

BESUGÁRZOTT SZAKÍTÓ PRÓBATESTEK BEFOGÁSÁNAK PROBLÉMÁI FIXTURE PROBLEMS OF IRRADIATED TENSILE TEST SPECIMENS

ANTÓK DÁNIEL¹, KRÁLLICS GYÖRGY²

Kulcsszavak: szakítóvizsgálat, végeselemes módszer, képlékeny alakváltozás

Keywords: tensile test, finite element method, plastic deformation

KIVONAT

Besugárzott próbatesteknél elterjedt a villás befogópófákkal felszerelt univerzális szakítógépeken végzett szakítókísérletek diagramjait vizsgáltuk. A szakítódiagramok lineárisan rugalmas szakasza kisebb meredekségű volt a vártnál, és értéke mérésről mérésre ingadozott. Végeselemes szimulációkkal kimutattuk, hogy ennek az oka a befogópófa geometriai kialakításában és a nagy súrlódási erőkben lehelhető fel.

ABSTRACT

Diagrams of tensile tests equipped with grips made for irradiated specimens were analyzed. In the diagrams it was observed that the slope of the linear elastic stage was lower than it was previously expected and the slope values were deviating. Finite element method simulations demonstrated that the unexpected behaviour of the slopes can be explained by the geometry of the grips and by the remarkable friction forces.

1. BEVEZETÉS

Az egyik legelterjedtebb mechanikai anyagvizsgálati módszer az egytengelyű szakítóvizsgálat. Segítségével meghatározhatóak a vizsgált darab klasszikus anyagjellemző tulajdonságai (egyezményes folyáshatár, szakítószilárdság, kontrakció, szakadási nyúlás, ...) és a képlékeny alakváltozási tulajdonságokat pontosabban leíró folyásgörbe.

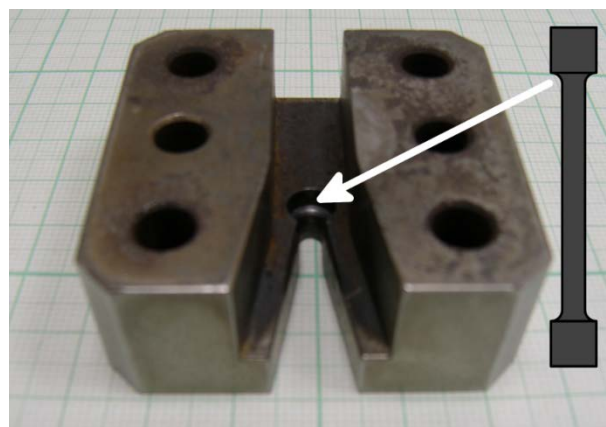
A szakítás során közvetlenül méri az erőt (F) és a szakítógép keresztfejének elmozdulását (δ). A próbatest nyúlásának mérését extenzométeres és optikai módszerek is kiegészíthetik.

A szakítóvizsgálatok eredményeit a körülményektől függően számos hiba terhelheti [1]. A hibák egy része a próbatestek befogására vezethető vissza. A befogás akkor tekinthető jónak, ha:

1. Fűtőelem és Reaktoranyagok Laboratórium; Magyar Tudományos Akadémia Energiatudományi Kutatóközpont (MTA EK) antok.daniel@energia.mta.hu
2. Anyagtudomány és Technológia Tanszék; Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem krallics@eik.bme.hu

- a próbatest tengelye és a szakítógép tengelye végig egybeesik a szakítás során;
- a próbatest nem csúszik meg a szakítás során;
- a próbatest csak kis mértékben szenved képlékeny alakváltozást a befogópófa környezetében a szakítás során.

Besugárzott, radioaktív próbatestek szakítása-
kor ügyelni kell arra, hogy a szakítóvizsgálatot végző személyzetet minél kevesebb sugárzás érje. Ennek érdekében elterjedt módszer a „beakasztós” vagy más néven „villás” befogók alkalmazása (1. ábra). Miután a befogópófákat beszerelik a szakítógépbe, az elszakítandó próbatestet egy manipulátor segítségével a befogópófaiba helyezik a pófák kialakított résen keresztül. A próbatest a szakítás során felütközik a pófa toroidális felületén.



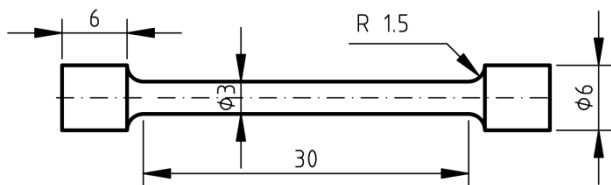
1. ábra: Az egyik befogópófa és a szakító próbatest

Figure 1: A grip and the tensile test specimen

A könnyű behelyezést elősegítő geometria azonban lehetővé teszi, hogy a befogópófában a próbatest szabadabban mozogjon, és ez rontja a rendszer merevségét. A próbatest a befogópófa-
ba való behelyezés után kis holtjátékkal mozgatható, és a súrlódás miatt több, nem teljesen ideális (tehát nem függőleges) pozíciója is stabil. Végeselemes szimulációkkal megvizsgáltuk, hogy a villás befogás milyen mértékben befolyásolja a szakítóvizsgálatok eredményeit és a tapasztalatainkat összevetettük kísérleti eredményekkel.

2. KÍSÉRLETI EREDMÉNYEK

A szimulációkat egy 1984 és 1993 között végrehajtott kísérletsorozatra alapoztuk. A kísérletekben különböző mértékben besugárzott 15H2MFA típusú reaktoracélból készült hengeres próbatesteket szakítottak el. A próbatestek névleges méretei a 2. ábrán láthatóak. A próbatestek valós méreteit mind szakítás előtt, mind szakítás után lemérték.

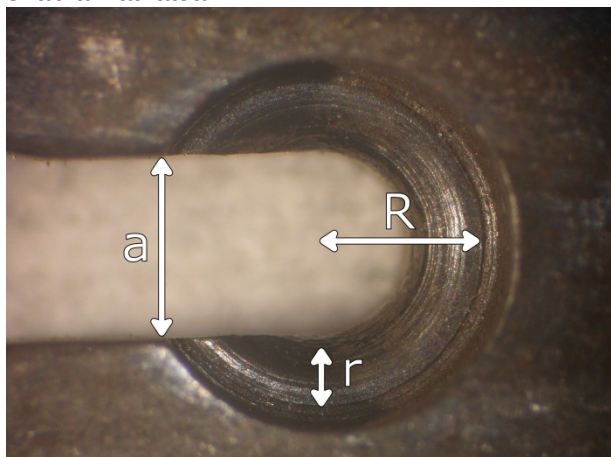


2. ábra: A próbatestek névleges méretei
Figure 2: Nominal dimensions of the specimens

A 15H2MFA ötvözői (m/m%): 0.16% C, 0.24% Si, 0.48% Mn, 0.014% P, 0.016% S, 2.85% Cr, 0.66% Mo, 0.32% V, 0.07% Ni, 0.08% Cu.

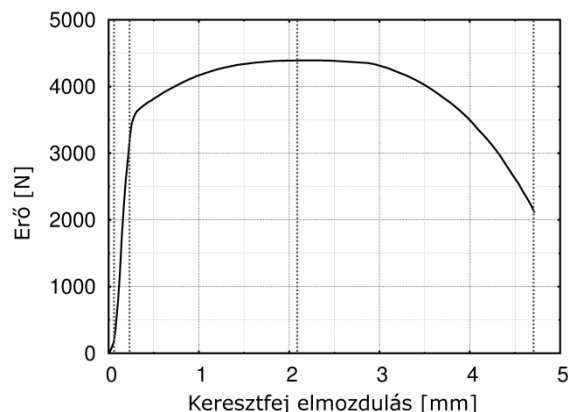
A próbatesteket különböző mértékben sugározták be, de ennek ebben a cikkben kevés jelentősége van. Ennek az az oka, hogy a szakítódiaagram kezdeti, a lineárisan rugalmas nyúlást leíró szakaszát vizsgáljuk, és a neutronsugárzás az acélok rugalmas anyagtulajdonságait (Young modulus, Poisson tényező) csak elhanyagolható mértékben befolyásolja [2]. Emellett a kísérleti eredményekben sem lehetett kimutatni összefüggést a besugárzás mértéke és a lineáris szakasz mereksége között.

A szakítókísérleteket egy MTS 812.21 típusú szervohidraulikus univerzális szakítógépen, 20 °C, 100 °C és 300 °C hőmérsékleteken végezték el. A szakítások sebessége 0,5 mm/perc sebességű volt. A befogópofák toroidális felületének – ahol létrejött a kontaktus a próbatestekkel – méretei a 3. ábrán láthatóak.



3. ábra: A befogópofa toroidális felületének méretei
Figure 3: Dimensions of the specimen's toroidal surface

A toroidális felületet a tórusz R és r sugarával lehet leírni: $R = 2,77$ mm; $r = 1,13$ mm. A rés, amelyen keresztül a próbatestek helyezhetők be, $a = 3,17$ mm széles. Egy tipikus, mért szakítódiaagramot mutat be a 4. ábra:



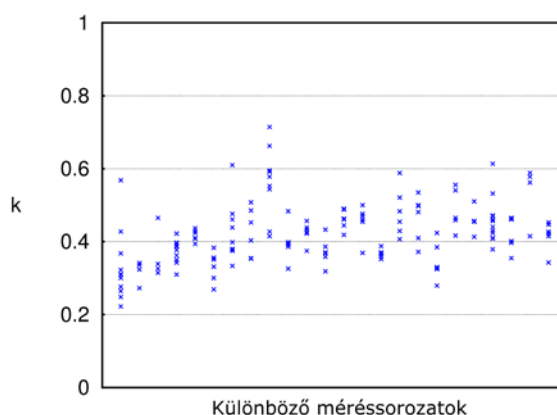
4. ábra: Besugárzatlan próbatest szakítódiaagramja
Figure 4: Tensile diagram of an unirradiated specimen

A mérések szakítódiaagramjait megvizsgálva a következő felfedezést tettük: a görbék kezdeti, lineáris, a rugalmas nyúlásra jellemző szakaszának mereksége rendszeresen eltér attól az értéktől, melyet az adott próbatest valós (nem névleges) méretei és a hőmérsékletfüggő rugalmas anyagtulajdonságai alapján megbecsülhettünk. A merekségek becslését analitikusan, a Hooke-törvény segítségével is el lehet végezni, de a nagyobb pontosság kedvéért végeselemes számításokat használtunk (MSC Marc). Tengelyszimmetrikus modelljeinkben minden egyes próbatestnek a valós méretei szerepeltek, és a befogás tökéletesen merev volt. Az így becsült merekségeket s_{merek} [kN/mm] jelöli. A mérések merekségeit $s_{mért}$ jelöli.

Amennyiben veszünk egy mérést és a hozzátartozó szimulációt, a $k = \frac{s_{mért}}{s_{merek}}$ azt mutatja meg,

hogy a mérés rugalmas szakasza mennyivel viselkedett lágyabban az elméletben várhatónál. Az összes mérés merevségének k értékei az 5. ábrán tekinthetők meg.

Amennyiben a próbatest-befogás-szakítógép rendszer teljesen merev lenne, $k = 1$ körüli értéket kellene kapnunk. Az 5. ábra azt sugallja, hogy a rendszer lágyabb az elméletileg elérhető teljesen merev állapotnál, és lágyasága mérésről mérésre változik. Ehhez kis részben hozzájárul az, hogy a szakítógép is elszenved valamekkora rugalmas alakváltozást a szakítás során, és ezt belemérjük a keresztfej elmozdulásába. Viszont a rendszer lágyaságának mértékét és ingadozását ez önmagában nem magyarázza meg.



5. ábra: A szakítókísérletek merevségének ingadozása

Figure 5.: The deviation of the tests' rigidity

Az egyes próbatestek anyagjellemző tulajdonságai kis mértékben különbözhetnek. A szobahőmérsékletű, besugárzatlan próbatesteken elvégzett extenzométeres mérések segítségével meghatározott Young modulusok jó közelítéssel (5-10%-on belül) visszaadták a 15H2MFA Young modulusának a próbatestek gyártója (Škoda) által mért értékét. Így kijelenthetjük, hogy a rugalmas anyagjellemzők bizonytalansága biztos, hogy kisebb, mint a k ingadozása. A legvalószínűbbnek tehát az tűnt, hogy a k értékeit a legnagyobb mértéken a befogás befolyásolta.

3. VÉGESELEMES SZÁMÍTÁSOK

Végeselemes számításainkhoz az MSC.Marc 2005r3 szoftvert használtuk. Modelljeinkben a nagy alakváltozások elméletét alkalmaztuk. A tengelyszimmetrikus modelleket 8-csomópontos, izoparametrikus elemekből, a 3D-s modelleket 20-csomópontos, izoparametrikus elemekből építettük fel. A csomópontok száma az előbbi esetekben 3896, az utóbbiakban 31835 volt.

A próbatestet a névleges méretei szerint modelleztük. A próbatest anyagjellemző tulajdonságait a 20 °C hőmérséklethez tartozó gyári (Škoda) adatok szolgáltatták: a Young modulus 209900 MPa, a Poisson tényező 0,3. A képlékeny alakváltozást a következő folyásgörbe segítségével vettük figyelembe:

$$\sigma_M = 336.7 + 674.27(\varepsilon_M^p)^{0.183} \text{ MPa [3]}$$

σ_M jelöli a von Mises feszültséget, míg ε_M^p az egyenértékű képlékeny alakváltozást.

A befogópofák anyaga kemény szerszámacél. A szimulációk során alakváltozásukat nem vettük figyelembe. A befogópofák és a próbatest érintkező felületei közötti súrlódást többféle súrlódási

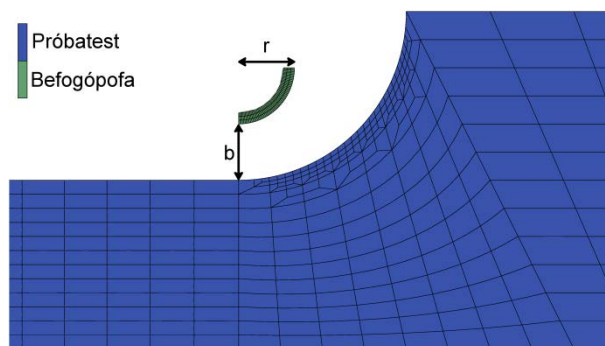
tényező (μ) értéket használva modelleztük. μ nehezen becsülhető, mert a pofák felületi érdessége nagy (4. ábra).

A szimulációk segítségével meghatároztuk az erő – keresztfej elmozdulás diagramokat és azt, hogy a próbatestekben milyen feszültség- és alakváltozás eloszlások jönnek létre. A szimulált diagramok lineáris szakaszának meredekségét jelölje s_{sim} . Ennek segítségével bevezethetjük

$$k' = \frac{s_{sim}}{s_{merev}}$$

mennyiséget, mely megmutatja, hogy az adott szimuláció mennyivel viselkedik lágyabban egy olyan szimulációnál, ahol a befogás tökéletesen merev.

Tengelyszimmetrikus elemzéseinkben azt vizsgáltuk meg, hogy a befogópofák geometriája hogyan befolyásolja a szakítókísérletet (6. ábra). Ezekben a számításokban a próbatest és a szakítás tengelye mindig egybeesett, és a pofákon lévő a szélességű rést se modelleztük (mivel a szimulációk tengelyszimmetrikusak voltak). A szimulációk során az r és b értékeket változtattuk. μ értéke 0,6 volt.



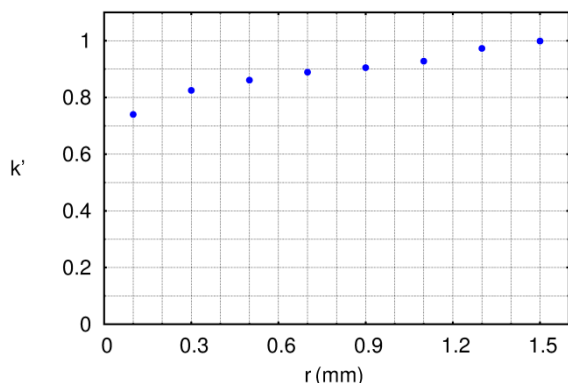
6. ábra: A tengelyszimmetrikus modell és a geometriai paraméterek

Figure 6: Dimensions of the axial symmetric model

Az eredmények nem meglepőek. Amennyiben r értéke megegyezik a próbatest lekerekítési sugarával (1,5 mm) és $b = 0$ mm (azaz a befogópofa felütközése a próbatesten ideális), akkor k' értéke lényegében 1. Az r csökkentése (miközben b -t úgy növeljük, hogy a 6. ábrának megfelelően a befogópofa a próbatest lekerekített részének közepén ütközik fel) k' csökkenését eredményezi, de még egy 0,1 mm lekerekítési sugarú befogópofa is csak $k' = 0,75$ -öt eredményez (7. ábra).

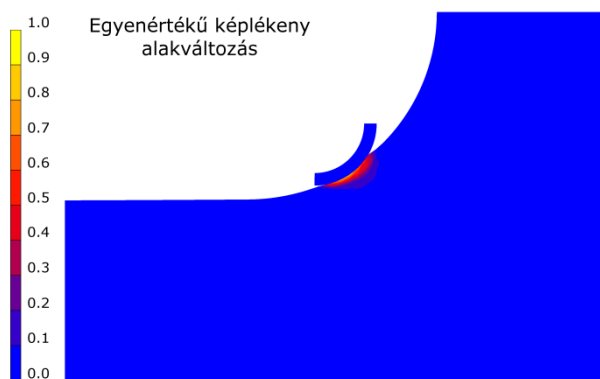
Jelentősebb lokális képlékeny alakváltozás csak akkor jött létre a tengelyszimmetrikus szimulációknál, ha a b és az r értékét is elég kicsinek választottuk (8. ábra). A valódi mérések során r kellően nagy volt ahhoz, hogy a tengelyszimmetrikus szimulációk alapján ne legyen okunk feltételezni, hogy a próbatest jelentős lokális képlékeny

alakváltozást szenvedett. Így a rendszert 3D-s modellekkel is megvizsgáltuk.



7. ábra: A befogópofa lekerekítési sugarának hatása a rendszer merevségére

Figure 7: Effect of the grip's radius of curvature on the rigidity of the tensile tests



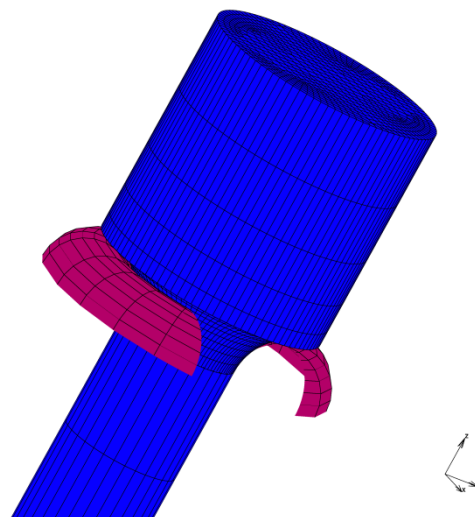
8. ábra: Lokális képlékeny alakváltozás rosszul megválasztott geometriai paraméterek esetén

Figure 8: Local plastic deformation in case of inappropriate geometric parameters

A 3D-s szimulációk (9. ábra) lehetővé tették, hogy megvizsgáljuk, hogy mi történik akkor, ha a próbatest a befogópofákba nem tökéletesen függőleges (z-irányú) pozícióba kerül bele. Vizsgáltuk a befogópofákban található a szélességű rés szerepét is (mely a befogópofán x-irányban található). Olyan szimulációkat is futtattunk, amelyekben a két befogópofa két tengelye nem esett egybe. Ezekben a számításokban a súrlódás szerepe jelentős volt, így a szimulációk eredményeinek μ értékre való érzékenységet is vizsgáltuk. A 3D-s szimulációkban a próbatest és a pofák méretei is a névvel egyeztek meg.

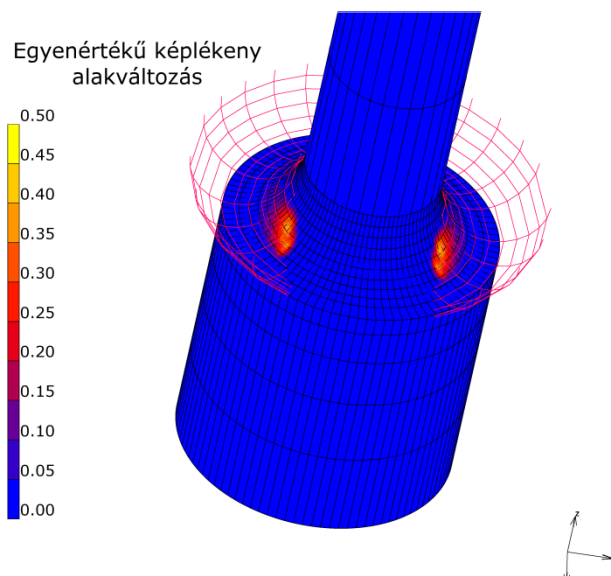
Amennyiben semmilyen geometriai tökéletlenséget nem raktunk a rendszerbe, akkor a próbatest körkörös felületén felütközött a toroidális felületeken. A rés miatt a befogópofák egy részén hiányzott a próbatestek alátámasztása, és a fellépő nyomaték

kis mértékben, de meghajlította a próbatesteket. A rés szerepe azonban sokkal jelentősebbé vált, ha a geometriai elrendezés nem volt tökéletes. Egyik szimuláció-sorozatunkban a próbatestet a tömegközéppontja körül a 9. ábrán látható y-tengely mentén megforgattuk különböző α_y szögekkel. Így a próbatest felső részét a rés fele döntöttük, és a rés élébe a szakítás során beakadt (10. ábra).



9. ábra: Háromdimenziós modell és a hozzátartozó koordináta-rendszer

Figure 9: Three dimensional model and its coordinate system

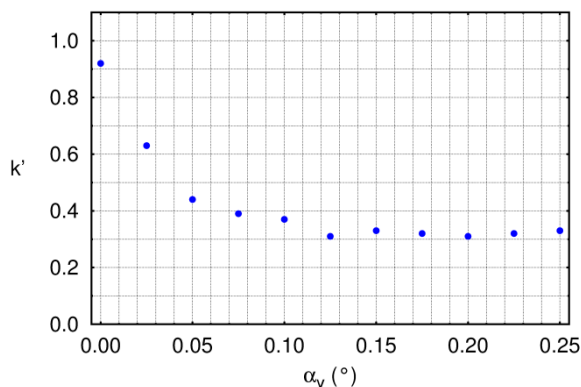


10. ábra: A próbatest beakadása a rés élébe

Figure 10: Jamming of the specimen in the gap of the grip

A kellően nagy súrlódás ($\mu = 0,7$) miatt a próbatest nem csúszott vissza akadálytalanul a függőleges pozíciója felé, és a kontaktusban lévő felület jelentős lokális képlékeny alakváltozást szenvedett.

dett. Ez nagyobb elforgatások esetén k' jelentősebb csökkenéséhez vezetett (11. ábra).



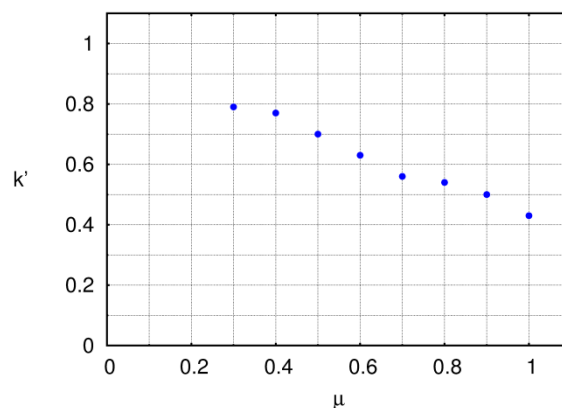
11. ábra: A rendszer merevsége α_y függvényében
Figure 11: The rigidity of the system in function of α_y

Azt tapasztaltuk, hogy amennyiben a próbatest döntése nem a rés irányában történik, hanem arra merőlegesen, akkor a beakadás nem jön létre, a szakítás során a próbatest számottevő ellenállás nélkül a függőleges pozíciójába visszacsúszik, és így k' értéke se csökken le.

