TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA



2005. NOVEMBER 11.

FÉNYFORRÁSOK SZEKCIÓ

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Erősen nemegyensúlyi tömegspektroszkópiás vizsgálatok alkalmazása a gázanalitikában, különös tekintettel a roncsolásos lámpavizsgálati módszerekre

Apáti Mátyás V. évfolyam

Konzulensek: Dr. Hárs György egyetemi docens, BME Atomfizika Tanszék Böröczki Ágoston, GE Hungary Rt. Tungsram Lighting

1. Bevezetés

A vizsgálat célja hogy meghatározzuk a lámpa gázterében az adalékok megfelelő bepárolgását, az előforduló szennyezőket a lámpa üzemi hőmérsékleten való működése közben. A szennyezők a lámpa élettartamát nagymértékben csökkenteni képesek. Az adalékok szerepe, hogy a lámpa által kibocsátott fény színhőmérsékletét csökkentse. A mérés módja az hogy a lámpát működés közben ultravákuum környezetben eltörjük, és a kiszabaduló gázokat egy 2 mm belső átmérőjű fémkapilláris segítségével kvadrupol tömegspektrométer ionforrásába vezetjük. A mérés folyamán a tömegspektrométer repetativ üzemben spektrumokat vesz fel. A vizsgálatok során elengedhetetlen fontosságú a mérés gyors végrehajtása, hiszen termikus egyensúly elérése esetén a lámpában magas hőmérsékleten légnemű halmazállapotban található szennyezők lecsapódnak.

2. A TDK dolgozat témája

Beszámolok a tavasszal végzett gáztisztasági mérések eredményéről, a halogén stúdiólámpákon illetve féklámpákon végzett mérésekről. Ezeknél az oxigénkoncentrációt ellenőriztem, mivel a stúdiólámpa korlátozott élettartamát a megemelt oxigénmennyiséggel állítják be.

Különbözőképpen előkezelt D2 lámpákban a használat során keletkező CO, H2 koncentráció nagyságát is vizsgáltuk, ennek eredményeit is ismertetem. Az előkezeléssel csökkenteni lehetett a nemkívánatos gázkomponenseket. Míg a normál előállítás során 470±220 ppm H2 és 150±50 ppm CO értékeket mértünk, addig a száraz hidrogénben előkezelt lámpák esetén 330±80 ppm H2 és 120±80 ppm CO koncentráció értékeket mértünk a mintákon. Ezeket a méréseket félévente megismételjük, így segítünk a termelés ellenőrzésében.

Sokáig kérdéses volt, hogy milyen viszonyban van egymással a magas hőmérsékletű gázok kondenzálódásának karakterisztikus ideje összehasonlítva az egy spektrum felvételéhez szükséges idővel. Az volt idáig a feltételezés, hogy le tudjuk mérni a töréskor felszabaduló gázokat, még mielőtt lecsapódhatnának. Ennek ellenőrzésére elvégeztem egy számolást, a véletlen bolyongás modellje alapján meghatároztam a magas forráspontú komponensek lecsapódásához szükséges karakterisztikus időt. Az eredmény részben kielégítő lett, az egy spektrum felvételéhez szükséges idő nagyjából megegyezik a kondenzálódás időtartamával.

Igyekeztem ezen a helyzeten javítani, ezért a nyári gyakorlat során előkísérleteket végeztünk egy Balzers gyártmányú 'Prisma' márkanevű QME 200 kompakt gázanalizátorral. Az előkísérlet célja volt, hogy megállapíthassuk a Prizma alkalmazhatóságát a jelenlegi mérőrendszerben. A jelenleg más célokra használt gázanalizátort nálunk fogjuk üzemeltetni. Átmeneti megoldásként egy fémkapillárissal vezettük át a mérendő gázainkat a lámpamérés törőkamrájából a prizmát tartalmazó rendszerbe. Az összeköttetési pont látható az ábrán, valamint maga a Prizma is látható a második képen. A hosszú kapilláris tudvalevőleg késleltetést és tömegszelekciós hatást fejt ki, ezeket a kísérlet során kimutattuk. A Prizma előnyei: kompakt mechanikai egység – könnyen elhelyezhető; kiforrott, stabil kezelőszoftver, amely rengeteg beállítási lehetőséget ad kézbe, főleg az adatfelvétel megkönnyítésével

kapcsolatosan. Lehetséges például a teljes spektrum felvétele helyett, bizonyos tömegszámú pontok figyelésére szűkíteni az adatfelvételt. A használat során kedvező tapasztalatokat szereztem a prizma alkalmazhatóságát illetően. Körülbelül tavasszal fogjuk megkapni a prizmát, a berendezésünk kisebb átalakításával könnyen be fogjuk tudni építeni.

Az előbb említett számolás megmutatta, hogy a gáztérben a nyomás növekedése növeli a gáztér közepéről a falhoz diffundálás idejét. Ennek alapján célszerűnek látszik egy kísérlet elvégzése, melyben a törőkamrát feltöltjük inert gázzal a lámpatöréskor kialakuló nyomásig, ami kb 0,1 mBar.

- 1. Dr. Borsányi János, Várkonyi László: Világítástechnikai eszközök és rendszerek I-II. (I. A fénytechnika alapjai) (II. Fényforrások) 2. kiadás Budapest 1997 KKMF 1129/II.
- 2. Dr. Hárs György: Fizikai elektronika (Elektron- és ionoptikák) Műegyetemi Kiadó 1992
- 3. Kenczler Ödön: Vákuumtechnika 1975
- 4. Böröczki Ágoston: Metal Halide Lamps (PowerPoint előadás)
- 5. Balzers Instruments: Partial pressure measurement in vacuum technology





A 'Prizma' quadrupolt tartalmazó rendszer.

Miniatűr autólámpák élettartam növelési lehetősége, és az anyagköltség csökkentése a fém-üveg kötés javításával

Bálint Péter V. évfolyam

Konzulensek: Dr. Lovas Antal, BME Járműgyártás és -javítás Tanszék Dr. Bakó Zoltán, GE Hungary Rt. Tungsram Lighting

A TDK munka a G. E. Aschner Lipót ösztöndíj-pályázat azonos című témájának második részeként íródott. A pályázati munkához az első TDK-ban a miniatűr autólámpákban (index- és stoplámpa) lejátszódó elektrolitikus folyamatokat vizsgáltam. [1] A lámpában lévő elektróda és az állványüveg illesztett kötést ad (hőtágulási együtthatójuk megegyezik), mely biztosítja a vákuumzárást a lámpa élettartama alatt. [2] Az elektrolitikus folyamatok egyenfeszültség hatására a lámpaállványban lévő bevezető elektródák között zajlanak le, és végeredményben tönkreteszik a kötést. A feladatom volt egy olyan konstrukció megvalósítása, mely megvédi a kötést a lámpa élettartama alatt.

A jelenlegi technológiát drágítja, hogy az alkalmazott ólommentes üveg ára körülbelül háromszorosa a búraüvegként alkalmazott magnézia (mész-nátron) üveg árának. A lámpaállvány teljes egészében ebből készül, ezért nagy előrelépést jelentene költségcsökkentés terén, ha sikerülne az ionvándorlást más módon megakadályozni, és az állvány is készülhetne a búraüvegből. Az új konstrukció lényege: **ólommentes üveggel bevont dumet**. A dumet felületén lévő 10-100 mikronos üvegréteg gátolja az elektrolízist, az állvány anyaga pedig magnézia üveg.

