

# **KERÁMIÁK MEGMUKÁLÁSA LÉZERFÉNNYEL**

TDK dolgozat

Készítette:

**Képiró Ibolya**

**V. fizikus – angol szakfordító**

Témavezető: dr. Osvay Károly egyetemi docens

SZTE OPTIKAI ÉS KVANTUMELEKTRONIKAI TANSZÉK

SZEGED

2004

# TARTALOMJEGYZÉK

1. BEVEZETÉS	4
2. RÉSZLETES VIZSGÁLATOK	
I.    CÉLKITŰZÉSEK ÉS PEREMFELTÉTELEK	6
II.   SPEKTROSKÓPIAI ELEMZÉS	
II.1 Felvételi technika	7
II.2 Az anyagok elemzése és a minta-előkészítési eljárás	8
II.3 Spektrumok	9
II.4 Kvantitatív analízis	11
III.  ESZKÖZÖK ÉS MÓDSZEREK	
III.1 Kísérleti elrendezés	13
III.2 Kiégetett porcelán vizsgálata optikai mikroszkóppal	14
III.3 A minták és előkészítésük	14
III.4 A vizsgálatok menete és módszerei	15
IV.   A MINTÁK SZERKEZETI ÁTALAKULÁSÁNAK FOLYAMATA ÉS JELLEMZÉSE	
IV.1 Fázisátalakulások homogén anyag (porcelánhordozó) esetén	16
IV.2 Repedések	17
IV.3 Különbségek és finomítások bevont anyag (porcelánhordozó) esetén	18
IV.4 A minták kísérletekben mért jellemzői	19
V.    A BESUGÁRZOTT FELSZÍN KÖRÜLI HŐMÉRSÉKLET-ELOSZLÁS MÉRÉSE	19
VI.   A MÉRÉSEK MENETE ÉS AZ EREDMÉNYEK ÁBRÁZOLÁSA	22
VII.  FEHÉR PORCELÁNHORDOZÓ	
VII.1 Sérülési határ	22
VII.2 Repedések	22

VIII.	JAVÍTÓMÁZ FEHÉRPORCELÁNHORDOZÓN	
VIII.1	Sérülési határ	23
VIII.2	Belső gyűrű	23
VIII.3	Külső gyűrű	24
VIII.4	A belső és külső gyűrűk aránya	25
VIII.5	Repedések	26
VIII.6	Elő- és utókezelések hatása a hajszálrepedésekre	27
IX.	TÖMŐANYAG FEHÉR PORCELÁNHORDOZÓN	
IX.1	Sérülési és olvadási határ	28
IX.2	Belső gyűrű	29
IX.3	Lézeres előmelegítés és belső gyűrű	29
IX.4	Külső gyűrű	30
IX.5	A belső- és a külső gyűrű aránya	30
IX.6	Repedések	31
X.	ÖSSZEHASONLÍTÓ ELEMZÉSEK (OLVADÁS-ÜVEGESEDÉS)	32
3.	ÖSSZEFOGLALÁS	33
	FÜGGELÉK	34
	MELLÉKLET	35
	IRODALOMJEGYZÉK	38
	KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	39

# BEVEZETÉS

Fehér porcelán hordozó anyag felületén kiégetés során kis átmérőjű (<1-1.5 mm) és nem túl mély ( $h < 0.5\text{mm}$ ) lyukak keletkeznek, amelynek oka lehet az alapanyagok nem megfelelő előkészítése és kidolgozása. A porcelán anyagában maradt kis méretű légüregek mentén a mázréteg a felületről kidomborodhat és lepercenhet. A sérült porcelánok a Herendi Porcelánmanufaktúra Rt. gyárában javításra kerülnek. Az ismételt égetés a termelékenységet akadályozza, így feladatunk egy olyan lézeres technológia kidolgozása, mellyel a javítási folyamatot időben csökkenteni lehet.

## Az elvégzett munka

A javítómázzal- illetve tömőanyaggal kezelt valamint a kezeletlen porcelán eseteire külön-külön érvényes, hogy hasonló elváltozások különböző besugárzási idő / intenzitás sorozatok mellett előidézhetőek. A hosszabb ideig tartó, különböző teljesítmény szerinti „hangolással” finomabb szerkezeti elváltozások hozhatók létre.

## Következtetés, javaslat

A porcelánhordozó, de legalább a megmunkált felület 2-3 cm sugarú környezetének 150-200°C-os előmelegítése ajánlott, a *fokozatos lehűtés* (azaz a minta utánmelegítése) azonban *elengedhetetlen*. Emiatt az eljárás – üzemi/technológiai – egyetlen lézertől álló berendezés alkalmazásával nem valósítható meg. Javaslatunk egy félig zárt rendszerű, folyamatos üzemű, utánmelegítő csatornát tartalmazó berendezés építése.

## Az eredmények

### Fehér porcelán hordozó

Repedésmentes besugárzási határ: 8 percig tartó  $1.9\text{ MW/m}^2$  intenzitás.

A besugárzott folt közepének hőmérséklete ekkor kb.  $900^\circ\text{C}$ .

Ettől nagyobb dózis esetén észlelhető hajszálrepedések keletkeznek.

### Javítómáz fehér porcelán hordozón

Az alkalmazott lézeres fűtési dózis függvényében a következő, egymástól jól elkülöníthető elváltozások tapasztalhatóak.

- 1) a máz nem módosul, a porcelán nem sérül:  $1.9\text{ MW/m}^2$ , 2 percig
- 2) a máz enyhén elszíneződik, a porcelán sértetlen:  $1.9\text{ MW/m}^2$ , 8 percig

- 3) a máz elszíneződik, a porcelán a kezelt felület körül reped: 2.4 MW/m<sup>2</sup>, 1 perc
- 4) a kezelt felület a megolvadás jeleit mutatja: 2.9 MW/m<sup>2</sup>, 2 perc [980°C]
- 5) a kezelt felületen a máz üvegesedni kezd: 3.8 MW/m<sup>2</sup>, 2 perc [1040°C]
- 6) a máz egyenletesen ráolvad a felületre és üvegesedik: 4.3 MW/m<sup>2</sup>, 2 perc [1100°C]
- 7) a kezelt és üvegesedett felület is megreped: 4.3 MW/m<sup>2</sup>, 4 perc [1250°C]

### **Tömőanyag fehér porcelán hordozón**

Az alkalmazott lézeres fűtési dózis függvényében a következő, egymástól jól elkülöníthető elváltozások tapasztalhatóak.

- 1) a tömőanyag elszíneződik, a porcelán a kezelt felület alatt sérül: 1.9 MW/m<sup>2</sup>, 2 perc
- 2) a tömőanyag elszíneződik, a porcelán a kezelt felület körül is reped: 1.9 MW/m<sup>2</sup>, 8 perc
- 3) a kezelt felület a megolvadás jeleit mutatja: 3.3 MW/m<sup>2</sup>, 8 perc [1010°C]
- 4) a kezelt felületen a tömőanyag üvegesedni kezd 3.8 MW/m<sup>2</sup>, 4 perc [1040°C]
- 5) a tömőanyag egyenletesen ráolvad a felületre és üvegesedik: 4.8 MW/m<sup>2</sup>, 2 perc [1250°C]

### **A fehér porcelán hordozó repedése**

Hajszálrepedések észlelése: mikroszkóp alatt festetlenül vagy szabad szemmel megfestve.

A kezelt felület *körüli* repedések minden, az adott felületen belüli anyag megolvadását előidéző besugárzási paraméter-kombináció mellett keletkeztek. Ennek oka egyértelműen a megolvadt felületrész kezelését követő gyors lehűlésnek tulajdonítható.

A kezelés következtében megüvegesedett felületek – hasonló okok miatt – hajszálrepedéseket is tartalmaztak. A *hajszálrepedések* kialakulása megakadályozható a kezelt felület – vagy a porcelán minta egészének - utánfűtésével.

# RÉSZLETES VIZSGÁLATOK

## I. CÉLKITŰZÉSEK ÉS PEREMFELTÉTELEK

A célunk a rendelkezésünkre álló szuszpenziók (máz, tömőanyag) és porcelán spektroszkópiai elemzése, lézer alkalmazására javaslattétel, valamint a lézeres úton történő kezelés vizsgálata és ezen alapulva új javítási eljárás kidolgozása.

A sérülések teljes eltüntetésére a jelenleg is alkalmazott anyagokat (máz, tömőanyag) alkalmazhatjuk úgy, hogy az alapvető gyártási és előállítási folyamat a lehető legkisebb beavatkozást szenvedje el. Ennek megfelelően nem számoltunk sem a fehér porcelán hordozók gyártási technológiájának esetleges megváltoztatásával, sem pedig új, a különleges kezelésnek talán jobban megfelelő anyag kikísérletezésével.

A javasolt lézeres javítótechnológia így a következő: a jelenlegi minta-előkészítési eljárás teljes megtartásával - vagy csak a javítómázt vagy csak a tömőanyagot helyezzük el. Az így létrejött felületrészt egy alkalmas lézerrel sugározzuk be, mely hatására a javítóanyagok – és részben a porcelánhordozó - lokálisan megolvadnak, majd hűlés után a megfelelő felületi minőséget (színárnyalat, csillogás, simaság) érik el úgy, hogy a kezelt felület lehetőleg repedésmentes legyen, valamint a normális használat következtében esetleg fellépő hőhatásokra a szokásos érzékenységet mutassa.

Mindezek érdekében a következő főbb vizsgálatokat végeztem el:

- A porcelánhordozó illetve a kezelő anyagok (javítómáz és tömőanyag) spektroszkópiai vizsgálata;
- A lézeres besugárzás hatására létrejövő hőmérsékleti eloszlás tér- és időbeli vizsgálata;
- A porcelánhordozó olvadási / repedési határának megállapítása;
- A javítómáz- illetve a tömőanyag lézeres olvashatóságának és üvegesedésének, ezek határainak megállapítása.

## II. SPEKTROSKÓPIAI ELEMZÉS

### II.1 Felvételi technika

Ebben az alfejezetben részletesen csak az infravörös felvételi technikai eljárásokat ismertetem, mert a szuszpenziók jelentős abszorpciója ebbe a tartományba esett. Azokat a módszereket, amelyeket a spektrumok felvételénél más hullámhossz-tartományban alkalmaztam – az egyes tartományok alfejezeteiben majd röviden külön ismertetem (II.3).

A szilárd anyagok vagy oldott állapotban, vagy különféle preparálási módszerek alkalmazása után szilárd halmazállapotban vizsgálhatók spektroszkópiailag. Igaz, hogy sok esetben az oldatos felvétel mellett a szilárd halmazállapotú minta infravörös spektrumára is kíváncsiak vagyunk, vagy a vizsgált anyagunk erősen poláris, sok elnyelési sávval rendelkező oldószerben oldódik. A spektroszkópiai elemzéshez annyira kevés anyag állt rendelkezésünkre, hogy oldatos felvételből nem lehetett volna készíteni kielégítő minőségű spektrumot. Ilyen esetekben a spektrumot szilárd anyagból kell felvennünk. A kémiai analízis eredménye (II.2 fejezet) is az, hogy a szuszpenziók spektruma csak szilárd halmazállapotú anyagból vehető fel, ugyanis oldat (víz, alkohol, savak felhasználásával) nem készíthető.

Inhomogén formában két, gyakran alkalmazott preparálási módszer használható, a szuszpenziós vagy mull technika és a *pasztilla-sajtolási technika*. Mindkét módszer elve az, hogy a finomra porított spektroszkopizálendő anyagot egy lehetőleg infravörös abszorpciómentes vagy kevés abszorpciós sávval rendelkező anyagba ágyazva vizsgáljuk – esetünkben ez kálium-bromid –, ezáltal a vizsgálandó anyagrészek és a levegő határfelületén létrejövő szórt fényt megszüntetjük. A beágyazó és vizsgálandó anyag határfelületén szóródó fény mennyiségét a két anyag törésmutatójának közelítésével csökkentjük. Minél kisebb a törésmutató-különbség, minél tökéletesebb a porítás, annál kevesebb lesz a mintán a szórt fény mennyisége. Lényeges, hogy a minta porítása lehetőleg úgy történjen, hogy a részecskék közepes átmérője kisebb vagy legfeljebb akkora legyen, mint az alkalmazott spektrumtartomány legkisebb hullámhossza. Ha a tablettában egyenlőtlen a részecskék átmérőjének méreteloszlása, az abszorpciós koeficiens 20-30%-kal is a várt érték alatt maradhat. A KBr-ot és a szuszpenziókból nyert port ezért először speciális vibrációs malomban őröltem, majd achátmozsárban tovább porítottam. Pasztilla sajtolási technika alkalmazása esetén a mintát megfelelő sajtoló formában, lehetőleg vákuumban pasztillává sajtoljuk. A sajtolás nagy nyomáson megy végbe, amelyen a pasztillázó anyag hidegen folyós, plasztikus állapotba kerül, beágyazza a vizsgálandó anyagot, és a sajtolás befejeztével áttetsző pasztillát képez vele. A keverés és sajtolás során különböző kémiai átalakulások (II.2.2) is bekövetkezhetnek. Ezek egy részében a pasztillázó anyag kationjai és anionjai katalitikus hatást fejtenek ki, vagy maguk is részt vesznek a folyamatban. A kálium-bromid vagy az általa abszorbeált víz katalitikus hatású lehet az optikailag aktív anyagok racemizálódási folyamataira. Az abszorbeált víz nagyon reakcióképes, higroszkópos anyagokkal rögtön hidrátot képez (savanhidridek, oxidok) és az észtereket, savkloridokat lebontja. Teljesen tiszta kálium-bromidban kevésbé reakcióképes a víz, de az alkálitartalom csekély feleslege már katalizálólághat a fenti reakciókra.

A pasztilla-sajtolási technika mellett a spektrum felvehető *diffúz reflexióval* is. A reflexiós spektroszkópiának a felületek tanulmányozásában van nagy jelentősége. Mint ahogy bármely anyag transzmissziója, azaz az anyagra eső és azon áthaladó fény intenzitásának viszonya specifikus tulajdonság, ugyanúgy az anyagra eső és arról reflektált fény intenzitásának viszonya is az adott anyagra jellemző. A reflexióképeség két részből áll, a reguláris reflexióból és a diffúz reflexióból. Ez utóbbi úgy jön létre, hogy a sugár behatol az anyagba, ott részben abszorbeálódik, részben többszöri szóródás után ismét kilép az anyagból. A reguláris reflexió mértékét arany vagy ezüst-tükörre, a diffúz reflexiót alumínium felületre felvitt magnéziumoxid és magnézium-karbonát rétegre vonatkoztatjuk.

## II.2 Az anyagok elemzése és a minta-előkészítési eljárás

### II.2.1 Szuszpenziók vizsgálata

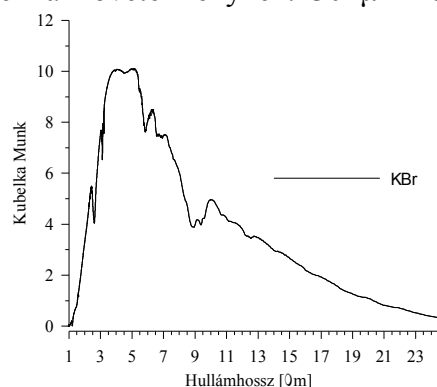
A szuszpenziók előzetes kémiai analízisének eredménye: vízben nem oldódnak az anyagok, tömény sósav hatására pezsegek ( $\text{CO}_3$ -tartalom), salétromsav hatására a reagensek gázfejlődést mutattak. Az anyagok (javítómáz, tömőanyag) egyik alkalmazott vegyületben sem oldódnak, így *oldat formájában a spektroszkópiai elemzés nem végezhető el*. A lángfestés alkáli földfémekhez, földfémekhez hasonló színeképet adott. A vizsgálatok során kapott eredmények alapján kizárható, hogy a szuszpenziók - Sn, K, Ca, Sr, Ba, N-tartalmúak. Az összetétel pontos megállapításához ICP elem-analízis, röntgen-fluoreszcencia javasolt. A lézer-anyag kölcsönhatás tanulmányozásához a rendelkezésre álló szuszpenziók összetételének ismerete nem volt szükséges, ezért ilyen irányú elemzést nem végeztem.

### II.2.2 Előkészítés spektroszkópiai elemzéshez (IR-tartományban)

Eltekintve attól, hogy sok esetben, amikor az anyag csak erősen poláris, sok elnyelési sávval rendelkező oldószerben oldódna, ez az egyetlen preparálási eljárás, még külön előnye az is, hogy anyagigénye rendkívül kicsi, és ha szükséges – sajtolási technika alkalmazása esetén –, felvétel után a minta visszanyerhető a pasztillából.

A pasztillázó anyaggal szembeni követelmények a következők:

1. Az infravörös tartományban - legalább  $25\ \mu\text{m}$ -ig jó áteresztőképességük legyen. Leginkább az ionkristályos alkáli-halogenidek felelnek meg ennek a követelménynek.  $30\ \mu\text{m}$  felett paraffint és polietilént használnak beágyazó anyagként. A kálium-bromid  $25\ \mu\text{m}$ -ig (1.a ábra), kis rétegvastagságban  $33\ \mu\text{m}$ -ig, a kálium-jodid  $40\ \mu\text{m}$ -ig, a cézium-bromid és cézium-jodid  $50\ \mu\text{m}$ -ig jó áteresztő. Az utóbbi két só erősen higroszkópos és jelentős reflexióképesége van, ezért alkalmazásuk esetén gyakran jelentkeznek interferenciasávok a hosszuhullámú tartományban.
2. Lehetőleg már kis sajtolási nyomással áttetsző pasztillát szolgáltatassanak.
3. Higroszkóposságuk kicsi legyen.
4. Tiszta állapotban beszerezhetőek legyenek.



1.a ábra Kubelka-Munk a hullámhossz függvényében (diffúz reflexió)

A spektrum ismerete  $20$ - $25\ \mu\text{m}$ -ig szükséges, ezért pasztillázó anyagként kálium-bromidot használtam. A spektroszkópiailag vizsgálandó anyag kémiai előkészítésénél mindenekelőtt az a cél, hogy tisztán, szennyeződéstől mentesen állítsuk elő. Egyik elterjedt tisztítási eljárás szerint  $335\text{g}$  kálium-bromidot  $500\text{ml}$  desztillált vízben oldunk, és  $500\text{ml}$  acetonnal kicsapjuk. A kivált port  $1$  perc után  $110^\circ\text{C}$ -on szárítjuk. Tiszta állapotban a kálium-bromid transzmissziójának  $85\%$ -nál nagyobbak kell lennie. Ugyancsak lényeges a víztartalom (kristályvíz, nedvesség) eltávolítása ill. minimális mennyiségre csökkentése. A kálium-bromidot ezért a mérés előtt  $24$  órára  $150^\circ\text{C}$ -os szárítószekrénybe helyeztem. A nedvességtartalom minimalizálása nemcsak a higroszkópos küvetta ablakok károsodása, hanem a spektrum minősége miatt is fontos. A vizsgálandó mintának - az összetételtől eltekintve - két fontos, a spektrumot befolyásoló tulajdonsága van: a koncentráció és a rétegvastagság. Célszerű ezek értékét úgy megválasztani, hogy az abszorpciós sávok a  $10$ - $70$  áteresztési százalék tartományába essenek. Amennyiben vannak olyan sávok, amelyek a megadott értékhatáron kívül esnek, a rétegvastagság vagy a koncentráció változtatásával elérhetjük, hogy azok az említett határok között abszorbeáljanak.



