SPIS TREŚCI

W skrócie	3
Od redakcji	5
Profesor Zbigniew Lorkiewicz (Prezes Oddziału PAN w Lubiinie) - Pro memoria Profesor Bolesław Wojciechowicz - doktor honoris causa Politechniki Poznańskiej	. 7 . 9
Nauka i technika	
Waldemar Scharf, Wioletta Wieszczycka Particle accelerators for industrial processing (part 1)	10
Zdzisław Kozak, Miłosław Kozak, Jerzy Merkisz Emisja polichloropochodnych dioksyn i furanów (PCDD/F) w spalinach silnikowych Emission of polychlorinated dioxins and furans (PCDD/F) with exhaust gases	26
Józef Kuczmaszewski, Krzysztof Kujan Statystyczna analiza tolerancji Statistical analysis of tolerance	42
Krzysztof Głuch, Anna Bajuk, Leszek Michalak Spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu jonów w Zakładzie Fizyki Stosowanej UMCS The time of flight mass spectrometer in the Division of Applied Physics of Maria Curie-Skłodowska University	54
Jerzy Józwik Termograficzna ocena rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas skrawania ortogonalnego Thermographic evaluation of temperature distribution on workpiece surface during orthogonal machining	64
III Sesja naukowa "Fizyka w Zastosowaniach"	
Stanisław Hałas, Jarosław Nowak, Tomasz Durakiewicz Stabilizator napięcia jako kontroler temperatury włókna w spektrometrze mas ze źródłem termoemisyjnym Voltage stabilizer as a temperature controller in thermal ionization mass spectrometer	79
Elżbieta Jartych	
zastosowanie spektroskopii efektu Mössbauera w badaniu materiałów otrzymywanych poprzez syntezę mechaniczną	
Application of the Mössbauer spectroscopy in the investigation of materials prepared by mechanosynthesis	85

SPIS TREŚCI

Ryszard Walczak, Wojciech Mazurek, Piotr Baranowski	
Zastosowanie termografii w różnych dziedzinach nauki i techniki	
Application of thermography in different branches of science and technology	94
Zdzisław Wroński	
Oddziaływanie plazmy wyładowań jarzeniowych z powierzchnią ciała stałego	
Interaction of a glow discharge plasma with a solid surface	. 104
Jarosław Sikora	
Precyzja pomiaru ilorazu m/e metodą dwuhallotronową w spektrometrze mas z wybieraniem magnetycznym	
Precision m/e ratio measurement based on two Hall probes method	
in a magnetically scanned mass spectrometer	. 114
Grzegorz Bartnik, Andrzej Bieganowski	
Akredytacja laboratoriów - wymóg nauki i rynku	
Accreditation of laboratories - science and market requirements	. 118
Aktualności PAN Oddział w Lublinie	
Andrzej Bieganowski	
Posiedzenie Komisji Fizyki Stosowanej i Techniki powołanej przy Oddziale PAN w Lublinie	. 126
Andrzej Bieganowski	
III Sesja Naukowa "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH"	. 127
Informacje o programach Unii Europejskiej	
Andrzej Stępniewski	
Europejskie stypendia indywidualne Marii Curie	. 128
Andrzej Stępniewski	
Nowa propozycja udziału w grantach europejskich	. 129
Ośrodki naukowe i przemysłowe	
Uminova Center, Sweden	. 131

SCHARF W., WIESZCZYCKA W.: Particle accelerators for industrial processing; EiN nr 2-3/2001, s.10-25.

The applications of over 1000 electron beam (EB) accelerator processors used recently worldwide span technological fields from material modification to medical sterilization and food processing.

KOZAK Z., KOZAK M., MERKISZ J.: Emisja polichloropochodnych dioksyn i furanów (PCDD/F) w spalinach silnikowych; EiN nr 2-3/2001, s.26-41.

W referacie podano chemiczną i toksykologiczną charakterystykę polichloropochodnych dioksyn i furanów (PCDD/F) oraz przyczyny obecności tego rodzaju związków w spalinach silników ZI i ZS. Omówiono dotychczasowy stan wiedzy o wielkości emisji PCDD/F z tych źródeł oraz przypuszczalny mechanizm tworzenia się tych związków w procesie roboczym silnika spalinowego. Według przedstawionego własnego poglądu w mechanizmie tym przypisano główną rolę syntezie PCDD/F "de novo", w której kluczową rolę odgrywa arin nazywany benzinem. Sformułowano tezę o konieczności eliminacji z paliw nie tylko $Pb(C_2H_3)_4$, ale przede wszystkim wszelkich związków chlorowców i to zarówno z benzyn, jak też z olejów napędowych i olejów silnikowych.

KUCZMASZEWSKI J., KUJAN K.: Statystyczna analiza tolerancji; EiN nr 2-3/2001, s.42-53.