Az 5. ábrán az egymás fölött található pontcsoportok olyan méréseket jelölnek, ahol a befogópók pozíciója azonos volt (nem szerelték ki és be őket két mérés között). Az egymás mellett elhelyezkedő pontcsoportok különböző mérősorozatokat jelölnek. Látható, hogy egy mérősorozat k' értékei kevésbé ingadoznak, mintha az összes pontot nézzük egyszerre. Ez azt valószínűsíti, hogy a pófák ki- és beszerelése után azok pozíciója kicsit ($\sim 0,01$ mm) megváltozhatott, és ez befolyásolta a pófák és a próbatest között kialakuló kontaktust, ezen keresztül a rendszer merevségét. Ezért szimulációinkban megvizsgáltuk azt is, hogy a befogópók nem tökéletes geometriai pozíciója (kismértékű forgatás vagy eltolás) hogyan befolyásolja az eredményeket. Azt tapasztaltuk, hogy hasonló beakadások jöhetnek létre, mint amit a próbatest döntéseknél tapasztaltunk, de a beakadás mértéke sokkal véletlenszerűbb (nem találtunk olyan trendet, mint ami a 11. ábrán látható). A véletlenszerű viselkedés a valós mérések ingadozó k értékeire is magyarázatot ad.

A tengelyszimmetrikus számításokkal szemben a 3D-s számításokban a μ értékének is nagy a jelentősége. A súrlódási tényezőre vonatkozó paramétervizsgálatot egy rögzített, nem tökéletes geometriai állapotú rendszeren végeztük el: a próbatest dőlése $\alpha_y = 0,05^{\circ}$, az alsó befogó $0,03^{\circ}$ -kal volt az x-tengely mentén elforgatva, a felső befogó $0,01$ -mm-rel volt eltolva az y-tengely mentén. A 12. ábrán azt láthatjuk, hogy a rendszer merevsége csökkent, amennyiben a súrlódási

tényezőt növeltük. Ennek az az oka, hogy nagyobb μ értékek esetén a próbatest nagyobb terhelések mellett sem tud a nagyobb felületen alátámasztott, függőleges pozíciójába visszacsúszni. Mivel a próbatest ferde pozíciójában kis felületen érintkezik a pófákkal, nagy feszültségek keletkeznek, jelentős lokális alakváltozást szenved, mely növeli a keresztfej elmozdulás értékét. Ez a lineáris szakasz merevedségének, azaz végső soron a merevség csökkenésével jár.



12. ábra: A rendszer merevsége a súrlódási tényező függvényében

Figure 12: The rigidity of the system in function of the friction coefficient

4. KÖVETKEZTETÉSEK

Sikerült olyan szimulációkat lefuttatnunk, amikben a rendszer merevsége hasonlóan kicsi, mint a mérésekben volt. Ezek a nagy súrlódási tényező értékekkel számolt 3D-s végeselemes szimulációk voltak. Egy mérés akkor tekinthető jónak, ha k értéke kellően nagy. A problémára megoldást jelenthet más geometriájú (például kúpos) befogópók és próbatest alkalmazása, valamint a súrlódási tényező csökkentése. Utóbbihoz a felületek kenését kell megoldani, ami radioaktív környezetben komoly kihívást jelent.

A már meglévő kis k értékű mérések kiértékelése is megoldható. A befogás minősége döntően csak a lineáris szakaszt (annak merevedségét, illetve annak átmenetét a nemlineáris szakaszba) befolyásolja. A mért keresztfej elmozdulás értéket (δ) lehet úgy korrigálni, hogy kivonjuk belőlük a befogás miatt létrejövő, nem a mérőszakasz nyúlásából származó elmozdulásokat. Ha egy adott $\delta_{eredeti}$ keresztfej elmozdulásnál, $F(\delta_{eredeti})$ erő mérünk, akkor az alábbi lineáris korrekció jó közelítéssel megoldja a problémát:

$$\delta_{új} = \delta_{eredeti} - [F(\delta_{eredeti})/s_{mért} - F(\delta_{eredeti})/s_{merev}]$$

IRODALOMJEGYZÉK:

- [1] P. Tóth: A szakítóvizsgálat során elkövethető mérési hibák és kiküszöbölésük. Anyagvizsgálók Lapja (2004/2) 51–52
- [2] M.I. Zakharova, N.A. Artemov, D.V. Petrov: Elastic modules and thermal conductivity of neutron irradiated type 13Cr-2Mo-Nb-V-B ferritic-martensitic steel. Journal of Nuclear Materials 233–237 (1996) 280–284
- [3] T. Fekete, G. Kralics, L. Tatar: Application of fracture mechanics “local approach” method on the analysis of ductile fracture of material 15Kh2MFA. Seminar of Fracture Mechanics, Miskolc, Hungary 1997. 221–234. (in Hungarian)

A KOLLOIDOLDAT-GÉL MÓDSZERREL ELŐÁLLÍTOTT SiO_2 AND TiO_2 VÉKONY RÉTEGEK VÉDŐ ÉS MECHANIKAI TULAJDONSÁGAINAK MEGHATÁROZÁSA DETERMINATION OF CHOSEN PROTECTIVE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE SiO_2 AND TiO_2 THIN COATINGS OBTAINED BY SOL – GEL METHOD

MARZENA TKACZYK, JUSTYNA KRZAK-ROŚ, JERZY KALETA

Kulcsszavak: kolloidoldat-gél módszer, vékony rétegek, titándioxid, szilíciumdioxid, elektrokémiai vizsgálatok, tapadás

Keywords: sol-gel method, thin coatings, titanium dioxide, silicon dioxide, electrochemical studies, adhesion

Absztrakt

A kolloidoldat-gél módszerrel fémes alapra (316L) felvitt SiO_2 és TiO_2 vékony rétegek védő és mechanikai tulajdonságait határozták meg. A rétegek folytonosságát pásztázó elektron mikroszkóppal (SEM) vizsgálták. A korróziós vizsgálatokat (elektrokémia méréseket) 1, 3 és 5 rétegű SiO_2 és TiO_2 rétegeken hajtották végre. Az elektrokémiai mérések igazolták a bevonatok korrózióvédő hatását. A mechanikai vizsgálatokhoz hidraulikus szakítógépet (MTS 810) használtak a 100kN-ig terjedő tartományban. A statikus szakító és fárasztó vizsgálatokat 1 és 3 rétegű SiO_2 és TiO_2 rétegeken hajtották végre. A szakító vizsgálatok előtt és után elvégzett SEM eredmények és a röntgen spektroszkópia azt mutatták, hogy a réteg tapadása az alapanyaghoz a szakítás során nem változott.

Abstract

Protective and mechanical properties of SiO_2 and TiO_2 thin coatings obtained by sol-gel method onto metallic substrates (316L) were determined. Continuity of the coatings was examined by Scanning Electron Microscope (SEM). Corrosion tests (electrochemical studies) were performed for single, triple and five layered SiO_2 and TiO_2 coatings. Electrochemical studies have confirmed that the coatings behave as a corrosion barrier. The mechanical tests were conducted on a hydraulic testing machine MTS 810 with a range to 100 kN. Static tensile tests and fatigue strength tests were conducted for single layer and triple layer SiO_2 and TiO_2 coatings. The SEM observations and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) analyzes, after tensile tests have confirmed that adhesion of the coatings to the substrates between the samples before and after tensile test did not changed.

Institute of Materials Science and Applied Mechanics, Wrocław University of Technology,
Mariana Smoluchowskiego 25 str, 50-370,
Wrocław, Poland
Corresponding author: marzena.tkaczyk@pwr.wroc.pl

1. INTRODUCTION

SiO_2 and TiO_2 coatings were obtained to improve surface properties of the metallic substrates. Metallic materials with required mechanical properties, covered by ceramic or glass coatings have better resistance to oxidation, corrosion, erosion and wear [1]. That composition should find possible application in chemical or medical industry.

To obtain ceramic coatings onto metallic surfaces several methods are used: physical vapour deposition, chemical vapour deposition, plasma spraying, laser cladding, chemical plating or sol-gel process [2]. The sol-gel method is the most promising. The method is easy, cost effective and is one of the low temperature methods of obtaining thin coatings [3]. Moreover sol-gel method allows to coat irregular shapes.

The sol-gel method is based on hydrolysis and condensation of liquid precursors. We can distinguish three main sol-gel techniques: dip-coating, spin coating and meniscus coating. Dip-coating method is based on immersing the substrate into hydrolizate and detaining substrates into hydrolizate for specified time. After that substrates are pulled out and dried. Spin coating method is based on putting drops of hydrolizate on rotating, with constant speed, substrates. Whereas meniscus coating method is based on depositing the sol onto a substrate using a porous cylinder coated with sol. The cylinder moves very close above the surface of the substrate, so sol forms a meniscus.

The main advantage of sol-gel method is the possibility of obtaining thin ceramic and glass coatings at low temperatures (even room temperatures). This property allows to place into or onto coatings many substances, for example metallic nanoparticles, drugs and even chosen bacteria [4]. The multiply choice of additions makes it possible to obtain coatings with broad spectrum of properties, for example: anti – reflective, scratch-resistant or antiseptic properties [Hiba! A könyvjelző nem

létezik.^{5]} With the properties mentioned above, the sol-gel products may be used to create different kind of sensors [Hiba! A könyvjelző nem létezik.], self-cleaning or antireflective coatings and coatings for medical implants [6]. Coatings like SiO_2 , TiO_2 , $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$, $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-ZrO}_2$, $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$, protect the implant from corrosion and are biotolerant. In addition, glasses and ceramic coatings increase the wear resistance and decrease the friction [7]. This is an important issue because products of corrosion and friction cause inflammation in the body or damage of the tissues and organs. For anti-corrosion coating functionality, sol-gel coatings should be coherent to the substrate, should maintain continuity and have appropriate roughness.

In our research we have obtained coatings by dip-coating method. Raman spectroscopy studies have shown, that obtained coatings were crystalline TiO_2 and amorphous SiO_2 [8], which means that obtained coating were consistent with the expectations. SEM observations have confirmed that coatings were continuous. The examples of continuous and not continuous coating are shown in Fig.1.

2. EXPERIMENTAL

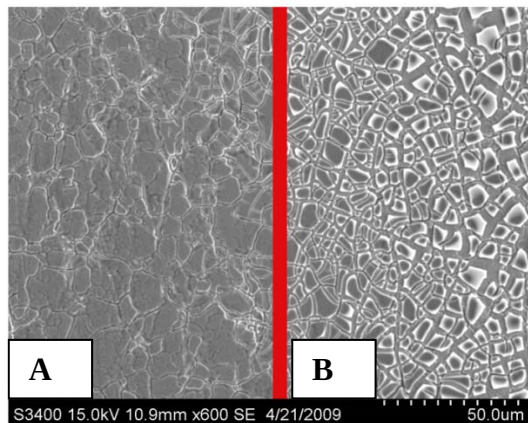


Fig. 1. SEM images of single layer TiO_2 coating obtained by sol-gel method: A) continuous coating, B) not continuous coating

2.1 PREPARATION OF THE SiO_2 AND TiO_2 COATINGS

The sol-gel precursors used for silicon dioxide (SiO_2) coatings were tetraethyl orthosilicate (TEOS - $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4]$) and tetraethyl orthosilicate (TIPO - $[\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4]$) for titanium dioxide (TiO_2) coatings. The reagents used were ethanol (EtOH - $[\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}]$) and hydrochloric acid (HCl) for SiO_2 coatings and isopropanol (izoPrOH - $[\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}]$), acetylacetone (AcAc - $[\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2]$) for TiO_2 coat-

ings. All materials were purchased from Sigma Aldrich and used without further purification.

Dip coating technique is based on dipping the substrate into the hydrolyzate. The substrates were immersed in the hydrolyzate at a speed of 34.26 [mm/min]. The retention time (time after immersion of the substrate and before the start of extraction) is depending on the number of superimposed layers.

Creating the first layer, substrates were kept in the hydrolyzate for 60 seconds. While applying the second and third layer on the same substrate, the retention time was respectively accordingly: 30 seconds and 15 seconds. For the fifth layer, the retention time was also 15 seconds. The retention time was reduced to minimize the dissolution of already formed layers in the hydrolyzate. After the imposition of each layer the samples were dried in the air for 24 hours. The last step of obtaining coatings was annealing at 500°C for 1h. In case of triple SiO_2 and TiO_2 , coatings were also soaked after imposition of each layer.

The substrates used in the research were made from stainless steel (316L). Before the research, substrates were purified in ultrasonic cleaner with acetone for 15 min. Than substrates were rinsed with distilled water and after that with ethanol and left to dry.

2.2. THE TEST METHODS

The surface morphology, microstructure and elemental composition of the SiO_2 and TiO_2 thin coatings were characterized by Scanning Electron Microscope HITACHI S-3400 (SEM).

SEM observations and Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) research were carried out to examine the continuity of the obtained coatings

The electrochemical study consisted of recording polarization curves in a three-electrode cell. Referenced electrode was a saturated calomel electrode (NEK), while the auxiliary electrode was a platinum electrode. The measuring system consisted of a measurement vessel, SI1286 potentiostat and a computer. The survey was conducted in an artificial physiological fluid (SBF) in which the samples were immersed for 10 minutes before the test. The samples were polarized in the direction of the anode at a rate of 1mV/s, starting from the potential (- 1000mV). The study was conducted to determine the effect of SiO_2 and TiO_2 coatings on the corrosion resistance of 316L steel.

The tensile tests were conducted on MTS 810 machine with the tensile stress range from 0 to 100 kN. The study consisted of static tensile tests and

fatigue strength tests. The testing samples were substrates covered by single and triple SiO_2 and TiO_2 coatings.

Static tensile tests were performed in accordance to the polish norm PN-EN ISO 6892-1:2010 [9]. The extension speed was 0.3 mm/min in elastic range and was increased to 3 mm/min after crossing the yield strength. The stress-strain graph for the sample covered by single SiO_2 coating is shown in Fig. 2. For all the samples graphs were almost the same.

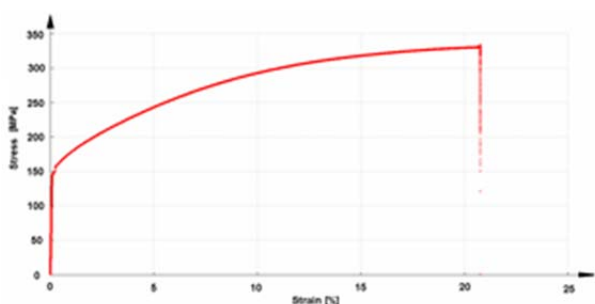


Fig. 2. Stress-strain graph for the sample covered with SiO_2 coating

FATIGUE STRENGTH TESTS.

Analysis of the graphs, obtained for the samples tested in the static tensile test and increasing cyclic test (Fig. 3), were performed to select appropriate values for the load and the frequency for test. Analysis of these data allowed choosing the appropriate test parameters: cyclic load was 4.5 kN/1.5 kN and frequency was 10 Hz.

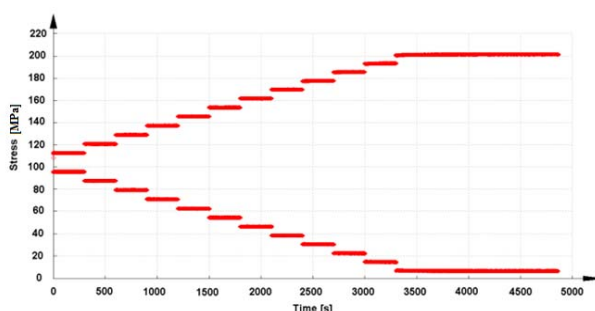


Fig. 3. Graph of increasing cyclic test.

SEM analysis of the samples was conducted after tensile tests to verify continuity of the coatings and adhesion of the coatings to the substrates. The burst area was the area of interest.

3. RESULTS

3.1. CORROSION TESTS

The electrochemical measurements consisted of potential measurements and polarisation curves. The effect of the heat treatment on electrochemical parameters of substrates was noticed (Fig. 4). In this case, the electrochemical parameters obtained from 316L steel after heat treatment, were the research base.

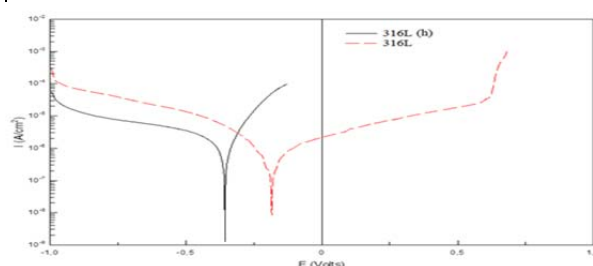


Fig. 4. Polarization curve for: 316L - sample without coating before heat treatment and for 316L (h) - sample without coating after heat treatment.

The researched samples were substrates covered by single, triple and with five layer SiO_2 and TiO_2 coatings. Samples were soaked after imposition of all layers. Additionally triple layer SiO_2 and triple layer TiO_2 coatings were soaked after imposition of each layer. All samples with the results of the research are presented in Table 1.

The Figure 5 clearly shows that the corrosion resistance of the samples with SiO_2 coatings are enhanced with the number of applied layers for samples with the heat treatment after imposition of all layers.

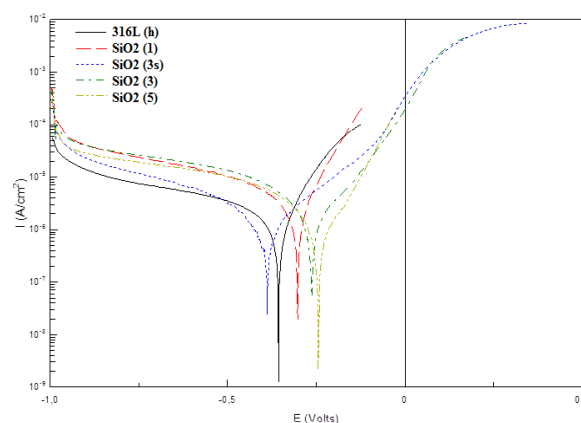


Fig. 5 Polarization curve for: 316L (h) - sample without coating after heat treatment; SiO_2 (1) - sample with single layer SiO_2 coating; SiO_2 (3s) - sample with triple layer SiO_2 which was soaked after imposition of each layer; SiO_2 (3) - sample with triple layer SiO_2 coating; SiO_2 (5) - sample with five layer SiO_2 coating.

Table 1 Corrosion currents (i_{KOR}), corrosion potentials (E_{CORR}) and polarization resistance (R_p) obtained

Lp.	Sample	R_p [Ωcm^2]	i_{KOR} [A/cm^2]	E_{KOR} [V]
1	316L without coating before heat treatment	67614	$1,19 \cdot 10^{-6}$	- 0,18456
2	316L without coating after heat treatment	24646	$3,27 \cdot 10^{-6}$	- 0,35733
3	316L with single layer SiO_2 coating	12720	$2,05 \cdot 10^{-6}$	- 0,30398
4	316L with triple layer SiO_2 coating	17433	$1,49 \cdot 10^{-6}$	- 0,26373
5	316L with triple layers SiO_2 coating, which were soaked after imposition of each layer	28610	$2,82 \cdot 10^{-6}$	- 0,38945
6	316L with five layers SiO_2 coating	30112	$0,86 \cdot 10^{-6}$	- 0,24480
7	316L with single layer TiO_2 coating	164940	$0,16 \cdot 10^{-6}$	- 0,11795
8	316L with triple layer TiO_2 coating	22230	$1,17 \cdot 10^{-6}$	- 0,23340
9	316L with triple layer TiO_2 coating, which were soaked after imposition of each layer	13709	$1,90 \cdot 10^{-6}$	- 0,25106
10	316L with five layer SiO_2 coating	13058	$1,99 \cdot 10^{-6}$	- 0,24863

The analysis of electrochemical parameters obtained for TiO_2 coatings on steel 316L (Fig. 6) has shown the electrochemical corrosion resistance did not depend on the number of layers (thickness). However the polarization resistance for single layer TiO_2 coating in relation to the soaked substrate without coating, has increased more than 6 times.

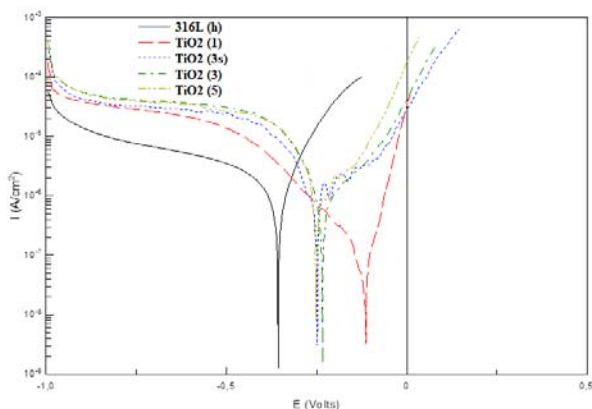


Fig. 6 Polarization curve for: 316L (h) - sample without coating after heat treatment; TiO_2 (1) - sample with single layer TiO_2 coating; TiO_2 (3s) - sample with triple TiO_2 which was soaked after imposition of each layer; TiO_2 (3) - sample with triple layers TiO_2 coating; TiO_2 (5) - sample with five layers TiO_2 coating.

The polarization curves of SiO_2 and TiO_2 coatings on 316L confirmed that the coatings behave as corrosion barriers, showing the positive shift of the corrosion potential E_{corr} (Fig. 5 and Fig. 6).

3.2. TENSILE TESTS

The detailed SEM images and EDS analysis of the coatings after tensile tests were presented in our earlier work [8] and have shown that coatings maintain continuity. In this work, we focused on maintaining the adhesion of the coatings to the substrates after performing fatigue tensile tests in the burst area.

The examples of SEM images of the surfaces of the coatings after fatigue strength tests are shown in the Figures 7 to 10. The SEM images show that the coatings have good adhesion to the substrates and have maintained continuity after tensile tests.