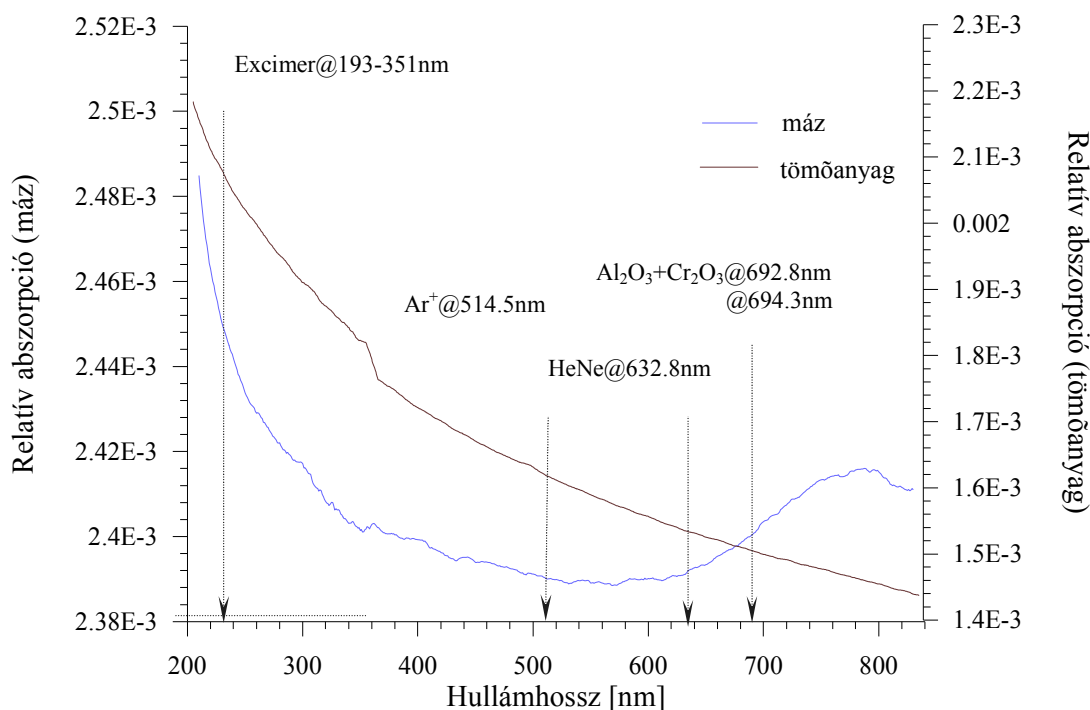
A pasztillák koncentrációja, átmérője, vastagsága adott határok között változhat. Egy 1.3 cm átmérőjű tablettához 0.2-0.5 g pasztillázó anyag és 1 mg minta bemérése szükséges. Gyenge sávokat tartalmazó spektrum esetén 5 mg-ig is növelhető a mennyisége. Általános irányelv, hogy a minta mennyiségének kb. 500-szorosa a pasztillázó anyag mennyisége. A pasztillák koncentrációja tehát általában 0.2%, de gyenge sávok vizsgálata esetén 1-2%-ra is növekedhet. A mérések során a mintákból 0.33, 0.16 és 0.0745m%-os pasztillákat készítettem. Az így nyert spektrumok nehezen reprodukálhatóak az alacsony koncentrációs értékek miatt (II.4 fejezet). A kapott abszorpciós értékek így csak közelítik a valós abszorpciót. A mérések célja a lézer-anyag kölcsönhatás vizsgálatához alkalmas lézer meghatározása – a méréseink pontossága ehhez elegendő.

**Megjegyzés:** Fontos, hogy a bemért mintát a pasztillázó anyaggal - kálium-bromid - alaposan elkeverjük. A keveréssel egyrészt a minta egyenletes eloszlása, másrészt a részecskék méretének csökkentése érhető el. A sajtolás hidraulikus sajtolóval 10-12t/cm<sup>2</sup> nyomáson történik. Az evakuálást, amelyre a sószemcsék közötti levegőzárványok elszívása miatt van szükség a formaház kivezető részén végezzük. Ha a levegőzárványokat nem távolítanánk el, azok a nyomás megszűntével megjelenének a pasztillában és átlátszatlanná tennék vagy esetleg szét is törnék. A sajtolás ideje általában 1-5 perc. Tapasztalataim szerint célszerű a sajtoláshoz szükséges optimális nyomást fokozatosan, 4-5 tonnáról 1-2 tonnás lépésekben, 5-10s várakozási idővel elérni. A pasztillák így áttetszőbbek és opálosodás nem tapasztalható.

## II.3 Spektrumok

### II.3.1 Ultraibolya-látható (UV-VIS) tartomány

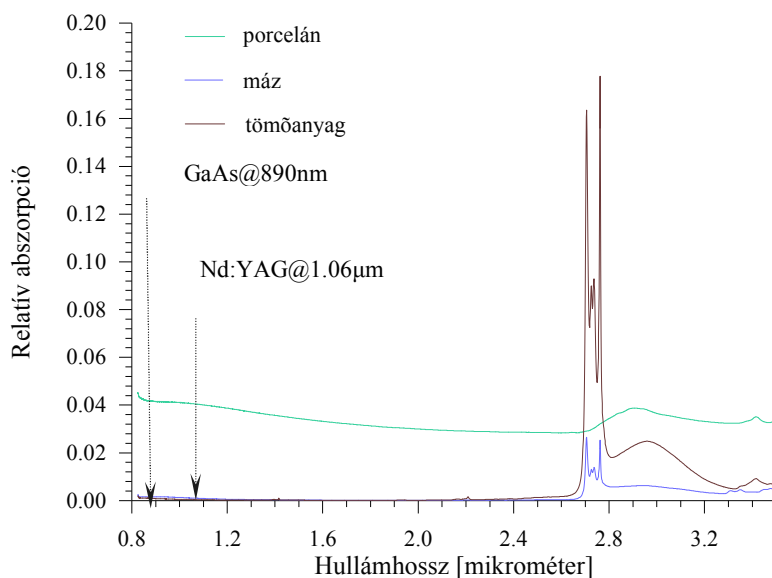
A vizsgálathoz a szuszpenzióból vékonyréteget képeztem kvarc-üvegre, 65°C-on 4 órán keresztül UH fürdős kezelést alkalmaztam. Az abszorpciós spektrumot Shimadzu UV-VIS spektrofotométerrel vettem fel (1.b ábra).



1.b ábra Relatív abszorpció az UV-VIS tartományban

### II.3.2 Közeli infravörös (NIR) tartomány

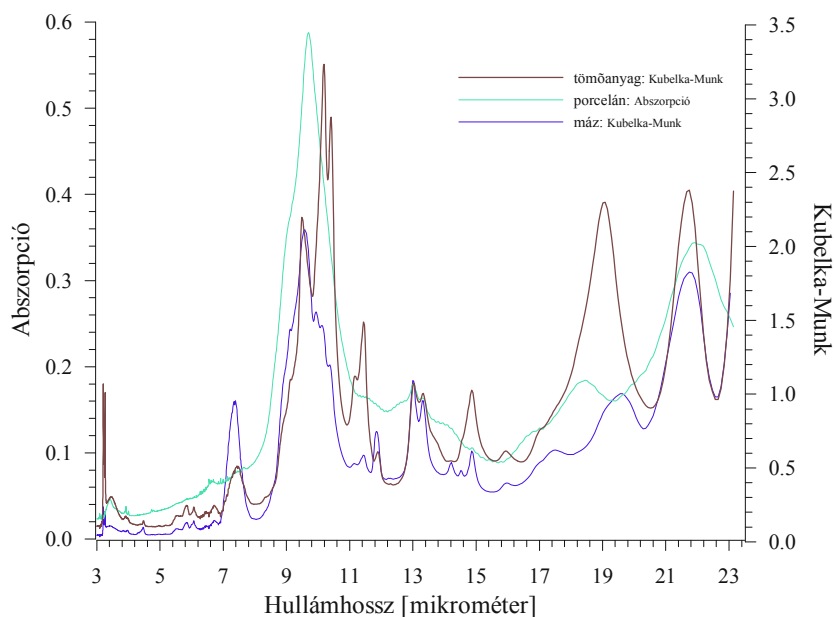
A porcelán széttörésével, majd porrá zúzásával nyert port alkalmaztam a spektrum-méréshez. A szuszpenziókat 15 óráig, 65°C-os hőmérsékleten szárítottam, majd 2.5 m%-os KBr-anyag keveréket állítottam elő a diffúz reflexióval történő abszorpció meghatározásához (1.c ábra). A II.3.1 fejezetben kapott spektrum átfedési tartományának (800-840nm) felhasználásával történt a Kubelka-Munk egység transzformációja.



1.c ábra Relatív abszorpció a közeli- és közép infravörös tartományban (diffúz reflexió)

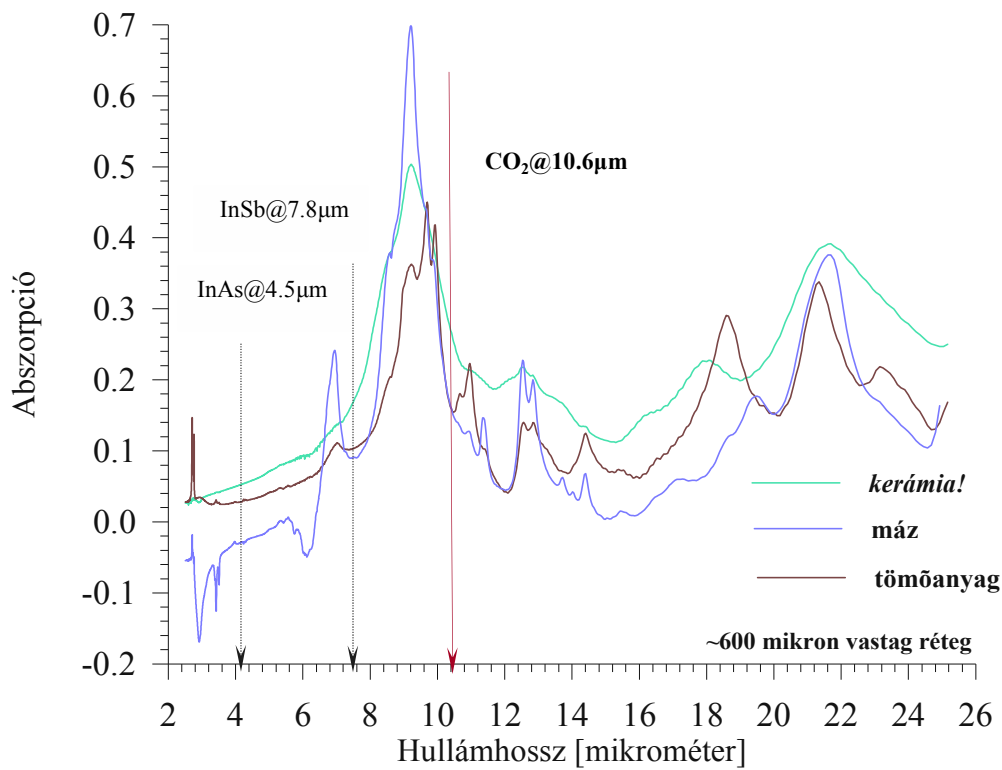
### II.3.3 Közép- és távoli infravörös (IR-FIR) tartomány

A diffúz reflexióval történő – hullámhossz a Kubelka-Munk egység függvényében (1.d ábra) – készített spektrumfelvétel pontosítását pasztilla sajtolási technikával (1.e ábra) végeztem el. Mivel ezzel a módszerrel a valós abszorpciót mérjük, így becslés tehető adott hullámhosszú lézerrel történő besugárzás esetén a még kezelhető réteg vastagságára.



1.d ábra Relatív abszorpció közép- és távoli infravörös tartományban (diffúz reflexió)

A két különböző módszerrel felvett minta-anyagok különböző tégelyekből származtak. A spektrumokból látszik, hogy összetételük sem egyezett meg. A további mérések során azonos tégelyből származó szuszpenziót alkalmaztam, hogy a kapott mérési eredmények összehasonlíthatóak legyenek.



**1.e ábra** Relatív abszorpció közép- és távoli infravörös tartományban (pasztillázó technika)

Az abszorpció spektrumok maximuma tömőanyag esetén 9.6  $\mu\text{m}$ , a javítómáznál 9.2  $\mu\text{m}$ . A spektrumban látható negatív sávok a mintában levő vízgőz jelenlétére utalnak.

A porcelán hordozók lézerrel szembeni ellenállóképességének vizsgálatához  $\text{CO}_2$ -lézert alkalmaztam.

*A lézer paramétereit:* A SYNRAD 48S  $\text{CO}_2$ -lézer CW üzemmódban eredetileg 20W teljesítményű (impulzus üzemmódban max. 12.5 W-ot mértem), amelynek működési hullámhossza 10.6 $\mu\text{m}$ . A nyalábátmérő 3.5 mm, divergenciája 4mR. A lézer hűtését ventilátorok elhelyezésével biztosítottuk (lásd még III.1 alfejezet).

Megjegyzés: A II.3.3 pontban (közép- és távoli infravörös tartomány) a minták előkészítése is különböző. A porcelánról a külső, 110 $\mu\text{m}$  vastag megüvegesedett mázréteget eltávolítottam, majd ezt követően porítottam mozsárban a mintát. Így a spektrum a *pasztillázó technikánál* csak a kerámiára vonatkozik, míg diffúz reflexiónál maga a porcelán (kerámia+máz) felhasználásával készült a spektrum felvétele, ezért különböző az abszorpció maximumok (zöld görbe) értéke a két esetben.

## **II.4 Kvantitatív analízis**

Az infravörös sugárzás abszorpciójára is érvényesek Lambert és Beer törvényei, amelyekből a kvantitatív analízis módszere kiindul.

Lambert törvénye szerint egy párhuzamos, monokromatikus  $I$  intenzitású sugárzás intenzitás csökkenése ( $dI$ ) valamilyen homogén és infinitezimálisan vékony ( $dI$ ) rétegén áthaladva a beeső sugárzás intenzitásával és rétegvastagságával arányos:

$$-dI = \kappa I dl, \quad (1)$$

ahol  $\kappa$  az abszorpciós koefficiens.

Véges rétegvastagság ( $l$ ) esetén a kifejezés 0-tól  $l$ -ig vett integrálja érvényes:

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = -\int_0^l \kappa dl, \quad (2)$$

$$\ln \frac{I_0}{I} = \kappa l, \quad (3)$$

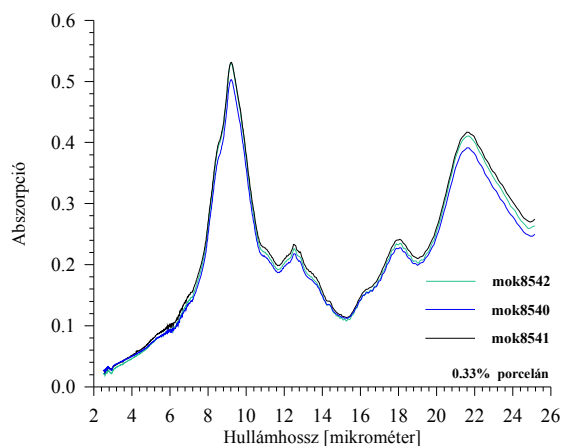
ahol  $I_0$  a beeső intenzitás,  $I$  az  $l$  rétegen áthaladt sugárzás intenzitása.

Beer megállapította, hogy adott rétegvastagság esetén az  $\ln \frac{I_0}{I}$  érték arányos a koncentrációval. A két törvény összevonásával (Beer-Lambert törvény) és tízes alapú logaritmusra áttérve kapjuk a kvantitatív analízis alapegyenletét, amely szerint az extinkció a koncentrációval ( $c$ ) és a rétegvastagsággal ( $l$ ) arányos:

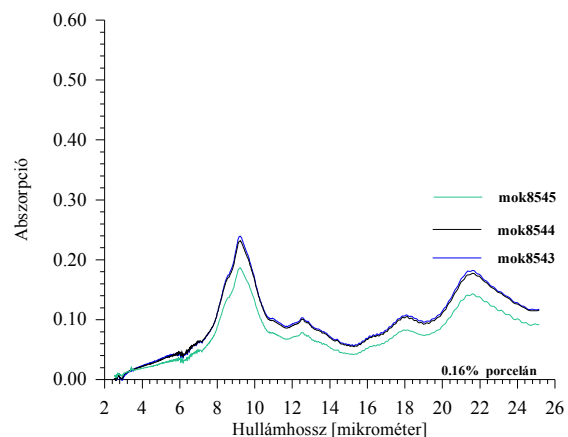
$$E = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon cl, \quad (4)$$

ahol  $\varepsilon$  az abszorpciós koefficiens, amelynek mértékegységét a koncentráció és rétegvastagság mértékegységeinek a megválasztása szabja meg.

A szilárd anyagokról készült spektrumok sávjainak relatív intenzitása és alakja általában eltér az oldatos formában készült spektrumok sávjaitól. A kristályos környezet hatására egyes rezgésektől eredő sávok szélesebbé, mások élesebbé válnak, az elfajult vagy más rezgésektől eredő sávok több komponensre hasadnak fel. Ezért a tablettás technika alkalmazása során szigorúan azonos tablettakészítési körülményeket kell betartani ahhoz, hogy jól reprodukálhatóak legyenek az egyes sávok intenzitásai (1.f-g ábra). A sajtoló forma keresztmetszet-mérete általában adott, ezért a sávok intenzitása csak a bemért vizsgált anyag, és a beágyazó anyag mennyiségétől függ, a tablettá vastagságától nem.



**1.f ábra** 1500 mg KBr+5mg porcelán pasztilla [I.] spektruma (pasztilla-sajtózási technika)



**1.g ábra** 75 mg [I.] + 80 mg KBr pasztilla spektruma (pasztilla-sajtózási technika)

A rétegvastagság meghatározásához az *extinkciókülönbség módszerét* alkalmaztam. A módszer elve az, hogy két különböző hullámhossznál mért extinkció különbségét határozzuk meg. A meghatározáshoz célszerű izolált és egymástól nem túl távoli sávokat választani.

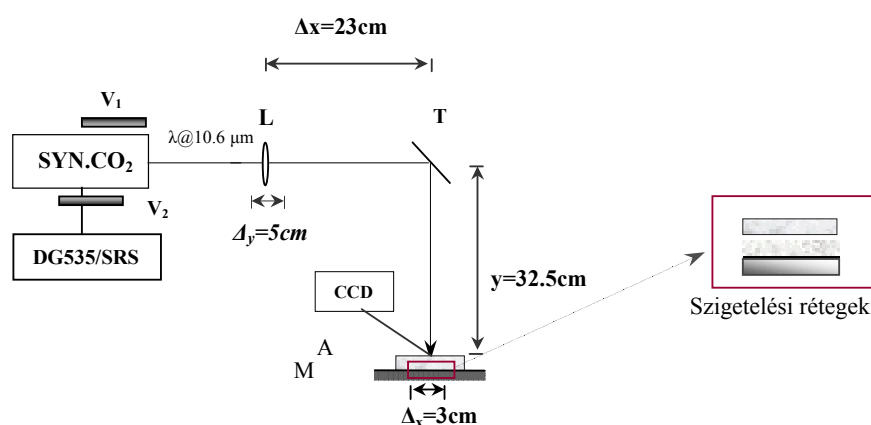
### III. ESZKÖZÖK ÉS MÓDSZEREK

#### III.1 Kísérleti elrendezés

A mérések során alkalmazott kísérleti elrendezésben (2.a ábra) a lézernyalábot az L lencsén keresztül átvezetve a T tükör segítségével tereltem egy x-y eltolóra erősített minta felületére. A külön e célra beszerzett cink-szelenid lencse fókusztávolságát ( $f=54\text{cm}$ ) úgy választottuk meg, hogy a minta felületén létrehozott fókuszfolt mérete a mm nagyságrendbe essen.

