helikopterja in snemati s termovizijsko kamero z višine 300 m. Slika tudi pokaže, koliko okoliške zemlje je onesnažena z nafto.

Na podoben način iščemo lahko tudi netesnosti zasutih rezervoarjev za tekoče gorivo, nadzemnih vodov za kemikalije itd.

2.2 Preizkušanje tesnosti z metodo IR-absorpcije

Ta metoda omogoča, da normalno nevidno uhajanje plina naredimo vidno na prikazalniku (na standardnem TV-zaslону). Na sliki, ki jo vidi operater na zaslonu, lahko hitro ugotovi mesto puščanja.

Princip delovanja termovizijske naprave temelji na absorpciji laserske svetlobe, ki jo sledni plin močno absorbira. Obstaja lista [1], kjer so navedene vrste (slednih) plinov, še varna količina za delo z njimi, najprimernejša valovna dolžina laserske svetlobe (ki je med 9 μm in 11 μm) ter občutljivost detektorja za določen plin.

2.2.1 IR absorpcijska naprava za preizkušanje tesnosti

Ta naprava je sestavljena iz IR-laserja, ki je povezan s termovizijsko kamero. Optiki obeh sta tudi optično povezani, kar omogoča prenos IR-svetlobe laserja na opazovano področje in odboj le-te. Nastavljivi CO₂-laser ima značilno moč 5 W. Detektorsko polje gledanja in laserski žarek sta sinhronizirana, zato lahko laser osvetljuje samo področje, ki ga vidi detektor. Laser skenira svojo IR-svetlobo po raziskovani površini.

Laserski žarek, ki smo ga tako usmerili v izhajajoči plin, se zaradi absorpcije v plinu ne vrača v termovizijsko kamero. Izhajajoči plin se kaže na zaslonu kot temna in kot pero oblikovana lisa, vse drugo je svetlo, ker se od tam laserski žarek odbija nazaj proti kameri.

2.3 Preizkušanje tesnosti z IR termoakustično metodo

Termoakustični efekt nastane, kadar koli plin absorbira sevanje. Energija sevanja, ki jo plin absorbira, povzroči lokalno povečanje temperature in tlaka, tj. motnjo, in če je ta dovolj velika, povzroči akustično valovanje. Velikost akustične emisije je odvisna od velikosti energije laserske svetlobe, ki jo absorbira uhajajoči plin. Množina absorbirane laserske energije je odvisna od koncentracije plina v tistem volumnu, ki ga je osvetlil laser. Če se laserski žarek odbije od površine predmeta, ki je v bližini netesnega mesta, lahko del odbitega žarka spet presvetli uhajajoči plin in tako poveča količino absorbirane energije.

2.3.1 IR termoakustična naprava za preizkušanje tesnosti

Naprava za IR termoakustično preizkušanje je sestavljena iz CO₂-laserja, ki linearno skenira preizkušanca na tesnost tako, da je le-ta popolnoma osvetljen. Mikrofon je postavljen v bližini preizkušanca, ki je napolnjen s slednim plinom, ki močno absorbira IR-svetlobo, ki jo oddaja laser. Če ima preizkušane netesnost, nastane akustični signal, ko laserski žarek zadane curek uhajajočega slednega plina iz netesnega mesta. Frekvenca akustičnega signala je odvisna od frekvence laserskega skeniranja. Ta periodični akustični signal, ki ga detektira mikrofon, nadalje ojačujemo oz. procesiramo tako, da sproži alarm in napravo, ki izdelek (preizkušanca) izvrže s proizvodnega tekočega traku. S tako napravo in z navedenimi slednimi plini [1] lahko detektiramo netesnosti do 10⁻⁶ mbar L/s, pri majhnih predmetih pa do 10⁻⁵ mbar L/s v 0,2 sekunde. Naprava lahko deluje brez operaterja. Posebno primerna je za preizkušanje cevnih navitij hladilnikov in klimatizacijskih naprav.