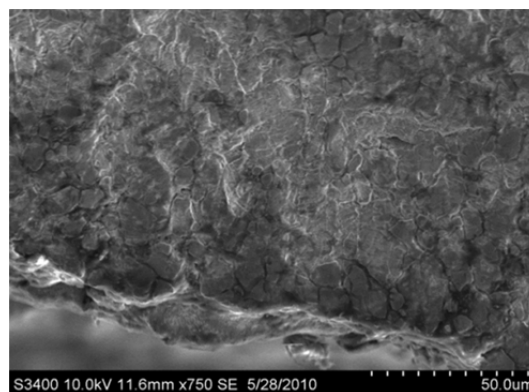


Fig. 7 SEM image showing single layer SiO_2 coating obtained by dip coating technique onto 316L substrate after fatigue strength tests

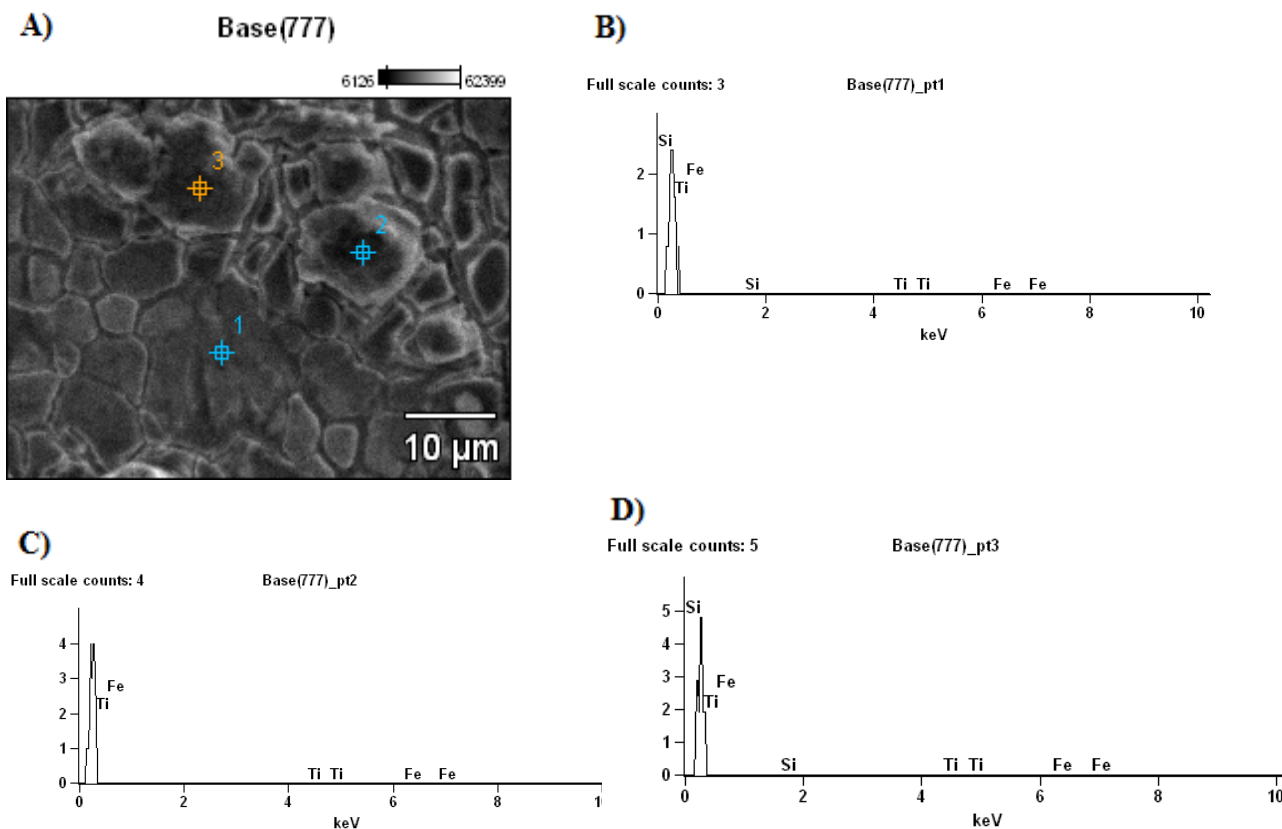
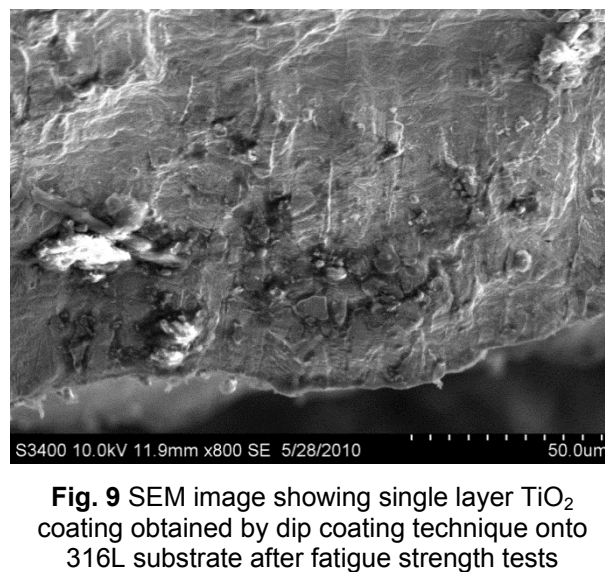
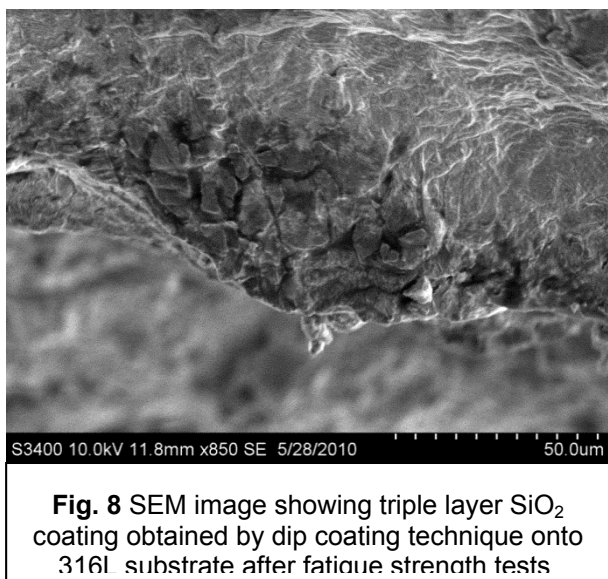


Fig. 10 A) SEM image showing triple layer TiO_2 coating obtained by dip coating technique onto 316L substrate after fatigue strength tests with SEM - EDS analysis of the: B) point 1; C) point 2; D) point 3.

However, for triple TiO_2 coatings we have conducted detailed analyses EDS, because of occurring furrows. The EDS analyses (Fig. 10) confirmed continuity of triple TiO_2 coatings. We have detected titanium in all the surveyed points were.

The research has confirmed, that there were no differences in the adhesion of coatings to the substrates between the samples before and after tensile test. The interruptions of the coatings took

place, where the fracture of the samples took place.

The coatings were not damaged or destroyed outside of the fracture of the metallic substrate, what testifies their strong adhesion to the substrate. Furthermore, the lack of flaking of the coatings after a tensile test indicates that the plasticity obtained by sol-gel materials is similar to the plasticity of the metallic substrate. This may be related with a small thickness of the coating (~ 300 nm). Coatings behave similar to the glass fibres.

4. CONCLUSIONS

SiO₂ and TiO₂ thin sol-gel coatings were obtained onto stainless steel substrates (316L) by dip coating technique. An annealing step was performed. Preliminary research has confirmed that the SiO₂ and TiO₂ coatings obtained by sol-gel method have mechanical and protective properties, adequate to use them as protective coatings. The electrochemical studies have confirmed that obtained SiO₂ and TiO₂ coatings behave as a corrosion barrier. Moreover, SEM observations after the tensile tests have shown that the coatings were at least as flexible as substrates and their adhesion to the substrates remains unchanged after tensile tests.

5. REFERENCES

- [1] Varma P.C. R., Colreavy J., Cassidy J., Oubaha M., McDonagh C., Duffy B., Corrosion protection of AA 2024-T3 aluminium alloys using 3, 4-diaminobenzoic acid chelated zirconium-silane hybrid sol-gels, *Thin Solid Films* 518 (2010) 5753–5761
- [2] Głuszek J., Oxide protection coatings obtained by sol-gel method, *Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej*, Wrocław 1998 (Polish version)
- [3] Phani A. R., Gammel F.J., Hack T., Structural, mechanical and corrosion resistance properties of Al₂O₃-CeO₂ nanocomposites in silica matrix on Mg alloys by sol-gel technique, *Surface & Coatings Technology* 201 (2006) 3299-3306
- [4] Jasiorski M., Borak. B., Baszczuk A., Krzak-Ros J., Łukowiak A., Active oxide materials obtained by sol-gel method: synthesis, identification and application, *CERAMIKA/CERAMICS* vol. 101, 175-182, 2008 (Polish version)
- [5] Baheiraei N., Moztarzadeh F., Hedayati M., Preparation and antibacterial activity of Ag/SiO₂ thin film on glazed ceramic tiles by sol-gel method, *Ceramics International*, In Press, Accepted Manuscript, Available online 14 December 2011
- [6] Weber J., Coating for medical implants, United States Patent Application 2009028731, 2009
- [7] Dobrzański L. A., Engineering materials and design of materials: fundamentals of materials science and metallography *Wydawnictwa Naukowo - Techniczne*, Warszawa 2006 (Polish version)
- [8] Kaleta J., Krzak-Ros J., Tkaczyk M., "Evaluation Of Chosen Mechanical And Physicochemical Properties Of Protection Coatings Obtained By Sol-Gel Method", *Materials Science*, In Press, Accepted Manuscript
- [9] PN-EN ISO 6892-1:2010 Metals. Tensile test. (Part 1: Room temperature test), p 6-46 (Polish norm)

TENZIDEK VÍZBEN VALÓ RÉSZLEGES OLDHATÓSÁGÁNAK JELLEMZÉSE SZÁLOPTIKÁS SPEKTROFOTOMÉTERREL
CHARACTERIZING OF WATER PARTIAL SOLUBILITY OF TENZIDES BY SPECTROPHOTOMETER

NAGY ROLAND, SALLAI RUBINA, BARTHA LÁSZLÓ

Kulcsszavak: tenzid, vízben való oldhatóság, spektrofotométer

Keywords: surfactant, water solubility, spectrophotometer

BEVEZETÉS

Napjainkban a környezettudatosság irányába történő törekvés eredményeként egyre több területen kerülnek előtérbe a biológiailag könnyen lebomló, környezetkímélő növényi olaj alapú tenzid típusok. Közöttük a növényi olaj alapú nem-ionos tenzidek ma már a különféle iparágak széles körben alkalmazott vegyületei. A különböző típusúakat a kozmetikai- és háztartásvegyiparban, valamint az olajiparban is jelentős mennyiségben felhasználják. Utóbbi iparágon belül a felhasználással egyrészt az emulzió típusú motorüzemanyagok és a fűtőolajok gyártása valósult meg, másrészt a növényi olaj alapú emulgeátorok perspektivikus lehetőséget képviselnek a természetben könnyen bomló, ún. környezetbarát hűtő- és kenőanyagok előállítására terén is. Ezenfelül a kőolajiparban egyre nagyobb jelentőséggel bíró harmadlagos kőolaj-kitermelésben (EOR) is terjed a nem-ionos felületaktív anyagok használata.

A nem-ionos tenzidek esetén amfipatikus jellegükből adódóan a molekula egyik kiemelt fontosságú tulajdonságának a vízben vagy olajban való oldhatóság tekinthető. Ezt a jellemzőt felhasználási cél és terület kiválasztásához szükséges meghatározni.

A növényi olaj alapú nem-ionos tenzidek számos előnye mellett jelentős hátrányuk, hogy az alapanyagaikként felhasznált növényolajok, vagy az azokból nyert zsírsavak, illetve észterek sokkomponensűek és összetételük nagymértékben függ az előállításuk változó összetételű alapanyagától, a növényolajtól és tisztítási technológiájától.

Az átalakulatlan alapanyagok jelenléte, illetve a keletkező melléktermékek szintén befolyásolják a tenzid oldhatóságát, tehát ezt a tényezőt elengedhetetlen figyelembe venni az oldhatósággal összefüggő felhasználási tulajdonságok vizsgálatakor. A szakirodalmi adatok azonban ilyen tekintetben nagyon hiányosak, és a gyakorlati feladatok mai igényeknek megfelelő színvonalú megoldását nem teszik lehetővé. Emiatt szükségessé vált az oldhatóság mértékének jellemzésére eddiginél alkalmasabb vizsgálati módszer kidolgozása.

A Pannon Egyetem Vegyészmérnöki és Folyamatmérnöki Intézetének MOL Ásványolaj- és Széntechnológiai Intézeti Tanszékén évek óta intenzív kutatás folyik új EOR célú tenzidek kifejlesztése céljából. Ennek keretében, a saját fejlesztésű tenzidek minősítésére alkalmas vizsgálati módszerek kidolgozását is el kellett végeznünk. E kutatás részeként került előtérbe egy, a tenzidek vízben való oldhatóságával kapcsolatos jellemző megbízható mérésének igénye. Ilyen mérési módszer kidolgozásának lehetőségeként megvizsgáltuk, hogy a rendelkezésünkre álló AvaSpec gyártmányú száloptikás spektrofotométer használata alkalmas lehet-e a tenzidek vízben való oldhatóságának a jellemzésére.

A méréseink során modell anyagként az általunk korábban előállított, saját fejlesztésű, repceolaj alapú nem-ionos tenzideket használtunk fel. Az összetételében túlnyomórészt zsírsav-alkanolamin észtert tartalmazó tenzidek jellemzőit az 1. táblázat tartalmazza.

Pannon Egyetem, MOL Ásványolaj- és Széntechnológiai Intézeti Tanszék, Veszprém

1. táblázat: A felhasználás zsírsav-alkanolaminészter típusú tenzidek jellemzői

	RE-1	RE-2	RE-3	RE-4	RE-5	RE-6	RE-7	RE-8	RE-9
KV, mm ² /s	19,20	18,27	18,62	20,58	19,30	20,90	20,70	20,20	20,70
Savszám, mg KOH/g	5,4	4,6	4,6	4,2	1,7	2,7	2,3	4,8	1,7
Elszappanosítási szám, mg KOH/g	116,8	138,1	139,2	134,2	141,4	134,2	138,7	130,8	126,0
HLB*	29,4	14,8	17,3	18	16	18,3	18,7	24,1	21,8
Külső megjelenés	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes	fényes

*A vízszám meghatározásán alapuló módszerrel mért adatok.

A mérési adatokból kitűnik, hogy a kísérleti tenzidek HLB értéke szokatlanul nagy. Ez abból adódott, hogy ezen tenzidek kémiai szerkezete és oldhatósága is lényegesen különbözik attól a zsírsav-polietilénlikol-észter szerkezetű tenzidsorozattól, amelyre a HLB értékek számítási módszerét és HLB értékelési skáláját meghatározták.

A vizsgálathoz egy Avaspec 2048 Standard száloptikás spektrofotométert (1. ábra) használtunk Avalight-DHcCompactHalogen fényforrással (2. ábra).

Spektrofotométer jellemzői:

- Optikai szint: Szimmetrikus Czerny-Turner, 75 mm gyújtótávolság
- Hullámhossz tartomány: 200-1100 nm
- Felbontás: 0,04-20 nm
- Detektor: CCD lineáris, 2048 pixel

Fényforrás jellemzői:

- Hullámhossz tartomány: 200-2500 nm
- Stabilitás: <1 mA
- Optikai teljesítmény (a szálban): 7 μ Watt
- Hőmérséklet tartomány: 5 – 35 °C

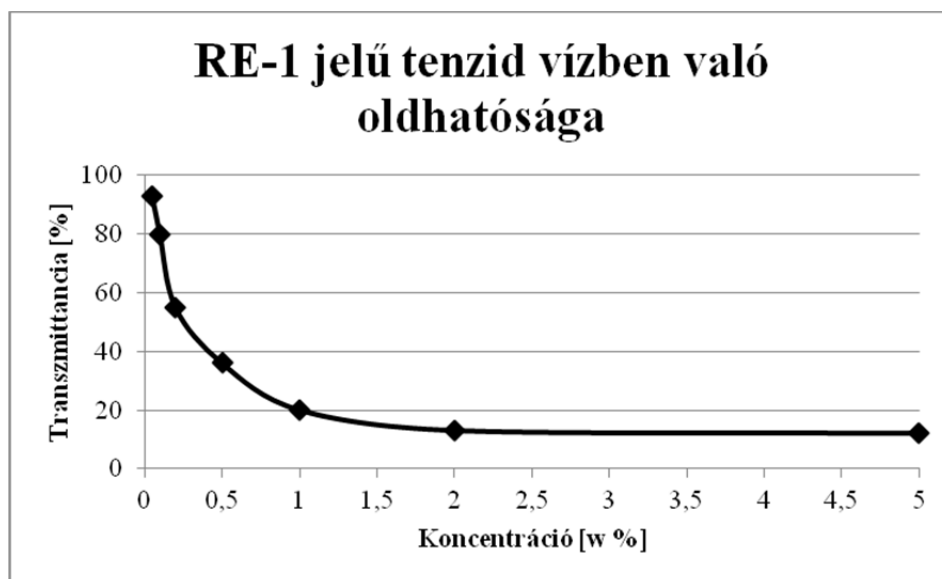
Vizsgálataink során meghatároztuk az előállított tenzidekből 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 és 5 tömeg %-os desztillált vizes oldatainak fényáteresztő képességét. A méréseket 20 °C-on 410 nm-es hullámhosszon végeztük. A száloptikás műszerek igen flexibilis alkalmazhatósága miatt a tenzidoldatból elegendő volt 50 cm³-t készíteni, amivel a vizsgálat egy egyszerű főzőpohárban lefolytatható. A nem-ionos tenzidek vízben való oldhatóságát a bemutatott spektrofotométerrel mért transzmittancia értékekkel kívántuk jellemezni. Az RE-1 jelű nem-ionos tenzid vízben való oldhatóságának koncentrációfüggését a 3. ábra mutatja.



1. ábra: Spektrofotométer



2. ábra: Fényforrás



3. ábra: RE-1 jelű tenzid vízben való oldhatósága

Az egyre nagyobb tenzidkoncentráció miatt nőtt a folyadékban az oldhatatlan, fényabszorpciót okozó tenzidrészecskék száma, ezzel szemben nemlineáris módon csökkent a kialakuló emulzió fényáteresztő képessége. Ugyanakkor közismert, hogy a fényáteresztő képességet a diszpergált részecskék vagy a belőlük kialakuló micellák mérete és az ezzel összefüggő fényszórása is befolyásolja. ezért a diszpergált oldhatatlan részecskék fényáteresztő képességét befolyásoló hatását a részecskeméret-transzmittancia összefüggés vizsgálata alapján tanulmányoztuk.

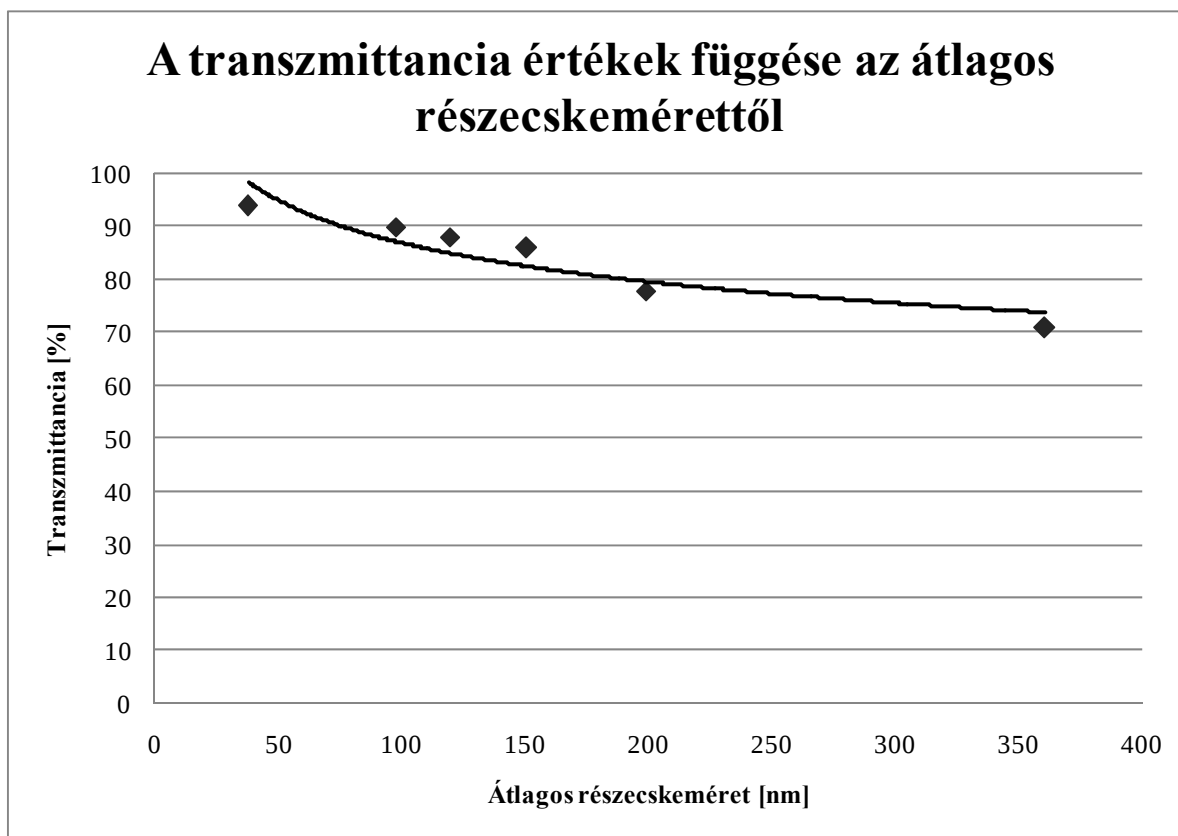
Megvizsgáltuk a különböző részecskemérettel rendelkező tenzidek vízben való oldhatóságát is. Azt találtuk, hogy a vizsgált tartományban a növekvő részecskeméret a tenzid oldat transzmittancia csökkenő értékét eredményezi. Az enyhén csökkenő tendencia a 4. ábrán látható, mely alapján az általunk kidolgozott módszert alkalmasnak ítéltük a tenzidek vízben való oldhatóságának az összehasonlítására. Ugyanis a vizsgált koncentrációtartományban az oldat fényelnyelő képessége kevésbé függött az oldhatatlan részecskék méretétől, mint a koncentrációjától. Így a transzmittancia értékének csökkenésétől sokkal inkább lehet következtetni az oldhatatlanná vált részecskék koncentrációjára, mint a részecskék méretére.

A mérések során 1 tömeg%-os tenzidtartalmú, szűrt algyői rétegvizes oldatot vizsgáltunk 80°C-on.

A tenzidek megfelelő mértékű oldódása céljából a mérések előtt az oldatokat hőkezeltük, majd ultrahangos kezelést alkalmaztunk. A részecskeméret analízishez a Malvern cég által gyártott Zetasizer készüléket alkalmaztuk, mely a dinamikus fényszórás módszerét (DLS, Dynamic Light Scattering) felhasználva határozza meg a részecskeméret eloszlását. Ezzel a módszerrel akár egyensúlyi rendszerek is vizsgálhatók, ezzel biztosítva a megfelelő vizsgálati közeget. A készülékkel 1 nm-től - 5 µm-ig terjedő mérettartományba tartozó részecskék vizsgálhatók.

A részecskeméret analízishez felhasznált tenzidek koncentrációja a gyakorlati alkalmazási koncentráció, azaz 0,6 %. Ez a koncentrációérték a cmc (kritikus micellaképződési koncentráció) értéke felett van.

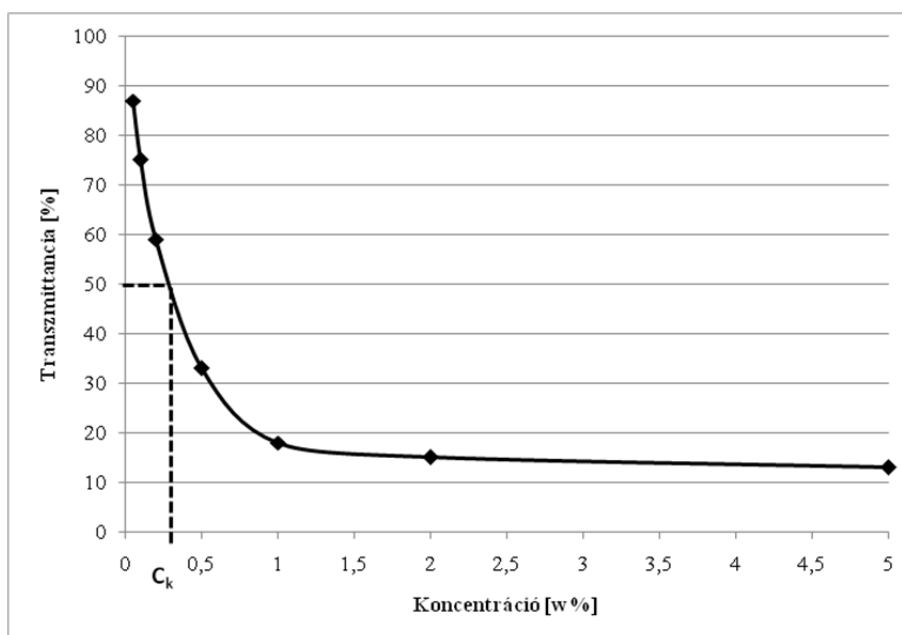
Az eredményeket értékelve megállapítottuk, hogy a koncentráció csökkenése a tenzidek vízben való oldhatóságát növelte. A tenzidek jellemző alkalmazási koncentrációjánál (0,6 %) a vízben való oldhatóság mértéke 50 % felettinek adódott. Tekintettel arra, hogy a nem-ionos tenzidek kőolajipari alkalmazása rendszerint tenzidkeverékek alkalmazásaként történik, a kapott oldhatósági adatokat összehasonlító értékelésre megfelelőnek tartottuk.