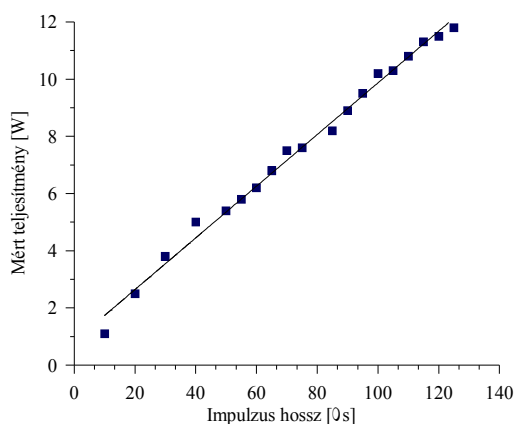
A sérült felületek javításánál a lézernyaláb pontos célzásának elősegítésére egy CCD kamerát is beépítettünk, amivel így a pozícionálás mellett monitorozni is tudtuk a besugárzás alatt történő elváltozásokat.

A mintára eső lézer-teljesítményt közvetlenül a T tükör után elhelyezett teljesítménymérővel mértük, amely így megegyezik azzal a teljesítménnyel, amely a minta felületét éri.



2.a ábra Kísérleti elrendezés

Mivel a lézerrel kezelt felület hőmérséklete meghaladja, a kérdéses felület háta megközelíti az  $1000^\circ\text{C}$ -ot, ezért a besugárzandó porcelán tányérokat - a fém x-y eltolóval való közvetlen és gyors hőcsere megakadályozása érdekében - 5mm vastag kerámiaszálaspaplan (K50) és 25mm vastag promasil kettősréteg alkalmazásával hőszigeteltem.



2.b ábra A lézer teljesítménye az impulzushossz függvényében

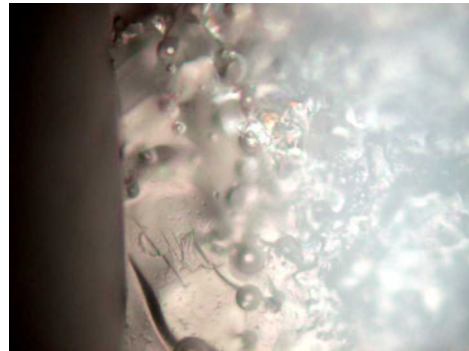
A kísérletekhez SYNRAD  $\text{CO}_2$  lézert a kimenő teljesítmény növelése valamint pontos értéken való tartása érdekében impulzus üzemmódban működtettem. A minta felületére eső teljesítmény adott értékét a 7 kHz ismétlési frekvenciával kibocsátott lézerimpulzusok hosszának változtatásával ( $10\mu\text{s}$ - $125\mu\text{s}$ ) tudtam pontosan (1W-10W) változtatni (2.b ábra). Az ezt biztosító DG535/SRS digitális impulzus generátor időbeli feloldása 5 ps, pontossága 25ppm volt.

## **III.2 Kiégetett porcelán vizsgálata optikai mikroszkóppal**

### *III.2.1 A porcelán keresztmetszeti vizsgálata*

A sérülések minél pontosabb javítása érdekében szükségesnek láttam a fehér porcelán hordozó szerkezetének keresztmetszeti vizsgálatát. Ezt úgy értem el, hogy az egyik hordozó aljából vékony csíkot hasítottam, és azt a Nikon mikroszkóp alatt megvizsgáltam (2.c ábra).

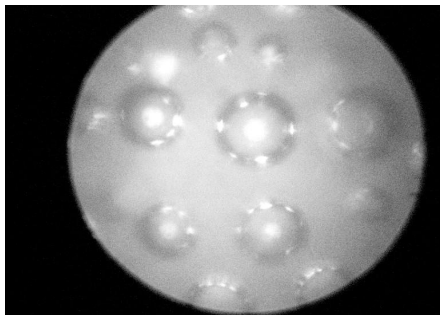
A már kiégetett eredeti porcelán rétegei egymástól jól elválaszthatóak: a felületen lévő máz kb. 100 $\mu$ m vastag, a határréteg kb. 10 $\mu$ m, majd ezt követi a kerámia polikristályos szerkezetű anyaga. A külső bevonat – a máz kiégetés utáni cseppeloszlása és mérete – jellemzi a felület csillogását. Egyes „buborékok” közvetlenül a felszín alatt helyezkednek el, ezzel „dimbes-dombos” felületet létrehozva (a cseppek átlagos átmérője 40 $\mu$ m).



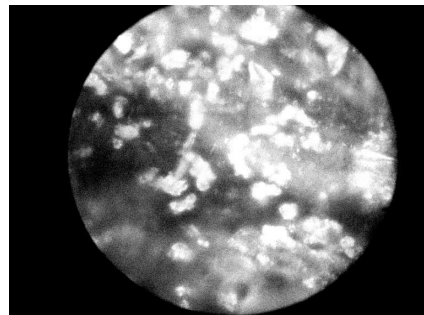
2.c ábra Kiégetett porcelán keresztmetszeti képe

### *III.2.2 A porcelán felszíni vizsgálata*

A kiégetett porcelánfelület magas reflexióját és „világítóan” fehér színét a megüvegesedett mázréteg cseppeloszlása határozza meg (2.d ábra). Optikai mikroszkóppal végzett elemzések szerint a cseppek átmérője 20-70 $\mu$ m becsülhető (mélységgel arányosan változik méretük), eloszlásuk egyenletes. A cseppek helyenként a felszínből kiemelkednek, „sajtszerű” lyukacsos képződményt alkotnak. A cseppek méretének nagyságrendbeli összehasonlításához tömőanyagról készült azonos nagyítású felvételt mutat a 2.e ábra.



2.d ábra Kiégetett porcelán felszín



2.e ábra Tömőanyag (kettősen törő kristályok)

## **III.3 A minták és előkészítésük**

### *III.3.1 Javítóanyag porcelánhordozón (VII-IX. fejezet)*

Az első kísérletsorozatban három típusú mintát vizsgáltam: magát a fehér porcelán hordozó felületét, valamint a javító mázzal illetve a tömőanyaggal bevont fehér porcelán hordozó felületeket.

A fehér porcelánhordozó felületet minden esetben 99%-os EtOH-val gondosan megtisztítottam, majd szárítottam.

A vékonyabb javító máz illetve a tömőanyag rétegeket ecset segítségével vittem fel egyenletesen a porcelánra, majd 10-15 perces 50-60°C-os szárítási folyamatot követően kezdtem meg a besugárzásokat. Az ecsettel felvihető maximális vastagságú réteg 20-30 $\mu$ m-es tartományba esik, a rétegen belüli szórás nagy ( $\pm 10\mu$ m).

A vastagabb, 100 $\mu$ m körüli vékonyréteg képzésénél a szuszpenziót szintén ecsettel vittük fel a porcelánra, egyenletesen eloszlattam a makroszkopikus méretű szemcséket, majd a minták 30 perces 65°C-os ultrahang (UH)-fürdős kezelését alkalmaztam. Az így előálló rétegek vastagsága kisebb relatív szórást mutatott, mint a vékonyabb rétegek esetén.

A kísérletek reprodukálhatósága érdekében mindig a rendelkezésünkre álló, közel egyenlő falvastagságú porcelán tányérok „belső” illetve „külső” alját használtam.

### *III.3.2 Mesterséges sérülések javítása (tervezet)*

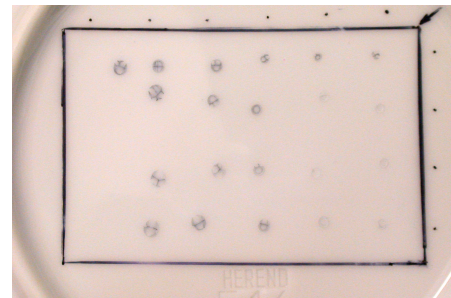
A sérüléseket a porcelán tányérok egyik oldalán egy gyémánt fűrőfej segítségével hozzuk létre. A művelet során keletkező repedések elkerülése érdekében a fűrést alacsony fordulatszámra, folytonos hűtés mellett végezzük el. Az így keletkező sérülések mérete mélységben 0.1 mm-től (ami a felső, üveges mázréteg hiányát jelenti) 0.5 mm-ig terjedjen, átmérőben 0.05-0.15 mm legyen. Ezek a paraméterek a porcelán kiégetése során keletkező különböző típusú sérülések méretét jól közelítik.

A tömőanyagot a tömőhegy segítségével helyezzük a lyukakba, ügyelve arra, hogy a bevitt anyag lehetőleg buborékmentes legyen és csak a lyukakban helyezkedjen el, annak peremére már ne kerüljön. A felületen ujjbeggyel végzett simításokkal érjük el az anyag egyenletes eloszlását. A máz felvitele vagy ecset segítségével történik, vagy a tömő hegyével a felületre felhelyezett cseppek segítségével.

## **III.4 A vizsgálatok menete és módszerei**

A minták előkészített felületét közel egyenlő távolságban lévő pontokban („mátrix” alakban) sugároztam be (3.a ábra), illetve a sérüléseket is ilyen alakzatban hoztam létre. Két besugárzási pont között vagy az expozíciós időt vagy a lézer intenzitását változtattam, illetve különböző elő- és utókezelési dózisokat alkalmaztam. A rétegvastagság- illetve a sérülés mélységének, valamint az alkalmazott javító/tömőanyag kombináció hatására különböző mintákon létrehozott azonos „mátrixok”-ból nyert eredmények összevetéséből következtettem.

A minták felszínén kialakuló magas hőmérsékletet egy Metex M3870D típusú kombinált műszer termo-szenzorával mértem. A műszer méréshatára valamint mérési pontossága korlátos, a szenzor vége néhány tized mm<sup>2</sup> területű és csak kontakt-módon működik. Mindezek miatt a mért „magas” (1000°C körüli) hőmérsékleti adatok tájékoztató-jellegűek, pontosságuk 10% körül lehet.



**3.a ábra:** Vizsgálati mátrix porcelánon

A besugárzott felületrészeket egy optikai mikroszkóppal (Nikon OPTIPHOT-100S), illetve a sértetlen rétegek letörlése után egy közönséges nagyítóval szabad szemmel vizsgáltam meg. Az előbbi módon a kezelt, sérült illetve sértetlen felületeket kvantitatíven is meg tudtam határozni, valamint egy digitális kamera segítségével lefényképezni. A szabad szemmel történő vizsgálattal, egy kis gyakorlás után a kezelt és kezeletlen felületrészek csillogásából kiváló becslés nyerhető a kezelés minőségére.

A mikrométeres nagyságrendű repedések kvalitatív felfedését egy házilag kidolgozott „kávészt” segítségével végeztem el. Alkoholban oldott közönséges tintával vontam be a felületet, amely mikrométeres hajszálrepedéseibe a festék beszivárgott. A felületet ezután 96%-os alkohollal lemosva az elszínezett hajszálrepedések láthatóvá és könnyen felismerhetővé váltak. Az eljárás hatékonyságára jellemző, hogy a repedéseket elszínező festékszempcséket csak 1 órán keresztül tartó UH fürdőben való alkoholos áztatás tudta eltávolítani.

## IV. A MINTÁK SZERKEZETI ÁTALAKULÁSÁNAK FOLYAMATA ÉS JELLEMZÉSE

Ebben a fejezetben - az általános lézer-anyag kölcsönhatások ismerete valamint a tanulmány VI.-IX. fejezeteiben leírt kísérleti tapasztalatok alapján - kvalitatív összefoglalását adom a minták felületén illetve felülethez közeli rétegeiben lejátszódó főbb fizikai folyamatoknak. Külön figyelmet fordítok a kezelés során elkerülendő repedések kialakulásának okára és megszüntetésük lehetőségére.

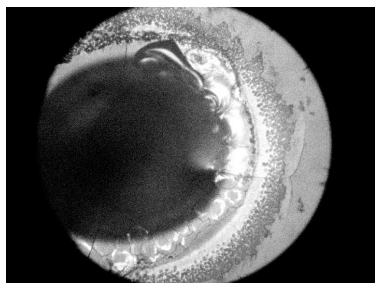
### **IV.1 Fázisátalakulások homogén anyag (porcelánhordozó) esetén**

Lézeres kezelés esetén az anyagra eső sugárzás erőssége – a sugárzás elnyelődése miatt - a behatolás mélységével exponenciálisan csökken. Az elnyelt energia hővé alakul és a felszíni réteg felmelegedését okozza. A felszín alatti mélységi rétegek felmelegedése részben a felszíntől származó hővezetés útján, részben pedig a még teljesen el nem nyelt lézersugárzás hatására történik. A lézer behatolási távolságánál mélyebben fekvő-, illetve a hevített térfogatrész mellett lévő anyag felmelegítése kizárólag a forró anyag felőli hővezetés útján történik.

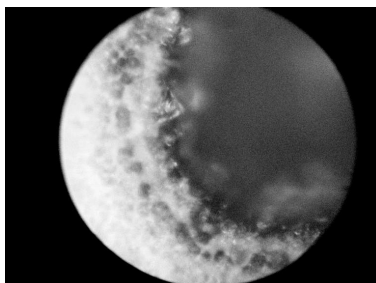
#### *IV.1.1 Olvadás és szétterülés*

Ha a besugárzási idő elegendően hosszú vagy a besugárzás teljesítménye elegendően nagy, akkor a felszíni rétegek megolvadnak (3.b ábra), különösen intenzív sugárzás hatására akár forni is kezdenek (3.c-d ábra). A megolvadt folyadék réteg – az olvadék felületi feszültségétől és kohéziójától függő mértékben - szétterjed a munkafelületen és egyenletes, sima folyadékfelszínt alkot.

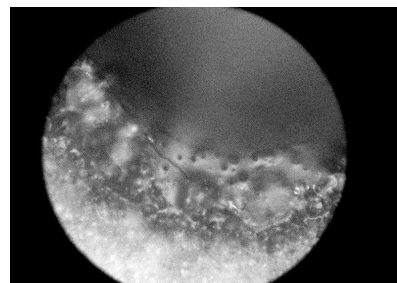
Fontos megjegyezni, hogy az olvadás csak egy bizonyos küszöbnél nagyobb besugárzott dózis (energia) esetén jön létre. A besugárzott energiának ez a küszöbe függ a lézer intenzitásától és a besugárzás idejétől: nagyobb intenzitás esetén rövidebb időre van szükség – és egyúttal kisebb besugárzott dózissal, hogy a felület megolvadjon. Kisebb intenzitás esetén hosszabb besugárzási időre – és egyúttal lényegesen nagyobb besugárzott össz-energia esetén tapasztalható csak olvadás. Végül létezik egy olyan lézerintenzitás küszöb, mellyel való bármilyen hosszú besugárzás sem hoz létre a felszínen olvadási jelenséget. Mindezek okát könnyen megérthetjük, ha figyelembe vesszük a hővezetés jelenségét: a besugárzott energia természetesen csak a kezelt felület- illetve térfogatrészt melegíti fel közvetlenül, azonban a szomszédos hideg rétegek felé rögtön meginduló hővezetés hőt – energiát - von el a térfogattól.



**3.b ábra** Porcelán felszíni rétege megolvad



**3.c ábra** Intenzív sugárzás hatására bekövetkező forrás



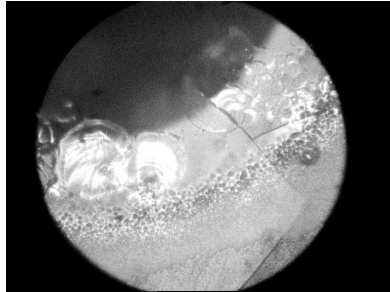
**3.d ábra** Olvasztott máz forrásának kezdete, határfelületen repedés

#### *IV.1.2 Hűlés és üvegesedés*

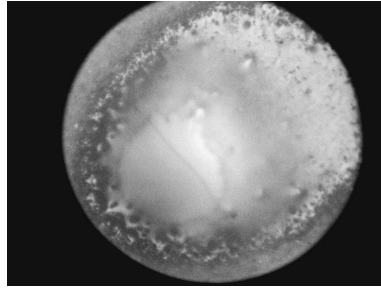
A lézertű kikapcsolásával a felszín legfelső vékony rétege - a hideg levegővel érintkezve – azonnal hűlni kezd és gyorsan „hártásodik” (3.e ábra). A hártásodás folyamatában tulajdonképpen a korábbi sík vagy közel sík folyadékfelszínén lévő anyag kezd



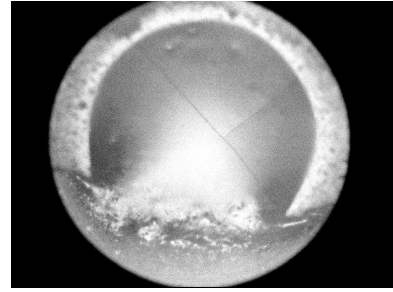
szilárd halmazállapotúvá válni úgy, hogy először apró kristálygócok alakulnak ki (3.f ábra). Ez az oka annak, hogy a lézerrel kezelt, megolvasztott felszínnek legalább a középső részei mindig egyenletesek és simák (3.g ábra). A kristályosodás – üvegesedés – beindulása után az egész olvadék nagyon gyorsan megszilárdul, majd tovább hűl.



3.e ábra Üvegesedett porcelán



3.f ábra Megszilárdult kristálygócok



3.g ábra Egyenletesen megszilárdult besugárzott felület

## IV.2 Repedések

### IV.2.1 Hajszálrepedések kialakulása

Megolvadt felszín hűlési sebessége jelentősen gyorsabb, mint a mélyebben megolvadt és szilárdulásnak induló rétegeké. A kialakuló nagy hőmérsékleti gradiens a felszíni réteg hajszálrepedését okozhatja (3. h ábra).

### IV.2.2 Hajszálrepedések megelőzése

A hajszálrepedések kialakulását egészen a teljes megszűnésig csökkenteni lehet úgy, hogy a kezelt felületre eső sugárzási teljesítményt lassan csökkentjük, azaz a kezelt felület felszínét folyamatosan gyengülő mértékben „utánfűtjük” (3.i ábra).

### IV.2.3 (Erősebb) repedések kialakulása

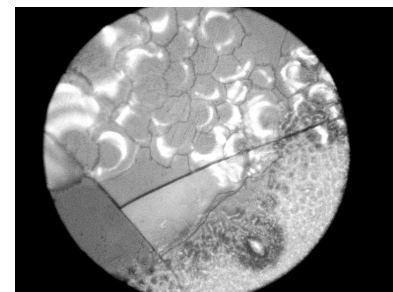
A lézerrel kezelt kis felület valamint az alatta lévő rétegek hőmérséklete jelentősen meghaladja a szomszédos kezeletlen felület illetve kezeletlen rétegek hőmérsékletét (3.j ábra), melyek szintén csak a hővezetés hatására melegsznek fel. A felforrósított anyagrész illetve a szomszédos anyagrészek közötti nagyobb hűlési sebesség-különbség a kezelt rész határán hoz létre szemmel is jól kivehető repedéseket. Amennyiben rövid ideig tartó igen erős besugárzást alkalmazunk, azaz, amikor nincs elegendő idő arra, hogy a lassú hővezetési folyamat a szomszédos anyagrészeket érdemben felmelegítse, a nagy hőmérsékleti különbségek miatt a besugárzott térfogatrész részei illetve akár egésze „kipattan” a mintából.



3.h ábra Felszíni rétegen megjelenő hajszálrepedés



3.i ábra Előmelegített porcelánon megjelenő hajszálrepedés



3.j ábra Besugárzott üvegesedett felület és szuszpenzió határfelület

#### *IV.2.4 (Erősebb) repedések megelőzése*

Ezeknek a repedéseknek kialakulása alapvetően két mód együttes alkalmazásával csökkenthető:

- i) A lézeres besugárzás időtartamát, és ezzel együtt erősségét optimalizálni kell: a kívánt térfogatrészt a lehető leghamarabb kell megolvasztani (nagy intenzitás, rövid idő) úgy, hogy a szomszédos hidegebb anyagrészek közti dilatációs erők ne repesszék a határfelületet (kis intenzitás, hosszú idő).
- ii) A fenti optimalizálást tovább segíthetjük a kezelendő felület illetve térfogatrész környékének kezelés előtti illetve utáni fűtésével.