Az üvegbevonat legfontosabb tulajdonságai:

- egyenletes rétegvastagság
- folyamatos, egybefüggő bevonat
- homogén üvegállapot a bevonat teljes hosszában

Az üvegbevonat előállítására több különböző technológiájú eljárást vizsgáltam. Megvalósításra alkalmas technológia a dumet üvegporos szuszpenzióba mártása. Ezzel a technológiával, és az anyagok előkészítésével részletesen foglalkozom a dolgozatban. Ehhez a technológiához készítettem kísérleti berendezést. Külön fejezetben vizsgálom az elektródagyártás folyamatát és az új technológia gyártósori illeszthetőségét.

A kísérletek során előállított üveggel bevont dumetekből elektródák készültek, amelyekből lámpákat gyártottunk, és ezeken a bevonásokkal párhuzamosan élettartam vizsgálatokat végeztem. Az élettartam vizsgálatok igazolják a konstrukció jóságát.



Az élettartam vizsgálat statisztikai értékelése igazolja a konstrukció jóságát

Az 1. élettartam vizsgálat során kiégett lámpák minden mintatípusából egyről elektronmikroszkópos vizsgálat készült. Az elektronmikroszkópos vizsgálat célja volt az elektrolízis hatására létrejövő diffúziós zóna, és a dumeten lévő üvegbevonat belapítás utáni elhelyezkedésének meghatározása. A vizsgálathoz síkmetszetet készítettem a lámpaállványokról. A síkmetszeteken a dumet szélénél készült vonalmenti elemanalízis, illetve a dumet szélétől közel azonos távolságokra lévő pontok spektrumanalízise. A vonalanalízisnél a pásztázó sugár vonala mentén az egyes elemek beütésszámának mértékét ábrázoltam a távolság függvényében.



A dumet szélétől közel azonos távolságokra lévő pontok spektrumanalízise A grafikonon egy kétszeresen bevont dumet analízise látható. A K₂O/SiO₂ arány mutatja a bevonati üvegréteget az alapüvegben, ugyanis a K ionok aránya eltér a két üvegtípus esetében. Ez alapján látható, hogy az eredetileg 30-40 mikron vastagságú bevonat 100 mikron feletti távolságra is elterül az alapüvegben.

A bevonatkészítő bench gép első verzióját megterveztem és a kész szerkezettel több tíz méteres dumetet vontam be üveggel. A gép modellje az alábbi ábrán látható. További tervekben szerepel a hajtás motorizálása, illetve egy szárítókályha beiktatása a beégetés elé. A fejlesztéssel még tovább növelhető a bevont hossz és javítható a bevonat egyenletessége.



Bevonatkészítő gép

A dolgozatban egy új konstrukció gyártásának bevezetését készítettem elő elméleti és gyakorlati szinten egyaránt.

Az új konstrukcióval szemben felmerülő feladatok, amelyekkel a TDK munkában foglalkoztam:

- 1. a bevonat elkészítése laboratóriumi szinten
- 2. konstrukció működőképességének igazolása élettartam kísérletekkel
- 3. az új kötésben használat közben fellépő változások elemzése
- 4. gyártási technológia kidolgozása
- 5. az új gyártási technológia beillesztése a jelenlegi gyártási folyamatba

- 1. Bálint Péter: Gyorsított eljárás kidolgozása a miniatűr autólámpák fém-üveg kötésének élettartamvizsgálatára, TDK dolgozat, 2004
- 2. J. H. Partridge: Fém-üveg kötések, fordította: Garay László, Műszaki Könyvkiadó, Budapest 1963

Üvegfelületek feszültségállapotának jellemzése mikro-Vickers keménységméréssel

Wiand Ferenc V. évfolyam

Konzulensek: Varga Zsuzsa, GE Hungary Rt., Tungsram Lighting Dr. Lovas Antal, BME Járműgyártás és Javítás Tanszék

Minden anyagra jellemző fizikai tulajdonság, hogy felületen kialakuló feszültségi állapotuk befolyással van a felületükön mérhető mechanikai keménység értékre. Ez mind makroszkópos, mind mikroszkópos mérésekkel igazolt. Ez várhatóan a kovalens üvegek esetében is így van. Átlátszó anyagok esetében ez a feszültség jól vizsgálható polarizált fényes optikai feszültségméréssel. [1]

Fémek esetében a felületi nyomófeszültség erőteljes keménységnövekedést, míg a húzófeszültség keménységcsökkenést eredményez. A kovalens üvegek szerkezetére és mechanikai tulajdonságaira vezethető vissza az a tapasztalat, hogy ellentétes viselkedést mutatnak a fémekkel szemben, azaz a nyomófeszültséges darab lágyabb, a húzófeszültséges pedig keményebb a feszültségmentes darabnál. A fényforrásgyártásban és felhasználásban kétféle eredetű feszültség hat a termékbe beépített üveganyagokra. Az egyik a termikus eredetű feszültségek csoportja, a másik pedig a mechanikai behatás eredményeként kialakult feszültség. A termikus eredetű feszültségek azáltal alakulnak ki, hogy az üvegtestek külső és belső felületén természetszerűleg más a hűlési sebesség. Ennek következményeként az először a gyorsabban hűlő külső felületen szilárdul meg az üveg. Ezt összenyomja a belső rész megszilárdulás közben, a lassúbb hűlés következtében fellépő nagyobb fajlagos térfogatcsökkenés miatt. A külső felületen így nyomó, a belső részeken pedig húzófeszültség alakul ki.

Eddigi kutatásomban a termikus eredetű nyomó és a mechanikai eredetű húzófeszültségeknek a keménységre való hatását vizsgáltam. Mivel a keménységméréshez a legalkalmasabbak a síkminták, így elsö vizsgálataimhoz azokat használtam. A mintákat elöször feszültségesítve és temperálva vizsgáltam a következő eredményekkel:

- A felületi termikus nyomófeszültség kisebb keménységet mutat a feszültségmentes anyagénál (2004. nyár)
- A felületi mechanikai húzófeszültség megnöveli a felületi keménységet, bármilyen előzetes termikus nyomófeszültséges állapot esetén is. (2005 tavasz)

A felületen kialakuló feszültség hatásának teljes vizsgálatához szükség volt még a termikus húzófeszültségek valamint a mechanikai nyomófeszültségek vizsgálatára. Ezen vizsgálatok elvégzéséhez próbáltam először megfelelő sikmintákat elkésziteni. A felületi húzófeszültséges síkminta azonban az üveg geometriai jellemzői miatt nehezen előállítható mivel a kialakuló húzófeszültség könnyen töréshez vezet. Többszöri próbálkozás után arra a következtetésre jutottunk témavezetőmmel, hogy a vizsgálatokhoz más mintát kell használnom. A felületi húzófeszültség megtalálható a félkész üvegcső gyártmányok beégetett végein az un. átkereszteződéses húzófeszültség formájában. A feszültség átkereszteződés, azaz a húzófeszültség külső csőfelületre kerülése a beégetés (a csővégek élesre tört végeinek lánggal történő eltompítása) során jön létre. [2] [3]. Ilyen mintákat használtam a termikus húzófeszültség vizsgálatára.

A beégetett és ledarabolt csővégeket először optikai feszültségmérésre alkalmas mikroszkóp alatt vizsgáltam, és az itt megjelölt húzófeszültséges zónákban végeztem el a keménységmérést, a csőpaláston végighaladva. Egy mikroszkópos felvétel, és az ehhez tartozó keménységváltozási minta a 1. ábrán látható:



1. ábra: Feszültségkép és a hozzá tartozó keménységváltozás egy 12 mm átmérőjű ólommentes üveg csövön.(OM-1, váci ólomüveg)

Ezekből a vizsgálatokból kiderült, hogy a felületi termikus húzófeszültség megnöveli az üvegfelületek keménységét. A változás mértéke számottevő, és mivel a keménység értéke négyzetesen arányos a keménységmérés során mért értékhez, a változás még szembetűnőbb.