4. ábra: Transzmittancia – átlagos részecskeméret kapcsolata

Ahhoz, hogy a kidolgozott módszert alkalmazni tudjuk, egy összehasonlításra alkalmasnak talált mérőszámot is megadtunk, mely alatti transzmittancia érték esetén a tenzid vízben való oldhatósága alkalmazástechnikailag nem elegendő.

Mérőszámként a transzmittancia 50 %-os értékéhez tartozó koncentrációt is választottuk, amely az 5. ábra alapján állapítható meg. Az 50 %-os határérték megválasztása alkalmazástechnikai szempontok alapján történt.



5. ábra: Transzmittancia – átlagos részecskeméret kapcsolata

A tenzidek oldatokban történő felhasználása esetén gyakran lényeges, hogy transzparens legyen a vizes oldat. Az 50 %-os transzmittancia feletti koncentrációnál a fényabszorpciót főleg az oldott állapotú tenzid koncentrációja és kevésbé az emulziókban lévő részecskék száma és mérete határozza meg. Az 50 % feletti fényáteresztőképességű oldatok csak enyhén opálos, transzparens külleműek és zavarosságot okozó 10 nm-nél, azaz az oldható micellák átlagos méreténél nagyobb részecskéket csak jelentéktelen koncentrációban tartalmaznak.

A 0,1 tömeg%-os oldatok transzmittancia eredményei alapján a mérési adatok megbízhatósági vizsgálatait is elvégeztük, melynek eredményei a 2. táblázat szemlélteti.

2. táblázat: Tenzideket tartalmazó vizes oldatok transzmittancia mérésének megbízhatóságát jellemző adatok

Tenzid jele	Átlag	SD,%	RSD, %
RE-1	80,4	1,14	1,42
RE-2	75,4	0,55	0,73
RE-3	73	2,35	3,21
RE-4	77,6	1,14	1,47
RE-5	73	1,87	2,56
RE-6	72,6	0,55	0,75
RE-7	74,2	1,10	1,48
RE-8	74,8	1,64	2,20
RE-9	72,9	1,34	1,84

A módszer megbízhatóságát jellemző ismételhetőségi vizsgálatok adatai alapján megállapítottuk, hogy az általunk kidolgozott módszerrel mért transzmittancia értékek a vizsgált azonos típusú tenzidek vízben való oldhatóságának relatív összehasonlítására megbízhatóan alkalmazható. A meghatározott relatív szórás értékek a szigorú 5 %-os érték alattiaknak adódtak.

A módszerfejlesztési munkánk során a saját fejlesztésű és szintetizálású, azonos kémiai típusú, nem-ionos tenzidek vizes oldatait vizsgáltuk, melyeket elsősorban kőolajipari célokra állítottunk elő. Megvizsgáltuk a rendelkezésre álló műszernek a tenzidek jellemzésére való alkalmazhatóságát. A tapasztalatok alapján kidolgozott mérési módszer a tenzidek vízben való oldhatóságának a összehasonlító értékelésére megbízhatónak bizonyult.

A különböző oldatok mérési adatai közötti különbségek szignifikanciájának megállapítása céljából t-próbákat végeztünk, mely az előzőekben leírtakat támasztották alá.

Összefoglalva megállapítottuk, hogy a vizsgált anyagok esetében és az alkalmazott koncentráció tartományban a száloptikás spektrofotometriás analitikai módszert előnyösen alkalmazhatónak találtuk tenzidek vízben való oldhatóságának összehasonlítására és becslésére is.

MONOCAP OPTIKA ALKALMAZÁSA RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLATOKNÁL
APPLYING MONOCAP OPTIC FOR X-RAY DIFFRACTION EXAMINATIONS

MERTINGER VALÉRIA¹, SÓLYOM JENŐ², BENKE MÁRTON³

Kulcsszavak: röntgendiffrakció, MonoCap, Euler bölcso

Keywords: X-ray diffraction MonoCap, Eulerian cradle

Abstract

The typically non-powder diffraction application fields of the X-ray diffractometer equipped with a MonoCap collimator and an Eulerian cradle operating in the LISA (Complex Laboratory of Image- and Structure Analysis) laboratory of the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc will be presented through 7 practical examples. The two additional components make the device suitable for selective examinations of a few mm² area. Our examples include qualitative and quantitative phase analysis, elastic residual stress measurements and crystalline-amorphous ratio determinations. One part of the presented results are connected to industrial problems while the other part is connected to basic, applied researches.

Összegzés

7 gyakorlati példán keresztül mutatjuk be a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetének LISA (Complex Laboratory of Image- and Structure Analysis) laboratóriumában működő, MonoCap kollimátorral és Euler bölcsovel felszerelt röntgen diffraktométer, jellemzően nem pordiffrakciós alkalmazási lehetőségét. E két szerkezeti elem a berendezést alkalmassá teszi szelektív, néhány mm²-nyi felület besugárzására. Példáink minőségi, mennyiségi fáziselemzést, rugalmas maradó feszültség mérést és kristályos-amorf hányad meghatározást foglalnak magukba. A bemutatott eredmények egyik része ipari problémához, míg másik része alapkutatáshoz, alkalmazott kutatáshoz kötődik.

BEVEZETÉS

¹ Egyetemi docens, PhD, Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, femvali@uni-miskolc.hu

² tudományos munkatárs, MTA-ME Anyagtudományi Kutatócsoport

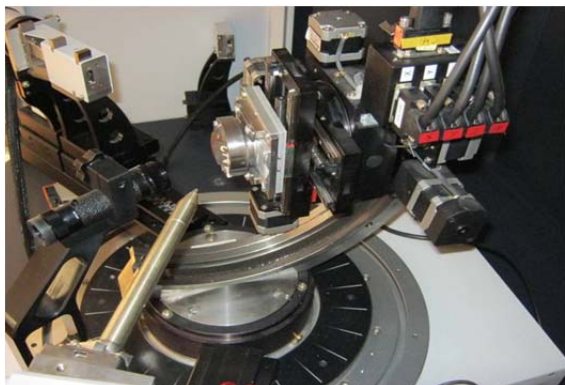
³ tudományos munkatárs, PhD, Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet

A röntgendiffrakciós vizsgálati módszer Magyarországon is az egyik legelterjedtebb finomszerkezet vizsgáló technika, köszönhetően a relatíve egyszerű üzemeltetésnek és könnyű kezelésnek. Az új diffraktométerek már sugárvédelem szempontjából is egyszerűbb esetek, a korábbi évekkel ellentétesen olyan biztonsági rendszerrel vannak ellátva, minek köszönhetően ANT SZ engedélyére vonatkozó mentességgel rendelkeznek. A vizsgálati módszer eszköz és szoftver specifikusan igen sokoldalú. Legelterjedtebbek a kvalitatív, kvantitatív fázisanálízisre alkalmazott por-diffraktométerek. Ezek az eszközök nem csak a kutató laboratóriumokban fordulnak elő, de ipari gyártásközi ellenőrzésre is igen elterjedtek. A minőségi, mennyiségi fázisanálízis rutinszerű gyakorlása mellett a por-diffraktométerekkel azonos módon működő polikristályos tömbi anyagokat vizsgáló diffraktométereknél egyedinek számít a szerkezetleírás vagy a szemcseszerkezet, diszlokáció sűrűség, textúra és a rugalmas feszültség vizsgálata. Míg a jellemzően pordiffrakciós vizsgálati módszereknel az eredmény gyakorlatilag már a minta előkészítésnél determinálódik, az utóbbi, sokkal inkább tömbi mintákon végzett méréseknél ez egyáltalán nincs így. Fordítva is igaz, pordiffrakciónál a minta előkészítés rituáléját betartani szigorúan kötelező, míg tömbi minták esetén számos kompromisszumot kell kötni. Az esetek nagy többségénél a vizsgálandó effektust persze a minta tömbi jellege hordozza. Nehezen értelmezhető harmadrendű feszültség vagy diszlokáció-sűrűség pormintán. Porvizsgálatoknál jellemző a 0,5-2 cm²-es foltméret használata, a statisztikus mérési jelleget erősítve, illetve a mérési idő csökkentése érdekében. Tömbi minták esetében a vizsgálandó problémától függően a szelektív területű diffrakciós eredmények is lehetnek érdekesek. A szelektív terület mérete a röntgensugár szóródási tulajdonságából adódóan néhány mm²-nyi felület. A sztenderd pordiffraktométerek erre a feladatra nem alkalmasak. Egyrészt a kicsi foltméretet csak résekkel tudják biztosítani, ami drasztikusan csökkenti a diffraktált sugárzás intenzitását, illetve növeli a mérési időt, másrészt a mintapozíció finom és detektálható változtatását nem tudják biztosítani.

A következő összefoglalónkban bemutatjuk a szelektív területű diffrakciós vizsgálatra alkalmas összeállítást és 7 konkrét vizsgálati eredményen keresztül példákat mutatunk gyakorlati alkalmazhatóságára.

A VIZSGÁLATI MÓDSZER BEMUTATÁSA

A szelektív területű röntgendiffrakciós vizsgálatra alkalmas berendezés az Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének Komplex Képelemző és Szerkezetvizsgáló (LISA) Laboratóriumában működik, mely az országos NEKIFUT regiszterben [1] a stratégiai kutatási infrastruktúra (SKI) besorolást kapta. A berendezés Bruker D8 Advance típusú diffraktométer Euler bölcsovel és MonoCap primér sugár kollimátorral kiegészítve lényegében a D8 Discover típusnak felel meg. A berendezésről készült felvételt mutatja az 1. ábra. A Discover kiépítés kulcs eleme az x, y, z, phi, chi irányú mozgatást biztosító mintatartó és ehhez járul még az 1 mm átmérőjű sugárkilépő nyílással rendelkező kollimátor. A beesési szögtől függően ennek megfelelően néhány mm²-nyi minta-felületre esik a röntgensugár. A kollimátor egy kapilláris, melynek faláról teljes visszaverődéssel halad a sugár, ezáltal a kilépő intenzitás jóval nagyobb értékű, mint egy ugyanilyen méretű rés esetén.



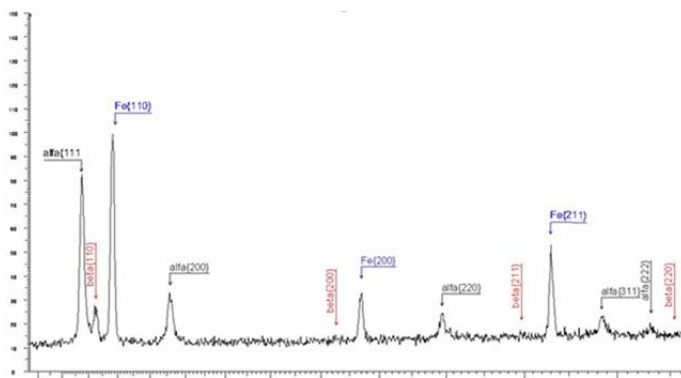
1. ábra A Bruker D8 Advance diffraktométer Euler bölcsovel és MonoCap kollimátorral
Figure 1. The Bruker D8 Advance diffractometer with the Eulerian cradle and the MonoCap collimator

A bemutatott gyakorlati példánál alkalmazott mérések Co K α sugárzással készültek 40 kV és 40 mA gerjesztés mellett. A mérések kiértékeléséhez az EVA, DQANT, APX63, EDSTRESS, és STRESS szoftvereket használtunk. A példák között vannak ipari problémához kapcsolódó és alapvető vizsgálatok is. A részletek az idézett irodalmakban megtekinthetők.

A MÓDSZER ALKALMAZÁSA A GYAKORLATBAN

Jelen esetben a kisátmérőjű sugárnyalábnak köszönhetően, görbült felületek mérésekor a sugár

által érintett, a fókuszsíkból kieső rész a legtöbb esetben elhanyagolható hibát okoz. Az első mérési példa Ø2 mm-es acélhuzal vékony felületi sárgarézbevonatának fázisazonosítását mutatja (2. ábra). A hőkezeltései állapotától függően α és β sárgaréz jelenik meg a felületen, melynek mennyisége a termék minősítési feltétele.

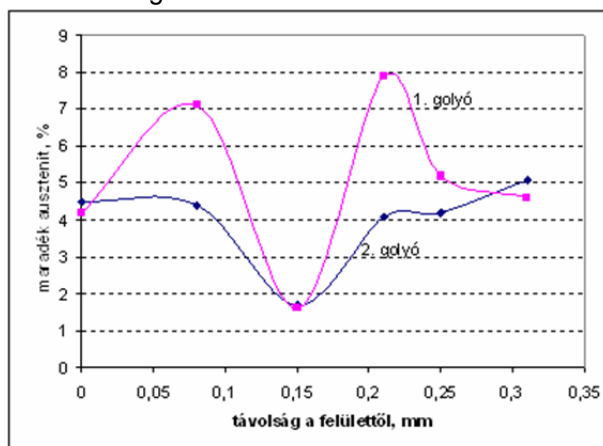


2. ábra Ø2 mm-es acélhuzal vékony felületi sárgarézbevonatának fázisazonosítása
Figure 2. The phase analysis of the thin brass surface layer of a steel wire with Ø2 mm diameter

A következő példa szintén egy olyan mérési eredményt mutat be, mely egyben minősítési követelmény is. Csapágy alkatrészekben a maradék ausztenit tartalom jellegzetes szerepet játszik. Egyrészt az üzem közbeni melegeedés hatására az edzett, megeresztett szövetben lévő maradék ausztenit bomlásnak indulhat. A folyamat térfogat növekedéssel jár, mely csapágyak esetén nem megengedett, másrészt bizonyos mennyiségű maradék ausztenit növeli a fárasztó igénybevétellel szembeni ellenállást. Ezért a csapágy részekről (golyó, görgő, külső, belső gyűrű) függően a megrendelők különböző mennyiségre írják elő a maradék ausztenit mennyiségét, egyes esetekben max.1-2% más esetekben esetleg 12 - 18 % közötti értékre. A bemutatott mérést Ø7mm golyó mintán végeztük el, ebben az esetben is a kis átmérőjű sugárnyaláb előnyét használhattuk ki. Ez esetben a metallográfiai minta előkészítéséről le kell mondanunk, mert az eljárás maga is módosíthatja az ausztenit mennyiségét. Az sem szokott közböbs lenni, hogy milyen az ausztenit mennyiségi eloszlása a mintadarabon belül. Ehhez kémiai maratással történő rétegeltávolítás után végeztünk ismételt méréseket, s az eltávolított rétegvastagsággal korrigálva a mintapozíciót, a mérések alapján kaptuk a 3. ábra szerinti számítási eredményeket.

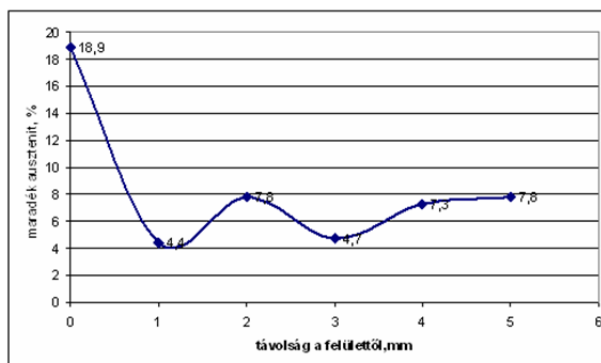
A harmadik példa szintén maradék ausztenit eloszlásának vizsgálatáról szól. Közepesen ötvözött (ötvöztartalom 5-6%) edzett, megeresztett állapotú nagy átmérőjű hengeres darab felületéből

kb. 7-8 mm mélységig terjedően darabok törtek ki. Az első vizsgálat során a henger felületén végzett méréssel megállapították, hogy a henger maradék ausztenit tartalma 18%. A MonoCap segítségével mi a felülettől befelé haladva 1mm-enként tudunk maradék ausztenit mennyiséget meghatározni. Az eredményt mutatja az 4. ábra. A maradék ausztenit tartalom a felületen azért lehet nagy, mert a felületi intenzív megmunkálás (köszörülés) hatására a felület vékony rétegben oly mértékben hevült fel, hogy ausztenitesedett, s a nagy tömegű, fémes hőelvonó közeg hatására ez a réteg beedződött. Az 5. ábrán látható a kb 5-10 mikrométer vastag martenzites réteg. Az adott ötvöztartalom esetén a megeresztés nélküli martenzit mellett a nagy maradék ausztenit mennyiség természetes. A felülettől 1mm-rel beljebb a maradék ausztenit tartalom kb. egyenletes eloszlást mutat. A tönkremenetel valószínű oka a felületközeli nagy maradék hőfeszültség lehetett.



3. ábra Golyóscsapágy golyók felületi és felület alatti maradék ausztenit tartalma

Figure 3. The residual austenite content on the Surface and in the subsurface of a bearing ball

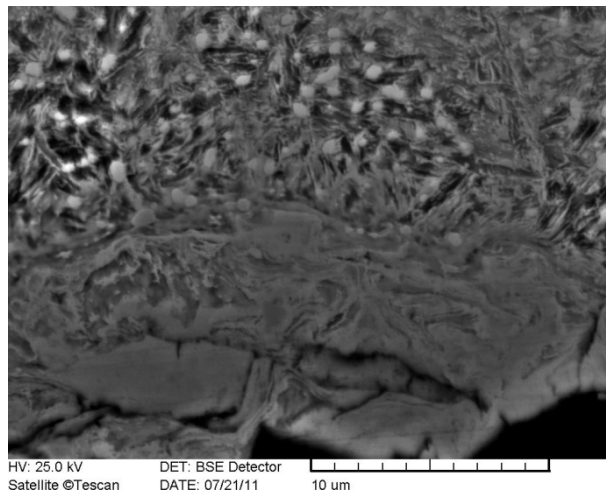


4. ábra Nagyatmértőjű hengeres darab maradék ausztenit tartalma

Figure 4. The residual austenite content of a large diameter cylindrical component

A következő példa tömbi amorf ötvözetek (Cu-Zr) előállításánál alkalmazott módszert mutat

be. Centrifugál öntéssel készített ék alakú mintadarabok hossza 30 mm szélessége 20 mm legnagyobb vastagsága 3 mm. Ezek szerkezete a hűlési viszonyoknak megfelelően változik az ékrőba vastagságának függvényében. Az ék keresztmetszeten, a 6. ábra szerinti, a hely függvényében felvett diffrakciós profil értékelése alapján az amorfizálható mintavastagság meghatározható [2,3].



5. ábra Hengeres darab szövetszerkezete

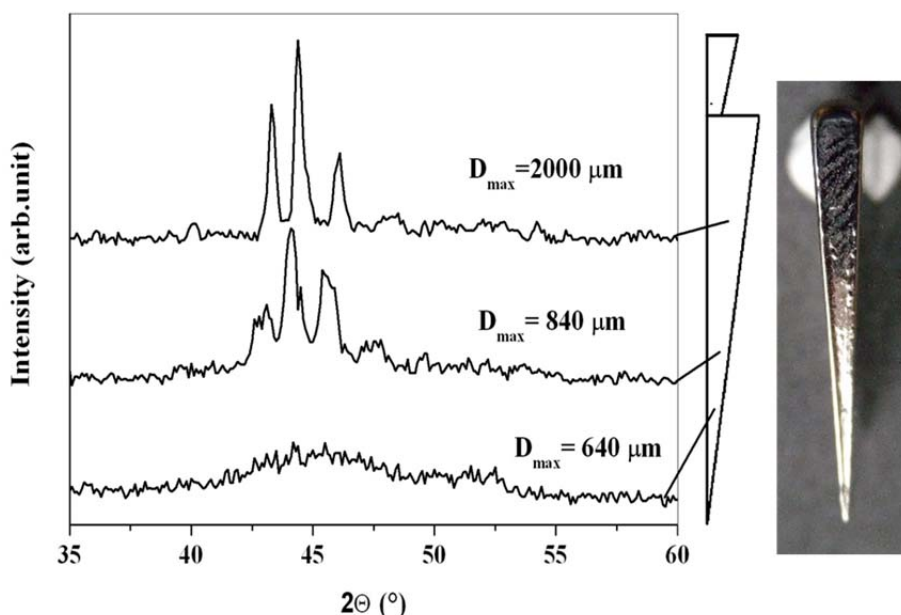
Figure 5. Microstructure of a cylindrical component

A következő példa is kis térfogaton belüli fázisazonosításról szól, a mintához rögzített helykoordináta rendszerben. Saválló, ausztenites acélból centrifugál öntéssel készült krakkoló kemence konvekciós zónájában működő acélcső falában a működés közben fellépő eróziós, oxidáló hatás következtében az ausztenit fázis koncentrációja megváltozik, minek következtében fázisátalakulás történik, ferrit és martenzit fázisok jelennek meg, a csőfal ferromágneses lesz. A fázisátalakulás következtében megváltozik a cső keménysége, kopásállósága, mikrofeszültségek, lokális deformációk alakulnak ki. A csőfal vastagsága helyileg lecsökken, ahol pedig a degradáció nagyobb mértékű, a cső kilyukad [4]. A 7. ábrán látható az elvékonyodott cső metszeti csiszolata, az arról készült két röntgendiffrakciós felvétel, valamint 20 mérési pontból számított ausztenit mennyiségi értékek.

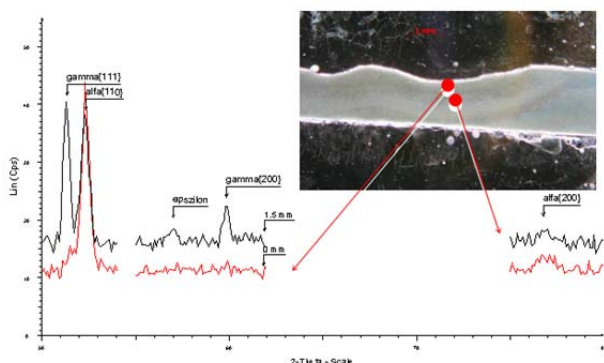
A két utolsó gyakorlati példa maradék rugalmas feszültség meghatározásához kapcsolódik. Az ipari gyakorlatban, különösen a fázisátalakítás kitett acél gépjárműalkatrészek minőségi követelményeihez hozzátartozik a felület közeli maradék rugalmas feszültség értéke, eloszlása. A fáradási repedés kialakulását, terjedését gátló nyomó feszültség direkt létrehozásának számos módja van, mint pl. cementálás, szemcseszórás, mángorlás, és görögzés. Példánkban két, különböző geometriájú

tengelycsukló (8. ábra 1, 2 mintajelölés) lekerekített váll részének (fényképen piros jellel) görgözés és nemesítés utáni, érintő irányú, közvetlenül a felületen mérhető feszültségállapotát hasonlítottuk

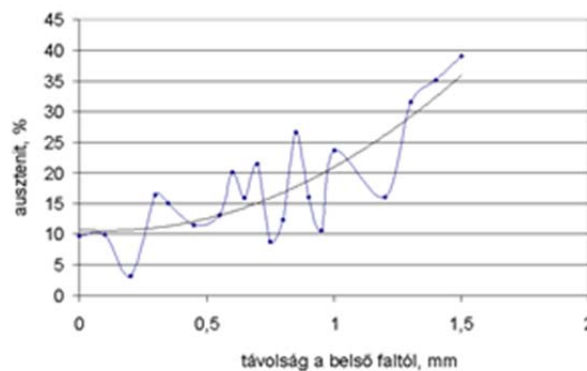
össze (az a-b mintajelölések párhuzamos mérések). A mérések alapján a görgözéssel a nyomófeszültség értéke megduplázható.