### **IV.3 Különbségek és finomítások bevont anyag (porcelán hordozó) esetén**

A javítómázzal illetve tömőanyaggal bevont porcelánhordozó, mint komplex rendszer, néhány ponton különbözik a porcelán hordozó fentiekben leírt viselkedésétől. A különbség elsődleges oka, hogy a javítómáz és a tömőanyag abszorpciós együtthatója eltérő a porcelánétól.

#### *IV.3.1 Folyadék-szilárd határfelület*

A nagyobb abszorpciós együttható miatt az energia jórészt a bevonat mélységében nyelődik el, míg a porcelánhordozót elsősorban a felforrósított bevonat melegíti fel. Bizonyos dózis mellett elérhető, hogy csak a bevonat olvadjon meg, az olvadás határfelülete a porcelánhordozó. Ebben az esetben tehát egy szilárd felszínen (porcelán) jön létre egy más összetételű folyadékcsepp (a megolvadt bevonat). A cseppképződés természete, valamint a felületi feszültség miatt a csepp felülete kisebb, mint a kezelés felülete. A lézer kikapcsolása után – a fentiekben ismertetett módon – a megolvadt folyadékcsepp kihül és üvegesedik.

#### *IV.3.2 Folyadék-folyadék határfelület*

Nagyobb dózis alkalmazásával nem csak a bevonat, hanem az alatta lévő porcelán felszín is megolvad. Ekkor tehát folyadék-folyadék határfelület jön létre, mely következtében a bevonatból létrejött csepp szétterül a porcelán anyagából létrejött folyadékrétegen. Hülés és üvegesedés után a bevonatból keletkezett csepp mérete közel azonos (valamivel kisebb) a kezelt felület méretével.

#### *IV.3.3 Forrás-folyadék „határfelület”*

Ha a rendszerrel közölt dózis nagyságát tovább növeljük, akkor a bevonatból képződött olvadékcsepp forrni kezd és az anyag lassan elgőzölög. A besugárzás megszűnése után ezért a felületen kialakuló üveges felszín mérete ismét kisebb, mint a kezelt felület nagysága. Határesetben elérhető, hogy a teljes bevonat-csepp elpárologjon. Az ehhez szükséges dózist kísérleteinkben csak megközelítettem, de elérnem nem sikerült.

#### *IV.3.4 A bevonatok és a repedések*

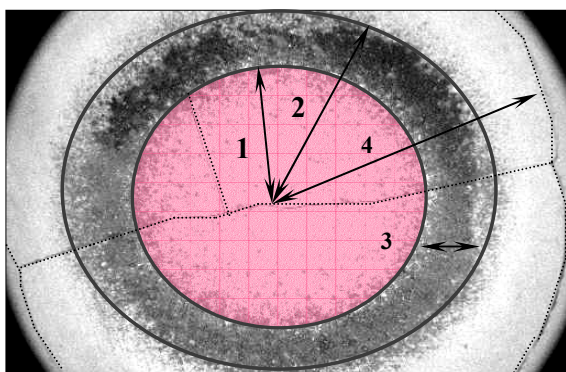
Mivel a bevonatok jobban elnyelik a sugárzást és (véltetően) alacsonyabb az olvadáspontjuk, ezért bevonatok alkalmazásával majdnem minden esetben (hajszál)repedésmentes felület hozható létre. Az olvadt porcelán – a IV.2.1 és IV.2.3 módon - hülés közben repedéseket szenved, ugyanakkor a megolvadt bevonat még néhány másodpercen keresztül folyékony marad, és kitölti ezeket a repedéseket. A folyamatot utómelegítés és valamivel vastagabb bevonat alkalmazásával biztosabbá tehetjük. Megjegyzendő, hogy ilyen módon elsősorban mikrorepedések tüntethetők el, ezért ezekben az esetekben is elengedhetetlen a IV.2.4 pontban írt technológia alkalmazása.

#### **IV.4 A minták kísérletekben mért jellemzői**

A lejátszódó folyamatok fentebbi, kvalitatív leírása után most megadom azokat a paramétereket, melyek méréséből az egyes fázisok létrejöttét és a köztük lévő átmenetet – a lézer besugárzási paraméterei függvényében – jellemezni lehet.

Az alkalmazott lézer nyalábja kör keresztmetszetű, aminek megfelelően az L lencse fókusz síkjában elhelyezett mintán (lásd 2.a ábra) létrejövő intenzitás-eloszlás is körszimmetrikus. A Fraunhofer-féle diffrakciós elméletből ismert, hogy ez olyan koncentrikus gyűrűsorozat, mely középső korongjában összpontosul az energia 84%-a, az összes többi pedig szétszlik a külső gyűrűk között (Melléklet 1. kép). Jelen kísérleteink szempontjából biztosan állíthatjuk, hogy extrém nagy intenzitások kivételével a minták felületmódosulását csak a középső korong – az ún. Airy-korong – által érintett felületen várhatjuk (Melléklet 2. kép).

A 4. ábra mutatja egy tipikus kezelt felület mikroszkóppal készített képét. Ezen bejelöltem az általam legfontosabbnak talált – és a kísérlet kvantitatív jellemzéséhez használt – paramétereket.



**4. ábra** A besugárzott felület jellegzetes elváltozásai

- 1: A megolvadt és üvegesedett bevonat sugara („belső gyűrű”).
- 2: A kezelt felület (Airy-korong) sugara („külső gyűrű”).
- 3: A belső- és a külső gyűrű és sugarának különbsége
- 4: A repedés sugara (lásd IV.2)

A bevonatlan porcelán hordozó esetén – természetesen – csak a 4. paraméter, azaz a repedés sugara mérhető.

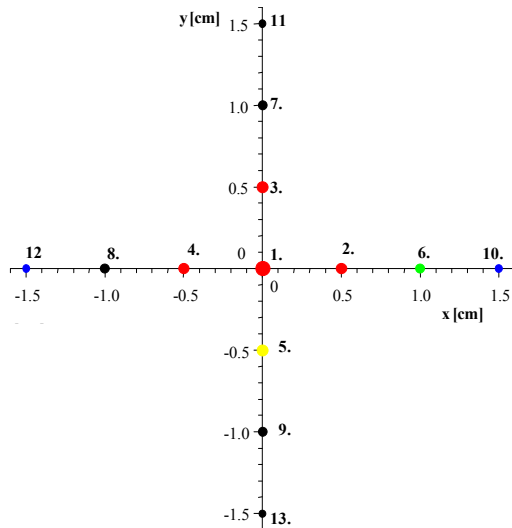
#### **V. A BESUGÁRZOTT FELSZÍN KÖRÜLI HŐMÉRSÉKLET-ELOSZLÁS MÉRÉSE**

Az előző fejezetben írtak szerint a mintán besugárzás hatására létrejövő hőmérsékleti eloszlás és annak időbeli változásának ismerete különösen fontos. Ezt pontosan mérni és nyomon követni IR-termokamera segítségével lehet. Az Optikai és Kvantumelektronikai Tanszék rendelkezésére nem áll ilyen eszköz, a bérleti díj pedig olyan magas (200 eFt/nap!), ami a jelen projekt költségvetésébe semmiképpen nem fért volna bele. Ezen okok miatt a magas (500°C felett) hőmérsékletek becslésére egy egyszerű, tű-szerű termoszenzort, az alacsonyabb hőmérséklettartományban egy IR termométert alkalmaztunk.

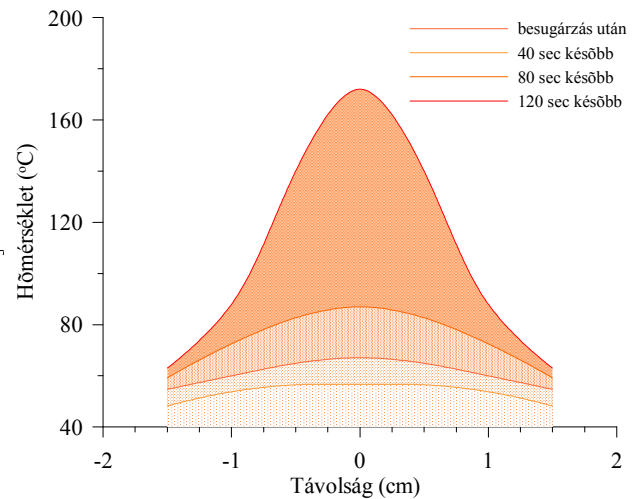
A javító mázt és a tömőanyagot körülbelül 30µm vastagságban vittük fel a porcelán hordozóra. Mindhárom mintát (a sima és a két bevont porcelán) 4 illetve 8 percig tartó, 1.9 MW/m<sup>2</sup> intenzitású lézerfényel sugároztuk be. Ennek következtében a besugárzott 1.5 mm átmérőjű felület (az Airy-korong) közepének hőmérséklete 1000 °C körülire emelkedett (tű-szenzor), és a porcelán 3-4 cm átmérőjű körben felforrósodott. Ezen dózis mellett ugyanakkor a porcelán felületén sérülést még nem tapasztaltunk. A laboratórium hőmérséklete 26-28 °C volt.

A lézer kikapcsolása után az IR hőmérővel az 5.a ábrán jelzett pozíciókban, „kereszt” alakban 10 másodpercenként mértük a hőmérsékletet. A kereszt másik „szárának”

felvételéhez ismét felmelegítettük a mintát, majd ismét mértünk, stb. Ezzel tehát a hőmérséklet változásának mind idő-, mind pedig távolság-függésére adatokat kaphattunk. Mivel az IR hőmérő  $2.5 \text{ mm}^2$  területet „lát” egyszerre, ami a kis területű, ám igen magas hőmérsékletű helyek (pl. a besugárzás helyének) esetén alacsonyabb hőmérsékletet állapít meg a valóságosnál.

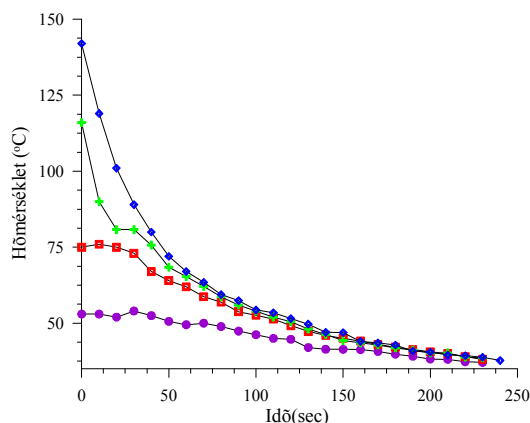


5.a ábra Hőmérsékleti eloszlás mérési pontjai

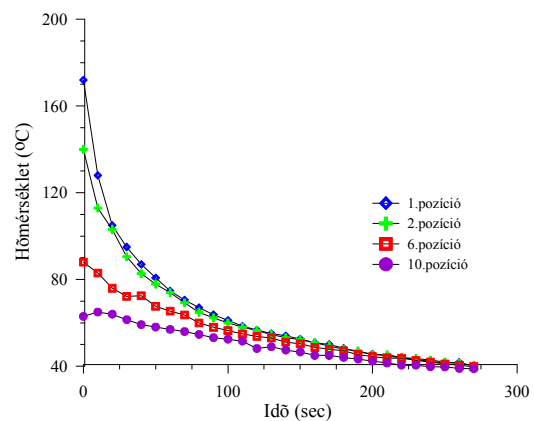


5.b ábra Hőmérsékleti profil az idő függvényében

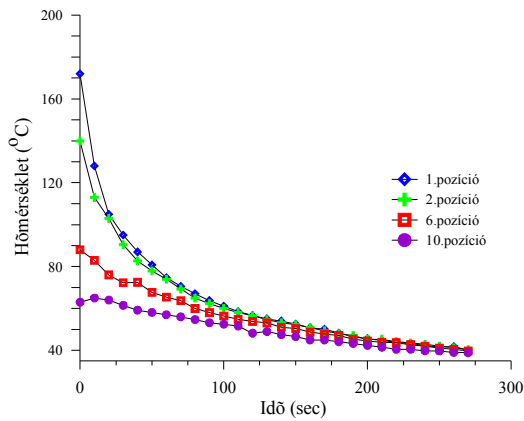
A bevonatlan, illetve a javító mázzal valamint a tömőanyaggal bevont porcelán hordozóra vonatkozó mérési adatokat mutatják az 5.c-d, 5.e-f és az 5.g-h ábrák. Megállapítható, hogy a bevont felület nagyobb hőmérsékletre melegszik fel, mint a bevonatlan porcelán, ami első pillantásra nincs összhangban a spektroszkópiai úton mért abszorpciós adatokkal (1.c ábra: a három anyag közül a porcelán hordozónak van a legnagyobb abszorpciója). Ezen látszólagos ellentmondás magyarázata, hogy míg a spektroszkópiai elemzés során tisztán az egyes anyagok abszorpcióját határoztuk meg, addig jelen esetben a porcelán hordozó felületén már a ráégetett csillogó máz réteget éri a lézersugárzás, azaz már két anyag (porcelán és máz) kölcsönhatását vizsgáljuk. Ez utóbbi azt



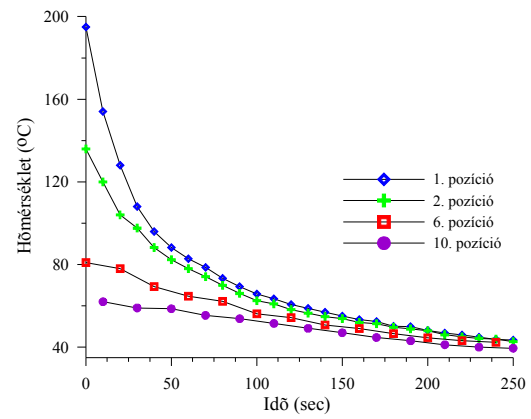
5.c ábra Hűlési profil - porcelán: 4W/4min dózis besugárzása után



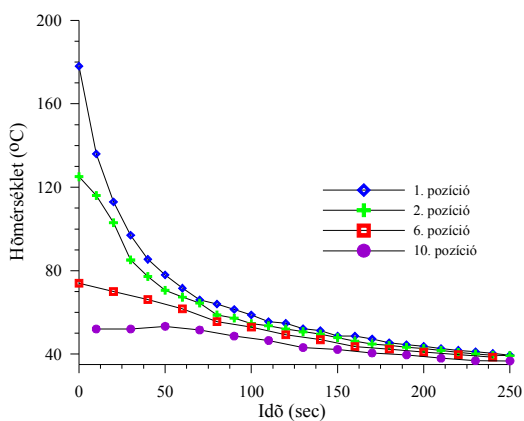
5.d ábra Hűlési profil - porcelán: 4W/8min dózis besugárzása után



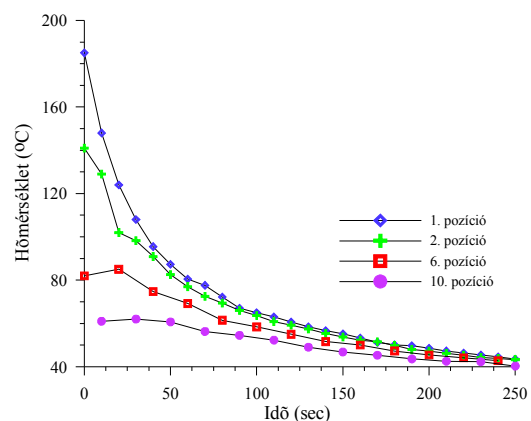
5.e ábra Hűlési profil - mázzal bevont porcelán 4W/4min dózis besugárzása után



5.f ábra Hűlési profil - mázzal bevont porcelán 4W/8min dózis besugárzása után



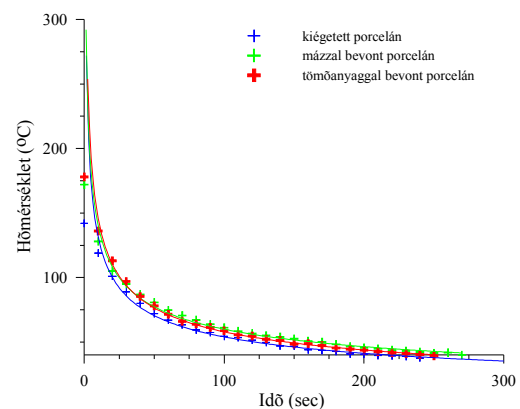
5.g ábra Hűlési profil - tömőanyaggal bevont porcelán 4W/4min dózis besugárzása után



5.h ábra Hűlési profil - tömőanyaggal bevont porcelán 4W/8min dózis besugárzása után

is jelenti, hogy ezen felület reflexiója jelentősen nagyobb, mint a kezeletlen porceláné, vagyis ténylegesen kevesebb sugárzás nyelődhet el, ami végeredményben alacsonyabb hőmérséklet kialakulásához vezet.

A besugárzás centrumától azonos távolságra lévő pozíciókban a minta hőmérséklete az eltelt idővel exponenciálisan csökken (6. ábra). Ebből adódóan megállapítható, hogy a hűlési folyamat kezdete igen gyors – a középpont hőmérséklete néhány másodperc alatt több száz fokot csökken, sőt, a besugárzás után 5 perccel gyakorlatilag eléri a laboratóriumi hőmérsékletet.



6. ábra 4W/4min besugárzás mellett különböző bevonatok esetén 1. pozícióban

## VI. A MÉRÉSEK MENETE ÉS AZ EREDMÉNYEK ÁBRÁZOLÁSA

Az előzőekben írtaknak megfelelően a minta felületének bármilyen jellegű módosításához szükséges adott mennyiségű energiát – azaz dózist – úgy állíthatjuk be, hogy egy adott teljesítményű lézersugárzást adott ideig juttatunk a felületre, vagyis

$$\text{Dózis} = \text{Lézer-teljesítmény} \times \text{besugárzási idő} \quad (5)$$

A IV. fejezetben adott kvalitatív leírás alapján tehát várható, hogy ugyanazon, vagy hasonló jellegű elváltozások több dózisznál, illetve különböző teljesítmény-idő „párok” alkalmazásával előidézhetők.

Jóllehet a felületmódosító hatás intenzitásfüggő, azonban az egyszerűbb jelölések érdekében a lézerteljesítményt tüntettem fel. Mivel a kísérleti elrendezés végig ugyanaz volt, ezért az ábrákon és a szövegben feltüntetett lézerteljesítmény a következő módon számolható át a felületet ért teljesítménysűrűsége:

$$\text{Lézerintenzitás a felületen [MW/m}^2\text{]} = 0.48 \times \text{Lézerteljesítmény [W]} , \quad (6)$$

vagyis 1 W lézerteljesítmény esetén a felületet 0.48 MW/m<sup>2</sup> intenzitás éri.

A minták felületére felvitt dózis-mátrixokat úgy alakítottam ki, hogy a „semmi sem történik” és „nagyon reped” végletek közé essenek. A besugárzási pontok kiértékelésénél a IV.4-ben írt paramétereket mértem.