E mellett vizsgálatra került az idén nyártól Vácott gyártott ólommentes üvegből készült síkminta is, mind felületen termikusan nyomófeszültséges, mind feszültségmentes állapotban. A minták ugyanolyan körülmények között készültek, mint a 2004 nyáron, a külső cégtől vásárolt ólommentes üvegből készült minták. Erre azért volt szükség, hogy a két anyag közti keménységkülönbség összehasonlítható legyen. A vizsgálatok eredményeképpen azt kaptam, hogy a Vácott gyártott üveganyag mind feszültséges, mind feszültségmentes állapotban, mintegy 10%-al lágyabb, mint a régebben az EMGO-tól vásárolt alapanyag volt. Ezt a különbséget mutatja a 2. ábra.



2. ábra: Keménységkülönbség a GE ólommentes üvege és az eddig használt anyag között, temperált (a) és feszültséges (b) állapotban

A mechanikai nyomófeszültség keménységméréses vizsgálata eltérő eredményt mutatott a temperált és a felületen termikus nyomófeszültséges minták vizsgálata esetén. Az alapvetően nyomófeszültséges darabok keménysége folyamatosan emelkedett, míg a temperált minták esetében a feszültség növekedésével először jelentősen csökkent, majd egészen addig emelkedett, mint a termikusan nyomófeszültséges darabok esetében. Ezt a hatást a 3 ábra mutatja:



3. ábra: Keménységváltozás a mechanikus nyomófeszültség hatására

Méréseimmel mind a termikus, mind a mechanikus természetű feszültségek hatását vizsgáltam a keménység értékére. Összefoglalva vizsgálataim eredményét, azt tapasztaltam, hogy mind a termikus, mind a mechanikus felületen fellépő feszültségek módosítják a mérhető keménységet:

- A termikus feszültségek esetében a nyomófeszültség mindig csökkenti, a húzó pedig növeli a keménységet, a temperált mintákhoz képest.
- A mechanikai feszültségek esetében a növekvő feszültség megnöveli a keménységet, azonban a keménységnövekedés görbéje nagyban függ az vizsgált darab eredeti termikus feszültségállapotától. Ez a hatás látható a 3. ábrán.

Ez után, munkám folytatásaként az a feladat, hogy a optikailag mért feszültségértékek számszerűsítésével összhangba hozzam a mért keménységértékeket, melyekkel azután megfelelő hozzárendelés alapján, egy feszültségmenetesített etalon segítségével az optikailag nem vizsgálható (átlátszatlan) üvegek feszültségállapota is meghatározható.

2006. júniusig munkám befejezéseként az optikailag átlátszatlan üvegek feszültségmérési, minősítési eljárásának kidolgozását tűztem ki célul. Ehhez a keménységmérések eredményeit az optikai mérések eredményeivel kell összevetni.

- 1. Apáti Attila: Vákuumtechnikai üvegek technológiája
- 2. Bob Caldwell: Lámpaüvegek kézikönyve
- 3. Bob Caldwell, Apáti Attila, Bakó Zoltán, Széwald Oszkár és Jean-Patrick Ducroux
- 4. Üvegtechnikai segédlet

Kisülő autólámpás rendszerek elektromágneses zavarvizsgálata

Bagoly Zsolt IV. évfolyamKonzulensek:Dr. Berta István, BME Villamos Energetika Tanszék,
Nagyfeszültségű Technika és Berendezések Csoport
Schmidt Gábor, GE Consumer & Industrial – Lighting
Kompakt Fénycsőfejlesztés

A nagynyomású kisülő lámpák – úgynevezett HID lámpák (High Intesity Discharge) – napjaink egyik legkorszerűbb fényforrásainak számítanak. Ezekben a lámpákban a nyomás akár 300 atmoszféráig is terjedhet, a fénykeltés pedig villamos ívkisülés létrehozásával történik. A villamos ív sajátos tulajdonságai miatt azonban speciális előtét elektronikára van szükség, amely a lámpa megfelelő működtetéséhez elengedhetetlenül fontos. A HID autólámpák egyik nagy előnye a 3000 óra körüli élettartam, szemben a halogén autólámpák 700 óra körüli élettartamával. Míg a HID lámpák fényhasznosítása 90 lm/W, addig a halogénlámpáké 15 lm/W értékű. A nappali fehér fényt is jobban megközelíti a kisülő lámpa – a Planck-féle sugárzási görbéket figyelembe véve (hőmérsékleti sugárzások) – a maga 5000 °K körüli színhőmérsékletével, mint a 3200 °K-es halogénizzó. A felvett teljesítmény HID lámpáknál 35 W körüli, míg a halogénlámpáknál ez 55 W értékű, tehát gazdaságosabb az üzemeltetésük is. Ezen lámpák hátránya viszont az, hogy különleges működtető elektronikára van szükség a használatukhoz, nem lehet közvetlenül akkumulátorról megtáplálni őket, mint egy halogénizzót. Az előtét elektronika és a HID lámpa együtt napjainkban még sokkal drágább, mint egy halogénizzó.

A lámpákban használatos gáz alapján a HID lámpák három csoportba sorolhatók, ezek: nagynyomású higany és nátriumlámpák, illetve fémhalogén lámpák. Autólámpaként kizárólag az utóbbi csoportot használjuk. Megkülönböztetünk D1-es és D2-es típusú lámpákat attól függően, hogy a lámpa egybe van-e építve a gyújtó elektronikával. A D1 típusú lámpáknál a kisülés helyéhez közel van a gyújtó, egybe van építve a lámpával. Mindkét lámpatípus fejlesztés alatt áll. Ezen fejlesztések felé irányuló törekvéseket segíti elő a kisülő autólámpás rendszerek elektromágneses zavarvizsgálata. A fejlesztés egyik célja az elektromágneses kompatibilitás (EMC) biztosítása. Ez alapján megkülönböztetünk immunitási és emissziós határértékeket. Az immunitási határértékkel nem szükséges foglalkoznunk, mivel ezen rendszerek zavartűrési szintje jóval magasabb, mint a normál üzemi körülmények között létrejövő külső elektromágneses zavarok. Elegendő tehát az emissziós szint és határérték meghatározására irányuló mérésekkel és fejlesztésekkel foglalkozni.

A TDK munka fő célja a kisülő autólámpás rendszer optimalizálása az elektromágneses környezetvédelem tekintetében, a szabványos mérések továbbfejlesztése, szabványmódosítási javaslatok kialakítása. Jelenleg a szabványos EMC mérés a rendszer stabil állapotában történik, vagyis nincs dinamikus változás, csak 15 perc elteltével a mérhető a rendszer elektromágneses zavara EMC mérő-vevő segítségével, amely végigpásztázza a spektrumot. Problémát jelent, hogy jóval nagyobb zavarok keletkeznek a gyújtáskor, mint amit a stabil állapotban mérhetünk. Erre szabványos vizsgálat még nincsen, fontosnak tartom, hogy a jövőben ennek a jelenségnek a vizsgálatával is foglalkozzak. Ehhez teljesen új mérési módszer kidolgozása, tranziens jelenségek vizsgálata szükséges. A tranziens vizsgálat spektrumanalizátor használatát igényli, nem elegendő a szabványos EMC mérő-vevő használata. Az eddigi mérések CISPR25-ös szabvány megismerésére, műszerek kezelésére, mérőlabor kialakítására irányultak. A mérések során GTEM cellát, műhálózatot, EMC mérő-vevőt, hálózati DC tápot illetve akkumulátort használtam fel.