3 LITERATURA

- [1] Nondestructive testing handbook, Vol. 1: Leak testing, Ed. Patric O. Moore, ASNT, III. izdaja, 1998

KNJIGI NA POT

Stanislav Južnič

Univerza v Oklahomi, Oddelek za zgodovino znanosti, Norman, Oklahoma, ZDA

POVZETEK

Predstavljena je pot prvega in drugega dela *Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik*, ki sta v Ljubljani zaporedoma izšli leta 2004 in leta 2010. Primerjana je njuna vsebina, ki je prešla od opisa svetovnega dogajanja v slovenske loge. Ohlapno so nakazane smernice za nadaljnje delo. Poudarjeni so poglavitni dosežki slovenskih strokovnjakov za vakuumsko tehniko od kneza Janeza Vajkarda Turjaškega do jalovih poskusov izdelave (jugo)slovenske atomske bombe ustanoviteljev Instituta »Jožef Stefan« v Ljubljani.

Ključne besede: zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik, knez Janez Vajkard Turjaški, zgodovina fizike, ljubljanska frančiškanska knjižnica

Prologue for the New Book

ABSTRACT

The path of the first and second part of the *History of Vacuum research and vacuum techniques* is put in the limelight. They appeared in sequence in the years 2004 and 2010. Both books are compared while their basic topics shifted from the worldwide circumstances into Slovenian homeland discoveries. The theses for future work are roughly described. The basic achievements of Slovenian experts for vacuum techniques between the Prince Janez Vajkard Auesperg until the abortive finalization of the (Yugo)Slovenian atomic bomb of the founders of the Jožef Stefan Institute in Ljubljana.

Keywords: history of vacuum research and vacuum techniques, prince Janez Vajkard Auersperg, history of physics, Ljubljana franciscan library.

1 UVOD

Življenje se nedvomno suka drugače, kot si ga človek zamisli. Tako se je napletlo, da mi je podarilo eno samo hčerko, zato pa mi je usoda podarila toliko več otrok v obliki knjig. Knjige so namreč prav tako novorojenci kot otroci, včasih se rodijo v hudih mukah, drugič pa jokaje prihrumijo v svet brez vsakih nevšečnosti. Za raznorazne javne nastope me pogosto sprašujejo, koliko knjig sem že objavil, pa rad po pravici priznam, da se mi še sanja ne. Nekje do sto sem prav pridno štel, a to je bilo že pred mnogimi desetletji ...

Kljub temu pa je vsaka knjiga radosti poln novorojenček, pa naj se rodi na slovenski strani Atlantika, kjer so doma moji predniki, ali na ameriški strani med ne posebno divjimi Indijanci, kjer sem rojen in doma jaz. Še posebej pa to velja za knjige o praznem, ki se rodijo iz praznega in opisujejo vakuumске tehnike. Knjige o ničemer, ki opisujejo nič. Ki ne opisujejo ničesar. Te so prav nekaj posebnega, kot da bi iz nič

¹ Vse slike sem posnel z dovoljenjem patra prof. dr. Mirana Špeliča OFM.



Slika 1: Kopernikova knjiga iz ljubljanske frančiškanske knjižnice. Kopernik je jasno poudaril, da gibanje planetov poteka v vakuumu (Kopernik, 1566).¹



Slika 2: Naslovna stran Cardanovih raziskav iz leta 1627, ki so jih trinajst let pozneje nabavili za ljubljansko frančiškansko knjižnico. Cardano je bil tehniško naraven modrec, ki je skoval orodje za zadržanje strahu pred vakuumom, kot je moril Aristotelove dediče poldrugo tisočletje.