A kapott eredményeket a dózis függvényében kétféle paraméterezésben ábrázoltam:

Paraméter: állandó lézerteljesítmény

Paraméter: állandó besugárzási idő

Változik: besugárzási idő

Változik: lézerteljesítmény

Az ábrákon alkalmazott szimbólumok jelentése (kivéve a bevonatlan porcelánhordozót):

- olvadás / üvegesedés nem figyelhető meg.
- ☀ a felület néhány pontjában olvadás jelei figyelhetők meg
- ☀ a kezelt felület teljesen megolvadt
- ☀ a kezelt felület – egyenletes olvadást követően - teljesen üvegesedett

## VII. FEHÉR PORCELÁNHORDOZÓ

### VII.1 Sérülési határ

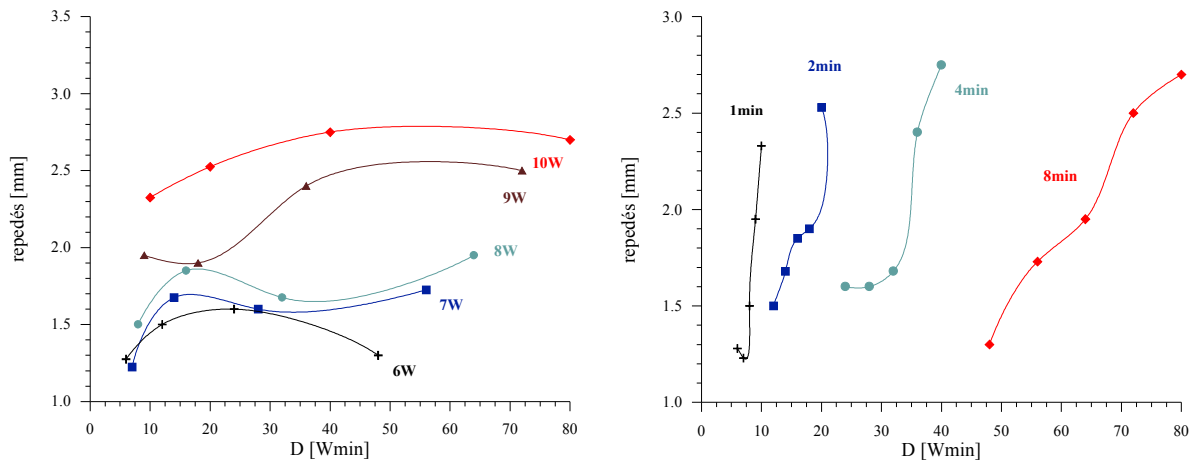
A felületre eső teljesítményt 1W-ról indulva addig növeltük, míg valamilyen felületi elváltozást nem tapasztaltam. Két besugárzás között mindig addig vártam, míg a porcelán hordozó nagyjából a laboratóriumi hőmérsékletre hűlt le.

Sérülés a porcelán felületén 4W teljesítmény akár 8 percig tartó besugárzásáig nem figyelhető meg.

### VII.2 Repedések

A további besugárzásokat a felületre eső 5-10W lézerteljesítmény alkalmazásával 1-8 perces expozíciós idők mellett végeztem el. Mivel a porcelán anyaga olvadás és üvegesedés után is teljesen egybeolvad a környezetével, így a fentebb jelzett fázisok (részleges olvadás-olvadás-üvegesedés) egyszerű optikai úton nem különböztethetők meg. A fehér

porcelánhordozón – a IV. fejezetben írtaknak megfelelően – csak a repedés kialakulása észlelhető és annak sugara mérhető. Az eredményeket a 7. ábrán tüntettem fel.



7. ábra A repedés átmérője a dózis függvényében 3mm vastag porcelán mintán. Paraméterek: az alkalmazott teljesítmény illetve besugárzási idő

Megállapítható, hogy a létrejött repedés átmérője – a IV.2.3-ban írtaknak megfelelően – elsősorban az alkalmazott besugárzás teljesítményével nő. A besugárzási idő növelése – a fizikai képpel összhangban – csak kis hatással van a kialakult repedés méretére.

## VIII. JAVÍTÓMÁZ FEHÉR PORCELÁNHORDOZÓN

### VIII.1 Sérülési határ

Sérülést a porcelán felületén illetve elváltozást a máz színében 4W teljesítmény 2 percre tartó besugárzásáig nem tapasztaltam.

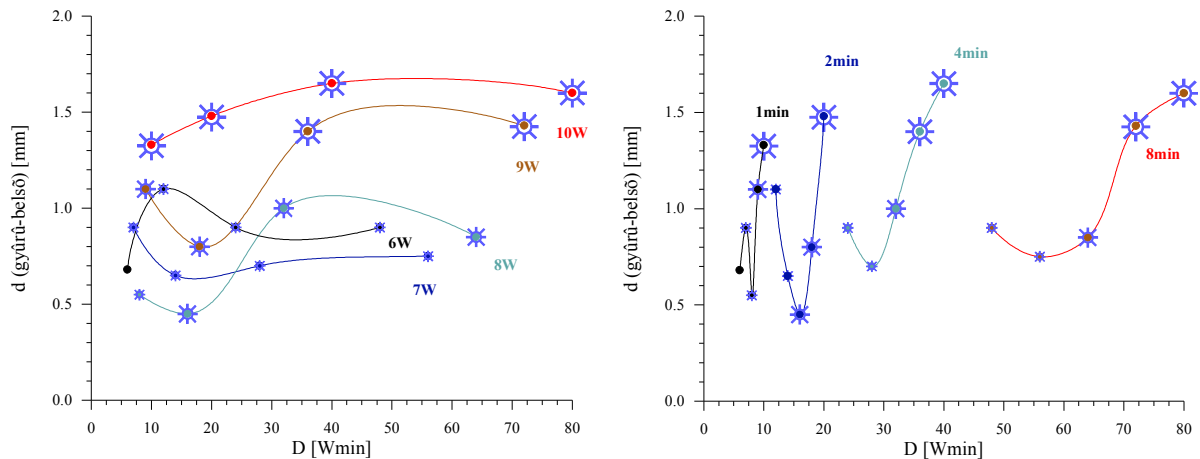
A máz felülete 4W teljesítmény 8 perc expozíciós idejű besugárzása mellett enyhén elszíneződik – molekuláris szinten ez jelentheti az olvadás kezdetét.

A máz felülete határozottan elszíneződött és a kezelt felület körül repedés jelent meg 5W teljesítmény 1 perc expozíciós idejű besugárzása mellett.

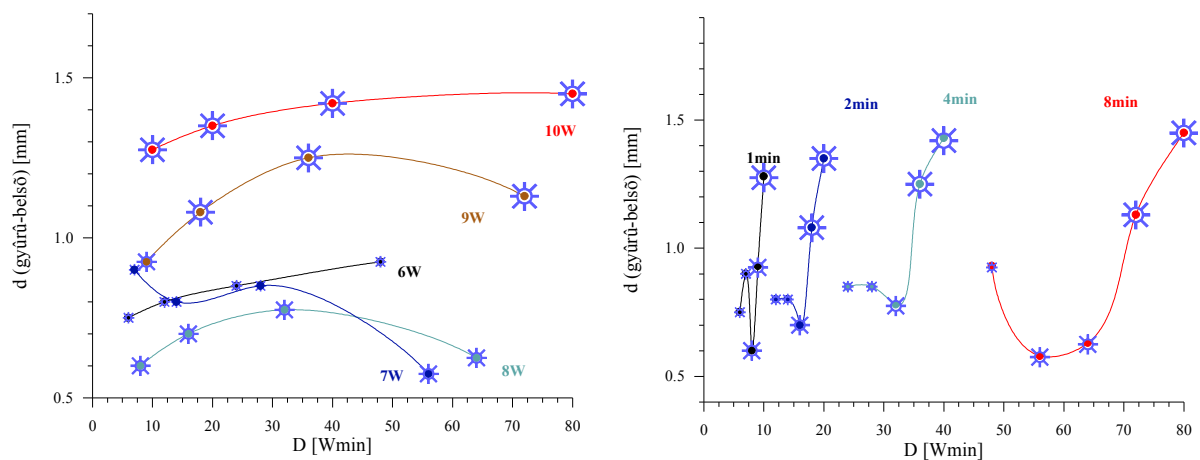
### VIII.2 Belső gyűrű

A IV. fejezetben írtak szerint a célterületen létrejövő üvegesedés egyik jó jellemzője a megolvadt illetve üvegesedett felület sugarának mérése (8. és 9. ábra).

Az olvadás folyamata 2 perces 2.9 MW/m<sup>2</sup> dózis (lásd még: Melléklet 3. kép) alkalmazásánál kezdődik meg. Az expozíciós idő szakaszos növelésével kezdetben a belső gyűrű átmérője a *felületi feszültség csepp-összehúzó hatása* miatt kismértékű csökkenést mutat. Az idő további növelésével a felület mérete megnő azzal összhangban, hogy a megolvadt máz alatti porcelán felület is olvadékká lesz, ami által a relatív felületi feszültség csökken. A dózis további növelésével beindul a javítómáz erőteljes forrása és elgőzölése, ami miatt nagy besugárzási dózis mellett a belső gyűrű átmérőjének ismételt csökkenését tapasztaljuk.



8. ábra A belső gyűrű átmérője a dózis függvényében 12μm vastag javítómáz esetén



9. ábra A belső gyűrű átmérője a dózis függvényében 19μm vastag javítómáz esetén

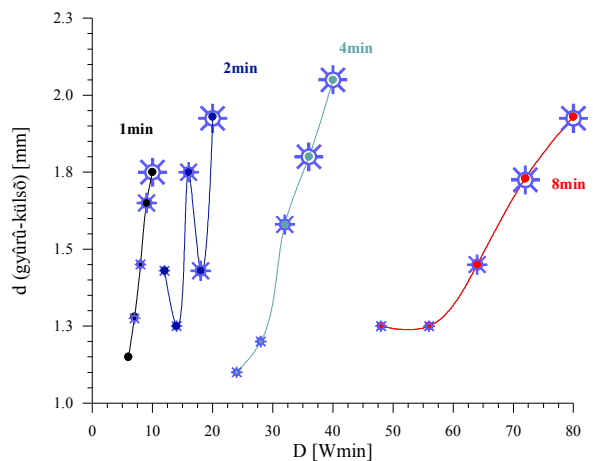
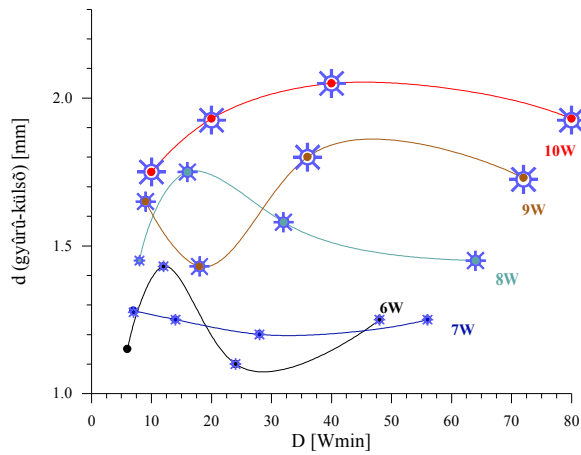
Megállapítható, hogy a kísérletben 1.5 mm átmérőjű üveges máz létrehozható 10W / 1 perc, 10W / 2 perc, 9W / 4 perc és 9W / 8 perc besugárzási dózisok (Melléklet 4. kép) mellett is. A kívánt mértékű üvegesedés tehát több besugárzási paraméter mellett is létrejön, az optimális kiválasztása az egyéb szempontoktól (repedések, technológia) függ.

A réteg vastagságának növekedésével kismértékben nő a belső gyűrű átmérője (vö.: 8. és 9. ábra), összhangban a IV. fejezetben írtakkal. Az egyes átalakulási fázisok enyhe eltolódása szintén megfigyelhető. Látszik azonban, hogy a javítómáz vastagságának nagy, akár 50%-os eltérése sem okoz szignifikáns eltérést sem a fizikai folyamatok küszöbértékeiben sem pedig a dózis-tartomány méretében. A vizsgálatok alapján az volt a határozott tapasztaltam, hogy vastagabb javítómáz valamivel egyenletesebb üvegesedést mutatott.

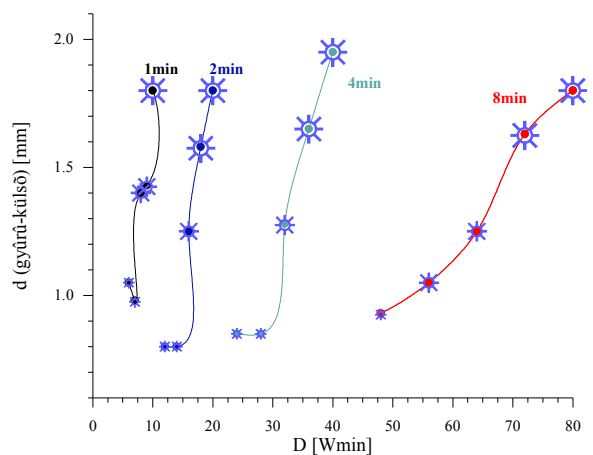
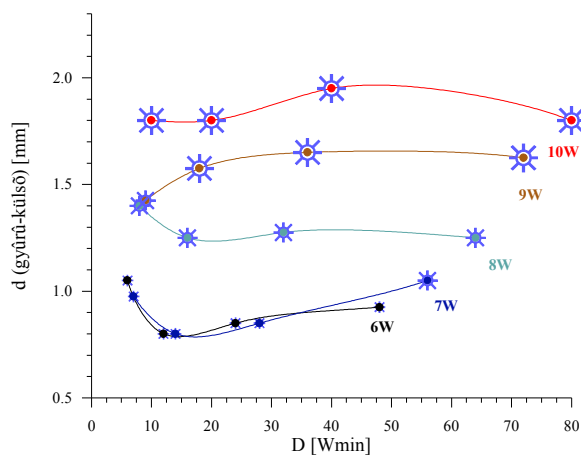
### VIII.3 Külső gyűrű

A *külső gyűrű* elváltozásában és méretbeli eltérésében (10. és 11. ábra) a vártnak megfelelő tendencia érvényesül, azaz a gyűrű mérete az alkalmazott dózissal nagyjából egyenes arányban nő. Ezt különösen jól lehet látni az idő-paraméteres (jobb oldali) ábrákon, ahol a belső gyűrű méretére jellemző összehúzódás – kitágulás – összehúzódás fázisok nem jelennek meg. Kivételt képez a 10. ábra 2 perces sorozata, amely eltérés egy igen valószínű oka a felvitt javítómáz helyi egyenetlenségében illetve hiányában (és így az elnyelt energia mértékében) keresendő.





10. ábra A külső gyűrű átmérője a dózis függvényében 12 $\mu$ m vastag javítómáz esetén

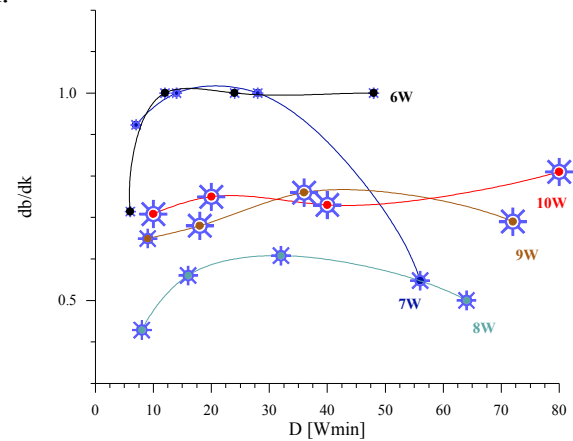
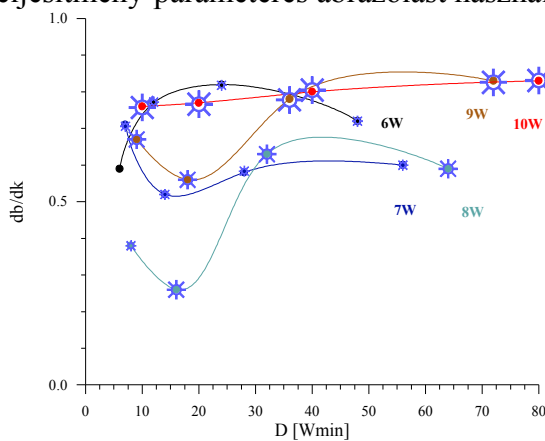


11. ábra A külső gyűrű átmérője a dózis függvényében 19 $\mu$ m vastag javítómáz esetén

A külső gyűrű mérete – szintén a várakozásoknak megfelelően – alig függ a bevonat átlagos vastagságától, ugyanakkor érzékeny a – különösen vékonyabb rétegnél tapasztalható – bevonatlanság-hiányokra.

#### VIII.4 A belső és külső gyűrűk aránya

A belső és külső gyűrűk aránya megadja, hogy a kezelt felület mekkora részén jön létre üvegesedés. Ez az arány – természetesen – soha nem lehet nagyobb 1-nél, és belátható, hogy az ideális eset az 1, vagy 1 körüli állapot elérése lenne. A 12. ábrán csak a teljesítmény-paraméteres ábrázolást használtam.

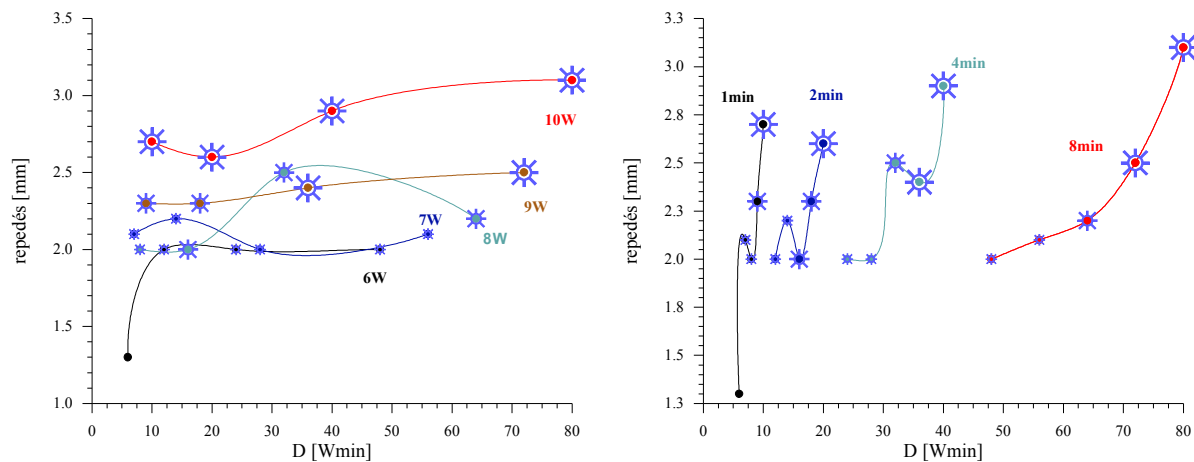


12. ábra A belső és külső gyűrű aránya a dózis függvényében 12 $\mu$ m és 19  $\mu$ m vastag javítómáz esetén

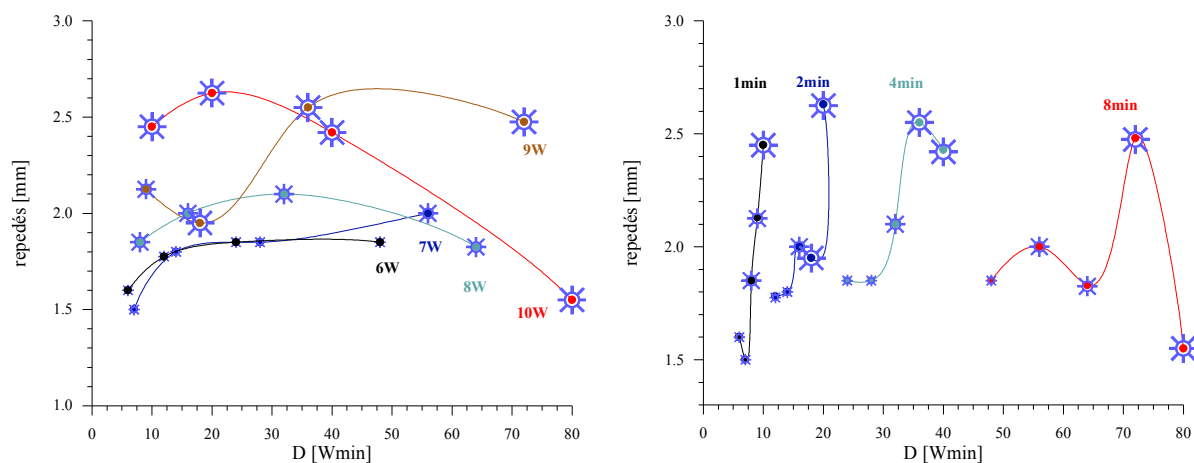
Összevetve a két grafikont láthatjuk, hogy az olvadás megkezdéséig tartó folyamatban a vastagabb réteg esetén a gyűrű aránya közelít az 1-hez, míg a vékonyabb réteg esetén ez mindig jelentősen kisebb 1-nél. Az üvegesedés tartományát elérve viszont azt tapasztaljuk, hogy mindkét vastagság mellett az üvegesedett felület / teljes kezelt felület aránya 0.7 – 0.8 közé esik.