Munkám során kétféle előtét elektronikát (ballasztot), és négyféle gyártótól származó különböző típusú lámpákat vizsgáltam. Ezek: HELLA és VALEO ballasztok, GE, PHILIPS, OSRAM, XEVISION gyártmányú, D1S, D2S, D2R típusú kisülő autólámpák. Mind a vezetett, mind a sugárzott elektromágneses zavarok mérésével foglalkoztam. A mérések kiértékelésekor összehasonlításra kerültek a különböző ballasztok és különböző gyártmányú illetve típusú lámpák. Külön hangsúlyt fektettem a D1 és D2 lámpák közötti különbségek elemzésére.

A mérőhely kialakításra került, használható szabványos mérésekhez. A D1 és D2 lámpák között meglepő különbséget tapasztaltam, a D1-es lámpák emissziós szintje bizonyos frekvenciatartományokban jóval magasabb a D2-es lámpákhoz képest az előzőleg várt eredménnyel ellentétben.



Philips D2S lámpa sugárzott EMC spektruma



Philips D1S lámpa sugárzott EMC spektruma

A TDK dolgozatban sor kerül a D1 és D2 zavarkibocsátása közötti különbség okainak elemzésére.

- 1. M.A. Cayless and A.M. Marsden: Lamps and Lighting, 1983
- 2. Császár Balázs: Kisülő autólámpák gyújtási és állandósult működési állapotbelitulajdonságainak vizsgálata, Budapest, BME Diplomamunka, 2003.11.04.
- 3. Budó Ágoston: Kísérleti Fizika II., Tankönyvkiadó, Budapest, 1972
- 4. Schaffner Group: GTEM Test Cells for EMC, Radiated & Immunity Testing DC-18 GHz [Online], http://www.schaffner.com
- 5. ETS-Emco GTEM! 5407 Operation Manual, ETS-Emco, Austin, Texas, 1997
- 6. G. Schmidt: EMC Problems of Fluorescent and Compact Fluorescent Lamps, IEEE Postgraduate Power Conference, Budapest, 2002
- 7. P. A. Chatterton and M. A. Houlden: EMC Electromagnetic Theory to Practical Design, John Wiley & Sons Ltd, 1992

Lumineszcens rétegek optikai modellezése

Dolgos Gergely, IV. évfolyam

Konzulensek: Jakab László docens, BME-TTK, Atomfizika Tanszék, Németh Zsolt PhD., GE Consumer & Industrial.

A vizsgálatom tárgya egy energiaátalakítási modell, a lumineszcens foszfor rétegek sugárzási energia transzportja alapján. Ez egy fenomenológikus megközelítése a porrétegek optikai tulajdonságainak, amely az energiaátalakítási hatásfok (efficiency) és hatásosság (efficacy) rétegvastagság függésének meghatározása miatt közvetlen gazdasági haszonnal is jár.

Ez munka General Electric Consumer & Industrial, in Budapest, Magyarország Innovációs részlege számára folyik. A BME hallgatójaként lehetőséget kaptam, hogy az Atomfizika tanszék és a GE közös kutatási projektjében részt vegyek az Aschner program keretében.

Ez a tanulmány egy nagyobb léptékű kutatás része, amelynek célja egy jó hatásfokú, higany-mentes fluoreszcens kisülő lámpa építése [1, 2]. Egy ilyen lámpa három fő részből áll, a kisülés, a meghajtó elektronika vagy ballaszt és a kisülés UV fényét látható tartományba konvertáló foto-lumineszcens foszfor réteg. Ezek a foszfor anyagokból alkotott porrétegek, bevonatok képezik a vizsgálatom tárgyát [7]. A kisülő cső, a kisülés optimális paraméterei, a megfelelő szennyező anyagok és töltőgázok megválasztása, az optimális meghajtó jelalak és még sok más paraméter, melyek közvetlen kapcsolatban vannak a hatásossággal, mind különálló fejlesztést igényelnek.

A kutatásom hosszú távú célja, hogy kiválaszthassuk az optimális foszfor anyagot és az optimális porréteg-tulajdonságokat, megbecsüljük az elérhető legnagyobb hatásfokot és a legkedvezőbb színtani tulajdonságokat. A rövidtávú cél pedig az, hogy egy hatásosság számítás modellt megvizsgáljunk, fejlesszünk és validáljunk. Ez a tanulmány megkezdi a fluoreszcens kisülő lámpák fénykibocsátás-hatásosságának vizsgálatát a foszfor réteg vastagságának függvényében. A rétegvas-tagság az egyik olyan tényező amit eddig nem vettek figyelembe a hatásosság számításoknál.

A kisülő lámpáknak két fontos családja van, amelyek ösztönzik a foszforrétegek kutatását, ezeket két kisülési technológia szerint csoportosítjuk. Először is a dielektromos akadálykisüléssel (Dielectric Barrier Discharge – DBD) működő lámpák [3, 4], a másodszor pedig a molekuláris kisülést alkalmazó lámpák [5]. A lámpában a foszfor réteg a kisülő cső (vagy kisülési tér) belső felületén van megkötve, égetve, ahol közvetlenül a kisüléssel van kapcsolatban, és UV fotonok gerjesztik. Ezen a kisüléseknek újfajta, kedvezőbb emissziós spektrumaik vannak. Az általuk emittált spektrumot gerjesztő spektrumnak fogjuk nevezni, mert vizsgálatunk tárgyához, a foszfor réteghez viszonyítva ez a gerjesztés.

Új DBD kisülésekre sok példa van, egyikük xenon gázt használ. Ez az új technológia elkerüli az olyan katódok használatát amik közvetlenül érintkeznek a kisülési plazmával, tehát nagyságrendek-kel csökkenti a korróziót, növeli az élettartamot. Ez a kisülés higanymentes, ami környezetbaráttá teheti az ilyen lámpákat, ha elég magas hatásosságot sikerül elérni velük, a megfelelő foszforrétegek segítségével. A molekuláris kisülések konstrukciója folyamatban van, egy jó példa erre egy publikus Philips szabadalom [5], ez a kisülés nagy arányban emittál 320 és 360 nm között, ami sokkal kedvezőbb mint a Hg vonalak, energiaátalakítási szempontból, és vannak látható vonalai is, amiket konvertálni sem kell. A releváns tulajdonságai ezeknek az új kisüléseknek és az általuk szolgáltatott gerjesztési spektrumokat is összefoglalom.

Ez a tanulmány bevezeti a lámpahatásosság számítás alapvető fogalmait, mint a kvantum hatásfok, a Stokes-folyamatot, az emissziós és gerjesztési spektrumokat [6, 9, 10], az abszorpciót, reflexiót és a transzmissziót porrétegek esetén [7 / 16. fej., 8]. Ilyen és hasonló világítástechnikai fogalmak segítségével a célom a meglévő számítási modell és az eddigi mérések a dokumentációja, és a modell fejlesztése a rétegvastagság függéssel. Ehhez a számításhoz új bemenő paraméterek szükségesek, amelyek mérését megtervezem. A vizsgált fénypor fajták esetén mérési adatokkal rendelkezem a végeredményről, Hg validáló kisülő lámpa esetén, azaz a hatásosság (Lumen Per Watt – LPW) rétegvastagság függéséről.