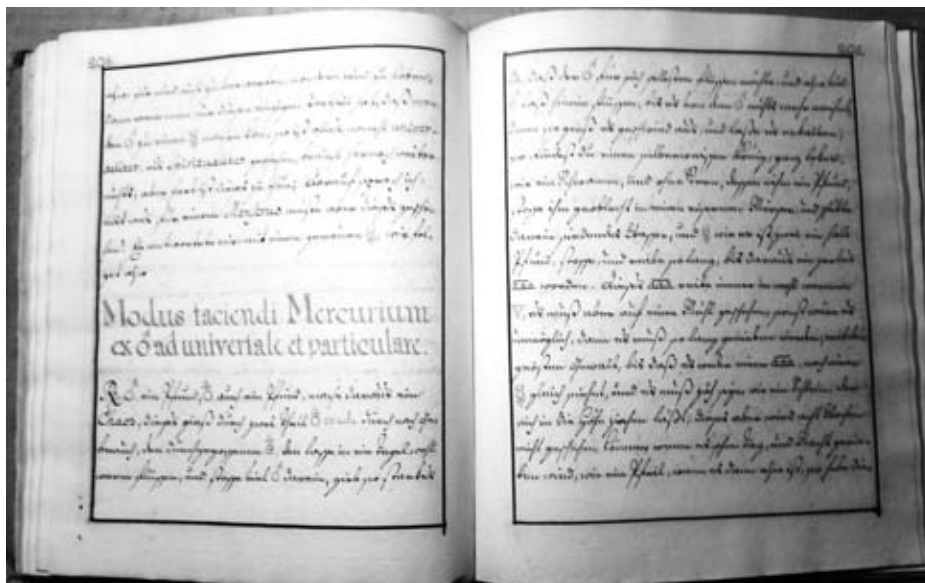
ustvaril nekaj. Pisanje tja v en nič, ki pa rodi dobro knjigo – že drugo po vrsti, ki jo posvečam zgodovini raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik.

2 PRVI DEL

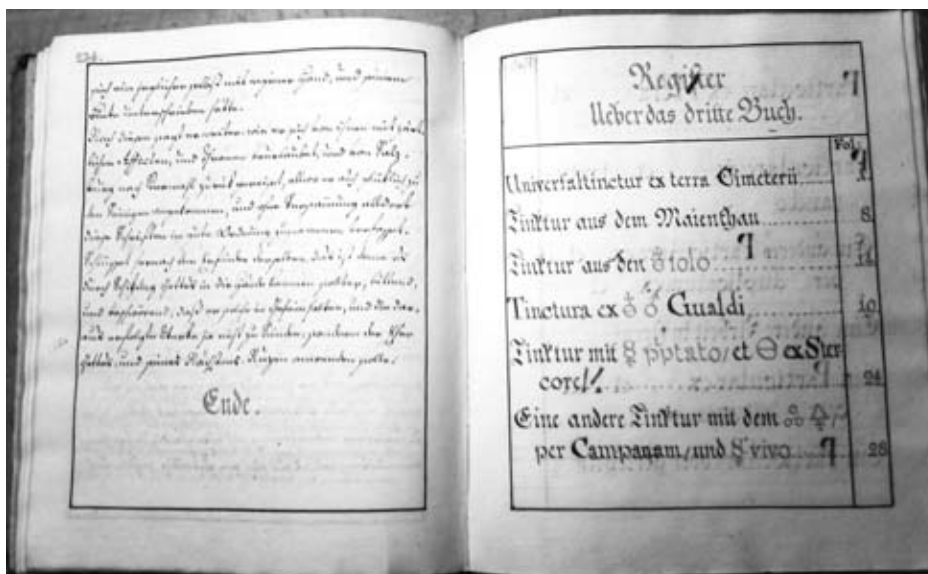
Prvi del *Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik* je zagledal luč sveta leta 2004 pod naslovnico, na kateri je moja hčerka Urška narisala prvega slovenskega raziskovalca vakuumskih črpalk, kneza Janeza Vajkarda Turjaškega. Predgovor knjigi je sestavil predsednik Slovenske Akademije znanosti in umetnosti prof. dr. Boštjan Žekš. Prav prijazen predgovor, toliko že lahko povem. Žal moj prijatelj ni utegnil napisati predgovora še za drugo knjigo.