### VIII.5 Repedések

A kezelt felület körüli repedés a bevonatlan porcelánhoz (VII. fejezet) teljesen hasonló értékeket és viselkedést mutat (13. és 14. ábra).



13. ábra A repedés átmérője a dózis függvényében 12µm vastag javítómáz esetén



14. ábra A belső és külső gyűrű aránya a dózis függvényében 12µm és 19 µm vastag javítómáz esetén

Kivételt képez a vastag bevonat nagy teljesítménnyel (9W és 10W) való nagy dózisu besugárzása, ahol a repedés méretének csökkenése figyelhető meg. Ennek valószínű okát abban látjuk, hogy a kezelt- és kezeletlen anyagrészek között oly mértékű hőmérsékletkülönbség jön létre, amely már magasabb hőmérsékleten okoz dilatációs repedéseket.

## VIII.6 Elő- és utókezelés hatása a hajszálrepedésekre

A IV. fejezetben a hajszálrepedések keletkezésével kapcsolatban írtaknak megfelelően kísérleteket végeztünk, vajon a hajszálrepedések (lézeres) előmelegítés ill. utánfűtés alkalmazásával megszüntethetőek-e (Melléklet 5.-6. kép).

Pos.	Dózis														R [mm]
	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	11.	12.	13.	14.	
[1/1]	4/4					9/4			6/6				3/3		2.60
[1/2]	4/4					9/4			6/6				3/6		2.75
[1/3]	4/4					9/4			6/9				3/3		2.70
[1/4]	4/4					9/4			6/9				3/6		2.68
[2/1]	4/4					9/4			6/6			4/2			2.55
[2/2]	4/4					9/4			6/6			4/4			2.75
[2/3]	4/4					9/4			6/9			4/4			2.60
[2/4]						9/4			6/9			4/4			2.60
[3/1]						9/4			6/4	5/4		4/4			2.50
[3/2]						9/4									2.58
[3/3]						9/4			6/4	5/4		4/4	3/4		2.58
[3/4]						9/4			6/4	5/4		4/6	3/4		2.73
[4/1]						9/4			6/6	5/5		4/4	3/3		2.80
[4/2]						9/4			6/6	5/5	4.5/4	4/3	3/2		2.73
[4/3]						9/4			6/6	5/5	4.5/5	4/5	3/5		2.25
[4/4]						9/4	8/2	7/2	6/2	5/2		4/2	3/2		2.30
[5/1]						9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/2	3/1		2.30
[5/2]						9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1	3/1		2.73
[5/3]						9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1	3/1		2.38
[5/4]						9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1			2.70
[6/1]	4/4	5/0.5	6/0.5	7/0.5	8/0.5	9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1	3/1	2/1	2.60
[6/2]	4/4	5/0.5	6/0.5	7/0.5	8/0.5	9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/4			2.30
[6/3]	4/4	5/0.5	6/0.5	7/0.5	8/0.5	9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1	3/1		2.30
[6/4]	4/4					9/4	8/1	7/1	6/1	5/1		4/1	3/1		2.68

A pozíció jelölése (Pos.):

[i/j], ahol az  $i$  index utal a mátrix sorára,  $j$  az oszlopra

Dózis jelentése:

$P$  [W] /  $t_{exp}$  [min]

$P$ : felületre eső teljesítmény

$t_{exp}$ : expozíciós idő

A felületre eső teljesítmény és az intenzitások kapcsolata:

$$1.0W \leftrightarrow 0.48 MW/m^2$$

Repedés átmérője: R[mm]

Pos. 3/4: [ 6. kép]

Pos. 2/4: [ 7. kép]

1/1	1/2	1/3	1/4
2/1	2/2	2/3	2/4
3/1	3/2	3/3	3/4
4/1	4/2	4/3	4/4
5/1	5/2	5/3	5/4
6/1	6/2	6/3	6/4

15. ábra

Besugárzási mátrix

1. táblázat Előmelegítés - után-fűtés optimalizálása 9W/4min dózisra

A kísérletek adatait az 1. táblázat tartalmazza. A kezelési dózisonak a VII.2 részben írt eredményekre támaszkodva minden esetben a 9W / 4 perc (a táblázatban a 6. dózis, vastaggal szedve) alkalmaztam. Előmelegítésre az 1-5. dózisokat, után-fűtésre a 7-14. dózisokat sugároztam be. A 15. ábrán feltüntettem az egyes besugárzási pontok mátrixban való elhelyezkedését a repedés mentes belső gyűrűk helyének kiemelésével.

Az elemzések szerint az előmelegítés (4W / 4 perc) a kezeléshez szükséges dózis előkészítését segíti elő, a dilatációt nem akadályozza meg.

Az után-fűtést technológiailag úgy oldottuk meg, hogy a felület-megmunkálást előidéző dózis (9W/4min) intenzitását lépcsőzetesen átlagosan 0.4 MW/m<sup>2</sup>-rel csökkentettük 0.5-9 perces időközönként. *A hajszálrepedések keletkezésének megakadályozása – így a belső gyűrű repedésmentessége – ezzel az eljárással elérhető.*

Gyakorlati alkalmazás során célszerű az egész porcelán-felület fokozatos és lépcsőzetes lehűtése – a lézeres besugárzással ellenkező oldalon is.

## IX. TÖMŐANYAG FEHÉR PORCELÁN HORDOZÓN

Az átalakulás mechanizmusa a korábban már ismertett módon (IV. fejezet) megy végbe tömőanyag esetén is. Az eltérő termofizikai és spektroszkópiai tulajdonságok (elsősorban az eltérő abszorpciós együttható, valamint felületi feszültség) miatt az átalakulási folyamatok a korábbiaktól eltérő dózis esetén beindulhatnak. Az egyes átalakulási fázisok, valamint az elváltozások jobban elhatárolódnak. A vizsgálatokat tömőanyaggal különböző vastagságban bevont fehér porcelán minták esetén is elvégeztem, melyek közül a 14  $\mu\text{m}$ , 19  $\mu\text{m}$  és a 107  $\mu\text{m}$  vastagságú mintákat emelem ki.

### IX.1 Sérülési és olvadási határ

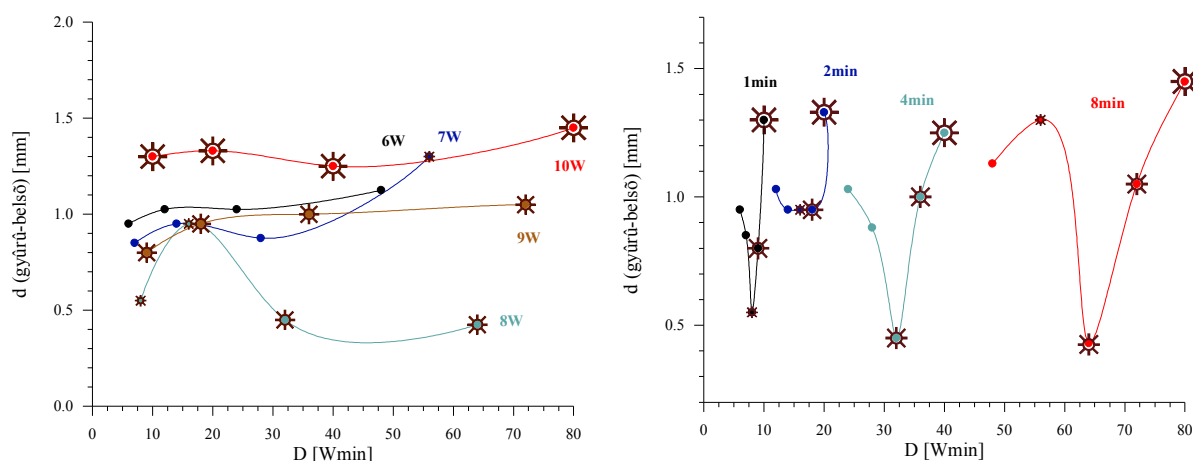
A tömőanyag felülete 4W teljesítmény 2 perc expozíciós idejű besugárzásig enyhén elszíneződik – molekuláris szinten ez jelentheti az olvadás kezdetét. A tömőanyag vastagságától és az előmelegítéstől függően ez a dózis már a porcelán felületi sérülését is okozhatja.

A tömőanyag felülete határozottan elszíneződött és a kezelt felület körül repedés jelent meg 4 W teljesítmény 8 perc expozíciós idejű besugárzása mellett.

A besugárzott felület olvadásának kezdeti fizikai jelei 7 W / 8 perces besugárzása (8. kép) mellett jelentkeznek. 8W / 4 perces dózis alkalmazásánál (9. kép) a tömőanyag üvegesedni kezd, 10W / 2 perces dózissal ráolvad a porcelánra (10. kép).

### IX.2 Belső gyűrű

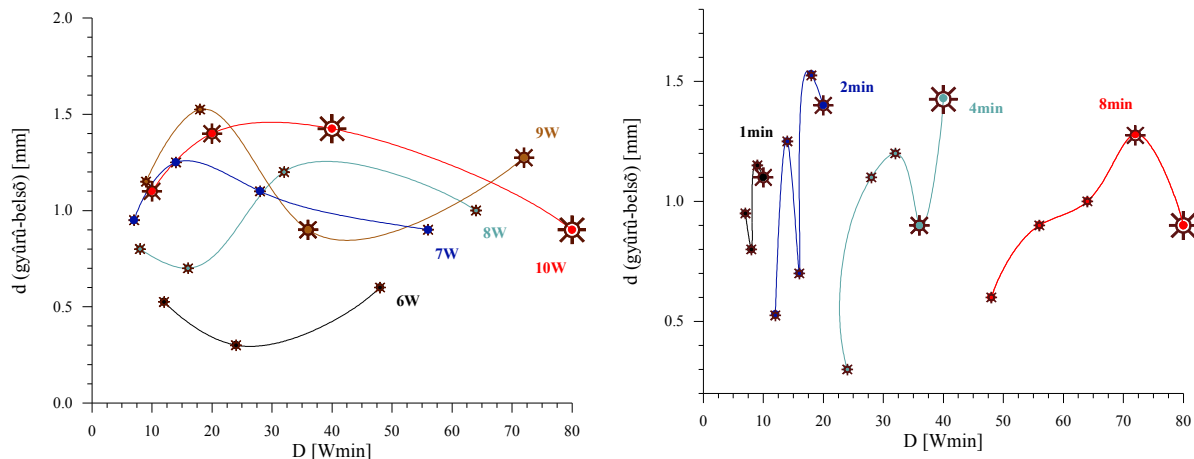
A görbékről leolvasható (16. ábra), hogy ugyanazon vastagságú tömőanyag esetén a felületi feszültség hatása jóval erőteljesebben jelentkezik, azaz a belső gyűrű sugara jóval nagyobb mértékben változik, mint javítómáz esetén (v.ö. 8 és 9. ábra).



16. ábra A belső gyűrű átmérője a dózis függvényében 14 $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén

A felületi feszültség hatásának bemutatásához (11. kép) tekintsük a 16. ábrán a 8 perces expozíciós időre vonatkozó folyamatokat. 7W / 8 perc besugárzásánál az anyag elkezd olvadni, majd a folyadék-fázist elérve a felületi feszültség az anyagot összehúzza, és minimális felszín kialakítására kényszeríti. A felületegységre eső teljesítmény növelésével az anyag módosul, üvegesedni kezd. 9W / 8 perc dózis alkalmazása esetén az anyag üvegesedése tovább folytatódik, a belső gyűrű átmérője alulról közelíti a peremet. 10W / 8 perc besugárzásánál a gyűrű egyenesen üveges, átmérőjének nagysága felveszi maximumát.

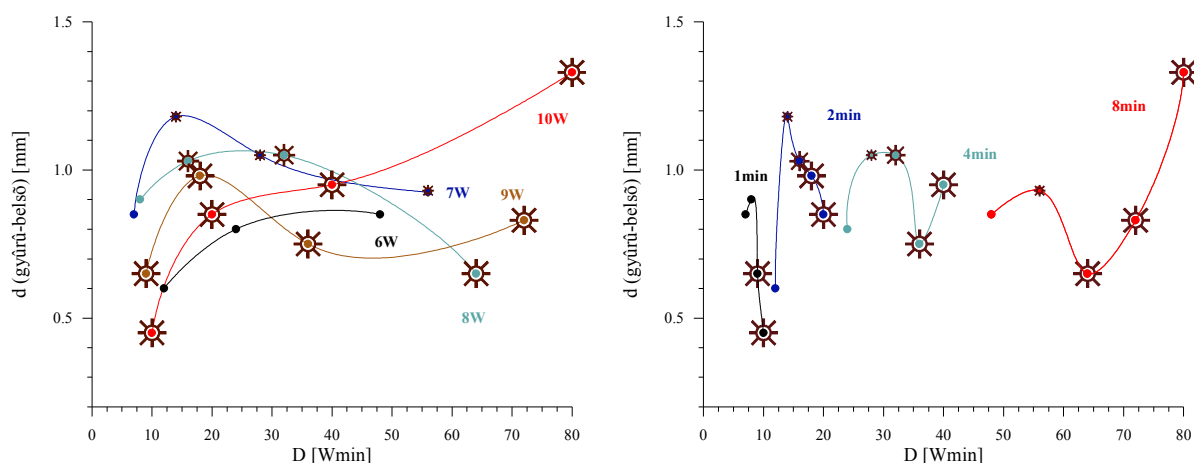
A jelentősen vastagabb, 107  $\mu\text{m}$ -es réteg besugárzása esetén – 6-7 W felületre eső teljesítménynél – a belső gyűrű átmérője kisebb, mint vékonyabb rétegek kezelésénél. A tömőanyag elkezd ugyan olvadni (a 14  $\mu\text{m}$ -es rétegnél ez 8W-nál következett be), de az abszorbeált energia nem elegendő a vastagabb réteg további kémiai módosulásához (17. ábra).



17. ábra A belső gyűrű átmérője a dózis függvényében 107  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén

### IX.3 Lézeres előmelegítés és belső gyűrű

A javítómázzal végzett kísérletek eredményeinek megfelelően tömőanyag esetén már minden esetben végeztem előmelegítéssel kísérleteket is. Tömőanyag esetén az egyes fázisoknál az előmelegítést technológiailag úgy valósítottam meg, hogy a besugárzásokat folyamatosan végeztem. A mátrix egyes pontjainak kezelése során így a szomszédos pozíciókban elhelyezkedő elemek besugárzási dózisa a másik elem előmelegítését szolgáltatta.



18. ábra A belső gyűrű átmérője a dózis függvényében előmelegített 19  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén

Jóllehet, mint alább látjuk, a belső gyűrű paramétereiben a lézeres előmelegítés nem sokat változtat, de a külső gyűrű és a repedések méretét jelentős mértékben befolyásolja.

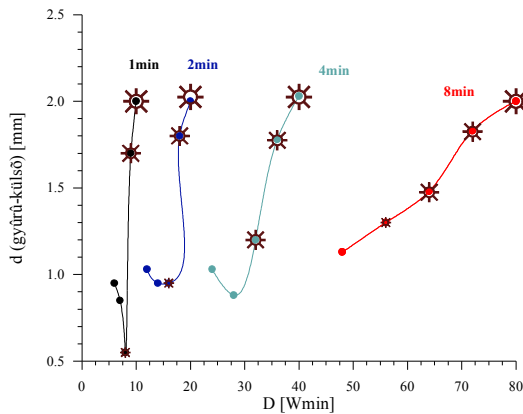
A belső gyűrű esetén azt tapasztaltam (18. ábra), hogy az alacsonyabb dózisú besugárzások hatásfoka növelhető az előmelegítés nélküli besugárzásokhoz képest, az olvadás küszöbe azonban nem változik észrevehetően: a 14  $\mu\text{m}$ -es réteghez hasonlóan ez 8 W teljesítmény mellett következik be. Az egyetlen jelentősebb különbség, hogy a felületi

felület hatása előmelegített mintára kisebb, azaz a belső gyűrű átmérője nem húzódik olyan kicsire össze, mint előmelegítetlen esetben.

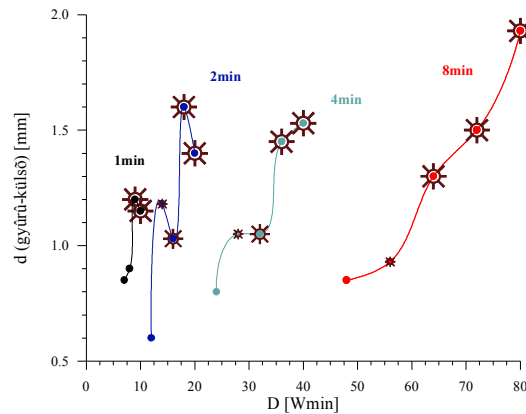
Az üvegesedés kezdete – rétegvastagságtól és előmelegítéstől függetlenül – azonosan 9 W teljesítmény mellett következett be (Melléklet 12 és 13. kép).

#### IX.4 Külső gyűrű

A tömőanyag bevonatra is hasonló elváltozásokat mutat a külső gyűrű, mint javítómáz esetén. Fontos megjegyezni, hogy előmelegítés hatására az alacsonyabb dózisok tartományában átmérője kisebb (19. ábra)!



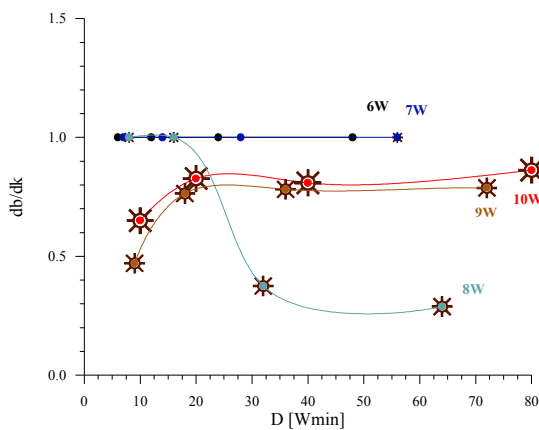
19.a ábra Külső-gyűrű a dózis függvényében (előmelegítés nélkül)



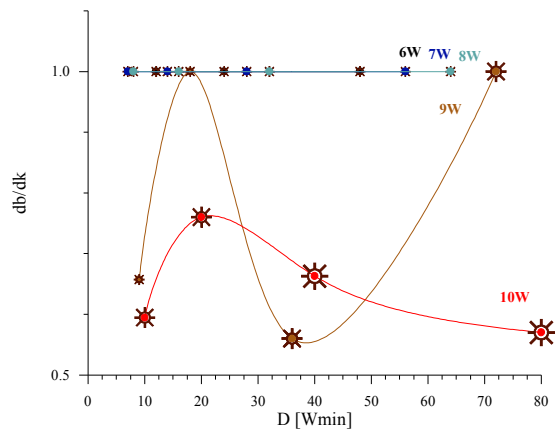
19.b ábra Külső-gyűrű a dózis függvényében (előmelegített)

#### IX.5 A belső- és a külső gyűrűk aránya

A 10 $\mu$ m nagyságrendű vastagságú anyagnál 6-7 W felületre eső teljesítmény mellett, a 100 $\mu$ m nagyságrendű tömőanyag esetén 8 W teljesítményig – az expozíciós időtől függetlenül – a belső és külső gyűrűk aránya közel 1 (20. ábra). Ugyanakkor változatlanul igaz, hogy jó minőségű üvegesedés esetén az arány 0.7-0.8 körül van, illetve a forrás / gözölgés miatt nagy dózisoknál és nagy besugárzási teljesítményeknél csökken.