6. ábra (Cu-Zr)ötvözet amorfizációjának vizsgálata
Figure 6 The examination of the amorphisation of a (Cu-Zr) alloy



a)



b.)

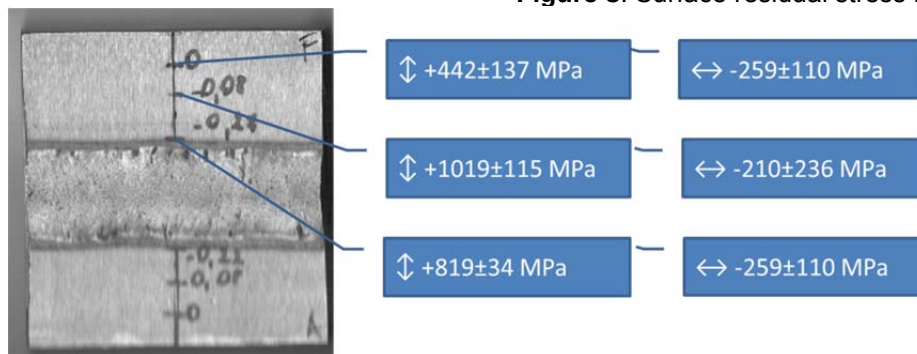
7. ábra Ausztenites csőfalban az igénybevétel hatására kialakuló fázisátalakulás a) a csőfal keresztmetszete és a lokális diffrakciós spektrum, b) az ausztenit fázis mennyiségének változása a keresztmetszet mentén

Figure 7. The developing phase transformation in austenitic steel tube due to application a) the cross section of the tube and the local diffractogram, b) the variation of the austenite content along the cross section

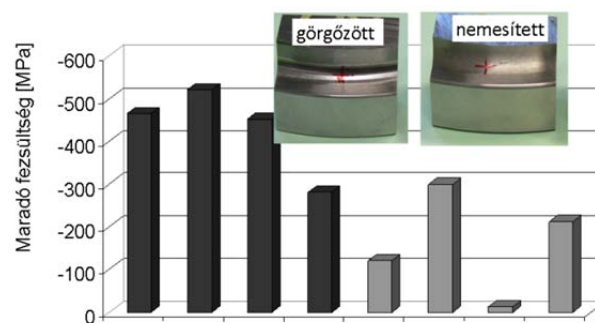
Az utolsó példában bemutatott jelenség szintén nagy gyakorlati jelentőséggel bír. Az előző példától eltérően, ahol a rugalmas feszültség a minta felszín közeli rétegeiben alakult ki, a technológiák nagy része, különösen a hőeffektussal és mechanikai igénybevétellel járóak, a minta teljes térfogatában uralkodó és egyensúlyban lévő feszültségállapotot eredményeznek.

Az ezt követő beavatkozások a feszültségegyensúlyt megbonthatják és azok leépülése a darab méreteivel összevethető deformációkat okozhatnak. Tipikus technológiai megoldás ennek elkerülésére a feszültség csökkentő hőkezelés. Hegesztett szerkezetekben különösen gyakran előfordul ez a probléma. INCONEL 617 jelű ötvözet, kísérleti 50 x 50 x 10

mm méretű mintadarabjain fedett ívű hegesztési varrat környezetében kialakuló feszültségállapotokat vizsgáltuk. A 9. ábra mutatja a kísérleti mintadarabot és a mérési pontokban meghatározott feszültség értékeket. A felületen két - a varrattal párhuzamos és arra merőleges - irányában végeztünk vizsgálatokat. Az adott irányt a feszültség érték előtti nyíl mutatja [6]. A hegesztési energiabevitel értéke, és az alkalmazott hőkezelések hatása jól korrelált a varrat közelében kialakult és meghatározott feszültségállapottal.



9. ábra Hegesztett INCONEL 617 szuperötvözet felületi feszültség eloszlása
Figure 9 Surface stress distribution of a welded INCONEL 617 superalloy



8. ábra Tengelycsuklók felületi maradó feszültsége
Figure 8. Surface residual stress in axle knuckles

ÖSSZEFOGLALÁS

A bemutatott 7 gyakorlati példa jól demonstrálja, hogy a MonoCap kollimátorral és Euler bölcsővel felszerelt röntgen diffraktométer alkalmazási területe mennyire kibővült a pordiffrakciós vizsgálatokhoz képest. A Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének LISA laboratóriumában működő berendezés mérési eredményeiből szelektív területű diffrakciós problémákat mutattunk be fázisanálízisre, kristályossági fok mérésre és rugalmas maradó feszültség vizsgálatra, K+F projektek, alap- és alkalmazott kutatási projektek keretében felmerült problémákból válogatva. A lehetőségek ettől természetesen sokkal széleskörűbbek, mind az eszköz, mind a laboratórium munkatársai nyitottak újabb feladatok megoldására.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A kézirat elkészítését a TÁMOP-4.2.1.B/10/2/KONV-2010-0001 számú projekt támogatta.

IRODALOMJEGYZÉK

[1] <https://regisztrar.nekifut.hu/ki/szerkezetvizsgalolaboratorium>

- [2] Janovszky D., Tomolya K., Sveda M., Solyom J., Roos A.: Analysis of Cu-Zr-Ag amorphisable alloys produced by centrifugal casting, Materials Science Forum 649: pp. 75-80. (2010)
- [3] Tomolya K., Janovszky D., Sveda M., Hegman N., Roos A.: Analysis of Cu-Zr-Al amorphisable alloys produced by centrifugal casting, Materials Science Forum 649: pp. 93-99. (2010)
- [4] V. Mertinger, M. Benke, Sz. Szabó, O. Bánhidi, B. Bollo, Á. Kovács, Examination of a failure detected in convection zone of a crating furnace. Engineering Failure Analysis 18 (2011) 1675-1682
- [5] Dávid Cseh, Valéria Mertinger, X-Ray Diffraction Measurements of Residual Stress Induced by Surface Compressing Methods, Materials Science Forum, közlésre elfogadva
- [6] Csöke Róbert, INCONEL szuperötvözet hegesztésével és hőkezelésével kapcsolatos fémtani problémák vizsgálata, konzulens: Dr. Mertinger Valéria, diplomamunka, Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézet, 2010

Θ-2Θ RÖNTGEN-DIFFRAKTOMÉTER DETEKTOR DEGRADÁCIÓJÁNAK VIZSGÁLATA ÉS ORVOSLÁSA EXAMINATION AND AID OF THE DETECTOR DEGRADATION OF A Θ-2Θ X-RAY-DIFFRACTOMETER

BENKE MÁRTON¹, SÓLYOM JENŐ², MERTINGER VALÉRIA¹, CSEH DÁVID¹

Kulcsszavak: röntgen-diffraktométer, szcintillációs számláló, intenzitás-veszteség

Keywords: X-ray diffractometer, scintillation detector, intensity loss

ABSZTRAKT

A Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében működő Θ-2Θ típusú, Bragg-Brentano elrendezésű röntgen-diffraktométer által detektált röntgensugár intenzitásának csökkenését tapasztaltuk. Az intenzitás-csökkenés okának meghatározására önvizsgálatot végeztünk a berendezéssel. A vizsgálat bebizonyította, hogy az intenzitás-csökkenés oka a berendezés detektorának degradációja. A detektor degradációja valószínűleg a folyamatos üzemeltetésnek köszönhető. A detektor átállításával kiküszöböltük a degradáció okozta intenzitás-csökkenést.

BEVEZETÉS

A röntgendiffrakciós berendezések széles körben alkalmazott szerkezetvizsgálati eszközök a kristályos anyagok vizsgálatának területén. A röntgendiffrakciós eljárást a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében működő Komplex Képelemző és Szerkezetvizsgáló Laboratórium (LISA) a kvalitatív fázisazonosítástól a textúra-és maradó feszültség méréseken keresztül az amorf/kristályos hányad meghatározásáig napi rendszerességgel használja. Az intézetben működő egyik Θ-2Θ típusú Bragg-Brentano elrendezésű röntgendiffrakciós berendezés által detektált röntgensugár intenzitása idővel csökkent. Az intenzitás csökkenést különböző gyártók által készített kalibrációs etalonokon végzett ellenőrző mérések eredményei is alátámasztották. A detektált röntgensugár intenzitása egyrészt függ a vizsgált anyag tulajdonságaitól (1-6), másrészt a berendezéstől. Mivel az intenzitás-csökkenést vizsgálati eljárás típusától és a vizsgált anyag minőségétől függetlenül tapasztaltuk, továbbá a kalibrációs etalonok vizsgálata során is tapasztaltuk,

Abstract

The permanent intensity loss of the detected diffracted X-ray beam was experienced with a Θ-2Θ Bragg-Brentano type X-ray diffractometer operating at the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc. A self-controlling examination was performed with the equipment to reveal the origin of the intensity loss. The examination revealed that the intensity loss was caused by the degradation of the NaI(Tl) scintillation detector of the equipment. The degradation of the detector was probably due to the long period of operation. The intensity was regained by the proper resetting of the detector.

INTRODUCTION

X-ray diffractometers (XRDs) are widely used equipments in the field of structure examination of crystalline materials. The X-ray diffraction method is used for examinations from qualitative/quantitative analysis through texture- and residual stress measurements to the determination of crystalline/amorphous ratio on a daily basis by the Complex Laboratory of Image- and Structure Analysis (LISA) of the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc. A permanent intensity loss was experienced with one of the laboratory's Θ-2Θ Bragg-Brentano type diffractometer compared to the detected intensities a while ago. The intensity loss was confirmed by control measurements performed on several calibration samples provided by different manufacturers. The intensity of the detected beam depends on one hand on properties of the examined material (1-6) and on properties of the equipment on the other hand. Since the intensity loss was experienced constantly furthermore, independent on the type of the material and the examination, and it was confirmed by the control measurements on

1 Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet
Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology, University of Miskolc
2 MTA-ME Kutatócsoport.

Hungarian Academy of Science-University of Miskolc Research Group

az intenzitás-csökkenés okát a berendezéshez vezettük vissza. Az intenzitás csökkenését a berendezésen belül is számos tényező okozhatja: a röntgencső degradációja, defókuszálási problémák, a Θ - 2Θ paraméterek pontatlansága, stb. A berendezés alapos vizsgálata és paramétereinek újra-beállítása után arra a következtetésre jutottunk, hogy az intenzitás csökkenésének röntgendiffraktométer szcintillációs NaI(Tl) detektorának degradációja lehet az oka. A detektor degradációjának vizsgálatához egy önvizsgáló kísérlet-sorozatot végeztünk a berendezéssel.

AZ ELVÉGZETT VIZSGÁLATOK

A röntgen-diffraktométer által detektált intenzitás csökkenésének okát kutató vizsgálatok a berendezés paramétereinek gyári szakszerviz szolgáltatása által kivitelezett újra-beállításával kezdődtek. A beállítások közül két paraméter beállítását ismertetjük, mivel ezekre alapozva végeztük az önellenőrző mérés sorozatot. Ezek a mintatartó pozícióját leíró Θ és a detektor pozícióját leíró 2Θ paraméterek újra-beállításai voltak. Az újra-beállítás ebben az esetben a Θ és 2Θ paraméterek nullpontjának pontos meghatározását jelenti. Ehhez a minta helyére egy a gyártó által biztosított, erre a célra készített üvegrést helyeztük.

A paraméterek definiálását a Θ paraméter 0 pontjának pontos beállításával kezdjük. Az eljárás előtt a Θ és 2Θ paramétereket az aktuális 0 értékre állítjuk. Az aktuális 0 értékek a valós 0 értékektől csak kis mértékben térnek el. Ebben a helyzetben (1. ábra) a röntgen cső (2) kilépő ablaka és detektor (7) a goniométer körön (1), egymással szemben helyezkedik el, ezért a művet során minimális 20 kV feszültségű és 5 mA erősségű a fűtőáramot használtunk. A Soller rés (3) és a 0,1 mm nyílású kollimátor (4) a primer sugárnyalábot (5) szűkítik. A primer sugár a mintatartóba helyezett üvegrésen (6), majd az 1 mm-es antiscatter résen (8) keresztül haladva jut el a detektorba. A detektorrést kivettük a detektor elől, így ha a detektor aktuális $2\Theta=0$ pozíciója eltér a tényleges $2\Theta=0$ pozíciótól (a detektor nem a pontos $2\Theta=0$ helyzetben van), a primer sugár akkor is eljut a detektorba. A Θ paraméter 0 értékének pontos meghatározása az alábbiakban részletezett „ Θ -scan” módszerrel történt. A vizsgálat során a berendezés a mintatartót forgatja a goniométer-kör középpontja körül, vagyis a Θ értékét változtatja egy meghatározott intervallumban. Az üvegrés forgatása közben $\Delta\Theta=0.01^\circ$ volt, minden egyes pozícióban $t=0.2$ s gyűjtési idővel. A primer sugár akkor halad át az üvegrésen, ha az üvegrés párhuzamos a

calibration samples well, the intensity loss was deduced to originate from the equipment. The intensity loss can be caused by many factors within the equipment such as the degradation of the X-ray tube, misfit of the optic components, defocusing problems, incorrect adjustment of the Θ - 2Θ parameters, etc. After the thorough examination and the complete re-adjustment of the equipment it was concluded that the intensity loss must originate from the degradation of the NaI(Tl) scintillation detector of the equipment. A self-control examination series was performed with the device to examine its detector.

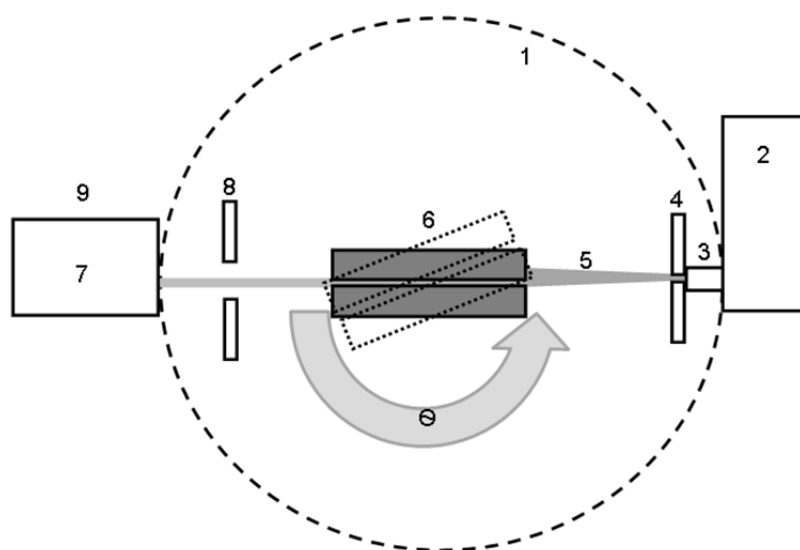
EXPERIMENTAL

The examination of the equipment started with the complete re-adjustment of the device. The re-adjustments were performed by the specialists of the official service of the manufacturer. Two of these adjustments will be presented because the self-control examination series was based on these two steps. These were the adjustments of the Θ and 2Θ parameters determining the exact position of the sample holder and the detector, respectively. The re-adjustment of the Θ and 2Θ parameters is actually to re-define the 0 positions of these parameters. A glass slit produced exactly for this examination was placed in the sample holder.

The re-adjustment of the Θ parameter started with setting the Θ and 2Θ parameters to their actual 0 positions. In the actual $\Theta=0$ and $2\Theta=0$ positions the Θ and 2Θ parameters differ from the exact 0 positions only with a small value. In this position (fig. 1.), the X-ray tube (2) and the detector (7) are facing each other on the goniometer circle (1), therefore the tube voltage and the heating current were set to the minimal 20 kV and 5 mA values. The Soller slit (3) and the 0.1 mm collimator (4) are ahead of the X-ray tube to decrease the convergence of the X-ray beam (5). The primary beam passes through the glass slit (6) and the 1 mm antiscatter slit (8) to reach the detector. No slit is placed ahead of the detector because if the actual $2\Theta=0$ position of the detector differs from the exact $2\Theta=0$ position (the detector is actually not in the exact $2\Theta=0$ position), the primary beam still can reach the detector. The re-adjustment of the Θ parameter is carried out by the mode here referred as “ Θ -scan” of the equipment. In this mode the sample holder is tilted around the actual $\Theta=0$ and the intensity passing through the slit is detected ($\Delta\Theta=0.01^\circ$, $t=0.2$ s). The beam passes through the glass slit if the slit is parallel with the centreline of the beam. The

nyaláb középvonalával. A nyaláb a legnagyobb intenzitással a valós $\Theta=0$ értéknél jut el a detektorba. A valós $\Theta=0$ értéktől való minimális eltérés esetén az üvegrés (8) széle már kitakar a nyalábból. Itt fontos megemlíteni, hogy a vizsgálat során a nyaláb mindig ugyanazon a helyen éri a detektor felületét. A valós $\Theta=0$ értéktől való minimális eltérés esetén a detektor ténylegesen detektáló felülete (9) csökken az üvegrés kitakarása miatt, de a detektálás *helye* nem változik. A maximális intenzitáshoz tartozó Θ értéket definiáljuk a $\Theta=0$ pontnak.

detected intensity is maximal at the exact $\Theta=0$ position. At slight differences from the exact $\Theta=0$ the glass slit shields some of the primary beam. It is important to note here that the primary beam targets the surface of the detector at the same location during the whole examination. At slight differences from $\Theta=0$ the targeted area (9) of the detector decreases because of the shielding of the glass slit, but its *location* does not. The Θ position of the maximal intensity is defined as the new (the exact) $\Theta=0$ position.

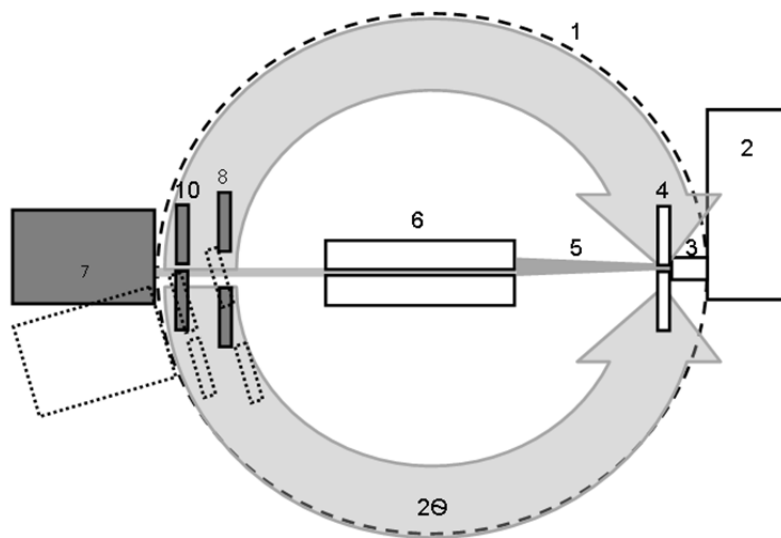


1. ábra A Θ - 2Θ röntgen-diffraktométer $\Theta=0$ paraméterének beállítása, sematikus ábra

Figure 1. The re-adjustment of the $\Theta=0$ parameter on Θ - 2Θ X-ray diffractometer; schematic sketch

A 2Θ paraméter 0 értékének pontos beállítása előtt a detektor elé is rést (10) helyeztünk (2. ábra). Ezt az eljárást nevezzük „ 2Θ -scan” módszernek. A vizsgálat során a berendezés a detektort lépteti az aktuális $2\Theta=0$ körül egy meghatározott intervallumon belül. Az eljárás során $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$ volt, $t=0.2$ s gyűjtési idővel. A detektor elé helyezett résnek köszönhetően a primer sugár csak akkor jut a detektorba, ha a sugármenet egyenes, vagyis a detektor pontosan szemben helyezkedik el a röntgencsővel. A primer sugár a legnagyobb intenzitással a valós $2\Theta=0$ értéknél jut a detektorba. A valós $2\Theta=0$ értéktől való minimális eltérés esetén a detektorrés kitakar a nyalábból. Ezen vizsgálat során is a nyaláb mindig ugyanazon a helyen éri a detektor felületét. A maximális intenzitáshoz tartozó 2Θ értéket definiáljuk a $\Theta=0$ pontnak.

A 0.2 mm detector slit (10) is placed ahead of the detector before the re-adjustment of the 2Θ parameter (fig. 2.). The re-adjustment of the 2Θ parameter is performed by the equipment's mode here referred as “ 2Θ -scan” mode. In this mode the detector moves on the goniometer circle around the actual $2\Theta=0$ ($\Delta 2\Theta=0.01^\circ$, $t=0.2$ s). The detector slit ensures that the beam reaches the detector only if the slit coincides with the beam, that is, the detector is exactly facing the X-ray tube. The beam reaches the detector with maximal intensity at the exact $2\Theta=0$ position. At slight differences from the exact $2\Theta=0$ positions the detector slit shields some of the beam. Again, the beam targets the detector at the same location during the examination (the location that is not shielded by the detector slit). The 2Θ position of the maximal intensity is defined as the new (the exact) $\Theta=0$ position.

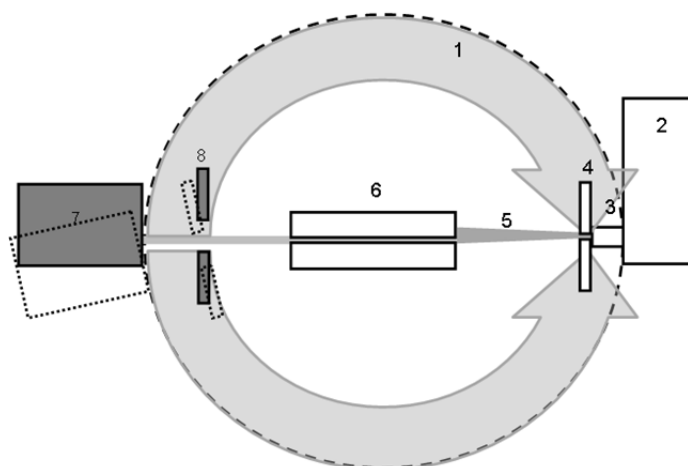


2. ábra A Θ - 2Θ röntgen-diffraktométer $2\Theta=0$ paraméterének beállítása, sematikus ábra

Figure 2. The re-adjustment of the $2\Theta=0$ parameter on Θ - 2Θ X-ray diffractometer; schematic sketch

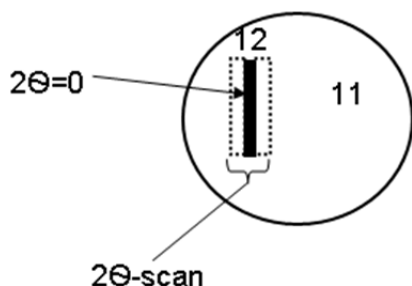
A Θ és 2Θ paraméterek 0 értékeinek definiálása után a detektor felületének érzékenységet vizsgáltuk. Ehhez a vizsgálathoz eltávolítottuk a detektorrést és a detektort léptettük a goniométer kör középpontja körül ($\Delta 2\Theta=0.01^\circ$ volt, $t=0.2$ s) (3. ábra). A vizsgálattal alapötlete az volt, hogy a detektor rést eltávolítva a detektor felületének különböző részterületeibe érkezik a primer sugár miközben a detektort 2Θ mentén léptetjük. A 4. ábrán látható a körülbelül 30 mm átmérőjű detektor teljes felületének (11) sematikus képe és a primer sugár által a detektor léptetése (2Θ - scan) közben bevilágított terület (12). Az ábrán az is látható, hogy a sugár nem a detektor felületének közepét éri (fekete terület). (Ez a detektor felfogatásából adódóan következik, és ezt később kihasználjuk.) A 3. ábrával kapcsolatban meg kell jegyezni, hogy a detektor célterülete csak $2\Theta=0$ pozícióban illeszkedik a goniométer körre. Ahogy a detektort léptetjük 2Θ mentén az éppen aktuális célterület letér a goniométer körrel. Fontos azonban megjegyeznünk, hogy ez nem okoz defókuszálási problémát mivel a primer sugárforrás a detektorral éppen egyvonalban helyezkedik el a vizsgálat során. Továbbá fontos még megemlítenünk, hogy a primer sugár csak $2\Theta=0$ helyzetben merőleges a detektor felületére. A detektor mozgása során a primer sugár beesési szöge változik. Azonban a beesési szög változása okozta intenzitás csökkenés nem volt megfigyelhető.