Prvi del *Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik* je založilo Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije. V drugem delu *Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik* smo nadaljevali zastavljeno delo in ga opravili, kot se spodobi za tako učeno poljudno knjigo. Le preberi jo, draga bralka, spoštovani bralec, ne bo Ti žal. Knjiga bogati človeka, še posebej pa knjiga o niču, imenovanem vakuum.

Recenzent prof. dr. Paulin, legenda slovenske vakuumske tehnike, je v številnih telefonskih pogovorih pomagal popraviti drugi del našega dela do najmanjših podrobnosti. Moje delo pri knjigi je gmotno podprla Univerza v Oklahomi. Prav lepa hvala. Agencija Republike Slovenije za knjigo je navrgla stroške za tisk. Tudi Agenciji pristrčna hvala. Mi, Američani, zelo



Slika 3: Aleksander baron Ruessenstein o živem srebru v ljubljanski frančiškanski knjižnici. Aleksander si je na danes politikom namenjenem gradu Strmol uredil pravi laboratorij za preučevanje alkimije in vakuumске destilacije (Ruessenstein, 1694, 204).



Slika 4: Zadnja stran rokopisa Aleksandra barona Ruessensteina in začetek kazala v ljubljanski frančiškanski knjižnici (Ruessenstein, 1694, 235).



Slika 5: Naslovna stran Reischove knjige z Butorčičevim lastniškim vpisom iz leta 1648 (Reisch, 1599). Ljubljanski frančiškanski gvardijan Leonard Butorčič († 16. 2. 1657, Trsat) je bil eden najbolj učenih raziskovalcev možnosti za obstoj vakuuma med ljubljanskimi frančiškani ob zori vakuumskih tehnik.

radi Slovincem naredimo veliko. Raje več kakor manj, da le ne bi bilo zamere. Takoj po vojni leta 1945 smo Slovincem metali darila s hrano in obleko kar z letal, danes pa zanje pišemo knjige v upanju, da se bodo iz njih naučili, da je hlastanje za dobičkom jalova kranjska mora, ki bi jo kazalo zamenjati z bolj duhovnimi obzorji. Da denar ni nič drugega kot papir, denar pa je sveta vladar le navidez. V resnici svetu vlada pamet, vendar je ta modrost le za ljudi, ki jo imajo. Le-ti so seveda bolj redki, jih lahko danes zaman iščeš s svečo ob belem dnevu, čeprav so nekoč poglobitni evropski učenjaki rasli prav pod temi gorami na južnih obronkih Alp.

3 DRUGI DEL

Če je prvi del Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik poročal o meritvah vakuuma od Aristotelovih nejevernih dni do zlivanja jeder, se drugi del loteva predvsem slovenskih logov. Že v prvem delu smo slovenski javnosti pripovedovali o uspehih prvega slovenskega vakuumista kneza Janeza Vajkarda Turjaškega, ki je pomagal Guericku pri poganjanju prvih vakuumskih črpalk v Kraljevem gradiču, imenovanem Regensburg, davnega leta 1654. Nedavno so v Ljubljani izkopali Janezovo srce v Turjaški frančiškanski kapelici ob Tromostovju, zeleni pa so v svetu kranjske prestolnice takoj zahtevali, naj se vsa dela ustavijo. Seveda iz te moke ni bilo kruha, Janezovo