A kutatás kezdetén jelenleg csak egy-egy foszfort használó lámpával foglalkozunk, nem vizsgálunk színkeverés céljából összeállított vegyes rétegeket. Az eddigi hatásosság modell eredményeket és kísérleteket összefoglalom, ezt illusztrálja az 1. ábra. Ezt a modell fejlesztést és a vonatkozó méréseket Németh Zsolt, PhD vezetésével végezték. A hatásosság számításhoz szükséges ismerni a foszforréteg emisszióját az alkalmazott gerjesztési spektrum főbb vonalainál, a bizonytalanság csökkenthető, ha ismerjük az emissziós spektrumot minél jobban felbontva a gerjesztő hullámhossz szerint.



1. ábra, Különböző gerjesztő hullámhosszakra adott emissziós spektruma Thiogallate (SrGa₂S₄:Eu) foszfornak, az emissziós spektrumokat Németh Zsolt (GE Consumer & Industrial) bocsátotta rendelkezésemre

A jelenlegi modell kiterjesztését kezdem el, az optimális rétegvastagságot keresem, ami csökkenti a felhasznált foszfor mennyiségét és növeli a lámpa fénykibocsátását. Ehhez áttekintem a Kubelka-Munk elmélet alkalmazását foszfor rétegekre hengeres kisülő lámpákban. A modell bemenő paramétereit azonosítom, és Maple programcsomaggal fejlesztem a sugárzási energia transzport modellt a porrétegeken belüli lumineszcencia leírása érdekében. Célom egy spektrálisan felbontott Kubelka-Munk elmélet fejlesztése és alkalmazása. A számszerű eredményekhez (LPW – rétegvastagság diagram) szükséges bemenő paraméterek a spektrálisan felbontott reflexiója egy közepes vastagságú és egy nagyon vastag (teljesen elnyelő) foszfor rétegnek, amit a gerjesztő spektrum és az emissziós spektrum hullámhosszain is ismerni kell, és az emissziós spektrumok a gerjesztő hullámhosszak szerint minél jobban felbontva [7 / 16. fej., 8]. A spektrális felbontás ötlete saját gondolat. Nehézséget jelent a kisülő plazma spektrális eredő abszorpciójának a becslése, amely szintén paramétere a modellnek.

A fenti Thiogallate (SrGa₂S₄:Eu) foszfor már a 300-400 nm körüli gerjesztésekhez hasznos, ilyen gerjesztésekre emittál intenzíven az emberi szem-érzékenység tartományában. A modell validálását viszont a rendelkezésre álló Hg kisülés bevált fényporaival végezhetjük el, Y_2O_3 :Eu (piros), LaPO₄:Ce,Tb (zöld), BaAl₂O₄:Eu (kék), ezekre szeretnénk a

közeljövőben számszerű modell eredmé-nyeket kapni, ezen fényporok esetén a végeredményről vannak finomítandó kísérleti adataim [7, 9, 10].

A 2. ábra szemlélteti a részecskeméreteloszlását és a por jellegét egy foszfor rétegnek, ezek a tulajdonságok észrevétlenül vannak bele foglalva a jelenlegi modellekbe, mert befolyásolják a bemenő paramétereket, pl. a spektrálisan felbontott reflexiót [7 / 15. fej., 11].

A dolgozat tartalmazza a vonatkozó ismeretek rövid összefoglalását, a jelenlegi modell dokumentációját (magyarázat és kísérleti ellenőrzés) és a modell kiterjesztését a



2. ábra. A részecskeméret-eloszlás és a por-ielleg $^{2 \mu m} \mapsto$

rétegvastagság függéssel, a spektrálisan felbontott Kubelka-Munk elmélet vázlatát, az alkalmazásának terveit a validáló és az új kisülésekhez illeszkedő fényporokra.

- 1. Jakab L., Richter P., Reich L., Beleznai Sz.: Megvalósíthatósági tanulmány (kivonat) a dielektromos akadálykisülés mint potenciális környezetbarát és energiatakarékos fényforrás felhasználásáról, 2002.
- 2. National Institute of Standards and Technology, US: Final Report of the Mercury-Free Lighting System Technology Program, 1997.
- 3. Agod Attila, Beleznai Szabolcs: Computer Simulation of Dielectric Barrier Discharges, 2004.
- 4. Jakab L., Richter P., Reich L., Beleznai Sz.: Concept for an efficient mercury-free dielectric barrier discharge lamp, Technical Report, 2002.
- 5. Low-pressure gas discharge lamp having a gallium-containing gas filling, international patent, Phillips, WO 2005/031794, PCT/IB2004/051798, 2005.
- 6. Thomas Jüstel, Jean-Claude Krupa, Detlef U. Wiechert: VUV spectroscopy of luminescent materials for plasma display panels and Xe discharge lamps, Journal of Luminescence 93 / 179 189, 2003.
- 7. S. Shionoya, W. M. Yen: <u>The Phosphor Handbook</u>, CRC Press LLC, Boca Raton, FL, 1999.
- 8. Zorica Crnjak Orel, Marta Klanjsek Gunde, Boris Orel: Application of the Kubelka-Munk theory for the determination of the optical properties of solar absorbing paints, Progress in Organic Coatings 30 / 49 – 66, 1997.
- 9. Alok M. Srivastava and Timothy J. Sommerer: Fluorescent Lamp Phosphors, energy saving, long life, high efficiency fluorescent lamp products, The Electrochemical Society, Interface, summer 1998.

- 10. A. M. Srivastava and C. R. Ronda: Phosphors, Electrochemical Society, Interface, summer 2003.
- 11. Makoto Otsuka: Comparative particle size determination of phenacetin bulk powder by using Kubelka–Munk theory and principal component regression analysis based on near-infrared spectroscopy, Powder Technology 141 / 244 250, 2004.
- 12. C. H. Lin, Bi-Shiou Chiou, J. D. Lin: Engineering phosphors for improved brightness, Journal of Materials Science: Materials in Electronics 13 / 705 711, 2002.

Sub pixeles élkereső eljárások pontosságának vizsgálata

Farkas Viktor IV. évfolyamKonzulensek:Dr. Jakab László, BME Atomfizika Tanszék
Godó Gábor, GE Hungary Rt.

A GE Tungsram gyáraiban az évek során több millió lámpa készült és készül ma is. Mivel a gyártási folyamat során nehéz százszázalékos biztonsággal hibátlan terméket előállítani, ezért mindig foglalkozni kellett a selejtek kiszűrésének problémájával. Ezt a feladatot hagyományosan emberek végezték, azonban mára – a megnövekedett volumen és a szigorúbb minőségi elvárások miatt – ez a módszer nehézkessé vált. (Egyes fényforrástípusoknál már nem csak a működőképesség és a biztonsági előírások betartása fontos. Minden alkatrész helye precízen meg van határozva, és az ettől való eltérést a gyártás során ki kell szűrni. Az alábbi ábrán meg kell határozni például a spirál két végének távolságát..)



1. ábra Példa hely- és távolságmeghatározási feladatokra

Szerencsére a legtöbb esetben a probléma jól megoldható intelligens kamerás rendszerekkel. A kamerák minden egyes darabról készítenek egy vagy több képet, majd az előre definiált követelményeknek megfelelően feldolgozzák ezeket, és automatikusan különválasztják a selejtet. Ezek a rendszerek gyorsan, nagy pontossággal és kis hibaszázalékkal működnek, ezért képesek nagyobb hatékonysággal dolgozni, mint az emberek.