W artykule omówiono podstawowy tolerowania wymiarów części maszyn oraz zasady statystycznej analizy tolerancji wymiarów. W statystycznej analizie tolerancji uwzględniono podstawowe parametry określające stabilność procesu technologicznego. Do tych parametrów zaliczono odchylenie od symetrii i koncentrację. Analizę statystyczną przeprowadzono dla pięciu przypadków niestabilności procesu, wyznaczając tolerancję rzeczywistą oraz prawdopodobieństwo wstąpienia błędu I-go rodzaju dla określonej tolerancji konstrukcyjnej.

GŁUCH K., BAJUK A., MICHALAK L.: Spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu jonów w Zakładzie Fizyki Stosowanej UMCS; EiN nr 2-3/2001, s.54-63.

Spektrometria mas oparta na pomiarze czasu przelotu jonów jest obecnie szeroko stosowaną techniką ich rozdzielania. Główne zalety takich spektrometrów to praktycznie nieograniczony zakres analizowanych mas, stosunkowo prosta konstrukcja oraz możliwość detekcji ciężkich molekuł. Praca przedstawia rozwiązania konstrukcyjne i parametry pomiarowe spektrometru mas z pomiarem czasu przelotu jonów zbudowanego w Zakładzie Fizyki Stosowanej Instytutu Fizyki UMCS.

JÓZWIK J.: Termograficzna ocena rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas skrawania ortogonalnego; EiN nr 2-3/2001, s.64-78.

W artykule poruszono zagadnienia związane z szeroko rozumianymi oddziaływaniami ciepła generowanego w strefie skrawania na przedmiot obrabiany. W nowym ujęciu przedstawiono analizę rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas procesu skrawania. Wskazano na możliwość wykorzystania techniki termograficznej do analizy zjawisk cieplnych towarzyszących skrawaniu materiałów a w szczególności ich wpływu na dokładność wymiarową po obróbce.

HAŁAS S., NOWAK J., DURAKIEWICZ T.: Stabilizator napięcia jako kontroler temperatury włókna w spektrometrze mas ze źródłem termoemisyjnym; EiN nr 2-3/2001, s.79-84.

W pracy opisano zastosowanie prostego stabilizatora szeregowego napięcia do kontrolowania temperatury włókna, T_p , w termoemisyjnym źródle jonów spektrometru masowego. Napięcie na włóknie, V_p jest mierzone za pomocą pary przewodów dołączonych wewnątrz źródła jonów równolegle do pary przewodów służących do grzania włókna. Pokazano, że wartość V_p jest wprost proporcjonalna do T_p w szerokim zakresie temperatur. Wartość T_p jest kontrolowana jedynie wartością napięcia referencyjnego, V_p , które może być wybieraThe performance level achieved by the main manufacturers is demonstrated by some selected parameters of processors in the energy range from 0.1 MeV to 10 MeV. The design of the new generation of low cost compact in-line and stand-alone accelerators is discussed.

KOZAK Z., KOZAK M., MERKISZ J.: Emission of polychlorinated dioxins and furans (PCDD/F) with exhaust gases; EiN nr 2-3/2001, s.25-41.

In this paper it was presented chemical and toxicological characteristics for polychlorinated dioxins and furans as well described the reasons of presence of these compounds in exhaust gas of sparkignition and compression-ignition engines. It was treated of a knowledge state existing hitherto of the PCDD/F emission quantity from such sources and of a compound formation mechanism supposed during the internal combustion engine working cycle. In accordance with the author's own opinion represented the part of great weight in this mechanism was attributed to the PCDD/F synthesis "de novo", in which arine called benzine would be the most important component. A proposition was submitted, that not only Pb(C_2H_3)₄ but also first and foremost all halogen compounds would have to be eliminated from gasoline as well as from diesel and motor oils.

KUCZMASZEWSKI J., KUJAN K.: Statistical analysis of tolerance; EiN nr 2-3/2001, s.42-53.

The paper indicates the grounds for tolerating machine elements' dimensions as well as presents principles of statistical analysis of dimensional tolerance. Statistical analysis of tolerance comprises basic parameters defining stability of technological process such as deviation from the symmetry and concentration. The analysis was carried out for 5 cases of process instability, indicating real tolerance and probability of occurring type 1 error for a specified structural tolerance.

GŁUCH K., BAJUK A., MICHALAK L.: The time of flight mass spectrometer in the Division of Applied Physics of Maria Curie-Skłodowska University; EiN nr 2-3/2001, s.54-63.

Time of flight mass spectrometry (TOF-MS) is a common technique used to resolve mass difference of ions. The main advantages of such systems are practically unlimited mass range, straightforward construction and possibility of high masses of molecules detection. This work presents construction and measurement parameters of the time of flight mass spectrometer built in the Division of Applied Physics, Institute of Physics, Maria Curie-Skłodowska University.