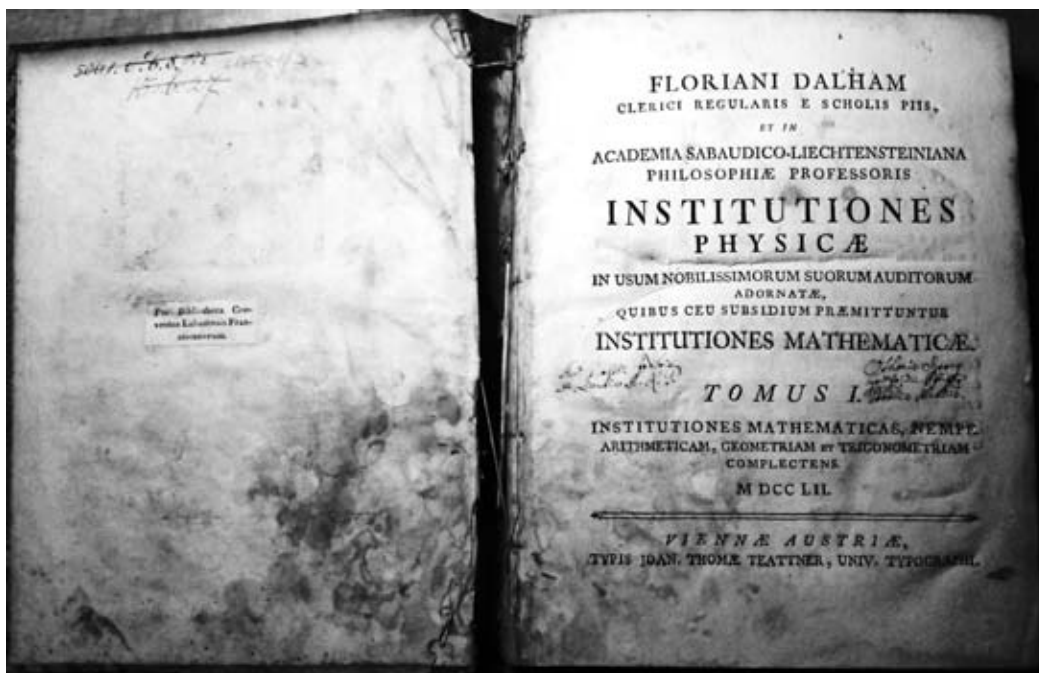
Slika 6: Naslovna stran posmrtno izdaje vakuumskih razglabljanj Barthola Mastrija de Meldula, ki se je začnela z logiko (Barthol Mastrius de Meldula, 1708, 1).

srce gor ali dol, in sedaj imamo tam prisrčen mostiček s ključavnicami in mesarsko lepimi kipi noro nesrečnih zaljubljenecv, prevlečenimi s sodobnimi vakuumskimi tankoplastnimi tehnologijami. Knez Janez bi bil gotovo ponosen na svoje ljubljanske dediče. Od srca bi se jim smejal v brk, prav od tistega srca, ki so ga izkopali nekaj metrov globlje pod mostom, okovanega v starodavno srebro.

Drugi del Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik gre precej globlje v nekdanji slovenski vsakdan in bralcu podrobno postreže o vakuumskih knjigah v nekdanjih in sedanjih slovenskih knjigah, ki so bile temelj poučevanja in preučevanja vakuumskih tehnik. Da je pisec to delo lahko opravil, se je moral prav nekako pomenišiti. Zaverovan v znanost je dolge mesece preždel pri loških kapucinih, prijateljih kneza Janeza v ljubljanskih frančiškanskih kutah in celo pri dobrohotnih frančiškanih dolenjske metropole. Večkrat lačen kot sit je v potu svojega obraza posnel tisoče slik in sestavil tone opomb o mnenjih tedanjih piscev glede črpanja vakuuma in možnostih za gibanje v njem.

4 NAJ ŽIVI SAMO IN NJEGOV ZAKAJ

Zakaj pisati o nekdanjih slovenskih vakuumistih, zakaj preučevati njihova dejanja in nehanja? Zgodovina je učiteljica življenja, čeprav se v življenju še nikoli nihče ni ničesar naučil od nje, še najmanj pa znanstveniki. A v tem grmu ne leži zajec. Vsako večrajšnje raziskovanje vakuumske tehnike je danes že