After re-adjusting the Θ and 2Θ parameters the surface of the detector was examined. For this examination the detector slit was removed and the detector was moved around $2\Theta=0$ on the goniometer circle (2Θ -scan, $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$, $t=0.2$ s) (fig. 3). The idea behind this examination was that removing the detector slit and moving the detector the primary beam targets different areas of the detector's surface during the 2Θ -scan. Fig. 4. shows the whole area of the detector (11) (with diameter of ~ 30 mm) and the area that is targeted by the primary beam (12) during the 2Θ -scan. It is also shown that the beam does not target the middle of the surface of the detector in $2\Theta=0$ position (black line). (This results from the mounting of the detector and it will be used as an advantage.) Notice in fig 3. that the targeted area is on the goniometer circle only at the $2\Theta=0$ position. As the detector moves out of the $2\Theta=0$ position, the actually targeted area moves off the goniometer circle. It is important to note that this does not cause a defocusing effect, since the primary beam was directed to the detector during this examination, thus no parafocusing was used. It is also important to note that the primary beam is perpendicular to the surface of the detector only at the $2\Theta=0$ position. As the detector moves, the incidence angle of the primary beam varies. Intensity loss due to this change in the incidence angle was not observed.



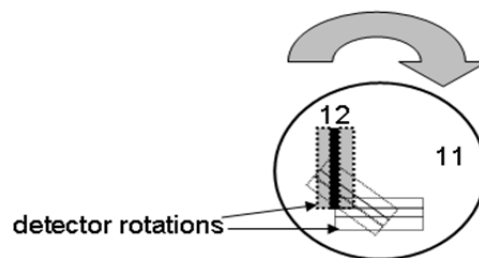
3. ábra A Θ - 2Θ röntgen-diffraktométer detektor felületének vizsgálata, sematikus ábra

Figure 3. The examination of the surface of the detector on Θ - 2Θ X-ray diffractometer; schematic sketch



4. ábra A detektor teljes felülete és a nyaláb által besugárzott terület egy 2Θ -scan vizsgálat alatt

Figure 4. The whole area of the detector and the area targeted by the beam during one 2Θ -scan



5. ábra A detektor teljes felülete és a nyaláb által besugárzott terület mozgása a detektor forgatása során

Figure 5. The whole area of the detector and the area targeted by the beam moving due to the detector rotations

Ha a detektor a teljes felületén azonos hatékonysággal képes a beérkező röntgen fotonokat számolni, az érzékelt intenzitásnak a detektor léptetése közben konstans értéknek kell lennie. Az első ilyen 2Θ -scan vizsgálat elvégzése után megismételtük azt úgy, hogy a detektort foglalatában óramutató járásával megegyező irányban hozzávetőleg 45° -ban elfordítottuk. Mivel a primer sugár nem a detektor felületének középpontjába érkezik, a detektor új, elfordított pozíciójában felületének egy új részterületét vethetjük vizsgálat alá (5. ábra). Ezt a 45° fokos elfordítást követő 2Θ -scant többször megismétlő kísérlet sorozatot hajtottunk végre

If the detector counts the X-ray photons with the same measure on the whole of its surface, the detected intensity must be constant during the 2Θ -scan. After performing one 2Θ -scan examination, the detector was revolved clockwise with $\sim 45^\circ$ in its mount and a new 2Θ -scan was performed. Because the primary beam does not target the middle of the detector surface, a new area of the detector was examined in the new detector position (fig. 5.). The detector was revolved step by step by $\sim 45^\circ$ and a series of 2Θ -scan examinations was performed.

A kísérlet sorozat során 45° -os forgatásokkal a teljes 0° - 360° szögtartományt lefedtük. A detektor forgatása során a detektor helyzetét a csatlakozóinak állása alapján határoztuk meg. Azt a pozíciót tekintettük 0° -nak, amikor a detektor csatlakozói függőlegesen felfelé álltak. Ebben a vonatkoztatási rendszerben az első mérésünk során (illetve a vizsgálat előtti üzemelés során) 45° -os szögben helyezkedett el. A mérés sorozat elvégzése után finomabb fordítási lépésekkel megismételtük a vizsgálati sorozatot.

EREDMÉNYEK

A 6. ábrán látható a rendre 45° -kal elforgatott detektoron végzett 2Θ -scan vizsgálatok eredményei. A vízszintes tengely mutatja, hogy a 2Θ -scan vizsgálat alatt milyen intervallumon léptettük a detektort, a függőleges tengelyen a pedig a detektor egyes pozícióiban érzékelt intenzitás értékeit mutatja. Az egyes görbék különböző mértékben elfordított detektor pozíciókkal elvégzett 2Θ -scan mérésekhez tartoznak. A 6. ábrán megfigyelhető, hogy a kezdeti 45° -os detektor pozícióban az intenzitás profil $2\Theta=0$ pozícióra aszimmetrikus. Ugyan ez aszimmetrikus jelleg a 90° -os helyzet intenzitás profilján még erősebb és itt az intenzitás értékei is lecsökkennek. A 135° -os helyzetben az intenzitás értékek növekednek a 90° -os helyzethez képest, ám az intenzitás profil aszimmetriája itt a legkiugróbb. A profil egyedül 180° -os helyzetben produkálja az általunk feltételezett konstans jelleget, ám 0° - 360° -ban az intenzitás görbébe ismét aszimmetrikus jelleget mutat.

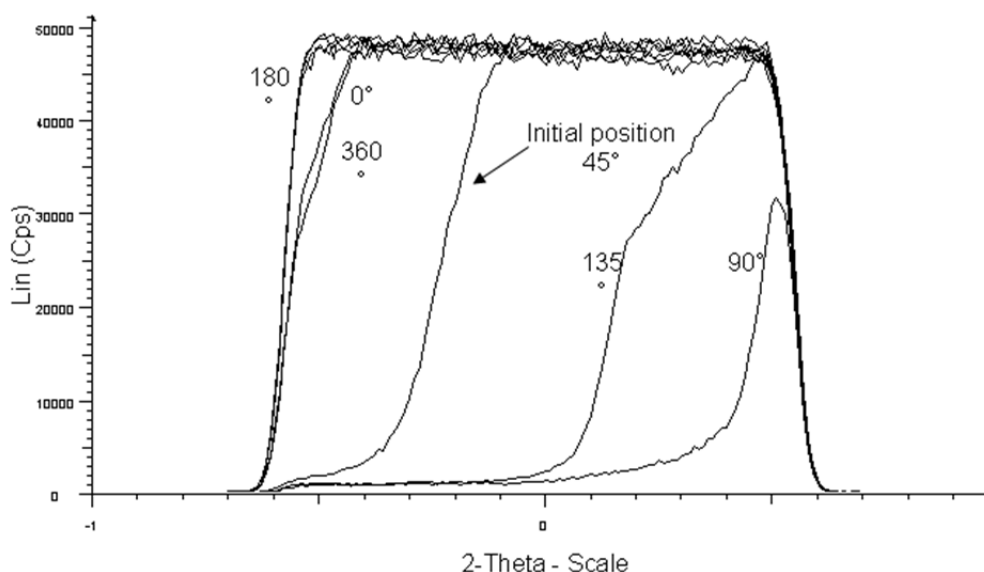
A 7. ábrán láthatjuk a finomabb fordítási lépésekkel végrehajtott 2Θ -scan mérés sorozatot. Ennél a mérési sorozatnál $\sim 5^\circ$ -onkénti detektor elfordítási pozíciókban vettünk fel 2Θ mentén léptetett detektor által érzékelt intenzitás profilokat. A finomabb beosztású mérés sorozatot 0° - 180° -ig terjedő detektor elfordítási intervallumon belül hajtottuk végre, amely tartományban drasztikus intenzitás-csökkenés volt észlelhető az előző kísérlet sorozatban. A különböző fordítási pozíciókban felvett intenzitás profiloknak az óramutató járásával megegyező irányban történt 5° -onkénti fordítása szerinti sorrendjét nyílakkal jelöltük. A 7. ábrán látható, hogyan változik az intenzitás profil a detektor forgatása közben, hogyan erősödik a görbék aszimmetrikus jellege, majd válik szimmetrikusból ismét aszimmetrikussá.

The rotation of the detector was performed clockwise in the whole 0° - 360° interval. The position of the connectors of the detector was used as a reference to define the position of the detector. The position in which the connectors pointed upwards was chosen for the 0° position. According to this reference system the detector in the initial position (in which the equipment was previously used) was in the 45° position (the connectors pointed 45° clockwise). After performing the 2Θ -scan series using 45° as detector rotation steps, another series of 2Θ -scan examinations was also performed using finer detector rotation steps.

RESULTS

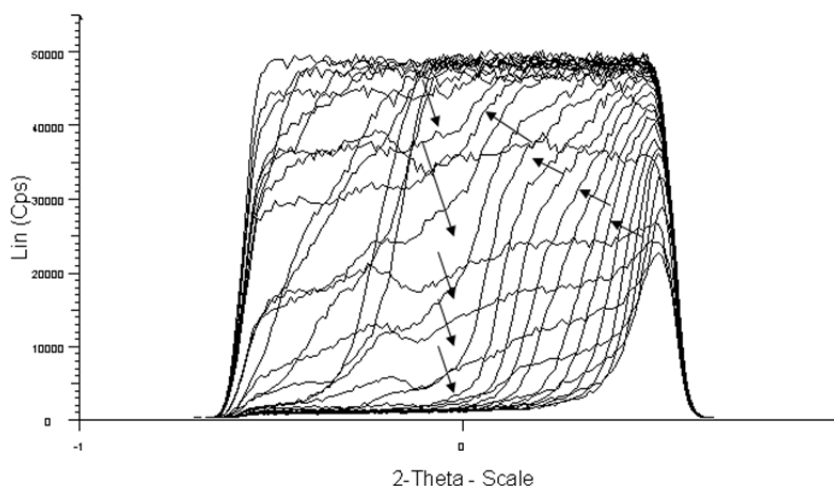
Fig. 6 shows the results of the 2Θ -scan examinations using 45° detector rotation steps. The horizontal axis shows the interval of the 2Θ -scan and the vertical axis shows the detected intensities. The different curves correspond to different detector positions. It can be seen in fig. 6. that the detected intensity profile is asymmetric on $2\Theta=0$ in the initial 45° detector position. The asymmetric type on $2\Theta=0$ strengthens in the 90° position, where the detected intensity values also decrease. The intensity starts to increase in the 135° position but it is still strongly asymmetric on $2\Theta=0$, while the symmetric profile on $2\Theta=0$ appears in the 180° position. The asymmetric type on $2\Theta=0$ starts to develop again in the 0° - 360° position.

Fig. 7. shows the results of the 2Θ -scan examinations obtained during the fine step detector rotations. The step value during this examination was $\sim 5^\circ$. The fine step examinations were performed in the $\sim 0^\circ$ - 180° region where intensity loss was experienced during the previous series of examinations. The sequence of the detector scan curves as the detector was rotated is marked with arrows. Fig. 7. shows how the intensity profile varies and the asymmetric character sharpens and later becomes symmetric during the fine detector rotations.



6. ábra A 2 Θ -scan vizsgálatok eredményei 45°-onkénti detektor forgatás mellett

Figure 6. Results of the 2 Θ -scan examination series using 45° as detector rotation steps



7. ábra A 2 Θ -scan vizsgálatok eredményei ~5°-onkénti detektor forgatás mellett

Figure 7. Results of the 2 Θ -scan examination series using ~5° as detector rotation steps

ÖSSZEFOGLALÁS

A 2 Θ -scan vizsgálatok mérési eredményeinek azon grafikonjai, ahol az intenzitásprofil szimmetrikus (azaz az intenzitás konstans, ahol értéke ~50 000 cps), megmutatja, hogy a primer sugár (keresztül- haladva a minta tartóba helyezett üvegrésen) hol érkezik sértetlen, még nem károsodott detektor felületre, a 2 Θ intervallumon léptett detektor felületén bejárt teljes nyomvonalon (4.ábra). Ezen felül találkozunk olyan görbékkel,

DISCUSSION

The plots of the 2 Θ -scan examinations with symmetric profile on 2 Θ =0 having ~50 000 cps intensity show the 2 Θ range where the primary beam (passing through the glass slit and the antiscatter slit) reaches the unharmed areas of the detector. Besides these, plots having asymmetric profile on 2 Θ =0 and/or having intensity loss compared to the ~50 000 cps value are also present. Since the glass slit used for the examination has a

melyeknek intenzitás profilja változó mértékű aszimmetriát mutat, értékeik pedig csökkentést mutatnak a konstans profillal rendelkező görbe intenzitásához képest. Mivel a mintatartóba egy, a primer nyalábra szimmetrikus üveg rést helyeztünk, a sugármenetet pedig semmi sem zavarta, az egyes 2Θ -scan vizsgálatokhoz tartozó intenzitás profilok aszimmetriának oka egyedül a detektorból eredeztethető. Tény, hogy az egyes vizsgálatok mérési paraméterei közötti egyedüli változás a detektor foglalatában való különböző mértékű elforgatása volt. Ez azt okozta, hogy a különböző elfordítási pozíciókban a primer sugár a detektor felületének eltérő részterületeibe érkezett. Kijelenthetjük tehát, hogy azokban a fordítási pozíciókban, ahol az intenzitás profil aszimmetrikus és/vagy az intenzitás mértéke elmarad a $\sim 50\,000$ cps értéktől, ott a beérkező primer sugár károsodott detektor felületet talált. A 6. ábrán látható, hogy az intenzitás profil a kezdeti, kiinduló 45° -os detektor elfordítási pozícióban is aszimmetrikus. Állandó intenzitású sugárnyaláb mellett a detektor ebben az elfordítási pozícióban kevesebb foton detektálására képes, mint ahol a detektor még sértetlen. Ennek oka az, hogy a detektornak ebben az elfordítási pozíciójában aktív részfelülete üzem közben degradálódik, mely megmagyarázza, az üzemelés közben hosszú távon tapasztalt intenzitás csökkenést.

A detektort abba az elfordítási pozícióba állítva, ahol az intenzitás profil szimmetrikus, a berendezés által detektált intenzitás ismét elérte az üzembe helyezésekor tapasztalt mértéket. Annak okát, hogy a detektor felületének egyes részterületei miért degradálódnak, nem vizsgáltuk, de valószínűleg a folyamatos, hosszú idejű vizsgálatok állhatnak a károsodás hátterében.

KÖVETKEZTETÉS

A Θ - 2Θ típusú, Bragg-Brentano elrendezésű röntgen-diffraktométeren tapasztalt intenzitás csökkenés okát keresve, önellenőrző vizsgálatokat végeztünk, mely vizsgálatok alapját a berendezés két paraméterének: Θ ill. 2Θ újra beállítása jelentette. Világossá vált, hogy a NaI(Tl) detektorának detektor felületének egyes részterületein tapasztalt degradációjából eredeztethető a tapasztalt intenzitás veszteség. A degradáció valószínűsíthető oka a berendezés hosszú üzemideje. A detektor degradációja gyártótól és berendezéstől egyaránt egyértelműen független. Az intenzitás veszteség pedig a detektor foglalatában való elforgatásával orvosolható

symmetric slit, and nothing else could be in the way of the X-ray beam, the asymmetric type of the detected intensity profile on $2\Theta=0$ must originate from the detector itself. This is confirmed by the fact that during the series of 2Θ -scan examinations only the position of the detector in its mount was changed. Because of that, different areas were targeted by the X-ray beam in every single detector position. The plots having asymmetric profile on $2\Theta=0$ and/or having intensity loss compared to the $\sim 50\,000$ cps value were plotted in detector positions where damaged areas of the detector were also targeted by the X-ray beam. It can be seen in fig. 7. that the intensity profile is asymmetric in the initial detector position. Since the sum of the X-ray photons collected in this position is evidently less than in a position having a symmetric, full profile, the experienced intensity loss during the previous examinations is understandable.

Setting the detector in a position showing a symmetric, full intensity profile the intensity was regained. The reason of the damage of some areas of the detector surface was not investigated, but is probably due to the long duration of operation.

CONCLUSIONS

The experienced permanent intensity loss of a Θ - 2Θ Bragg-Brentano type diffractometer was examined using a self-controlling examination series based on two re-adjusting modes of the equipment. It was revealed that the degradation of some areas of the NaI(Tl) scintillation detector was the origin of the experienced intensity loss. The cause of the detector degradation was probably due to the long operation period. The degradation of the detector is evidently independent of the manufacturer of the equipment. The intensity loss was aided by repositioning the detector in its mount.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Az itt megjelent kutatásokat Az Új Magyarország Fejlesztési Terv keretein belül a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt támogatta. A projekt létrejöttét az Európai Unió az Európai Szociális Alapon keresztül társ finanszírozta.

HIVATKOZÁSOK

- [1]: Krawitz, A. D. (2001). Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering (John Wiley & Sons, Inc.).
- [2]: Taylor, A. (1962). X-Ray Metallography (Wiles & Sons).
- [3]: Klug, H. P. and Alexander, L. E. (1974). X-Ray Diffraction Procedure (Wiles & Sons)

ACKNOWLEDGEMENTS

The present research was supported by the TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 project in the framework of the New Hungarian Development Plan. The realization of this project is supported by the European Union, co-financed by the European Social Found.

- [4]: Pecharsky, V. K. and Zavalij, P. Y. (2009). Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials (Springer, LLC).
- [5]: Guinier, A. (1963). X-Ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies (W. H. Freeman and Company).
- [6]: Clearfield, A., Reibenspies, J. H. and Bhuvanesh, N. (2008). Principles and Applications of Powder Diffraction (Wiles & Sons).

ELEKTROMÁGNESES ELVŰ RONCSOLÁSMENTES ANYAGVIZSGÁLAT ADAPTÍV HÁLÓ-ADATBÁZISSAL ADAPTIVE MESH-DATABASE FOR ELECTROMAGNETIC NON-DESTRUCTIVE TESTING

KISS IMRE, GYIMÓTHY SZABOLCS

Kulcsszavak: háló-adatbázis, hiba rekonstrukálás, inverz probléma, örvényáramú vizsgálat
Keywords: defect reconstruction, inverse problem, mesh-database, eddy-current testing

ABSZTRAKT

Adaptív mintavételezésen és szimplex-hálónomításon alapuló módszert mutatunk be a roncsolásmentes anyagvizsgálat inverz feladatának hatékony megoldására. Az így létrejött háló-adatbázis a direkt probléma egyfajta általánosított interpolátorának tekinthető. Hogy az interpolációhoz optimálisan mintavételezett adathalmaz álljon rendelkezésre, fizikai rugórendszeren alapuló hálógenerálási módszereket alkalmaztunk. A tapasztalat szerint az ilyen módon létrehozott háló-adatbázisok lényegesen jobb interpolációs tulajdonságokkal bírnak, mintha egyenletesen vennénk fel az adatpontokat. Az új módszert sikerrel teszteltük egy szimulált örvényáramú anyagvizsgálati feladaton.

ABSTRACT

An adaptive sampling method based on simplex-mesh refinement is proposed for creating a database that facilitates the inverse problem solution in NDT. The resulting database is used as a generic interpolator of the forward problem. In order to obtain optimal sampling for the purpose of interpolation, physically based mesh generation technique relying on spring analogy is utilized. Obviously, the optimized database provides high interpolation quality comparing to regular grid databases, as is demonstrated on a simulated eddy-current testing problem.

1. BEVEZETÉS

Az iparban alkalmazott roncsolásmentes anyagvizsgálat célja nem csak az anyaghibák felderítése, hanem a hiba paramétereinek minél pontosabb rekonstrukálása akár a gyártás folyamán, akár egy eszköz vagy berendezés későbbi felülvizsgálatánál. Az örvényárammal végzett anyagvizsgálat (*eddy-current testing*, ECT) első sorban vezetőképes anyagok hibáit (repedés, zárvány, stb.) képes kimutatni. Igen elterjedt vizsgálati módszer, hogy egy a munkadarab közepébe helyezett, váltakozó árammal táplált tekercsrel örvényáramot keltenek, és mérik a tekercs impedanciájának változását, miközben azt a

munkadarab felett mozgatják. A rekonstrukciós (inverz) feladat az anyaghiba paramétereinek meghatározása a mért impedancia jel alapján.

Az anyaghiba rekonstrukció nagymértékben gyorsítható, pontosítható és automatizálható, ha a rekonstrukciót számítógép végzi oly módon, hogy az anyaghiba-prototípusok impedancia-jelét szimulálja (pl. végelelem módszerrel). Mivel a szimuláció rendszerint időigényes, ugyanakkor az iparban követelmény a gyors rekonstrukció, ezért célszerű létrehozni egy adatbázist a néhány prototípusra előre kiszámított adatokból, és erre alapozva valamilyen interpolációs módszerrel közelíteni a szimuláció eredményét. Belátható azonban, hogy az anyaghiba-rekonstrukció pontosságát nagymértékben befolyásolja, hogy mely anyaghiba-prototípusokra vonatkozóan tartalmaz adatokat: túl kevés adat pontatlanságra vezet, túl sok adat pedig nehezen kezelhető, illetve nehezen állítható elő.

Az itt bemutatott új típusú adatbázis adatpontjait egy az anyaghiba-paraméterek n -dimenziós terében létrehozott szimplex-háló csúcsai alkotják. A hálót adaptív módon generáljuk úgy, hogy optimális interpolációs tulajdonságokkal rendelkezzen [1]. A hálógenerálás komoly technikai problémákat vet fel nem csak az n -dimenziós általánosság miatt, hanem azért is, mert az optimális háló anizotrop, és ilyen magas követelményeknek megfelelő hálógeneráló szoftver tudásunk szerint nem létezik, illetve nem hozzáférhető. A háló-adatbázist ezért a paraméter-tér helyett egy absztrakt ún. kontroll-térben generáljuk adaptív finomítással. A két tér között a háló mozgásával (rúgó-analógia), valamint lokális transzformációval teremtünk kapcsolatot [2]. Az elkészült adatbázist sikerrel használtuk fémlemezben lévő repedés rekonstrukálására.

1.1 AZ ANYAGVIZSGÁLAT INVERZ FELADATA

Matematikai szempontból az anyaghibának az ECT mérési adatokból történő rekonstrukciója egy ún. inverz probléma. Az *inverz probléma* elnevezés onnan eredeztethető, hogy ez esetben mindig létezik egy ún. *direkt probléma* (az angol nyelvű szakirodalom a *direct* mellett a *forward* jelzőt is használja), amelynek az előbbi a „fordítottja”. A

{kiss, gyimothy}@evt.bme.hu

direkt probléma esetében a bemenet (ismert mennyiségek) és a kimenet (meghatározandó mennyiségek) között matematikailag leírható és kiértékelhető összefüggés van (pl. parciális differenciálegyenlet formájában), továbbá a probléma megoldása – fizikai probléma esetében tipikusan – egyértelmű. Az inverz feladatra ezzel szemben többnyire nincs közvetlen matematikai modell, és a megoldása sem egyértelmű – ha létezik egyáltalán.

A vizsgált elektromágneses elvű roncsolásmentes anyagvizsgálat direkt problémája a következő: adva van egy konstrukció geometriája, az anyagjellemzők értékei, továbbá a gerjesztések; ebből meghatározandók a kialakuló elektromágneses tér bizonyos jellemzői. A matematikai összefüggést természetesen a Maxwell-egyenletek szolgáltatják. A numerikus megoldásra többek között a véges elem módszer (*finite element method*, FEM) használható, de történetesen az örvényáramú anyagvizsgálatban más, az integrálegyenleteken alapuló módszerek terjedtek el inkább (l. pl. [4]). A kapcsolódó inverz probléma esetében viszont éppen az elektromágneses tér bizonyos jellemzőit ismerjük, és ebből kell meghatározni az ismeretlen objektum geometriáját, anyagjellemzőit, vagy az elektromágneses teret létrehozó forrásokat.