JÓZWIK J.: Thermographic evaluation of temperature distribution on workpiece surface during orthogonal machining; EiN nr 2-3/2001, s.64-78

In this article questions connected with widely understood interactions of heat generated in machining area on workpiece were raised. The analysis of temperature distribution on surface of workpiece during machining process was presented in new formulation. Possibility of usage of thermographic technique for analysis of heat effects concomitant with machining of materials was indicated, in particular their effect on dimensional accuracy after machining.

HAŁAS S., NOWAK J., DURAKIEWICZ T.:Voltage stabilizer as a temperature controller in termal ionization mass spectrometer; EiN nr 2-3/2001, s.79-84.

We describe the use of a simple voltage stabilizer that controls filament temperature, T_{r} , in the ion source of a thermal ionization mass spectrometer (TIMS). The filament voltage, V_{r} , is measured by means of a separate pair of wires connected inside of the ion source in parallel to the wires supplying power. It has been demonstrated that V_r is directly proportional to T_r in a wide range of filament temperature. The T_r value is solely controlled by the reference voltage, V_r , which can be manually selected from a voltage divider or by means ne ręcznie z dzielnika napięcia lub za pomocą komputera. Opisane urządzenie jest stosowane w spektrometrze mas służącym do analizy zawartości potasu metodą rozcieńczenia izotopowego.

JARTYCH E.: Zastosowanie spektroskopii efektu Mössbauera w badaniu materiałów otrzymywanych poprzez syntezę mechaniczną; EiN nr 2-3/2001, s.85-93.

Nowe materiały otrzymywane poprzez syntezę mechaniczną są przedmiotem intensywnych badań. Metoda syntezy mechanicznej pozwala wytwarzać różne fazy nierównowagowe, takie jak: przesycone roztwory stałe, nanostruktury, fazy metastabilne krystaliczne i quasikrystaliczne oraz materiały amorficzne. Spektroskopia efektu Mössbauera jest bardzo użytecznym narzędziem w badaniu tych materiałów. W niniejszej pracy przedstawiono przykłady zastosowania spektroskopii efektu Mössbauera w badaniach żelaza syntetyzowanego mechanicznie z niklem i niobem oraz reakcji syntezy hematytu z aluminium.

WALCZAK R., MAZUREK W., BARANOWSKI P.: Zastosowanie termografii w różnych dziedzinach nauki i techniki; EiN nr 2-3/2001, s.94-103.

W artykule omówiono podstawy teoretyczne pomiaru temperatury radiacyjnej. Przedstawiono również zasadę działania systemu termograficznego AGEMA 880 LWB pracującego w zakresie 8-13 µm. Na podstawie kilkunastoletnich doświadczeń w pracy z tym systemem zaprezentowano kilka aplikacji termografii w różnych dziedzinach nauki i techniki.

WROŃSKI Z.: Oddziaływanie plazmy wyładowań jarzeniowych z powierzchnią ciała stałego; EiN nr 2-3/2001, s.104-113.

Oddziaływanie plazmy wyładowania jarzeniowego z powierzchnią ciała stałego ma wiele zastosowań w nowoczesnych technologiach elektroniki i w mechanice. Procesy składające się na to oddziaływanie są złożone i są ciągle w fazie badań podstawowych. Typowe spektra energetyczne ciężkich cząsteczek bombardujących ciało stałe wykazują charakter wykładniczy. Typowe koncentracje rozpylonych atomów w fazie plazmy są kilka rzędów mniejsze od koncentracji atomów gazu buforowego. Jednak natężenie linii widmowych emitowanych przez te atomy jest na poziomie natężenia linii gazu buforowego. Szczególne cechy wyświecania linii przez rozpylony materiał ciała stałego nie znajduje dotąd wyjaśnienia.

SIKORA J.: Precyzja pomiaru ilorazu m/e metodą dwuhallotronową w spektrometrze mas z wybieraniem magnetycznym; EiN nr 2-3/2001, s.114-117.

W pracy zostało przedstawione urządzenie do identyfikacji rodzaju prądu jonowego w spektrometrach z wybieraniem magnetycznym. W opisanym urządzeniu sygnał napięciowy będący miarą ilorazu m/e został uzyskany za pomocą dwóch hallotronów umieszczonych w szczelinie elektromagnesu. Wyniki badań eksperymentalnych potwierdzają korzystne właściwości metrologiczne (precyzję) opracowanego urządzenia.

BARTNIK G., BIEGANOWSKI A.: Akredytacja laboratoriów - wymóg nauki i rynku; EiN nr 2-3/2001, s. 118-125.

W pracy przedstawiono zagadnienia związane z akredytacją laboratoriów badawczych i/lub wzorcujących według normy ISO/IEC 17025:1999. Wymagania związane z akredytacją laboratorium są sprawdzonym narzędziem doskonalenia zarządzania laboratorium i wiarygodności uzyskiwanych wyników. Z punktu widzenia klientów fakt akredytowania jest jednoznaczną informacją, że laboratorium jest kompetentne w zakresie akredytowanych usług i dzięki temu ma szansę na zwiększenie ilości zleceń. Z naukowego punktu widzenia standaryzacja badań/wzorcowań wynikająca z akredytacji podnosi rzetelność rezultatów prac naukowych i umożliwia porównywanie uzyskanych wyników pomiędzy różnymi laboratoriami. of a computer. The temperature controller described here is succesfully applied for analysis of potassium concentration by the isotope dilution method.