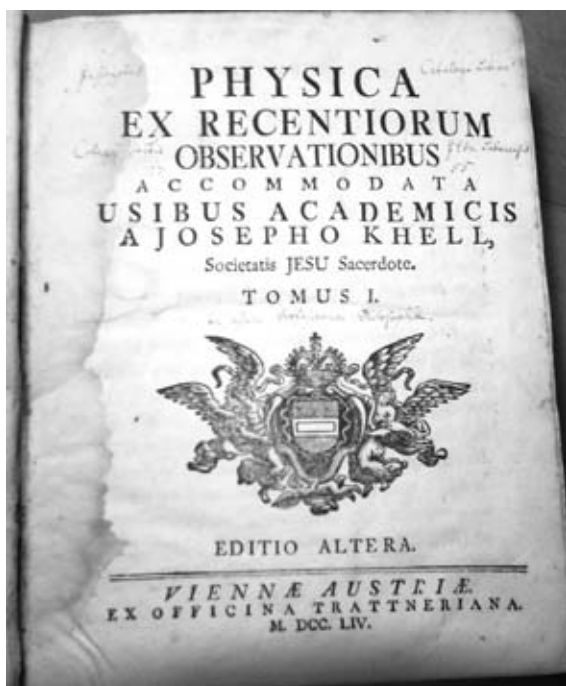


Slika 7: Naslovna stran prvega dela Dalhamove Fizike z opisi vakuumu iz ljubljanske frančiškanske knjižnice (Dalham, 1756, 1:)

zgodovina. Enako velja tudi za druge panoge fizike, zgodovina znanosti je mnogo važnejša in bolj dognana od znanosti samih. Vsako znanstveno raziskovanje je le majhen vijak, le pregled njihove zgodovine jih lahko osmisli in jih osreči z maticami. Seveda to ne velja za Slovenijo, kjer je primorski astronom profesor dr. Fran Dominko ustanovil edini slovenski Zbornik za

zgodovino naravoslovja in tehnike, ko je bil njegov prijatelj, pisec teh vrstic, še v kratkih hlačah. Ko sem dodobra odrasel, so edino slovensko revijo za zgodovino znanosti seveda ukinili, češ da nekaj tako splošnega Slovenci že ne potrebujemo. Slovenija je danes edina dežela na svetu, ki nima ne revij za zgodovino znanosti ne pouka o njih na svojih vedno bolj številnih univerzah. Še en vzrok več, da moramo ameriški zgodovinarji znanosti z vsemi silami raziskovati, kako pomembni so bili slovenski raziskovalci vakuumskih tehnik. Če tega ne storimo, bodo mnogi za vekomaj mislili, da so si vse izume na tem svetu zamislili Nemci in Italijani. Edina tema je neznanje in s to knjigo jo pomagamo razsvetliti.

Resnica je, kot kažejo naše knjige, prav nasprotna. Večina pomembnih izumom v srednjeevropskih tehniških vedah je zrasla na slovenskih tleh, med sivimi celicami slovenskega življa. Zviti sosednje so bili le dovolj čuječi, da so si znali zgodovino znanosti prikrojiti v svoj prid. To niti ni bilo posebej težko, saj zgodovine znanosti na Slovenskem ni. Zgodovine znanosti ni, in bolje da je ni, kajti klečeča in plazeča se zgodovina znanosti je narodna sramota. Sramota za tistega, ki kleči, in sramota za onega, pred katerim kleči. Tako je pred dvema desetletjema v Delu zapisal oče sodobnega gospodarskega ministra France Križanič, potem ko je večer za večerom jalovo predsedel v isti klopi z mojim očetom kot član Sveta Univerze (v Ljubljani). Profesor Križanič, Kosobrin slovenskih matematikov, je imel seveda v mislih ljubljansko univerzo, a zanjo njegova krilatca ne velja več, odkar dobiva mlade kot gobe po dežju ...



Slika 8: Khellova naslovna stran v knjižnici ljubljanskih frančiškanov z lastniškim vpisom ljubljanskih jezuitov leta 1755. Khel je na koncu knjige priobčil številne vakuumске poskuse (Khell, 1754).