Több vállalat foglalkozik ilyen intelligens rendszerek gyártásával, és a képfeldolgozás során szinte kivétel nélkül alkalmaznak sub pixeles eredményeket adó mérési eljárásokat (például körillesztést, vagy élkeresést). A különböző módszerekkel megvalósuló mérések sub pixeles információtartalmának felhasználhatósága – hányszorosára növeli valójában a felbontást – nagyon változó. Mivel nincs egy általánosan elfogadott minősítési eljárás, továbbá a gyártók az általuk közölt adatokat nem igazolják, és a bemérési módszert sem szokták leírni, ezért ezek a termékek igen nehezen összehasonlíthatók. Ezen kívül egy új algoritmus fejlesztése során nehezen meghatározható a cél és az eredményesség.

Szükség lenne tehát egy rögzített eljárásra, amivel tesztelni illetve minősíteni lehetne ezeket a sub pixeles mérési pontosságot biztosító rendszereket. Sajnos a feladat nem könnyű. Először is meg kell határozni, milyen elvárásokat támasztunk egy ilyen rendszerrel szemben majd össze kell állítani egy mérést, ahol megpróbáljuk ezeknek az elvárásoknak a teljesülését mérni. Itt ki kell találni, mit mérünk, milyen kamera beállításokkal, miért pont azokkal, a kapott adatokkal milyen műveleteket végzünk – és ami a legnehezebb – tudni kell igazolni, hogy ezek a mérések, képesek hűen reprezentálni a meghatározott elvárásokat, ez által alkalmasak a sub pixeles eljárás minősítésére.

Természetesen az intelligens kamerás rendszerek hatékonysága nagyon sok más tényezőtől is függ. Ennél a konkrét alkalmazásnál például a feladat nehézségétől, a lámpa befogatásának módjától, a megvilágítástól, az objektív torzításától, a CCD felbontóképességétől és még sorolhatnánk. Bár az én célom a sub pixeles mérési eljárások minősítése, fontos megjegyezni, hogy ez nem mindig választható el a felsoroltaktól, ezért a dolgozatban röviden megvizsgálok néhány más a felbontóképességet befolyásoló tényezőt.

Ebből már látható, hogy ez egy nagyobb lélegzetű feladat, ahol a jövőbeni továbbhaladás iránya előre nem meghatározható. Mindenképpen szükséges azonban a sub pixeles mérési eljárások működésének lényegi megértése és a már létező tesztelő, minősítő módszerek áttekintése. Elengedhetetlen továbbá minél több összehasonlító teszt elvégzése, ugyanis ezek során lehet megszerezni mindazt a tapasztalatot, ami szükséges a "végső" minősítési eljárás kiválasztásához. Ez a TDK munkám célja.

Ennek megfelelően a GE-nél töltött nyári gyakorlatom alatt igyekeztem minél több beállítással minél több képet készíteni, és a képeken minél többet mérni. Négy rendszer állt rendelkezésemre, ezekből kettő-kettő ugyanazt a módszert használta, így össze tudtam hasonlítani az egyes módszereket és azok konkrét megvalósításait. Végeredményként egy jól működő, és további kettő még továbbfejlesztendő minősítési eljárást tudok bemutatni

Huzalegyengető szerkezet optimalizálása

Tiszai Gyula IV. évfolyam

Konzulensek: Dr. Horák Péter, BME Gépszerkezettani Intézet Horváth György, GE Hungary Rt. Tungsram Lighting

A fényforrásgyártásban (és számos más területen) gyakran alkalmaznak huzalelőgyártmányokat különböző célgépeken megmunkálásra. A huzal csévélt formában kerül adagolásra, ebből és a gyártástechnológiájából következően különböző szerkezeti-geometriai hibákat tartalmaz, amelyeket a gyártmányon nem engedhetünk meg, vagy még csak el se végezhető a művelet az adott géppel a huzal görbe szakaszán. A probléma megoldására számos egyengető-szerkezeteket fejlesztettek ki, melyek különböző fizikai hatáselveket alkalmazva különböző huzalokat egyengetnek. Mindegyik régóta alkalmazott alegységnek megvannak a hibái és korlátai, időszerűvé vált tehát a konstrukciók újragondolása és felülbírálata.

A téma és a létező szerkezetek vizsgálata után többféle irányba indulhattam tovább. Első a jó egyenességet produkáló, bár költségesebb forgó egyengető szerkezetek elemzése volt. A második az "olcsó" és viszonylag jó görgős egyengetők optimalizálása. És végül az eredendően új ötletek, illetve speciális megoldások iránya. E három terület mindegyikének érintése után a kutatás céljául a klasszikus görgős megoldás tökéletesítését választottam.

Első lépésként tanulmányoztam a huzalok hibáit, rendellenességeit. Megállapítottam, hogy a felcsévélésből származó görbület és ennek változása; az irány, ahogy behúzza a gép a huzalt, és végül az anyag tulajdonságainak (folyáshatár, rugalmasság) változása jelenti a legnagyobb problémát. Ugyanis ezek nemcsak a cséve kicserélésekor, de egy cséve lefutása közben is változhatnak. Ezen paraméterek szórása tehát kulcsparaméter az egyengetésnek.

A görgős egyengető felépítése száz éve változatlan: két egymásra merőleges síkban végzünk egyre nagyobb sugarú hajlításokat. Ennek következtében a huzalban az anyag egyes pontokon megfolyik, visszarugózás után pedig maradó feszültségek csökkennek, a belső feszültségek nyomaték összetevője konvergál nullához, így a szál egyenes marad. Ebben az eljárásban a görbületi sugarak sorozata az egyetlen paraméter, amit a huzal minden egyes pontjára sorban rákényszerítünk, míg áthúzzuk az egységen. A kutatás célja voltaképpen egy ilyen "sugár-menet" megadása, aminek eredménye a legnagyobb mértékben független a bemeneti paraméterek szórásától, tehát stabil eredményt produkál.

Ugyanakkor figyelembe kell vennünk, hogy ez a sugár-menet egy huzal átmérőre és egy anyagra érvényes, a gépek többségét viszont több huzallal használják, így meg kell oldani a berendezés állíthatóságát, vagy meg kell fontolni a felhasználási tartományokra bontott koncepciót. Ezen kívül még egy probléma adódik a görgőkkel: amennyiben az átmérőjük változatlan, a sugarat az határozza meg, hogy mennyire térítjük ki a huzalt az adott pályájáról a görgő helyének szabályozásával. Belátható, hogy a görbületi sugár így függeni fog a huzal rugalmasságától és attól is, milyen állapotban gördül át a görgőn (pl. elfordul 90, vagy 180 fokot és 100, vagy akár 200%-ot is változhat a görgő síkjába eső eredeti görbület).

A sugár-menetek megállapításához szükségünk van valamilyen kapaszkodóra, ami hozzásegít majd a végeredményhez, a stabil egyengetési folyamathoz. Ezt ökölszabályként alkalmazva már kevesebb szabadságunk marad a sorozat létrehozásában, azonban mivel nem létezik elmélet a folyamat instabilitását illetően, csak önkényes döntések és az egyes eredmények összevetése vezethet megoldásra. Ilyen például, az a stratégia, hogy a hajlítások után maradó feszültség-csúcsok legyenek azonosak, vagy hogy ezen csúcsok nyomaték összetevője páronként oltsa ki egymást.