JARTYCH E.: Application of the Mössbauer spectroscopy in the investigation of materials prepared by mechanosynthesis; EiN nr 2-3/2001, s.85-93.

New materials prepared by mechanosynthesis are the subjects of very intensive research. Mechanosynthesis is the method allowing to obtain various non-equilibrium phases, such as supersaturated solid solutions, nanostructures, metastable crystalline and quasicrystalline phases and amorphous materials. Mössbauer spectroscopy is a very useful tool for the investigation of these materials. In this paper are presented examples of the application of the Mössbauer spectroscopy in the investigation of the iron mechanosynthesized with nickel and niobium and of the reaction of hematite with aluminium are described.

WALCZAK R., MAZUREK W., BARANOWSKI P.: Application of thermography in different branches of science and technology; EiN nr 2-3/2001, s.94-103.

In this paper the theory of radiation temperature measurement has been discussed. The principle of operation of thermographic system AGEMA 880LWB working in the range 8-13 µm has been presented. Several years of experiences with this system were the base for presenting some applications of thermography in different branches of science and technology.

WROŃSKI Z.: Interaction of a glow discharge plasma with a solid surface; EiN nr 2-3/2001, s.104-113.

The glow discharge plasma-solid surface interaction is often used in modern technologies of electronics or mechanics. Processes consisting of this interaction, e.g. sputtering, are complex and are still under fundamental studies. Typical energy spectra of heavy particles bombarding solid show exponential character. Typical calculated concentration of solid atoms sputtered to the plasma phase are few order lower than those of buffer gas. However intensities of optical lines emitted by sputtered atoms are at level of those of buffer gas. This particular character of sputtered atoms lighting has not yet full explanation.

SIKORA J.: Precision m/e ratio measurement based on two Hall probes method in a magnetically scanned mass spectrometer; EiN nr 2-3/2001, s.114-117.

In this paper the device for identification of the ion beams in a magnetically scanned mass spectrometer is considered. In the device described a voltage signal precisely matching the ratio m/e is obtained by means of two Hall probes placed into the gap of the electromagnet. Results of the experimental testing confirm the advantageous metrological properties (precision) of the recently developed device.

BARTNIK G., BIEGANOWSKI A.: Accreditation of laboratories - science and market requirements; EiN nr 2-3/2001, s. 118125.

The problem of accreditation system of testing and/or calibration laboratories according to ISO/IEC 17025:1999 standard is presented in the paper. Requirements referring to the laboratory accreditation are a verified tool for improving laboratory management and reliability of the results. From customer point of view accreditation is a clear and fully recognised confirmation that the laboratory is qualified to carry out accredited services. Owing to that fact it has a great chance to increase the number of orders. From scientific point of view standardisation of testing/calibration resulting from the accreditation increases the reliability of the results of scientific papers and allows to compare the results between various laboratories.

Szanowni Czytelnicy

Nagromadzone w ostatnim okresie materiały do kwartalnika "Eksploatacja i Niezawodność" sprawiły, że koniecznym stało się przygotowanie numeru podwójnego. I taki właśnie, obszerny numer 2-3/2001 mają Czytelnicy przed sobą.

Numer został podzielony na kilka działów tematycznych. Dział z artykułami recenzowanymi składa się tym razem z dwóch części - "Nauka i Technika" prezentującej pięć prac poświęconych przemysłowemu zastosowaniu akceleratorów, emisji dioksyn w silnikach spalinowych oraz kilku zagadnieniom związanym z analizą tolerancji wymiarowej w budowie maszyn, a także spektrometrii i analizie termograficznej. Druga część tego działu zawiera zbiór prac prezentowanych na III Sesji Naukowej "Fizyka w Zastosowaniach", która odbyła się w czerwcu bieżącego roku z inicjatywy współwydawcy naszego kwartalnika - Komisji Fizyki Stosowanej i Techniki PAN (Oddział Lublin). Ideą Sesji było między innymi zaprezentowanie możliwości zastosowania rezultatów prac fizyków w technice oraz promowanie kontaktów pomiędzy środowiskami techników i fizyków.

Zachowując tradycję zainicjowaną w poprzednim numerze kontynuujemy prezentowanie informacji o programach badawczych Unii Europejskiej przygotowywanych między innymi przy współpracy z Regionalnymi i Branżowymi Punktami Kontaktowym 5 Programu Ramowego Unii Europejskiej. Proponujemy również zapoznanie się z informacją o aktywnościach Uminova Center samodzielnej jednostki Uniwersytetu w Umea (Szwecja) zajmującej się między innymi transferem technologii oraz pozyskiwaniem partnerów do wspólnej pracy naukowo-badawczej i wdrożeniowej w Szwecji.