20.a ábra A belső és a külső gyűrű aránya 14  $\mu$ m vastag tömőanyagra



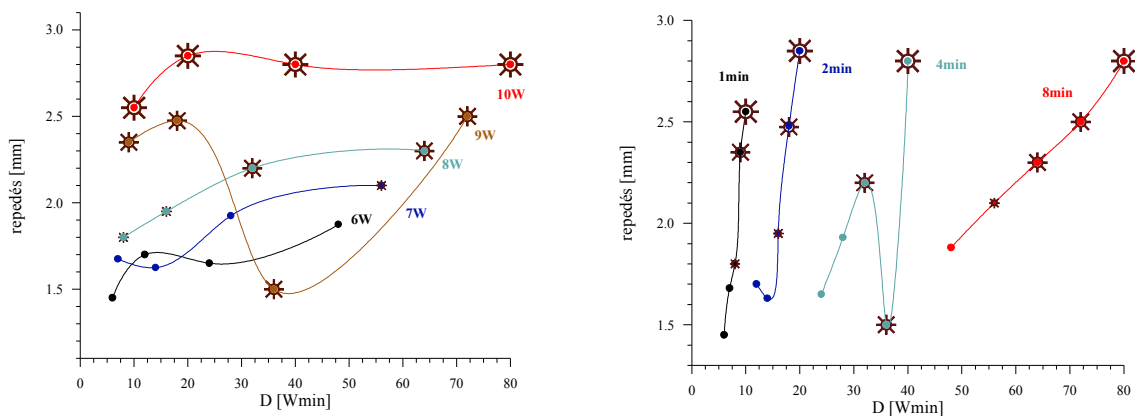
20.b ábra A belső és a külső gyűrű aránya 107  $\mu$ m vastag tömőanyagra

## IX.6 Repedések

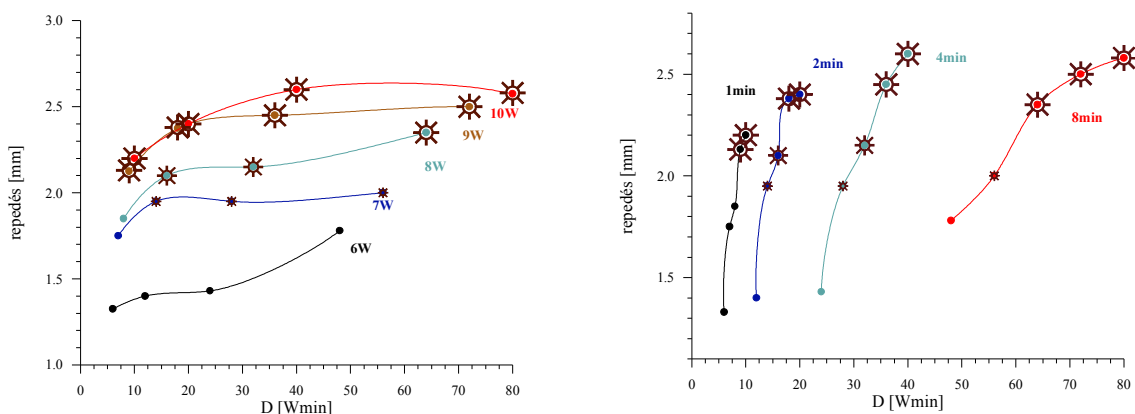
A repedések méretének besugárzástól való függése a korábbiakhoz hasonló képet mutat (21-23. ábra), azonban a repedés nagysága erősen függ az előmelegítéstől és a bevonat vastagságától.

Az előmelegített minta repedésének mérete szignifikánsan kisebb, mint az előmelegítetlen ugyanolyan vastagságú tömőanyaggal bevont mintáé.

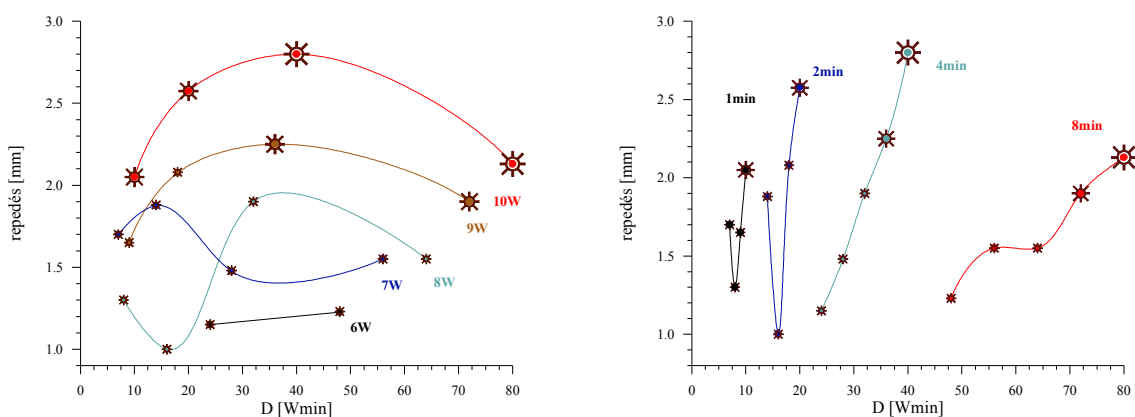
A vastagabb réteg esetén (23. ábra) a repedés mérete elsősorban a nagy dózisok felé csökken, és külön utómelegítés nélkül (a javítómázzal ellentétben) hajszálrepedés- és repedés-mentes üvegesedett felület hozható létre. Megfigyelhető továbbá, hogy a repedés mérete szoros korrelációban van a külső gyűrű méretével



21. ábra A repedés átmérője a dózis függvényében 14  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén



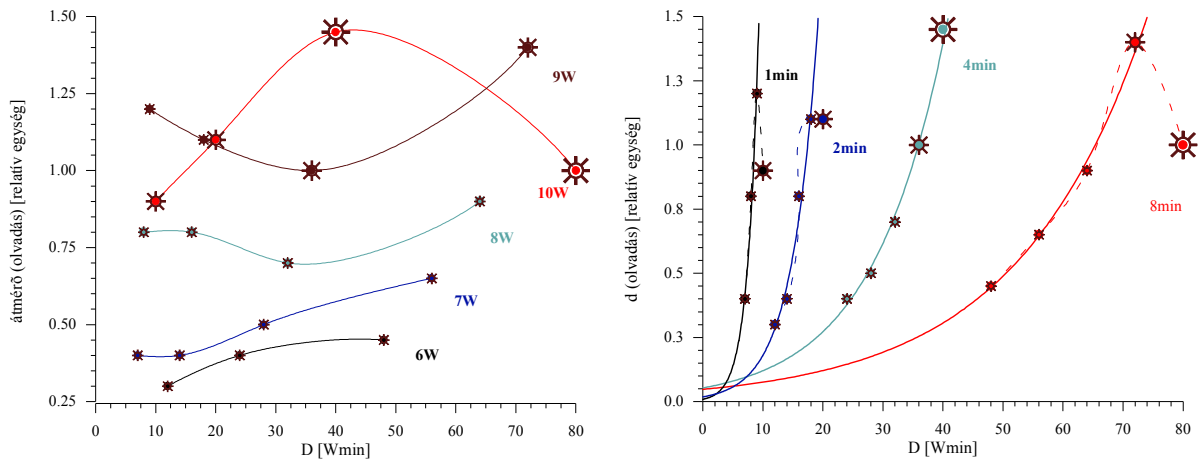
22. ábra A repedés átmérője a dózis függvényében előmelegített 19  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén



23. ábra A repedés átmérője a dózis függvényében 107  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén

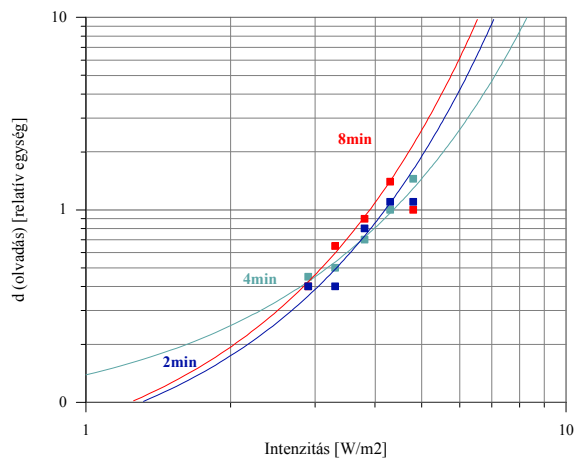
## X. Összehasonlító elemzések (olvadás-üvegesedés)

A besugárzás kezdeti szakasza egy időben lassabb lefutású folyamat az olvadás beindulásáig. Ekkor a megolvadt terület nagysága lassú exponenciális növekedést mutat. Az expozíciós idő változtatásával a cseppeloszlás szabályozható és a megmunkált felület mélysége növelhető (24. ábra). Az intenzitás növelésével exponenciálisan nő a megolvadt, majd az üvegesedett felület nagysága. Felső korlátot az anyag mennyisége jelent. Anyag hiányában beindul a párolgás, az üvegesedett felület nagysága csökken.

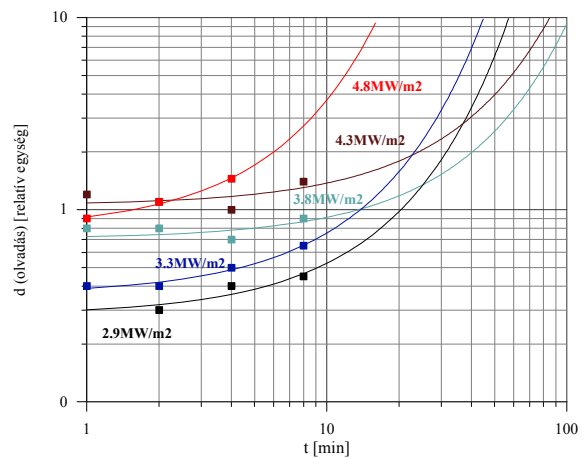


24. ábra A megolvadt felület a dózis függvényében 107  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyag esetén

A 24. ábrán a szaggatott vonallal jelölt görbe a folyamat lefutását jelenti, a folytonos vonal a mérési pontokhoz illesztett exponenciális görbe.



25.a ábra Az olvadás az intenzitás függvényében 107  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyagra



25.b ábra Az olvadás az idő függvényében 107  $\mu\text{m}$  vastag tömőanyagra

A besugárzás időtartama a „hangolást” teszi lehetővé (25.a ábra), a lézer paramétereinek optimalizálásában az intenzitás a meghatározó (25.b ábra).



## ÖSSZEFOGLALÁS

A fehér porcelán hordozó anyag és a szuszpenziók spektroszkópiai vizsgálata alapján az infravörös tartományban, 9.2-10.6 $\mu\text{m}$  hullámhosszon működő lézerrel felület átalakító / módosító hatás az anyagok besugárzásával elérhető. Vizsgálataim során 10.6 $\mu\text{m}$  hullámhosszon sugárzó SYNRAD CO<sub>2</sub>-lézert alkalmaztam: ebben a tartományban a rendelkezésünkre bocsátott szuszpenziók még elegendő abszorpcióval rendelkeznek.

6-10W, 1-8 perces besugárzásokat végeztem „mátrix” alakban: két besugárzási pont között vagy az expozíciós időt vagy a lézer intenzitását változtattam, illetve különböző elő- és utókezeléseket alkalmaztam. A rétegvastagság, valamint az alkalmazott szuszpenziók hatására különböző mintákon létrehozott azonos mátrixokból nyert eredmények összevetéséből következtettem. Az üvegesedett szuszpenziók megfelelő reflexiója (cseppek mérete és egyenletes eloszlása) máz esetén 10W / 4 perc, tömőanyag esetén 9-10W / 1-6 perces besugárzása mellett tapasztalható. A javítómázzal- illetve tömőanyaggal kezelt valamint a kezeletlen porcelán eseteire külön-külön érvényes, hogy hasonló elváltozások különböző besugárzási idő / intenzitás sorozatok mellett előidézhetőek. A hosszabb ideig tartó, különböző teljesítmény szerinti „hangolással” finomabb szerkezeti elváltozások hozhatók létre.

Lézeres kezelés esetén az anyagra eső sugárzás erőssége – a sugárzás elnyelődése miatt – a behatolás mélységével exponenciálisan csökken. A felszín alatti mélységi rétegek felmelegedése részben a felszíntől származó hővezetés útján, részben pedig a még teljesen el nem nyelt lézersugárzás hatására történik. A lézer behatolási távolságánál mélyebben fekvő-, illetve a hevített térfogatrész mellett lévő anyag felmelegedése kizárólag a forró anyag felőli hővezetés útján történik – máz, tömőanyag esetén – kb. 500-600 $\mu\text{m}$  mélységig.

Repedésmentes besugárzási határ: 8 percig tartó 1.9 MW/m<sup>2</sup> intenzitás. A besugárzott folt közepének hőmérséklete ekkor kb. 900°C. Ettől nagyobb dózis esetén észlelhető hajszálrepedések keletkeznek. A porcelánhordozó, de legalább a megmunkált felület 2-3 cm sugarú környezetének 150-200°C-os előmelegítése ajánlott, a *fokozatos lehűtés* (azaz a minta utánmelegítése) azonban *elengedhetetlen*. Emiatt az eljárás – üzemi/technológiai – egyetlen lézertől álló berendezés alkalmazásával nem valósítható meg. Javaslatunk egy félig zárt rendszerű, folyamatos üzemű, utánmelegítő csatornát tartalmazó berendezés építése.

A tanulmány a Herendi Porcelánmanufaktúra Rt. megbízásából a „*Lézeres technológia fejlesztése porcelán fehér árúk javítására*” projekt keretein belül készült.

## Függelék

### Összefoglaló táblázat (utómelegítések kivételével)

REAKCIÓ:	1.	2.	3.	4.	5.
<b>Máz: 12 <math>\mu\text{m}</math> – előmelegítés nélkül</b>					
Teljesítmény [W]	4.0	6.0	7.0	9.0	10.0
Hőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]	950.0	980.0	1010.0	1100.0	1250.0
Expozíciós idő [min]	8.0	2.0	2.0	4.0	4.0
Intenzitás [ $\text{MW}/\text{m}^2$ ]	1.9	2.9	3.3	4.3	4.8
Dózis [ $\text{MWmin}/\text{m}^2$ ]	15.2	5.8	6.6	17.2	19.2
<b>Máz: 19 <math>\mu\text{m}</math> – előmelegítés nélkül</b>					
Teljesítmény [W]	4.0	6.0	7.0	9.0	10.0
Hőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]	950.0	980.0	1010.0	1100.0	1250.0
Expozíciós idő [min]	8.0	1.0	1.0	2.0	8.0
Intenzitás [ $\text{MW}/\text{m}^2$ ]	1.9	2.9	3.3	4.3	4.8
Dózis [ $\text{MWmin}/\text{m}^2$ ]	15.2	2.9	3.3	8.6	38.4
<b>Tömőanyag: 14 <math>\mu\text{m}</math> – előmelegítés nélkül</b>					
Teljesítmény [W]	–	8.0	9.0	10.0	10.0
Hőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]	–	1040.0	1100.0	1250.0	1250.0
Expozíciós idő [min]	–	1.0	1.0	1.0	8.0
Intenzitás [ $\text{MW}/\text{m}^2$ ]	–	3.8	4.3	4.8	4.8
Dózis [ $\text{MWmin}/\text{m}^2$ ]	–	3.8	4.3	4.8	38.4
<b>Tömőanyag: 19 <math>\mu\text{m}</math> – előmelegített</b>					
Teljesítmény [W]	–	7.0	8.0	8.0	10.0
Hőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]	–	1010.0	1040.0	1040.0	1250.0
Expozíciós idő [min]	–	2.0	2.0	8.0	8.0
Intenzitás [ $\text{MW}/\text{m}^2$ ]	–	3.3	3.8	3.8	4.8
Dózis [ $\text{MWmin}/\text{m}^2$ ]	–	6.6	7.6	30.4	38.4
<b>Tömőanyag: 107 <math>\mu\text{m}</math> – előmelegítés nélkül</b>					
Teljesítmény [W]	–	6.0	9.0	10.0	10.0
Hőmérséklet [ $^{\circ}\text{C}$ ]	–	980.0	1100.0	1250.0	125
Expozíciós idő [min]	–	1.0	4.0	4.0	4.0
Intenzitás [ $\text{MW}/\text{m}^2$ ]	–	2.9	4.3	4.8	4.8
Dózis [ $\text{MWmin}/\text{m}^2$ ]	–	2.9	17.0	19.2	19.0

2. táblázat Halmazállapot-változást előidéző lézer paraméterek

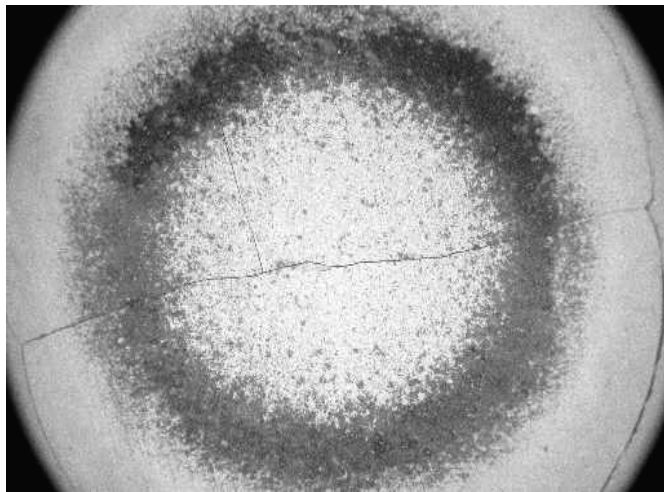
#### Jelölések:

1. Elváltozás nem detektálható: porcelán nem sérül, anyag nem módosul.
2. Olvadás kezdete.
3. Üvegesedés beindul.
4. Üvegesedett, magas reflexiójú réteg keletkezése.
5. Üvegesedett felület átmérője eléri maximumát.

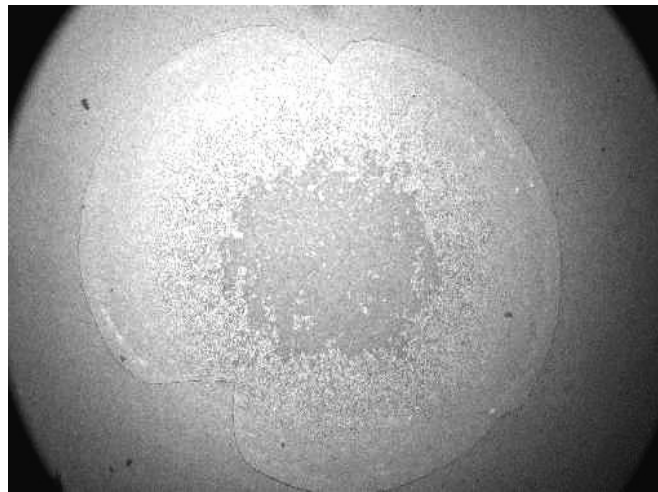
## Melléklet

Lézer – anyag kölcsönhatás mikroszkopikus elemzése I.