Az optimalizáláshoz létrehoztam egy szimulációs programot, mellyel egyszerűen vizsgálhatók a huzal keresztmetszetében ébredő feszültségek és nyomatékok az egyes

hajlítások után. E program segítségével egy adott sugár-menet könnyen tesztelhető, beleértve a kezdeti paraméterek szórásának szimulálását, ezen kívül bonyolult egyenletek numerikus megoldására is képes (mit például hajlítási sugár megállapítása maradó nyomaték megszüntetése érdekében). A munkám folytatásában célom specifikus sugár-menetek meghatározása és tesztelése, kutatásom mai állása szerint azonban még nem állnak rendelkezésemre konkrét numerikus adatok, amelyeket tesztelhetnék a programon, csak próbafuttatásokat végzek.



Feszültségek és nyomatékok szimulálása a huzal keresztmetszetében egy hajlítás, illetve kétsíkú görgős egyengetés (2x7 hajlítás) után

A TDK utáni továbblépés innen kézenfekvő: különböző stratégiákkal létrehozott sugár-menetek versenyeztetése szimulációval, illetve az adott paraméterek kísérleti kimérése és összehasonlítása, amihez szükség lesz egy, a pontos beállítást lehetővé tevő mechanikus szerkezetre. Elképzelhető, hogy ez a szerkezet nem azonos átmérőjű görgőkkel fog dolgozni, vagy egyáltalán nem is a szokásos elrendezést alkalmazza, mivel a cél a különböző sugarak beállítása.

- 1. Guillemot László: Anyagszerkezettan és anyagvizsgálat Tankönyvkiadó, 1979
- 2. VAG molibdén huzalok szabványa (GE2000-3725 1. változat)
- 3. Witels Albert termékkatalógus 1980
- 4. http://www.witelsalbert.com
- 5. http://www.read-eurowire.com

Áttetsző, gázzáró alumínium-oxid kerámia égőtestek szintereléses előállításához kapcsolódó analitikai vizsgálatok

Varga Péter Pál V. évfolyam Témavezetők: Szemán Norbert, GE Hungary Rt. Tungsram Lighting Dr. Madarász János, BME Általános és Analitikai Kémia Tanszék

A kerámia fémhalogén (CMH – Ceramic Metal Halide) lámpák a nagynyomású kisülőlámpák csoportjába tartoznak. Ezt a lámpatípust a kiváló színvisszaadás, a nagy fényerő és a hosszú élettartam jellemzik. A fényforrás színe a természetes fehér fényhez közelít, amihez ritkaföldfém adalékokokat alkalmaznak. A kerámia fémhalogén lámpákban a fényt kerámiafalú kisülőcső szolgáltatja. Az égőtest nagy tisztaságú aluminiumoxid-kerámiából készül, melyet speciális kerámiagyártási eljárással állítanak elő. A kerámia test három részből áll, egy csőből és annak mindkét végét lezáró dugókból. A csövet extrudálással, míg a dugót kerámia-fröccsöntési technológiával állítják elő.

A nagynyomású kisülőlámpák égőtestjeinek számos elvárásnak kell megfelelni: a kerámiának jó fényáteresztéssel, gázzáró tulajdonsággal, reaktív nátriumgőzzel szembeni nagy kémiai ellenállással, nagy elektromos ellenállással, valamint kiváló mechanikai és termikus tűrőképességgel kell rendelkeznie. Ezen követelményeknek csak nagytisztaságú Al₂O₃-porból megfelelő kötőanyagok segítségével speciális körülmények között szinterelt kerámiacsövek felelnek meg. A gyártási technológia három fő lépésből áll. Elsőként nagy tisztaságú aluminium-oxid port állítanak elő alumínium sók, pl. alumínium-ammónium-szulfát hidrát, Al(NH₄)(SO₄)₂ (aq) kalcinálásával [1]. A finom alumínium-oxid porhoz ezután adják hozzá a kerámia áttetszőségét javító MgO adalékot.. A második lépésben a kívánt forma előállításához az Al₂O₃-port összekeverik a szinterelési segédanyagként alkalmazott kötőanyaggal és izosztatikus körülmények között préselik vagy extrudálják cső formájúra, ill. formára fröccsöntik. Harmadik lépésben az így megformált égőtestrészeket szinterelik. Először 1300°C körül végeznek egy előszinterelést levegőben a kötőanyag eltávolítására (kiégetésére), majd egy több órás 1800°C-on, hidrogén atmoszférában végzett szinterelés következik. (Nagyobb nyomáson kisebb hőmérséklet is alkalmazható, ami javítja a kerámiacső átlátszóságát) [1]. Újabban ajánlott módszer a szinterelés során használt hagyományos fűtési módszerek helyett mikrohullámú fűtést alkalmazni. Előnye, hogy a minta abszorbeálja a mikrohullámok energiáját és ezáltal közvetlen fűtést biztosít, így a folyamat rövidebb időt vesz igénybe, alacsonyabb hőfokon megy végbe és a kialakult mikroszerkezet is finomabb, ami jobb fényáteresztést eredményez [2]. A végeket lezáró dugókat is ezen szintereléssel illesztik a kerámiacsőhöz. A szinterelés folyamán a tömörödés miatt megnő a polikristályos kerámia halmazsűrűsége, és emiatt a csövek mérete akár 30%-kal is csökken; az összenövő krisztallitok várható mérete 10 és 100 µm közé kerül [1]. A MgO megfelelő arányú (0,01-0,1%) hozzáadása közel az elméleti értékre növeli a kerámia sűrűségét és a szinterelés során ezzel tovább javítja a kerámia fényáteresztő képességét [1].

TDK-munkám célja megismerni és megvizsgálni a CMH kerámiacsövek gyártásának alapanyagait, köztitermékeit és a készterméket kémiai analitikai módszerek segítségével, rávilágítva a gyártási folyamat során végbemenő fizikai és kémiai változásokra és értelmezni a technológia egyes lépéseit a vizsgálati eredmények alapján. Vizsgálataim tárgyát a GE Hungary Rt. által biztosított alapanyagok (nagytisztaságú Al₂O₃, kétféle kötőanyag: kvaterner amin csoportot tartalmazó polimer vizes oldata, ill. ennek Mg(NO₃)₂-tal kevert változata), köztitermék (extrudáláshoz előkészített Al₂O₃-kötőanyag massza) és kész kerámia égőtestek képezték. A felhasznált analitikai kémiai mérési módszerek többek között a következők voltak: röntgendiffrakció (XRD), Fourier-transzformációs infravörös spektroszkópia (FTIR),

fénymikroszkópos szemcseméret-elemzés, pásztázó elektronmikroszkópos elemanalízis energiadiszperzív röntgen analizátorral (SEM-EDX) és termoanalitikai vizsgálatok (fejlődő gázanalízissel on-line módon összekapcsolt szimultán termogravimetria és differenciális termoanalízis, TG/DTA-MS, TG-FTIR).

A röntgendiffrakciós mérések során a kiindulási Al₂O₃-port és kész kerámiacsöveket, illetve azok hengertestjének csiszolatát vizsgáltam. Méréseim célja az volt, pontos képet kapjak a prekurzor porminta fázisösszetételéről, kristályszerkezetéről és elméleti sűrűségéről, illetve az ebből készített kerámiacsövek szinterelés során végbement szerkezeti és sűrűségbeli változásairól. A mérések azt igazolták, hogy a prekurzor porminta nagytisztaságú α -Al₂O₃ (korund): XRD-csúcsai az irodalmi értékeknek mind a diffrakciós szög (2 Θ) és intenzitás értékekben is nagy pontossággal megfeleltek A diffraktogrammok csúcsainak megfelelő rácstávolságok alapján rácsparamétereket, majd ezekből elméleti sűrűséget számítottam (ρ =3,997 g/cm³), ami szintén jó egyezést mutatott a referencia-adatokkal. A kerámiaminták is csak α -Al₂O₃ jelenlétét igazolták, azonban itt a csúcsok lecsökkenő félértékszélessége megnövekedett krisztallitokra, a csúcsok megváltozott intenzitásaránya, pedig a krisztallitok kitüntetett orientációs rendezettségére enged következtetni.