Bieżący numer rozpoczynamy prezentacją sylwetek dwóch postaci, z których doświadczeń, wiedzy i przychylności korzystało wielu przedstawicieli krajowych środowisk naukowych i przemysłowych. W pierwszym z tekstów żegnamy prof. Zbigniewa Lorkiewicza, zmarłego w czerwcu współzałożyciela i prezesa Oddziału PAN w Lublinie, zaangażowanego również w rozwój naszego kwartalnika. Druga notka biograficzna to prezentacja drogi zawodowej i osiągnięć prof. Bolesława Wojciechowicza, któremu składamy w ten sposób gratulacje oraz wyrazy uznania z okazji otrzymania doktoratu honoris causa Politechniki Poznańskiej.

Czerwiec bieżącego roku obfitował w wydarzenia niezwykle ważne dla kwartalnika. W miesiącu tym odbyło się bowiem inauguracyjne zebranie Rady Naukowej, która podjęła się opieki nad kwartalnikiem w kadencji 2001-2002 (fot. 1, fot. 2). W zebraniu zorganizowanym na Wydziale Mechanicznym Politechniki Lubelskiej udział wzięła większość członków. W czasie zebrania zapoznano się z informacją Redakcji o dotychczasowej działalności wydawniczej oraz z planami na przyszłość. W dyskusji podkreślono między innymi potrzebę wydawania czasopisma integrującego środowiska naukowe i przemysłowe, jakim w swoich założeniach jest "Eksploatacja i Niezawodność". Dyskusja członków Rady Naukowej w znacznej części poświęcona była również zakresowi tematycznemu artykułów prezentowanych w kwartalniku. Podkreślono tutaj, jako jak najbardziej uzasadnioną ideę publikacji prac z różnych, czasami pozornie oddalonych od siebie dziedzin. Większość wydawnictw o podobnym profilu ogranicza się z reguły do wąskiej grupy tematycznej. Zdaniem zebranych celowe jest jednak prezentowanie prac o zróżnicowanej tematyce, dającej czytelnikowi możliwość zapoznania się z badaniami naukowymi z wielu dziedzin. Zawsze jednak należy akcentować stronę praktyczną i perspektywę praktycznego wdrożenia wyników badań.



Fot. 1. Przewodniczący Rady Naukowej - prof. Andrzej Niewczas oraz prof. Elżbieta Skrzypek - Prorektor UMCS



Fot. 2. Członkowie Rady Naukowej (od lewej): dr hab. Tomasz Nowakowski (Politechnika Wrocławska), prof. Andrzej Kusz (AR Lublin), prof. St. Piasecki (Instytut Badań Systemowych PAN, Warszawa) oraz dr Eugeniusz Olearczuk (wiceprezes Zarządu Głównego PN-TTE)

W trakcie spotkania dokonano również wyboru przewodniczącego Rady Naukowej - został nim współzałożyciel kwartalnika - prof. Andrzej Niewczas. Wiceprzewodniczącym został prof. Leszek Michalak - reprezentujący Komisję Fizyki Stosowanej i Techniki Lubelskiego Oddziału Polskiej Akademii Nauk, sprawującej patronat naukowy nad naszym wydawnictwem. Sekretarzem Rady Naukowej został redaktor naczelny.

> Dr inż. Dariusz Mazurkiewicz Redaktor naczelny "EiN"

PROFESOR ZBIGNIEW LORKIEWICZ (prezes oddziału pan w lublinie) PRO MEMORIA

Profesor Zbigniew Lorkiewicz był współzałożycielem i pierwszym prezesem najmłodszego (siódmego w Polsce) Oddziału PAN w Lublinie, skupiającego 11 członków. Ponad trzyletnią funkcję prezesa pełnił do chwili śmierci, tj. do 6 czerwca 2001 roku. Był to bardzo pracowity okres Jego działalności, związany z lokalizacją siedziby, aktywnością organizacyjną i naukową Oddziału.

Dzięki usilnym staraniom Profesora i przychylności Władz UMCS, Od-

dział uzyskał pomieszczenia w budynku Wydziału Biologii i Nauk o Ziemi przy ul. Akademickiej 19 w Lublinie, pozwalające na normalne funkcjonowanie nowo powstałej placówki, zaś obsługę finansową Oddziału zabezpieczył Instytut Agrofizyki PAN w Lublinie.

Tyko dzięki dużej aktywność członków Oddziału, pomimo skromnego zatrudnienia w liczbie dwóch osób (na 1 i 1/2 etatu administracyjnego), możliwa była realizacja podstawowych zadań statutowych.

Przy Oddziale powołano 7 specjalistycznych komisji naukowych, niektóre z nich także w międzynarodowym składzie. Są to:

- Komisja Fizyki Stosowanej i Techniki,
- Komisja Polsko-Ukraińskich Związków Kulturowych,
- Komisja Medycyny Wsi,
- Komisja Chemii Plazmy Niskotemperaturowej,
- Komisja Biotechnologii,



-Komisja Filozoficzno-Przyrodnicza,

-Komisja Naukowo-Problemowa Motoryzacji i Energetyki Rolnictwa.