1.2 MODELL ALAPÚ REKONSTRUKCIÓ

Még a kvantitatív roncsolásmentes anyagvizsgálatnak sem célja az anyaghiba minden részletre kiterjedő jellemzése; általában megelégszünk egy közelítő leírással. Ennek érdekében az anyaghiba egyszerűsített modelljével dolgozunk, amely véges számú paraméterrel jellemezhető. Példának okáért mondjuk feltehetjük, hogy az anyaghiba jó közelítéssel téglatest alakú, homogén kitöltésű objektum, amely leírható a méreteivel, az orientációjával, a pozíciójával, és a kitöltő anyag jellemzőivel. Ez az anyaghiba egyik lehetséges rekonstrukciós avagy inverziós modellje. A modellalkotás egyik előnye, hogy ezáltal a mérés számítógéppel szimulálhatóvá válik. A másik, legalább ennyire fontos előny, hogy alkalmasan megválasztott modell segítségével egy gyengén meghatározott inverz feladatot jól meghatározottá tehetünk, azaz úgy mond *regularizálhatunk*.

Általában a mért jel is valamilyen diszkrétizált formában áll rendelkezésünkre: ha például időfüggvényről van szó, akkor időbeli mintákkal, ha pedig impedancia-pásztázásról, akkor a diszkrét térbeli pontokban mért impedanciaértékekkel adható meg. Ha ezt összevetjük az előbbiekben bevezetett anyaghiba-modell paramétereivel (és eltekintünk a konstrukciót jellemző egyéb, ismert paramétereiktől), akkor a direkt probléma egy olyan

függvénykapcsolatnak vagy *operátornak* tekinthető, amely a véges n számú modellparaméterhez megadja a mért jel véges m számú értékét (a gyakorlatban általában $n < m$). Az inverz probléma formálisan ennek megfordítását jelentené (l. előző bekezdés).

Az imént tárgyalt modellalapú rekonstrukció sémája az 1. ábrán látható. A direkt probléma f operátora (a továbbiakban röviden *direkt operátor*) tehát transzformációt ír le az n -dimenziós X paraméter-térből az m -dimenziós Y adat-térbe, vagyis röviden $f: X \rightarrow Y$, ahol $x \in X \subset R^n$ a modellparamétereket, $y \in Y \subset R^m$ pedig a mért jelet reprezentálja. A teljes X paraméter-tartomány transzformált képe az adat-térben általában hiperfelületet képez. Az anyaghiba-rekonstrukció inverz problémája ennek értelmében úgy is felfogható, hogy keressük a mérés által szolgáltatott adatponthoz legközelebb eső pontot ezen a hiperfelületen (a mérési zaj miatt a mért pont általában nem esik pontosan a felületre), és az ehhez a ponthoz tartozó paraméter-értékek szolgáltatják a megoldást. A direkt operátort valamilyen numerikus térszámítási eljárással modellezhetjük (másképpen szólva „realizálhatjuk”) [4].

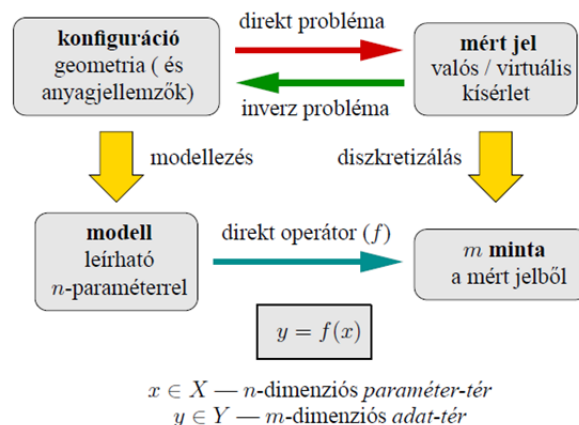


Fig. 1: A modellalapú rekonstrukció vázlata. / Model based reconstruction.

2. ANYAGHIBA-REKONSTRUKCIÓ OPTIMALIZÁLT HÁLÓ-ADATBÁZISSAL

Az előző szakaszban láthattuk, hogy akár optimalizációs alapú, akár adatbázis alapú rekonstrukciót végzünk, szükség lehet az előzőleg kiszámított adatpontok – az f operátor *mintái* – közötti interpolációra. A többváltozós, többkomponensű, szórt mérési adatok közelítésére a mérnöki gyakorlatban elterjedten használják a szimplex-hálón történő interpolációt.

A *szimplex* definíció szerint az n -dimenziós térben $n+1$ pont által kifeszített legegyszerűbb konvex test. A szimplex-háló értelemszerűen ilyen építőelemekből épül fel úgy, hogy a szimplexek csúcsaikkal, élleikkel, lapjaikkal, stb. konform módon illeszkednek egymáshoz. A közös csúcsokat a háló csomópontjainak (*node*) nevezzük.

A mérési adatainkat a következőképpen foglalhatjuk hálóstruktúrába. Minden egyes mérésnek megfeleltetünk egy pontot a mérés független, azaz bemenő paraméterei által kifeszített absztrakt n -dimenziós térben. Ezen pontokra mint csomópontokra szimplex-hálót illesztünk valamely ismert hálógeneráló algoritmus segítségével [3]. Végül a háló csomópontjaihoz hozzárendeljük a mérés eredményét, azaz kimenő adatait. Ezt a struktúrát a továbbiakban *háló-adatbázisnak* nevezzük.

A szimplex-háló könnyen lehetővé teszi, hogy a mérés kimenetét közelítsük a közbülső – tehát az adatbázisban nem szereplő – paraméterértékekre is. A közelítés legtermészetesebb módja a szimplexenként, azaz tartományonként lineáris (*piecewise linear*, PL) interpoláció, amely a szimplex $n+1$ csomópontjában „tárolt” értékek alapján képezhető. Bizonyos esetekben előnyös lehet a tartományonként állandó (*piecewise constant*, PC) közelítés is, amely a legegyszerűbb esetben a legközelebbi szomszédos csomópont (*nearest neighbor*, NN) értéke.

Ilyen típusú háló-adatbázist már korábban is sikerrel alkalmaztak roncsolásmentes anyagvizsgálati feladat megoldására [7]. Az adatbázisokat többek között neurális hálózatok betanítására is használták, amelyek az anyaghibák rekonstrukciójához sokkal pontosabb eredményt adtak, mintha ugyanennyi véletlenszerűen, vagy a paraméterterben egyenletesen felvett mintával végezték volna a betanítást [8]. Jelen cikk újdonsága az a hálógenerálási algoritmus, amellyel a korábbiaknál sokkal jobb minőségű adatbázis hozható létre, és amelynek részletes leírása a 2.3 szakaszban található.

2.1 OPTIMÁLISNAK AZ ADATBÁZIS OPTIMÁLIS KIALAKÍTÁSA

tartjuk a hálóadatbázist, ha a lehető legkevesebb adatpont alkalmazása mellett az interpolációs hiba kisebb marad egy bizonyos küszöbértéknél a háló által lefedett paraméter-tartomány bármelyik pontjában. Formulával kifejezve:

$$\max_{x \in X} \|f(x) - g(x)\| < \delta$$

ahol f a korábban bevezetett direkt operátor, g ennek közelítése (az „interpolátor”), $\Omega \subset X$ jelöli a szóbanjövő paraméter-kombinációk halmazát

(gyakran egy hiperkocka a paraméter-térben), $\|\cdot\|$ pedig egy megfelelően választott (pl. euklideszi) norma.

A δ küszöbértéket praktikusán a mérés pontosságával hozzuk összefüggésbe. Ebbe a küszöbértékbe sűrítünk bele minden olyan hatást, amely a mérés, ill. szimuláció során – mint véletlenszerű folyamat – torzíthatja a kapott eredményeket. Ide tartozhat a mérési zaj éppúgy, mint a numerikus számítás pontatlansága.

Mivel az anyaghiba-paraméterek gyakran egészen különböző jellegűek (pl. geometriai méret, anyagjellemző, stb.), az interpoláció szempontjából optimális felosztás szükségképpen anizotrop. Az optimális adatbázis kialakításához tehát anizotrop – azaz optimálisan torzított szimplexeket tartalmazó – háló szükséges [1]. Belátható ugyanis, hogy az interpolációs hiba egyenletessé tételéhez a kevésbé érzékeny paraméterirányok mentén a szimplex oldalainak elnyújtottabbnak kell lenniük, míg más irányokban, amelyek mentén sokkal érzékenyebb a kimenet a kis változásokra is, rövidebb élek szükségesek.

Bár elvileg lehetséges ilyen háló adaptív létrehozására, a tapasztalat szerint háromnál magasabb dimenzióban csak nehézkesen, vagy egyáltalán nem működik. Ez a probléma egyelőre technikailag áthidalhatatlannak tűnik, mert jelenleg a világon – ismereteink szerint – nem létezik még megbízható, valóban általános n -dimenziós, adaptív, anizotrop hálógeneráló algoritmus.

2.2 OPTIMÁLIS ADATBÁZISOK LÉTREHOZÁSA

A szakirodalomban az optimálisan változó sűrűségű és anizotrop hálót gyakran mutatják be úgy, mint amelynek elemei azonos méretűnek és közel szabályosnak látszanának egy speciális, helyről-helyre változó, azaz lokális metrika alatt [5]. A metrika felfogható transzformációnak is, amelynek révén a hálót egy hipotetikus ún. *kontroll-térbe* képezzük le, és ahol annak képe ezek szerint homogén sűrűségű és „izotrop” (azaz nem anizotrop). Legyen $\Xi \subset R^m$ az m -dimenziós kontroll-tér, $\xi_i \in \Xi$ annak egy pontja, leképezést jelölje: $\ell: \Xi \rightarrow X$. Az ilyet röviden egység-hálónak (*unit mesh*) is nevezik.

A szóban forgó metrikát az interpolációs hibával szokás kapcsolatba hozni. Ennek szemléletes magyarázata – némileg pongyolán – úgy fogható meg, hogy „ha az anizotrop háló képe egyenletes az interpolációs hiba terében nézve, akkor ez azt jelenti, hogy a hiba egyenletesen oszlik el a hálón”. Vagyis ekkor megvalósul az ekvidisztribúció, amely az optimalitás kritériuma.

Felmerülhet a kérdés, hogy miért ne lehetne a hálódatabázist közvetlenül egy ilyen kontroll-térben létrehozni, majd megkeresni annak képét a „valódi” paraméter-térben. A vázolt megoldás legnagyobb előnye az lenne, hogy így nem kellene anizotrop hálót generálni. Az ötletet a 2. ábra illusztrálja.

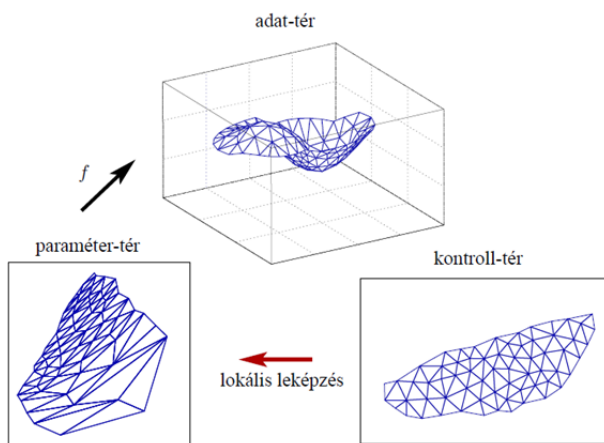


Fig. 2: Az anizotróp háló és a kontroll tér. / Anisotropic mesh and the control space.

2.3 AZ ITERÁCIÓS CIKLUS LEÍRÁSA

Az általunk kifejlesztett algoritmus első lépésként felvesz $n + 1$ pontot a paraméterterben, ahol n a modell paramétereinek száma. E pontokat véletlenszerűen, vagy előre definiált pozíciókban választhatjuk meg. Az n -dimenziós térben $n + 1$ (nem elfajult helyzetű) pont szimplexet alkot, amelyet itt kiindulási elemnek vagy „magelemnek” (seed element) nevezünk. Innen indul az iteráció,

amelynek egyetlen üteme négy szekvenciális lépésre bontható. Az eljárást a 3. ábra szemlélteti.

1. lépés: hálózás Ebben a lépésben a kontroll-térbeli pontokra Delaunay-hálót illesztünk (l. 3.a ábra). A Delaunay-háló egy speciális és az adott ponthalmazra nézve egyedi szimplex-háló, amely bizonyos szempontból optimális: a lehetőségekhez mérten viszonylag „jó minőségű” szimplexekből áll [3].

2. lépés: hálósímitás: A háló csomópontjainak úgy kell elhelyezkedniük a kontroll-térben, hogy a szimplexe mérete tükrözze a tartományukon mérhető interpolációs hiba nagyságát. E célra a rúgóanalógiát alkalmazzuk úgy, hogy a rúgók nyugalmi hosszát az adattávolsággal vesszük azonosnak, így a kiegyensúlyozott hálóban az élhosszak várhatóan az adattávolsággal lesznek megközelítően azonosak. A csomópontokat zérus tömegűnek tekintjük, csillapítás nincs. A rúgóerők egyensúlyára vonatkozó vektoriális egyenlet az i -edik pontra felírva a következő:

$$\vec{0} = \sum_{j=1}^v \alpha_{ij} \left(1 - \frac{\Delta y_{ij}}{\Delta \xi_{ij}} \right) (\vec{\xi}_i - \vec{\xi}_j)$$

Ahol α_{ij} az i -edik csomópontot a j -edikkel összekötő rúgó rúgóállandója, v az i -edik csomóponthoz éllel kapcsolódó szomszédos pontok száma, $\Delta \xi_{ij}$ a pontok közötti él hossza, míg Δy_{ij} a pontok adat-térbeli távolsága, azaz a rúgó nyugalmi hossza.

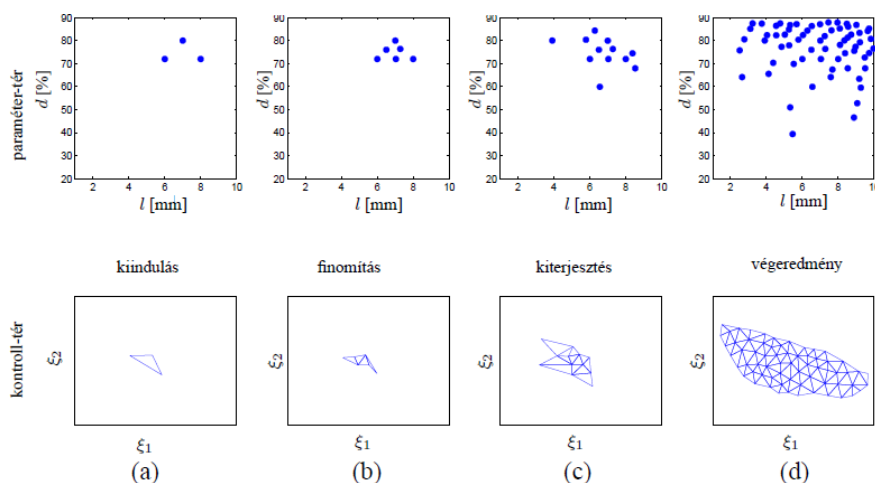


Fig. 3: Az adatbázis létrehozásának főbb lépései: kiindulási elem (a), a háló finomítása (b), a háló kiterjesztése (c), és a végleges hálódatabázis (d). Fent a paraméter-térbeli, lent a kontroll-térbeli állapot látható. / Main steps of the database generation: seed element (a), refinement (b), extension (c) and the final database (d). Parameter-space shown in top and the control-space in bottom.

3. lépés: hálófinomítás A hálófinomítás azt jelenti, hogy újabb csomópontokat illesztünk be a hálóstruktúrába (l. 3.b ábra). A finomítás során az új pontot valamelyik szimplexre vonatkoztatva veszik fel, például annak súlypontjában, vagy a körülírt köre (hipergömbje) középpontjában. Mi az utóbbit használjuk azzal a kiegészítéssel, hogy ha ez a pont a hálón kívülre esik, akkor alkalmas módon a háló peremére vetítjük. Minden olyan elemet finomítunk, amelyeknek legalább az egyik éle hosszabb az előírt δ küszöbértéknél.

4. lépés: kiterjesztés Amikor a háló már nem finomítható tovább, elmondhatjuk, hogy a paraméter-térben a jelenlegi pontok által meghatározott „területen” belül az f operátor mintavételezése optimális. Azonban a háló még nem feltétlenül fedi le a vizsgálandó Ω paraméter-tartományt. Ennek érdekében megpróbálunk újabb pontokat felvenni az aktuális hálón kívül. Új pontokat úgy keresünk, hogy az aktuális háló szélső elemeinek belső pontjait „tükrözzük” a háló peremére (l. 3.c ábra).

3. TESZTPROBLÉMA

Egy ismeretlen repedést tartalmazó nagy

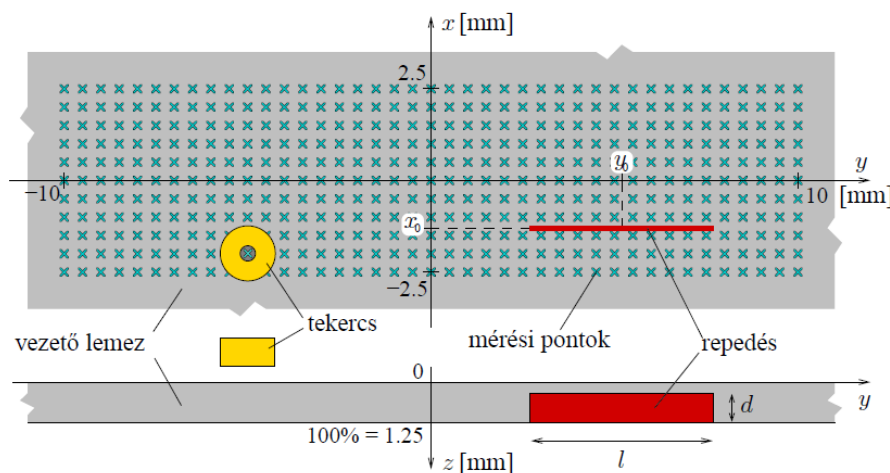


Fig. 4: A vizsgált tesztprobléma: mérési pozíciókat „x” jelöli. / The investigated problem: scanning positions are marked by „x”.

4. EREDMÉNYEK

Ebben a szakaszban az optimális hálóbázissal történő rekonstrukció hatékonyságát és pontosságát vizsgáljuk. Összehasonlításképpen felvettünk egy azonos számú pontból álló „reguláris” adatbázist (referencia), amelyet a paraméter-tartományon felvett négyzet rácspontjai alkotnak. A rekonstrukcióra egyszerű PC vetítést használunk: a mért eredményhez az adattérben legközelebb eső adatpont paramétereit választjuk. A vizsgálatot az áttekinthetőség kedvéért az előző szakaszban leírt probléma egyszerűsített, kétpa-

kiterjedésű, nem-mágneses acéllemez felett váltakozó árammal táplált tekercsel pásztázunk, és mérjük annak impedancia-változását különböző pozíciókban. A feladat a repedés paramétereinek meghatározása a mért impedancia-értékekből. A tekercs légmagos szolenoid; a lemez és a tekercs között vékony légréteg helyezkedik el. A tekercs impedanciáját egy képzeletbeli 11×41 pontból álló rács pontjaiban mérjük. Ezek alapján a 451 pozícióban mért komplex szám egy 902 dimenziós adatteret határoz meg ($m=902$).

A repedést egy egyszerűsített modell formájában rekonstruáljuk. Feltesszük, hogy felületszerű repedésről (surface crack) van szó, amelynek síkja merőleges az x-tengelyre. A repedés modellje téglalap alakú, és a lemeznek a tekercssel átteljes oldaláról nyílik (OD-típusú repedés). Az elrendezést a 4. ábra mutatja. Ezen feltevésekkel a repedést egyértelműen jellemezhetjük a következő négy paraméterével: a középpontja x_0 és y_0 koordinátájával, l hosszával, valamint d mélységével. Látható, hogy a paraméter-tér ez esetben négydimenziós ($n=4$).

paraméteres változatán ($l, d, x_0 = 0, y_0 = 0$) végezzük, amelyben tehát a keresett repedés helyzetét ismertnek tekintjük, csak a hossza és a mélysége kérdés.

Ahogy várható, a reguláris adatbázis egyrészt feleslegesen sűrű a kis repedések tartományán, másrészt túl ritka a nagy repedéseken. Ennek bemutatására tekintsük először az 5. ábrát. Tegyük fel, hogy a rekonstruálandó repedés paramétereit most ismerjük (kék színű pont). A pontot körülvevő

vörös folt azon repedés-konfigurációk halmaza, amelyek elméletileg mérhető (zajmentes) impedancia-jele a kék pont jelétől δ távolságon belül van (euklideszi normában mérve). Az 5.a ábra azt illusztrálja, hogy az optimális adatbázis esetén egy-egy repedés-konfiguráció (kék pont) körüli foltba jellemzően egyetlen adatbázispont (zöld) esik, és a PC típusú rekonstrukció során ennek paramétereit fogadjuk el. Ezzel szemben a reguláris adatbázis esetében (5.b ábra) ezen a tartományon jellemzően több adatpont (zöld) is belesik a foltba, és a gyakorlatban – a mérés zajától függő-

en – bármelyik képezheti a rekonstrukció eredményét.