Az FTIR vizsgálatok célja a szintereléshez felhasznált kötőanyagok, illetve ezek Al₂O₃-dal alkotott keverékének szervesanyag-tartalmának minőségi analízise volt. A szilárd mintákat KBr-dal keverve, pasztillák formájában, míg a vizes oldatban található kötőanyagot bepárol és a létrejött filmszerű szárazanyag-tartalmat KBr-pasztillák között mértem. Az alkalmazott mérési hullámszámszám tartományban $(1/\lambda = 4000-400 \text{ cm}^{-1})$ azonosíthatók a szerves polimer kötőanyagok funkciós csoportjai, illetve összevethetők a szervetlen összetevők referenciaspektrumaival is. Az Al₂O₃-por spektruma nem mutatott eltérést az irodalomban talált referenciához képest, a kötőanyaggal kevert Al₂O₃ esetén pedig a szervesanyag-tartalom irodalomban is előforduló funkciós csoportjainak jelein kívül megjelent a nitrát-csoportra jellemző éles csúcs 1385 cm⁻¹-nél, igazolva ezzel, hogy a keverék Mg(NO₃)₂-os kötőanyagot tartalmaz.

A fénymikroszkópos szemcseméretelemzés a gyártási folyamathoz szorosan kapcsolódó feladat volt, mivel ez a gyártás minőségbiztosításába tartozik. Több mérőrendszerrel is vizsgáltam а kész kerámiacsöveket M= 20 ill. 50-szeres nagyítás és 1600*1200 pixeles felbontás mellett. A szemcsék a szinterelés során feltehetően összenőttek, mivel a mikroszkópok felvételein az egyes szemcsék között sík fenekű völgyek mutatkoztak, amit a szemcseméret-osztályozó szoftverek külön szemcseként értelmeztek. Ezt a problémát a szoftverek betanításával lehetett kiküszöbölni: egyes geometriai paraméterek (pl. átmérő, alaktényező, köréírható ellipszis kis- és nagytengelyének viszonya, stb.) beállítása alapján automatikus osztályozórendszert lehetett létrehozni, ami



 ábra: kerámia égőtest fénymikroszkópos képe, szemcseméret-osztályozás után (az osztályba nem sorolható, nem megfelelő geometriájú szemcséket lila körvonal jelzi)

képes kiszűrni a nem megfelelő alakú és méretű szemcséket (ld. 1. ábra). A különböző szoftverek funkcióinak eltérése miatt az összevetésre csak a szemcsék területének mérése bizonyult alkalmasnak. További problémaként merült fel a kerámiacsövek kis görbületi sugara a mikroszkópos vizsgálatok során, mivel egy látómezőn belül sem volt azonos emiatt a képélesség, így a mérési eredményeket annál a rendszernél vettem a leghitelesebbnek, ahol

ezt a problémát a legjobban ki lehetett küszöbölni. A kapott statisztikai adatokból összehasonlítottam őket és kiválasztottam a gyártási folyamat számára legmegfelelőbbet. A kiválasztott mérőrendszer adatai alapján a kerámiacsövek felszínén az átlagos szemcseterület $A_{\text{átlag}}=673,1 \,\mu\text{m}^2$.

Az α -Al₂O₃ porminta szemcseméretének meghatározására a fénymikroszkóp nem volt alkalmas (a szemcseméret mikrométer alatti tartományba tehető), ezért pásztázó elektronmikroszkópot alkalmaztunk erre a célra. M= 20000-szeres nagyítás mellett már felismerhetően elkülönültek az egyes szemcsék, de a minta rossz vezetőképessége miatt feltöltődött, így a képminőség eléggé gyenge volt. Ezt a vezetőképességi problémát a porminta bearanyozásával próbáltuk megszüntetni. A felvételeken az elkülönülő szemcsék nem mutattak 20%-nál nagyobb eltérést, így a kép manuális szerkesztésével elég pontos átlagos átmérőt kaptunk (d_{átlagos}=0,15 µm). Az elektronmikroszkóphoz kapcsolt EDXröntgenelemanalízátorral a pormintáról és a kerámiacsövekről is készítettünk összetételi felvételeket. Azonban a várhatóan néhány száz ppm szintű magnézium mennyisége a mérőrendszer kimutatási határára esett, így egyik mintában sem tudtuk meggyőzően igazolni a Mg-tartalmat; ennek kimutatására a későbbiekben ICP-OES elemanalízist fogok végezni.

Méréseim zömét a termoanalitikai módszerek adták: ezzel modelleztem az előszinterelés során végbemenő folyamatokat, követtem az alapanyagok és köztitermékek termikus viselkedését, a víz- és szervesanyag-tartalomul távozását, illetve a bomlási hőeffektusokat. Két különböző fejlődő gázanalitikával kombinált vizsgálati módszert alkalmaztam: szimultán termogravimetriás és differenciális termoanalízises berendezéshez on-line csatolt tömegspektrométert (TG/DTA-MS), valamint termogravimetriás műszerhez csatolt FTIR spektroszkópiás gázcellát. Méréseimet általában 700°C-ig végeztem 10°C/perc fűtési sebességgel, áramló levegő atmoszférában. Az α-Al₂O₃-por mérése a minta szennyezetlen voltát igazolta, mivel 1000°C-ig sem csökkent a tömege. A kötőanyagokat 90% feletti víztartalmuk miatt bepároltam, hogy a bennük oldott anvagok bomlása jobban észlelhető legyen. A bepárolt kötőanyagok esetében többlépcsős bomlást figyeltem meg: 150°C alatt a víz távozását, majd a minták tömegétől függően 200-220°C között megkezdődött a szerves komponensek bomlása, majd 550°C körül megtörtént a teljes kiégés. A Mg(NO₃)₂-ot tartalmazó kötőanyag esetén jóval intenzívebb hőeffektusokat tapasztaltam, ami arra utal, hogy a Mg(NO₃)₂ elősegíti az égést (az analitikai gyakorlatban hamvasztószerként is alkalmazzák). Ekkor a nitrát bomlásából visszamaradt MgO nem bomlik tovább (12,9% maradék). Ez a szinterelések során a magnézium bevitelének egyik módszere is lehet. Az Al₂O₃--kötőanyag keverék TG-görbéje ettől eltérő lefutású volt: a szervesanyag-tartalom egy lépcsőben, igen alacsonyabb hőmérsékleten távozott (150-300°C). A hevítés során történő gázfejlődés minőségi és kinetikai vizsgálatát a csatolt tömegspektrométerrel, illetve az FT-IR gázcella spektroszkópiás készülékkel végeztem. Méréseim alapján a kötőanyagok bomlásának első lépcsőjében a polimer bomlásából származó, kettős kötést tartalmazó gőzök, ill. ammónia távoztak, míg a második lépcsőben a szénatomok égése következtében a CO2 mennyisége nőtt meg. Mg(NO3)2-os kötőanyag esetén ugyanitt a só bomlásából keletkező nitrózus gázok is távoztak (NO, NO₂, N₂O).

- 1. J. de Groot, J. van Vliet, The high pressure sodium lamp (Philips Technical Library, Deventer, 1986
- 2. J. Cheng, D. Agrawal, Y. Zhang, R. Roy: Microwave sintering of transparent alumina, Mater. Lett. 56 (2002) 587–592