Udział w pracach Komisji, mających na celu szeroką wymianę myśli i upowszechnianie wiedzy na Lubelszczyźnie, w Polsce i poza granicami kraju, świadczy o dużym zainteresowaniu pracowników nauko wych działalnością Oddziału.

Profesor Lorkiewicz wykazał się dużą aktywnością i zaangażowaniem w integrację Lubelsko-Pu-

ławskiego Ośrodka Naukowego skupiającego 6 państwowych uczelni wyższych i 5 instytutów naukowo-badawczych. Integrująca rola Oddziału znalazła odzwierciedlenie w propozycji powołania Międzynarodowego Centrum Jakości Życia, którego zadaniem byłoby szkolenie studentów i absolwentów szkół wyższych oraz pracowników naukowych z różnych krajów (szczególnie Europy Wschodniej) w zakresie ochrony zasobów naturalnych, żywności i zdrowia oraz poznanie relacji środowisko-żywnośćzdrowie. Idea uzyskała szerokie poparcie placówek akademickich i naukowych Lublina i Puław, które to ośrodki zgłosiły następujące propozycje programowe:

- genetyczna modyfikacja mikroorganizmów;
- weterynaryjna toksykologia i higiena żywności;

- zdrowotny program edukacyjny zapobiegający chorobom społecznym (arterioskleroza, choroba wieńcowa, cukrzyca itp.);
- problemy degradacji i renaturalizacji obszarów bagiennych;
- przemiany składników mineralnych i organicznych w środowisku glebowym, zwłaszcza w miejscach zagrożonych (hot spots);
- zasoby i jakość wód a jakość życia, toksykologia wodna;
- jakość atmosfery i jej wpływ na organizmy żywe;
- wpływ degradacji ziemi (zakwaszenie, zanieczyszczenie, erozja) na jakość życia;
- ochrona i kształtowanie bioróżnorodności - rola rezerwatów przyrody i parków narodowych;
- praktyczne wykorzystanie odpadów miejskich, przemysłowych i rolniczych;
- zastosowanie fizyki do badań i oceny stanu środowiska glebowego i materiałów biologicznych.

Dzięki inicjatywie Profesora Lorkiewicza Oddział rozpoczął działalność wydawniczą w postaci Biuletynu Informacyjnego (5 numerów do 2001 r.), przedstawiającego, m.in. kronikę wydarzeń Oddziału oraz biogramy 18 nieżyjących wybitnych osobistości naukowych związanych z ośrodkiem lubelsko-puławskim.

Oddział wydaje także serię Zeszytów Naukowych dotyczących zagadnień prezentowanych na organizowanych konferencjach. Przejął również patronat nad dwujęzycznym (polsko-angielskim) kwartalnikiem "Eksploatacja i Niezawodność".

Posiedzenia Oddziału, organizowane przez Profesora w różnych jednostkach naukowych Lublina i Puław, miały na celu zapoznanie się z organizacją i problematyką prac tych jednostek. Na zebraniach Oddziału, oprócz bieżących spraw, miały miejsce autoprezentacje 5 wybitnych naukowców ośrodka lubelskiego.

Pod auspicjami i przy wsparciu finansowym Oddziału były organizowane liczne (27) konferencje naukowe zarówno środowiskowe i krajowe, jak i międzynarodowe.

Profesor Lorkiewicz duże znaczenie przywiązywał do rozwijania naukowych i kulturalnych kontaktów z Ukrainą i Białorusią.

Był członkiem Prezydium PAN, brał udział w posiedzeniach Środowiskowego Kolegium Rektorów Szkół Wyższych Lublina oraz w licznych imprezach naukowo-kulturalnych Ośrodka Lubelsko-Puławskiego godnie reprezentując Polską Akademię Nauk.

Dzięki swej aktywności i autorytetowi oraz zdolności nawiązywania kontaktów, Profesor Lorkiewicz przyczynił się do zaakceptowania i uznania ważnej roli Oddziału PAN, wynikającej z jego zadań statutowych, a więc:

- integracji życia naukowego regionu;
- popierania i prowadzenia prac naukowych ważnych dla terenu swego działania;
- reprezentowania PAN wobec organów władzy i administracji państwowej, samorządowej, organizacji społecznych i środowiska uczonych;
- pełnienia roli rzecznika środowiska naukowego na terenie działania Oddziału w stosunku do władz i centralnych organów PAN.

Jan Gliński

PROF. ZW. DR HAB. INŻ. BOLESŁAW WOJCIECHOWICZ DR H.C. DOŃSKIEGO PAŃSTWOWEGO UNIWERSYTETU TECHNICZNEGO W ROSTOWIE

W dniu 6 czerwca 2001 roku odbyła się uroczystość nadania tytułu doktora honoris causa Politechniki Poznańskiej prof. zw. dr hab. inż. Bolesławowi Wojciechowiczowi dr h.c. Dońskiego Państwowego Uniwersytetu Technicznego w Rostowie.