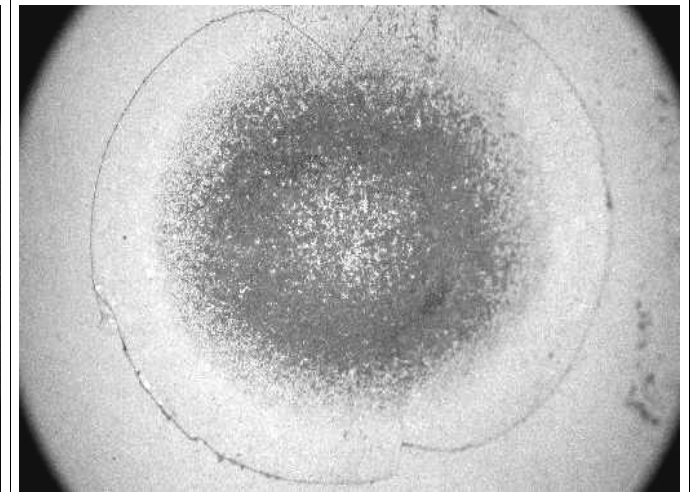
mérték: 300  $\mu\text{m}/\text{cm}$



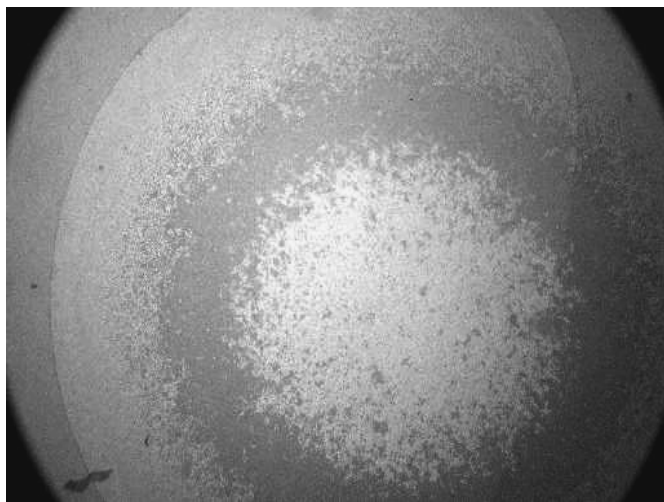
**1. kép** Besugárzás hatására kialakult struktúra



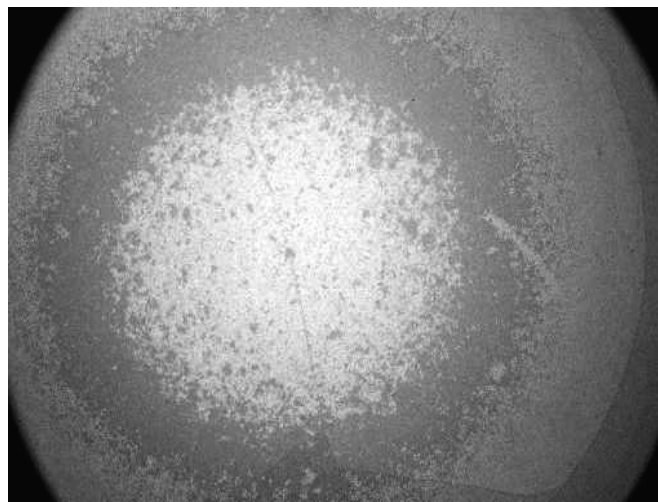
**2. kép** Koncentrikus gyűrű-rendszer



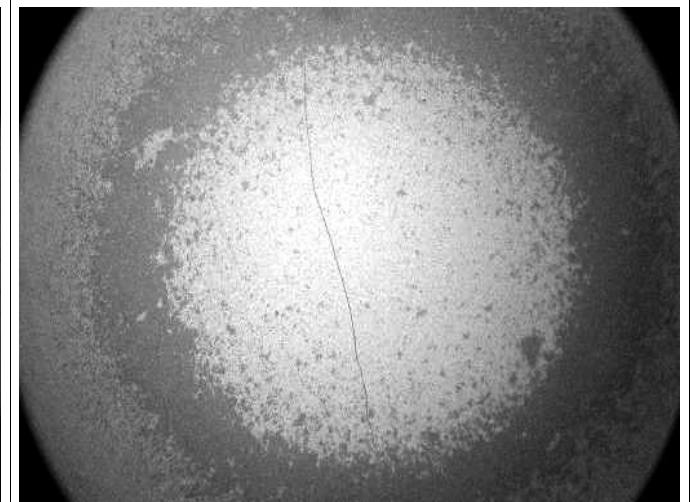
**3. kép** Olvadás kezdete (máz)



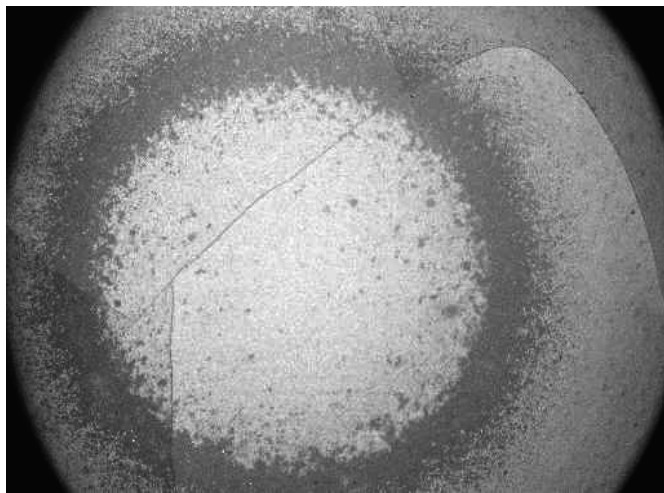
**4.a kép** Hasonló eredményű paraméter-kombinációk



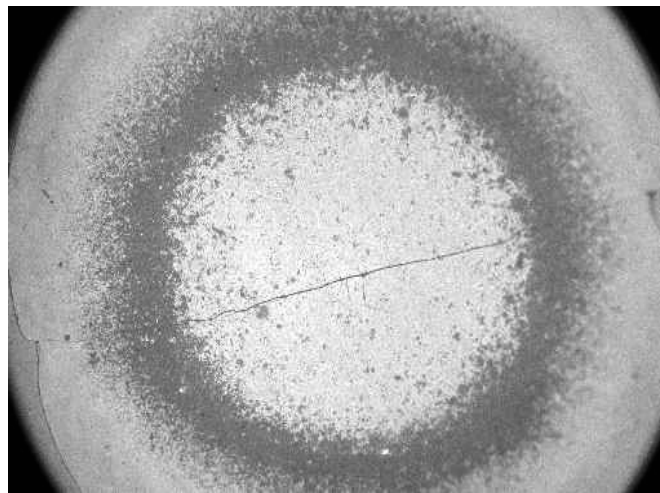
**4.b kép** Dózis: 10W/4 (máz)



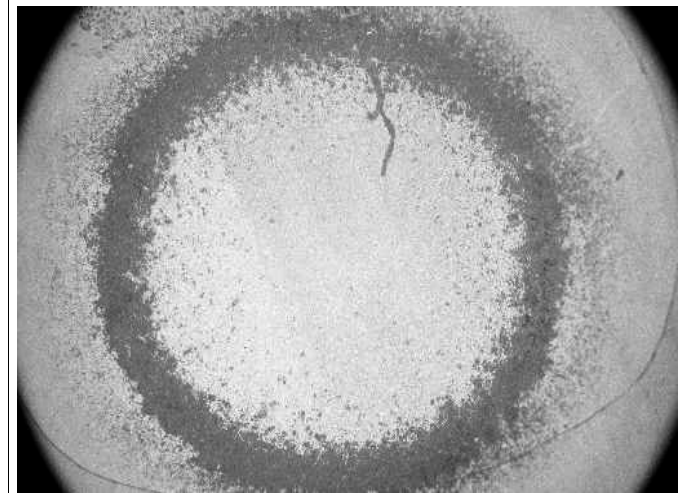
**4.c kép** Dózis: 10W/8min (máz)



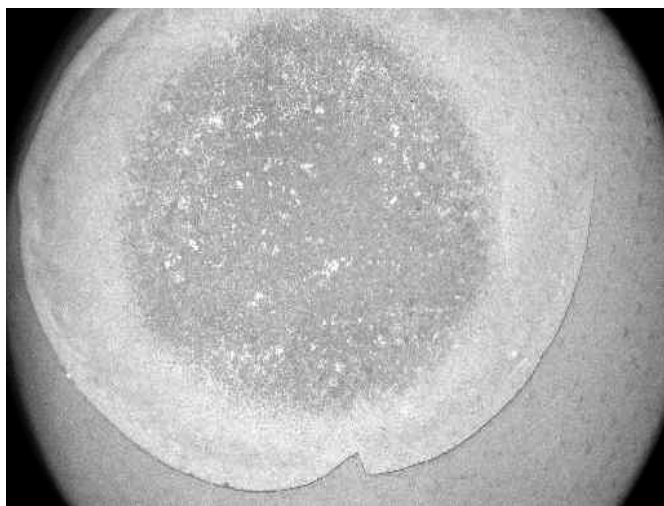
**5. kép** Repedés (előmelegítés nélkül)



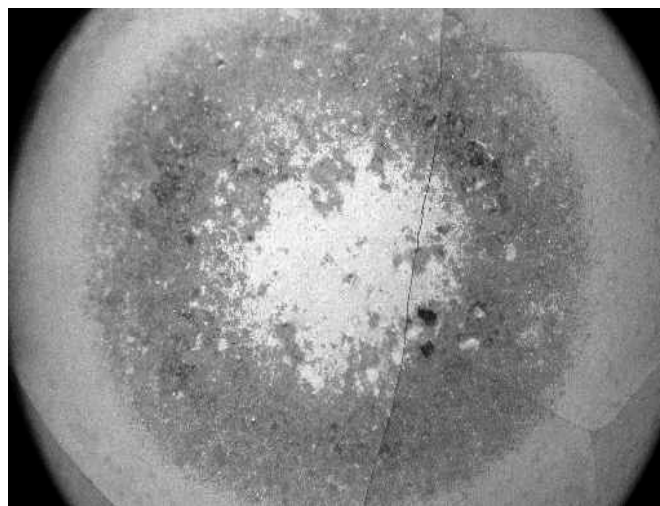
**6. kép** Hajszálpredés (előmelegített)



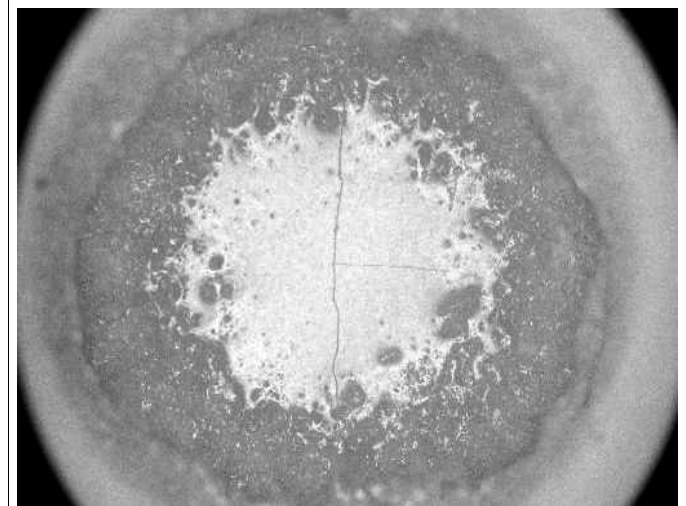
**7. kép** Repedés-mentes belső gyűrű (előmelegített)



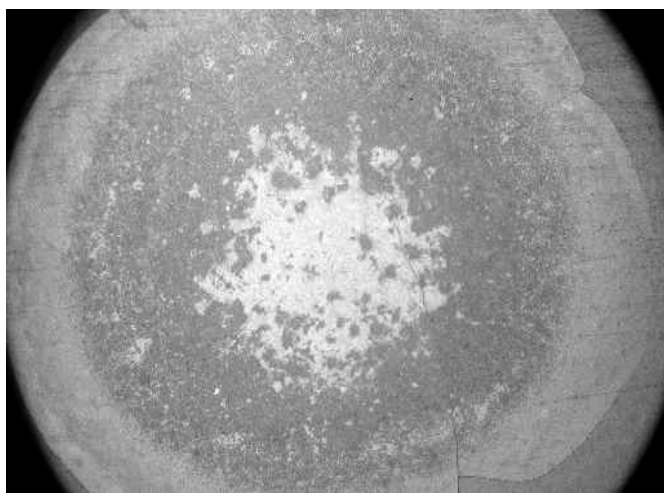
**8. kép** Olvadás kezdete



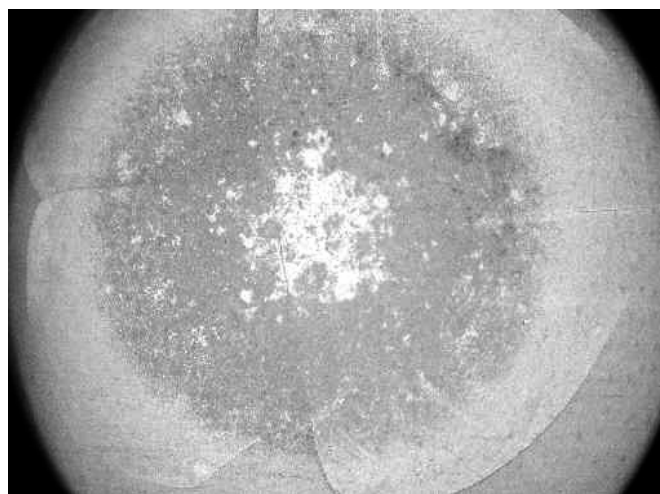
**9. kép** Üvegesedés



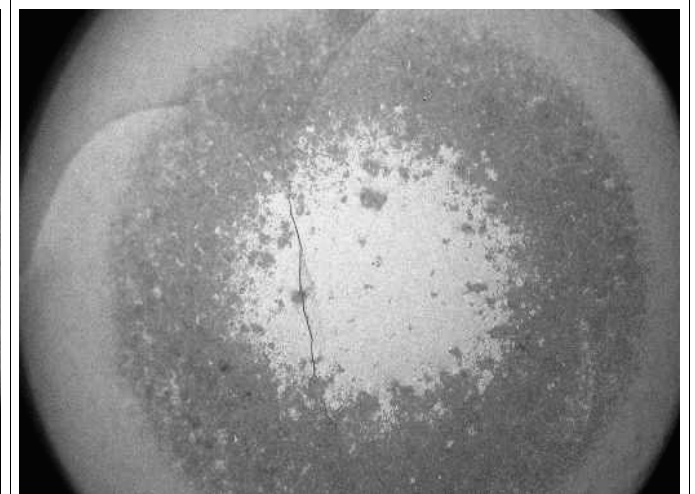
**10. kép** Üvegesedett tömőanyag



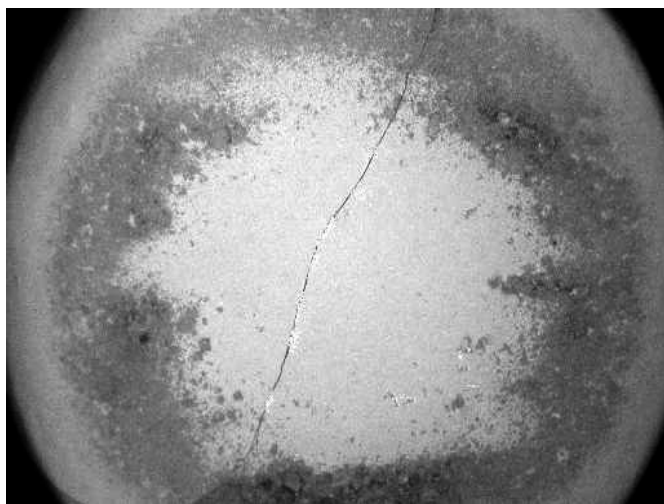
**11.a kép** Felületi feszültség hatása [107 $\mu\text{m}$ ]



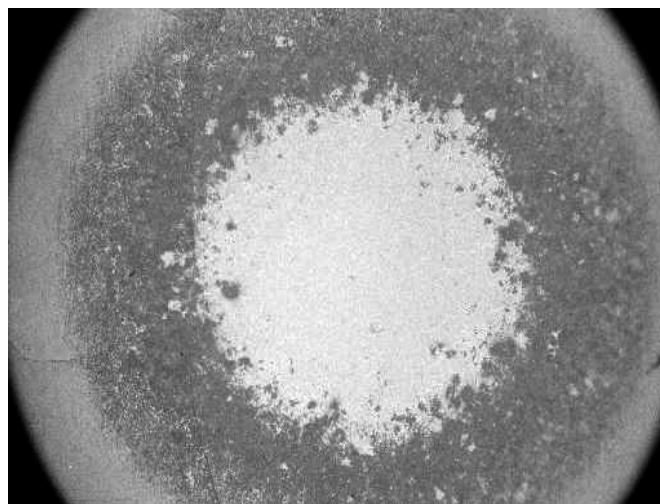
**11.b kép** B-gyűrű átmérője csökken



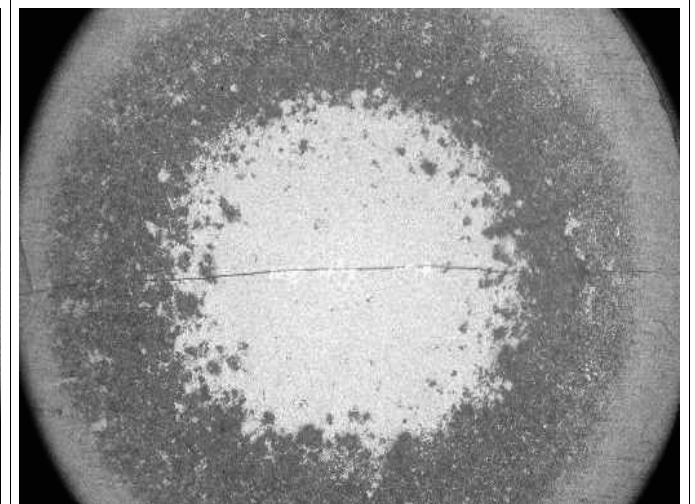
**11.c kép** Üvegesedés folytatódik



**11.d kép** Egyenletesen üveges felszín



**12. kép** Üvegesedés



**13. kép** Üvegesedett tömőanyag

## Irodalomjegyzék

- [1] J. Xie, A. Kar, *Appl. Phys.* **81** 3015 (1997)
- [2] A. Ancona, V. Spagnolo, P. M. Lugarà, M. Ferrara, *Appl. Opt.* **40** 6019 (2001)
- [3] K.R. Kim, D. F. Farson, *J. Appl. Phys.* **89** 681 (2001)
- [4] W. Dermtröder, *Laser Spectroscopy* (Springer, Berlin, 1996)
- [5] SYNRAD Series 48 Lasers *Operator's Manual* <http://www.synrad.com>
- [6] Kissné Eröss K., *Az infravörös spektroszkópia analitikai alkalmazása* (MÜK, Bp., 1974)
- [7] Holly S., dr. Sohár P., *Infravörös spektroszkópia* (MÜK, Bp., 1968)

## **Köszönetnyilvánítás**

Ezúton mondok köszönetet témavezetőmnek, dr. Osvay Károly egyetemi docensnek a beszámoló megírása és a kísérleti munka során nyújtott segítségért.

Köszönet illeti dr. Berkesi Ottó egyetemi docent (Fizikai Kémiai Tanszék), aki hasznos ötleteivel az infravörös spektroszkópiai mérések során mindig segítségemre volt.

Köszönöm dr. Hilbert Margit egyetemi adjunktusnak, dr. Tóth Zsolt tudományos főmunkatársnak és dr. Ignác Ferenc tudományos segédmunkatársnak, hogy a digitális felvételek elkészítésében szerzett tapasztalataikat megosztották velem.

Végül, de nem utolsósorban köszönöm dr. Szörényi Tamás tudományos főmunkatársnak, hogy az anyagtudományban szerzett tapasztalataival segítette munkánkat valamint a TeWaTi Lézerlaboratórium munkatársainak, akiktől a mindennapos beszélgetések során hasznos szakmai tanácsokat kaptam.

Külön köszönöm Csatári Mártának a hőmérséklet-eloszlási méréseknél nyújtott segítséget.