5 SKLEP

Drugi del Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik je daleč najboljša knjiga, kar jih je zagledalo luč sveta za slovenske bralke in bralce zadnjih ducat stoletij. Res je šla čez mnoga sita in tako po poti izgubila veliko onega, kar je njen ameriški pisec hotel povedati svojim slovenskim bralcem. A nič ne de, kot je pisal slovenski pesnik Jovan Vesel Koseski: »In marsikaj zapiše, a marsikaj ni vse. Opat sproti mu pove: to da in tega ne.« Zato je slovenske tekste od partizanskih časov naprej in nazaj treba brati

med vrsticami. Pa veliko zabave pri branju moje nove knjige vam voščim z vsem srcem!

Če zamudiš listanje nove Zgodovine raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik z dogodivščinami kneza Janeza Vajkarda Turjaškega, potem se lahko prav tako vržeš v levja žrela. Knjiga bo na voljo vsem, ki bi radi zvedeli kaj več o svojem znanju in njegovi preteklosti. To je kakor kaplja iz Vaše denarnice v morje znanja, skrito med platnicami pričujoče knjige. Naročite jo lahko pri Društvu za vakuumsko tehniko Slovenije po telefonu (01) 477 3403 ali na elektronskem naslovu info@dvts.si.

DRUŠTVENE NOVICE

ENAJSTA EVROPSKA VAKUUMSKA KONFERENCA, SALAMANCA, ŠPANIJA, 20.–24. SEPTEMBER 2010

Jeseni 2010 so kolegi iz španskega in portugalskega vakuumskega društva organizirali 11. evropsko vakuumsko konferenco, ki je bila tokrat združena z 8. iberijskim vakuumskim srečanjem in 6. evropsko konferenco o trdih prevlekah. Konferenca je potekala v prostorih najstarejše španske univerze v Salamanci na zahodu Španije. Uradni naziv srečanja je bil »11th European Vacuum Conference & 8th Iberian Vacuum Meeting & 6th European Topical Conference on Hard Coatings«. Strokovni del konference je obsegal naslednja področja:

- Vakuumska znanost
- Trde prevleke
- Preiskave površin
- Modifikacija organskih materialov
- Plazemska znanost
- Fuzijski reaktorji

Tematski sklop Preiskave površin je bil posvečen spominu na preminulega dolgoletnega aktivnega člana Društva za vakuumsko tehniko, prof. dr. Antona Zalarja. Prihodnji predsednik DVTS, doc. dr. Janez Kovač, je v vabljenem predavanju orisal znanstveno pot prof. Zalarja in njegov prispevek k izboljšanju tehnik za preiskave tankih plasti, ki temeljijo na elektronski spektroskopiji.

Konference se je udeležilo okoli 200 strokovnjakov s področja vakuumske znanosti, uporabe vakuumskih tehnik in tehnologij za pripravo tankih plasti ali modifikacijo površinskih lastnosti sodobnih materialov, uporabe vakuumskih naprav za karakterizacijo površin



Slika 1: Konferenca je potekala v prostorih najstarejše španske univerze, ki je bila ustanovljena leta 1218

in tankih plasti ter s področja plazemskih tehnik in tehnologij. Predavanja so potekala v dveh vzporednih sklopih v dopoldanskem in popoldanskem času, posterski sklopi pa so bili na vrsti pozno popoldne. V treh dnevih je bilo predstavljenih več kot 150 posterjev.