Profesor Bolesław Wojciechowicz urodził się 2 stycznia 1927r. w Postawach na Wileńszczyźnie. Rodzinie, a zwłaszcza ojcu - żołnierzowi J. Piłsudskiego, radzieckiemu więźniowi politycznemu i żołnierzowi gen. Andersa - zawdzięcza patriotyczne wychowanie. Ważne wydarzenia jego biografii to przyjazd w ramach repatriacji do Polski oraz podjecie studiów i zamieszkanie na stałe w Poznaniu. Za znaczące w swym życiu uważa również założenie rodziny.

Ukończył Szkołę Inżynierską w Poznaniu (1950), a następnie Politechnikę Poznańską (1955). W 1962r. uzyskał stopień doktora nauk technicznych, w 1968r. stopień doktora habilitowanego na Politechnice Krakowskiej, profesora nadzwyczajnego w 1972r. oraz profesora zwyczajnego w 1978r. Od 1950r. pracuje na Politechnice Poznańskiej; pełnił funkcje prorektora ds. nauki (1968-1972), rektora (1972-1981) i dyrektora Instytutu Maszyn Roboczych (1972-1980).

Od 1972 r. jest członkiem Komitetu Budowy Maszyn PAN (w latach 1993-1999 pełnił funkcję wiceprzewodniczącego), przewodniczącym Sekcji Podstaw Eksploatacji tego Komitetu. Bierze udział w pracach Centralnej Komisji ds. Tytułu Naukowego i Stopni Naukowych (1993-) oraz Rady Głównej Nauki i Szkolnictwa Wyższego (1982-1985



członek prezydium). Zasiada w radach naukowych wielu ośrodków, w kilku z nich pełni funkcje przewodniczącego. Jest przewodniczącym Rady Programowej kwartalnika Komitetu Budowy Maszyn PAN, członkiem wielu organizacji naukowych m.in. Poznańskiego Towarzystwa Przyjciciół Nauk (od 1972) oraz Polskiego Towarzystwa Tribologicznego (od 1994).

Przewodniczy od ponad 20 lat sądowi Konkursowemu Złotego Medalu Międzynarodowych Targow Poznańskich. Jego dorobek obejmuje ponad 100 publikacji (prac oryginalnych), około 100 ekspertyz i opinii; wypromował 18 doktorów, sprawował opiekę naukową nad kilkunastoma habilitantami. Uhonorowany Krzyżem

Komandorskim z Gwiazdą Orderu Odrodzenia Polski (1989), Medalem Komisji Edukacji Narodowej (1975) i innymi odznacze- niami. Otrzymał tytuł honorowy "Zasłużony Nauczyciel" (1977), jest doktorem honoris causa Dońskiego Państwowego Uniwersytetu Technicznego w Rostowie (1993).

Żonaty (Irena, lekarz dentysta), 2 córki (lekarz i informatyk), 4 wnuków. Jego hobby to wędkarstwo, pasjonuje się też turystyką.

Za swoje największe osiągniecie uważa utrzymywanie dobrych stosunków międzyludzkich w środowisku zawodowym. Do najwyżej cenionych wartości zalicza pracowitość, lojalność i życzliwość. W przyszłości chciałby uczestniczyć w rozwoju naukowym swoich wychowanków i współpracowników. Dużym szacunkiem darzy swych nauczycieli, prof. B.Orgelbranda i S.Ziembę.

> Na podstawie materiałów Biura Rektora Politechniki Poznańskiej

NAUKA I TECHNIKA

Waldemar Scharf Wioletta Wieszczycka

PARTICLE ACCELERATORS FOR INDUSTRIAL PROCESSING (PART 1)*

The applications of over 1000 electron beam (EB) accelerator processors used recently worldwide span technological fields from material modification to medical sterilization and food processing. The performance level achieved by the main manufacturers is demonstrated by some selected parameters of processors in the energy range from 0.1 MeV to 10 MeV. The design of the new generation of low cost compact in-line and stand-alone accelerators is discussed.

1. Introduction

1.1. Particle Accelerators Family

There are, unfortunately, no current world statistics on particle accelerators. Therefore, we have to resort to some more or less accurate estimations. The total world accelerator population for the year 1998 has been estimated by one of the authors at 13400 and breaks down as shown in Table 1.