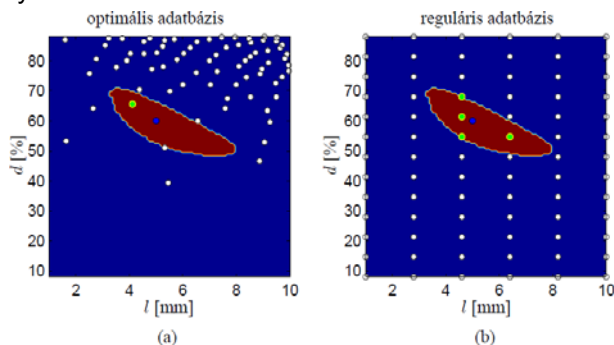


Fig. 5: Illusztráció a rekonstrukció feltételezett hibájának számításához. / *Illustration for the computation of the reconstruction error.*

A háló-adatbázis pontosságának bemutatása céljából megvizsgáljuk a rekonstrukció hibáját az

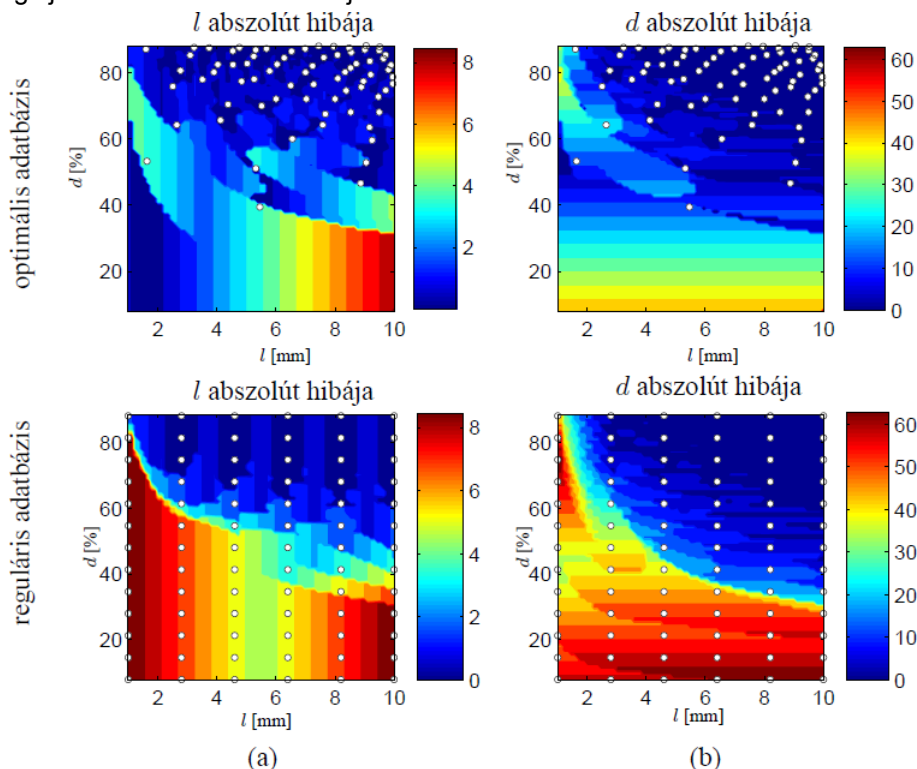


Fig. 6: A rekonstrukció feltételezett legnagyobb hibájának eloszlása: fent az optimalizált hálóadatbázissal, lent a reguláris adatbázis. / *Distribution of the assumed largest reconstruction error: optimal database in top, regular database at bottom.*

5. ÖSSZEFOGLALÁS

Az adatbázison alapuló anyaghiba-rekonstrukció két szempontból is előnyösebb ipari felhasználás céljára, mint az optimalizáción alapu-

egyes paraméterek tekintetében, a teljes paraméter-tartományon. Az eljárás során egy képzeletbeli, megfelelően sűrű szabályos rácsot illesztettünk a paraméter-térre, majd ennek minden egyes pontjára megvizsgáljuk a rekonstrukció lehetséges legnagyobb hibáját (a fentiekben leírt módon), a mérésben σ zajszintet feltételezve. A rekonstruált paraméterek abszolút hibájának eloszlását a 6. ábra mutatja. A baloldalon az l hosszban, a jobb oldalon a d mélységben jelentkező legnagyobb hiba eloszlását láthatjuk színekkel ábrázolva, a repedés-konfiguráció függvényében. A felső képen a háló-adatbázis, az alsón a reguláris adatbázis esete látható (az adatpontokat fehér körök jelzik). Jól látszik, hogy a reguláris adatbázissal történő rekonstrukció hibája kisméretű repedések esetén nagyobb, mint az optimális adatbázis használatával, míg nagy repedésekre nem látszik számottevő különbség a hibában.

ló rekonstrukció. Egyrészt az adatbázisban való keresés gyorsasága lehetővé teszi a valós idejű rekonstrukciót. Másrészt a végfelhasználónak így nincs szüksége a bonyolult és drága szimulációs szoftverre, valamint az ahhoz tartozó nagy hard-

ver-erőforrásokra, csupán a szoftver által előre kiszámított adatokra. Az általunk bemutatott módszerrel az adott feladathoz illeszkedő optimális, azaz adott pontosság eléréséhez minimális számú adatpontot tartalmazó adatbázis készíthető.

IRODALOMJEGYZÉK

- [1] J. Pávó, Sz. Gyimóthy, „Adaptive inversion database for electromagnetic nondestructive evaluation”, *NDT&E International*, vol. 40, no. 3, 2007, pp. 192-202.
- [2] Sz. Gyimóthy, I. Kiss, J. Pávó, „Data-equidistant Evaluation Set of the Direct Problem with Application to Electromagnetic NDT”, *IGTE Symposium on Numerical Field Calculation in Electrical Engineering*, Sept. 21-24, 2008, Graz (Austria), pp. 406-411.
- [3] J. Frykestig, „Advancing front mesh generation techniques with application to the finite element method”, PhD thesis, Chalmers University of Technology, Göteborg, 1994.
- [4] J. Pávó and K. Miya, „Reconstruction of crack shape by optimization using eddy current field measurement,” *IEEE Transactions on Magnetism*, vol. 30, pp. 3407–3410, 1994.
- [5] H. Borouchaki, P. J. Frey, and P. L. George, „Adaptive triangular-quadilateral mesh generation,” *International Journal of Numerical Methods in Engineering*, vol. 41, pp. 915–934, 1998.
- [6] F. J. Blom, „Considerations on the spring analogy,” *International Journal for Numerical Methods in Fluids*, vol. 32, pp. 647–668, 2000.
- [7] S. Gyimóthy and J. Pávó, „Qualification of the inverse problem of defect reconstruction using optimized mesh database,” *COMPEL*, vol. 24, no. 2, pp. 436–445, 2005.
- [8] S. Gyimóthy, Y. L. Bihan, and J. Pávó, „Optimized database for training neural networks used in non-destructive testing,” *International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics*, vol. 25, no. 1-4, pp. 717–721, 2007.

PROHÁSZKA JÁNOS, AKADÉMIKUS
(1920 – 2012)

2012 október 22-én, életének 93. évében elhunyt Prohászka János, akadémikus.

1920. április 26-án született Budapesten. Nagytényben nőtt fel, járt iskolába, alakította meg társaival az élete végéig működő cserkészcsapatát, s itt kezdett el kétkezi munkásként dolgozni. A második világháború idején a hadiüzemként működő Magyar Optikai Művek munkása volt. A háború után felvételt nyert a Magyar királyi József nádor Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetemre.

Diáktársai visszaemlékezése szerint rendkívüli szorgalommal zárkózott fel a gimnáziumból érkezett diáktársaihoz, s a második évtől már az évfolyamelső egyike volt. 1950-ben szerzett gépészmérnöki oklevelet az 1949-es névváltoztatás után már Budapesti Műszaki Egyetemen.

Kiváló teljesítménye eredményeként az első aspiránsok egyike lett a frissen létrehozott Vasipari Kutatóintézetben, ahol Verő József, Geleji Sándor, Zorkóczy Béla, Millner Tivadar és Gillemot László professzorok segítségével vált nagyon gyorsan az anyagtechnológia elkötelezett kutatójává.

Az aspirantúra kezdetéig, már pályakezdőként, oktatóvá vált: 1950–51-ben az akkor szervezett Gazdasági és Műszaki Akadémia tanáraként dolgozott. Az aspirantúra (1951–1955) elvégzése után, 1956-ban kitűnő eredménnyel védte meg „A titán hatása az acélban lezajló széndiffúzió sebességére és a betétben edzhető acélok tulajdonságaira” című kandidátusi értekezését, és ez alapján nyerte el 1957-ben „a műszaki tudomány kandidátusa” tudományos fokozatot.

Ettől kezdve tudományos kutatóként dolgozott a Híradástechnikai Kutatóintézetben (1955–57), majd a MTA Műszaki Fizikai Kutatóintézete tudományos osztályvezetőjeként 1957 és 1964 között. Visszaemlékezései szerint kiváló kutatógárda dolgozott az alapvetően a Tungstam (Egyesült Izzólámpa és Villamossági Rt.) számára nélkülözhetetlen volfrámkutatásokban, amelyek egyik

vezetője volt. Az itt végzett munkájával széleskörű tudományos elismerést vívott ki magának.

Fontos szerepet játszott az anyagtudomány fémfizikai szemléletének korszerűsítésében az 1963-ban megvédett akadémiai doktori értekezésének témaválasztása: „Diszlokációk képződése a dendrites kristályosodás során”. Ekkor nyerte el „a műszaki tudomány doktora” tudományos címet.

Az 1980-as években tagja volt a Magyar Tudományos Akadémia elnökségének, majd az 1990-es években, két cikluson át a Műszaki Tudományok Osztályának elnöke volt (1993–1999).

A diszlokációelméleten alapuló anyagtudományi megközelítések az 1960-as évekig szinte ismeretlenek voltak a hazai szakmai körökben, de a fiatal kutatóknak és egyetemi oktatóknak tartott nagyhatású előadásai megváltoztatták ezt a helyzetet.

Nyilvánvalóan a tudományos elismertsége eredményeként hívták meg a Műegyetemre tanszékvezető professzornak; a Villamosipari Anyagtechnológia Tanszékre, 1964-ben. Ezt a tanszéket 1986-ig vezette, egyetemi tanárként pedig 1990-ig dolgozott a Gépészmérnöki Karon. Meghatározó tudományos vezetője és példaképe volt a budapesti és a miskolci műegyetem gépészmérnöki karán még ma is dolgozó számos egyetemi oktatónak és kutatónak. Az 1960-as évek elejétől 2001-ig írt tankönyvei még ma is nélkülözhetetlen segítséget jelentenek a gépészmérnök és a villamosmérnök egyetemi hallgatók számára az anyagtechnológiai alapok megismerésében.

Tudományos alkotói és egyetemi oktatói szemléletére rendkívül erős hatást gyakorolt az 1966–67-ben, az első Ford-ösztöndíjasok egyikeként az USA-ban, a Harvard Egyetemen vendégprofesszorként eltöltött időszak. A fizikai és a mechanikai metallurgia olyan kiválóságaival dolgozott együtt, mint *Bruce Chalmers*, *David Turnbull*, *Morris Cohen*, *John Werner Cahn*. A röntgendiffrakciós vizsgálatok vezetője volt ebben a kitűnő kutatócsoportban.



1970-ben választották a MTA levelező tagjává, majd 1982-ben a MTA rendes tagja lett. Akadémiai székfoglaló előadásai az anyagtechnológiai gondolkodás fontos szintézisei voltak: „Közepes hőmérsékleten igénybevett fémek szerkezeti anyagok mechanikai tulajdonságainak várható fejlődése”, illetve „Anyagminőség és termodinamikai bizonytalanság” címen tartotta ezeket.

Tanszékvezetői feladata mellett 1971 és 1977 között igazgatóhelyettese, 1977-től 1986-ig igazgatója volt a Mechanikai Technológiai és Anyagszerkezet-tani Intézetnek, valamint 1977-től 1995-ig vezette a tanszéken működő akadémiai, Fémtechnológiai Kutatócsoportot. Teljes aktivitású kutató professzorként végzett munkáját e kutatócsoportban fejezte be 2005-ben.

Tudományos kutatómunkájának a legfontosabbak kutatási témái a következők voltak:

- A volfrám alakíthatósága és újrakristályosodása.
- A diffúziós folyamatok két és többkomponensű szilárd rendszerekben.
- Az ötvözetek mechanikai tulajdonságai és anizotrop viselkedése.
- A szemcsehatárok szerepe a hőkezelésben és az anyagok tulajdonságaiban.
- Az ötvöztelen acélok, a sárgarezek és a volfrám gyors hőkezelése.
- A Fe-Al rendszer diffúziós folyamatai, a tűzi mártó alumíniumozás.
- A koncentrációváltozás nélküli fázisátalakulások, a reverzibilis martenzites átalakulások, a bénites átalakulás és a bénites szerkezet kifáradási jellemzői.
- A kristályorientáció hatása a mechanikai és a forgácsolási tulajdonságokra.

Tudományos tevékenységét a következő kitüntetésekkel ismerték el:

- 1984. Választott aktív tagja CIRP-nek (International Institution for Production Engineering Research), amely tiszteleti tagjává választotta 1996-ban.
- 1986. Rockwell Medal; Hall of Fame for Engineering, Science and Technology, and Medal, International Technology Institute
- 1988. Állami díj
- 1995. Ipolyi Arnold tudományfejlesztési díj
- 1997. A Miskolci Egyetem díszdoktora
- 2003. Széchenyi Díj

Széleskörű publikációs és közéleti tevékenységet folytatott 1990 után a magyar gazdaság, azon belül is az ipari termelés és a technológia témakörében, a termelés fontosságának előtérbe helyezése érdekében. A magyarországi gépípar technológiai helyzetét és jövőképét foglalta össze a Prohászka professzor irányításával és szerkesztésében, a MTA elnökének támogatásával 2001-ben megjelent „A technológiai helyzete és jövője” című, a tanulmánykötet, amelynek következtetései ma is nagyon időszerűek.

Prohászka János a magyar műszaki anyagtudomány egyik legmeghatározóbb szereplője volt. Mérnökgenerációk szemléletét formálta az anyag és a technológia jelentőségének felismerésére. Méltán számíthat a szakma örök tiszteletére.

Forrás: www.att.bme.hu

REJTŐ SÁNDOR SZOBORAVATÁS

A „40 éves a könnyűipari mérnökképzés” ünnepségsorozat részeként 2012. szeptember 4-én az Óbudai Egyetemen került sor a Könnyűipari és Környezetmérnöki Kar névadója, Rejtő Sándor mellszobrának leleplezésére. A szoboravatóra meghívást kaptak a Magyar Tudományos Akadémia, a társ felsőoktatási intézmények, a szakmai szervezetek, az egyesületek képviselői, az egyetem valamennyi polgára.

Az egyetem kiemelkedő eseményét megtisztelte jelenlétével Dr. Ferdinandy György, Déry Tibor-, József Attila-, illetve [Márai Sándor-díjas](#) író, költő, kritikus, egyetemi tanár, valamint Ferdinandy Sándor Rejtő Sándor dédunokái.

Dr. Gáti József kancellár üdvözlő szavait követően kiemelte: „Az Óbudai Egyetem vezetése Rudas Imre rektor kezdeményezésére mintegy öt évvel ezelőtt elhatározta, hogy szoborpark létesítésével emléket állít a karai névadóinak. Az első szoboravatókra 2009. május 8-án, Bánki Donát születésének 150., Kandó Kálmán születésének 140. évfordulója alkalmából került sor. Ezt követte Neumann János, illetve Keleti Károly szobrának felavatása. Az egyetem vezetésének döntése és áldozatvállalása eredményeképpen a mai nappal válik teljessé a szoborpark: Rejtő Sándor gépészmérnök, egyetemi tanár, műegyetemi dékán, illetve rektor, a Magyar Tudományos Akadémia és a Szent István Akadémia tagja, a Magyar Anyagvizsgálók Egyesületének elnöke mellszobrának felavatásával.”

Rejtő Sándor életébe és munkásságába Dr. Patkó István, a Rejtő Sándor Könnyűipari és Környezetmérnöki Kar dékánja adott bepillantást.

A szobor Berek Lajos mérnök, szobrászművész, az egyetem Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar egyetemi tanárának alkotása. Szobrai az Óbudai Egyetem mellett megtalálhatóak a bécsi Hadiakadémián, a komáromi a Selye János Egyetemen, Beregszászon a II. Rákóczi Ferenc Főiskolán, a Sapientia Egyete-

men Kolozsvárott és Marosvásárhelyen, valamint a Nemzeti Közsolgálati Egyetemen. Berek Lajos munkásságát Mednyánszky László, Zrínyi Miklós és Pécelért díjakkal, Hubertusz Arany Keresztrel, valamint Dulity Tibor emlékdíjjal ismerték el.

Rejtő Sándor mellszobrát Dr. Rudas Imre rektor és Dr. Patkó István dékán leplezték le, majd a neves előd korábbi munkahelyei, munkásságát ápoló, hagyományait továbbvivő szervezetek képviselői rótták kegyeletüket a jeles előd szobra előtt. Elsőnek Rudas Imre és Patkó István helyezte el a megemlékezés koszorúját, majd a Ferdinandy család képviselői – Rejtő Sándor dédunokái következtek.

Rejtő Sándor mellszobrát megkoszorúzta: Stépán Gábor akadémikus, egyetemi tanár, a Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Tudományok Osztálya osztályelnöke, Dr. Dévényi László egyetemi docens, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Gépészmérnöki Kar, [Anyagtudomány és Technológia Tanszék](#) tan-

székvezetője, Dr. Artinger István professzor emeritus, a Tanszék korábbi vezetője, a Gépipari Tudományos Egyesület képviselőjében Dr. Rittinger János, a Hegesztési Szakosztály tiszteletbeli elnöke, a Magyar Roncsolásmentes Anyagvizsgáló Szövetség képviselőjében Kecskés Péter alelnök, a Magyar Anyagvizsgálók Egyesülete képviselőjében Dr. Gillemot László elnök, Dr. Horváth Csaba, a Nyomda és Papíripari Szövetség elnöke és Pesti Sándor, a Papír- és Nyomdaipari Műszaki Egyesület ügyvezető igazgatója, a [Textilipari Műszaki és Tudományos Egyesület](#) képviselőjében Dr. Pataki Pál elnök.

Az ünnepség befejeztével a Rejtő Sándor Könnyűipari és Környezetmérnöki Kar munkatársai közreműködésével – az elmúlt négy évtized jelentős eseményeit, tárgyi emlékeit felvonultató – kiállítás tekinthették meg az érdeklődők.

Forrás: az Óbudai Egyetem honlapja



BESZÁMOLÓK

ACCOUNTS

A RADAR, MINT RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATI MÓDSZER ALKALMAZÁSA AZ IPARBAN SZAKMAI KLUBDELUTÁN A MAROVISZ SZERVEZÉSÉBEN

A **radar** szó a "radio detection and ranging" rövidítéséből származik, és azt jelenti, hogy a készülék a **rádióhullámok** segítségével fedezi fel a célpontot. A „RADAR” megnevezés a II. világháború idején keletkezett titkossági megfontolásokból, de mára egyaránt jelöli a műszaki tudományok és szakterületét és magát a berendezést is. Az 1904-ben szabadalmaztatott első radar (Telemobiloskop, Christian Hülsmeyer), majd a lokátorok második világháborús légvédelmi harcaiban játszott pozitív szerepét követő – és napjainkban is folytatódó - fejlődési szakasz eredményeként a radar mára nélkülözhetetlen eszköznek bizonyul nemcsak katonai alkalmazásokban, de a polgári élet számtalan más területén is. Azt hiszem mindenki hallott már meteorológiai radartérképről. Vannak autósok, akik a sebességtúllépés miatti büntetés kapcsán ismerkedtek meg a radar országúti alkalmazásával.

A MAROVISZ május 30-án az AGMI ZRt. Oktatási Központjában szakmai klubdelutánt szervezett a radar, mint roncsolásmentes vizsgálati módszer alkalmazási lehetőségéről. A klubdelután előadója Énekes Gábor geofizikus mérnök volt, aki az USA-

ban szerzett gyakorlatot, ahol a radar alkalmazásával történő roncsolásmentes vizsgálatok az ipar területén szélesebb körben használatosak. A vizsgálati módszer az USA-ban szabványosított (ASTM D6432 – 11; ASTM D6087 – 08; ASTM D4748 – 10) és elfogadott. Az amerikai olajfinomítók egy sajnálatos súlyos baleset megismétlődésének elkerülésére előírták az óriás autódaruk kitalpalási pontjainak radaros vizsgálatát.

Minden szakember számára ismert, hogy a közműtérképek a „gem plánok” sok esetben nem pontosak és nem naprakészek. A módszer alkalmas a földmunkák megkezdése előtt a közműcsatornák, vezetékek helyének pontos meghatározására.

Sokan jártak már úgy, hogy a betont fúrva „elkaptak” egy betonvasat. Ha a fúrás előtt radarral meghatározzák a betonvasak helyzetét nincs ez a kellemetlenség, sőt a betonvas sérülésének elkerülésével nem gyengül a szerkezet.

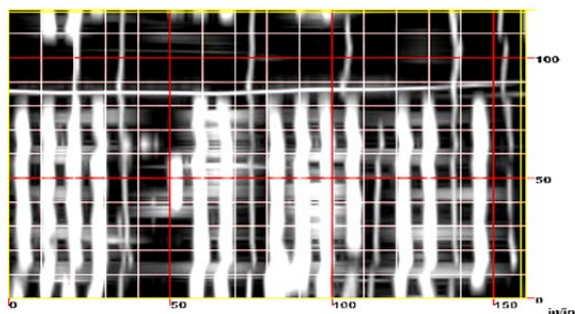
Radarral meghatározható az útszerkezet felépítése és az alatta lévő esetleges üregek.



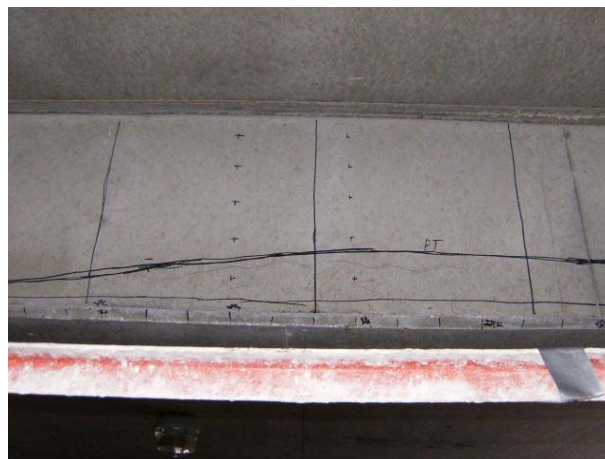
Felszín alatti ütegek kimutatása

Nagyon fontos alkalmazási terület a betonfödémek, betonsílok terhelhetőségének számításához a betonvasak helyzetének meghatározása. A mai számítástechnika által támogatott vizsgálattal 3D-s képek készíthetők a betonvas hálóról.

A résztvevők komoly érdeklődést mutattak a módszer alkalmazása iránt. A magyarországi elfogadás és elterjedés esetén a radar, mint roncsolásmentes vizsgálati módszer, több területen helyettesítheti a sugárveszélyes radiográfiai vizsgálatot.



Virtuális radarkép falazóblokk merevítő szerkezetéről



Betongerenda repedéseinek vizsgálata.

Szalay Károly
MAROVISZ irodavezető

15 ÉVES A MAGYAR RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATI SZÖVETSÉG



A Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetség 2012. december 12-én ünnepelte 15. születésnapját. Ebből az alkalomból ünnepélyes szakmai klubdélutánra került sor, amelyet egy baráti vacsora követett.

A rendezvény programja az alábbi volt:

16.00. Köszöntő (Kecskés Péter, alelnök)

16.15. Változások a személyzetminősítés és tanúsítás területén. [Az MSZ EN 473:2008 és az azt helyettesítő MSZ EN ISO 9712 összehasonlítása \(Skopál István\)](#)

16.45. Kérdések, hozzászólások az előadáshoz

17.30. Ünnepi vacsora (a pohárköszöntőt mondott Prof. Dr. Trampus Péter a MAROVISZ elnöke)

Gillemot László

BESZÁMOLÓK

ACCOUNTS

SZAKMAI ANKÉT AZ ÓBUDAI EGYETEMEN

A GTE Hegesztési Szakosztálya, a Magyar Roncsolásmentes Vizsgálati Szövetség és az Óbudai Egyetem 2012. szeptember 11-én rendezte meg "A hegesztés és a roncsolásmentes anyagvizsgálat kölcsönhatása a hegesztett kötések megítélésében" című egynapos ankétját. A szakmai programot a rendezők - Gillemot László Jubileumi évhez kapcsolódva - a 100 éve született Dr. Gillemot László professzor emlékének ajánlották.



Dr. Gáti József kancellár, a Hegesztési Szakosztály elnöke megnyitó szavait követően Dr. Gillemot Ferenc "Emlékeim Édesapámról" címmel tartott előadásból ismertek meg részleteket a professzor életéből a résztvevők, mely korábban nem került publikálásra. A meghatározott percek után Prof. Dr. Trampus Péter a MAROVISZ elnöke, az ECNDT alelnöke "A roncsolásmentes anyagvizsgálat hazai múltja, jelene és a jövőben várható fejlődés irányai" című prezentációja következett.

"A Hegesztési Szakosztály szerepe a roncsolásmentes anyagvizsgálatok hazai szabványainak kidolgozásában és a roncsolásmentes anyagvizsgálók képzésében" témakört Dr. Rittinger János, a Hegesztési Szakosztály tiszteletbeli elnöke dolgozta fel és ismertette, majd Szűcs Pál (ORSZAK Bt.) "Roncsolásmentes anyagvizsgálók képzése, minősítése és a minősítés tanúsítása jelenleg és a várható változások" címmel tartott előadást.



A kávészünetet követően a hegesztett szerkezeteket gyártók, üzemeltetők, a roncsolásmentes anyagvizsgáló berendezéseket forgalmazók és roncsolásmentes anyagvizsgálók vitafórumára került sor, Dr. Rittinger János vezetésével. Az élénk véleménycserét elősegítették a vitaindító kérdések, melyeket a meghívó melléklete tartalmazta.

A rendezvény gyorsmérlegét Dr. Trampus Péter vontta meg.

Forrás: Óbudai Egyetem honlapja