Naslednja Evropska vakuumska konferenca bo hkrati z Združeno vakuumsko konferenco v Dubrovniku na Hrvaškem v prvem ali drugem tednu junija 2012. Pri organizaciji naslednje konference bo aktivno sodelovalo tudi Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije.

prof. dr. Miran Mozetič



Slika 2: Doc. dr. Janez Kovač je imel vabljeno predavanje o delu prof. Zalarja



Slika 3: Predsednik konference in eden od pobudnikov organizacije evropskih vakuumskih srečanj, Jose L. de Segovia je imel sklepni nagovor

PREGLED KONFERENC V LETIH 2010/2011

V prvi letošnji številki Vakuumista smo objavili spisek pomembnejših konferenc v letu 2010, ki so vsebinsko blizu tematiki naše revije. Večji poudarek je bil na konferencah, ki so organizirane v Sloveniji in bližnji okolici, ter na konferencah, kjer pri organizaciji sodelujejo pisci Vakuumista. Tokrat objavljamo obnovljen spisek, kjer so navedene konference v novembru in decembru letos ter tiste v prihodnjem letu. Spisek je urejen po datumu začetka konference.

18. mednarodna konferenca o materialih in tehnologijah

15.–17. november 2010, Portorož, Slovenija
(rok za povzetek: 20. september 2010)
<http://www.imt.si/portoroz>

The 11th European meeting on environmental chemistry – EMEC-11

8.–11. december 2010, Portorož, Slovenija
(rok za povzetek: 1. september 2010)
<http://sabotin.ung.si/~emec11/index.html>

9th International conference on reactive sputtering deposition – RSD

9.–10. december 2010, Ghent, Belgija
(rok za povzetek: 1. november 2010)
<http://www.rsd2010.be>

3rd International Conference on Heat Treatment and Surface Engineering of Tools and Dies

23.–25. marec 2011, Wels, Avstrija
(rok za povzetek: 15. september 2010)
<http://www.v-research.at/uploads-in-liste-aktuelles/foerder-und-broschuren/asmet-2011-in-wels>

38th International conference on metallurgical coatings & thin films – ICMCTF 2010

2.–6. maj 2011, San Diego, ZDA
(rok za povzetek: 1. oktober 2010)
<http://www2.avs.org/conferences/icmctf>

European materials society spring meeting – EMRS

9.–13. maj 2011, Nica, Francija
rok za povzetek: 14. januar 2011
<http://www.emrs-strasbourg.com>

12th European workshop on modern developments and applications in microbeam analysis – EMAS 2011

15.–19. maj 2011, Angers, Francija
rok za povzetek: 15. november 2010
http://www.emas-web.net/Content/EMAS2011_Final-announcement.pdf

Industrijski forum IRT 2011

6.–7. junij 2011, Portorož, Slovenija
rok za povzetek: 9. marec 2011
<http://sl.forum-irt.net/prva-stran/>

Mednarodni znanstveni sestanek Vakuumska znanost in tehnika

Hrvaško-slovensko srečanje vakuumistov predvidoma junija 2011, Slovenija
rok za povzetek: (še ni določen)
<http://www.dvts.si> (domača stran društva)

Nuclear Energy for New Europe – NENE2011

12.–15. september 2011, Bovec, Slovenija
rok za povzetek: 30. april 2011
<http://www.nss.si/nene2011>

15th International Conference on Thin Films

8.–11. november 2011, Kyoto, Japonska
rok za povzetek: (še ni določen)
<http://www.ictf15.jp>



Fascinating!

The fascination of speed. The rotor in a turbopump sets the pace – at 1.4 times the speed of sound. Enabling the very heart of a complex vacuum solution to generate vacuums of up to 10^{-12} mbar. The same as in outer space! To the delight of scientists and researchers. Because our people's hearts, commitment and skills go into each and every pump.

Pfeiffer Vacuum stands for innovative and custom vacuum solutions worldwide. For German engineering art, competent advice and reliable service. Ever since the invention of the turbopump, we've been setting standards in our industry. And this claim to leadership will continue to drive us in the future.

**Looking for the perfect vacuum solution?
Ask us:**

SCAN d.o.o. Preddvor
Phone: +386 4 2750 200 · Fax: +386 4 2750 240 · info@scan.si

Pfeiffer Vacuum Austria GmbH
Phone: +43 1 894 17 04 · Fax: +43 1 894 17 07 · office@pfeiffer-vacuum.at

www.pfeiffer-vacuum.com