National data of accelerators are compiled only in a small number of countries. For example, in Japan in 1982 there were in all 466 accelerators in operation, among which were included 3 synchrotrons, 3 synchrocyclotrons, 15 cyclotrons, 73 betatrons, 248 linear rf accelerators, and 38 van de Graaf accelerators. In 1996 there are in total 1035 accelerators (Table 2): 25 synchrotrons, 53 cyclotrons, 16 betatrons, 639 linear Tab. 1. Total world accelerator population (2000)

	CATEGORY OF ACCELERATORS	NUMBER IN USE
1)	High Energy Accelerators ($E > 1 \text{ GeV}$)	112 ¹⁾
2)	Radiotherapy	>5000
3)	Research Acc. incl. Biomedical Research	1000
4)	Medical Radioisotope Production	~200
5)	Accelerators for Radiation Industrial and Research Processing	>1500
6)	Ion Implanters incl. Surface Modification Centers	$\sim 7000^{2)}$
7)	Synchrotron Radiation Sources	~80
	TOTAL in 1998	~15000

¹⁾ Data after Catalogue of High Energy Accelerators, HEACC'92 (1)
 ²⁾ Data after G. A. Norton (2)

Tab. 2. Japanese family of accelerators as of March 31, 1997 (Data after Statistics on the Use of Radiation in Japan 1997) without ion implanters (1)

Category of Organization	Total	Hospitals	Educational	Research	Industrial	Other
	(Ratio %)	& Clinics	Organizations	Institutions	Firms	
Radiation Generators						
Total	1052	673	55	156	162	6
(%)	(100)	(64)	(5.2)	(14.8)	(15.4)	(0.6)
Cyclotrons	52(4.9)	17		16	18	1
Synchrotrons	25(2.4)		2	18	5	
Linear Accelerators	759(72.1)	624	6	44	81	3
Betatrons	14(1.3)	10		1	3	
Van de Graaf Acc.	52(4.9)		15	26	11	
Cockroft-Walton Acc.	97(9.2)		27	33	35	2
Transformer-type Acc.	23(2.2)		1	17	5	
Microtrons	29(2.8)	22	2		4	
Plasma Generators	1(0.1)			1		

*Part 2 will be printed in issue 4/2001

accelerators, 54 van de Graaf accelerators, 97 Cockroft - Walton accelerators, 25 transformer - type accelerators and 28 microtrons (1).

1.2. Beam Processing Parameters

A process accelerator is a machine intended for processing various materials with the use of electron beam (EB) radiation or after conversion with bremsstrahlung. Table 3 provides typical dose ranges used for radiation processing in various fields of application. The material under treatment is usually fed in the form of strips, sheets, blocks or packings.

Tab. 3. Dose requirements for various radiation technologies

RADIATION TECHNOLOGIES	DOSE		
KADIATION TECHNOLOGIES	REQUIREMENTS		
Sprout inhibition (potatoes, onions)	30 to 200 Gy		
Potable water cleanup	250 to 500 Gy		
Insect control (grain, fruits)	100 to 1000 Gy		
Food irradiation (spices, vegetable, fruits meat)	0,05 to 30 kGy		
Waste water disinfecting	0,5 to 1 kGy		
Fungi and mould control	1 to 3 kGy		
Municipal sludge disinfection	1 to 3 kGy		
Bacterial spore sterilization	3 to 10 kGy		
Sanitation	10 kGy		
Virus particle sterilization	10 to 30Gy		
Smoke scrubbing (SO_2 and NO_X)	10 to 30 kGy		
Aging of rayon pulp	10 to 30 kGy		
Sterilization of medical devices	10 to 35 kGy		
Polymerization of monomers	10 to 50 kGy		
Modification of polymers	10 to 250 kGy		
Sterilization of packaging material	25 kGy		
Crosslinking of wire cable	50 to 200 kGy		
insulation and plastic film	50 to 200 kGy		
Degradation of cellulosic materials	100 to 500 kGy		
Degradation of scrap Teflon [®]	0,5 to 1,5 MGy		

Polymer modification using accelerated electrons such as cross-linking of cable insulation, tubes, pipes and moldings, vulcanization of elastomers, grafting of polymer surfaces, processesing of foamed plastics and heat shrinkable materials have gained wide industrial acceptance. A steadily growing electron beam technology is curing of paints, laquers, printing inks and functional coatings.

Electron beam processing offers high productivity, the possibility to treat the materials at normal temperature and pressure, excellent process control and clean production conditions.

Numbers of high current electron beam (EB) processing installations are given in Table 4.

Absorbed dose ranges. From economical point of view, the most significant processes are 1) crosslinking, 2) medical sterilization, 3) radiation cure. In technological practice absorbed dose of the order of several tens of kilograys (several megarads) are used. They should be delivered to the product under treat-

Tab. 4. High current EB processing installations	(after
M. Cleland (4))	

Voltage Range [MeV]	Number of Units	Average Power [kW]
0,1 - 0,3	300	100
0,5 - 5,0	700	40
5,0 - 15	35	15
TOTAL	1035	

ment in the shortest possible time, i.e. in seconds. It is only then that the accelerator throughput can be matched to the particular line yield. This yield is, in fact, called accelerator throughput rate defined as amount of material per unit time irradiated by the accelerator with a predetermined dose. What is usually specified in surface treatment, is either the material area per one minute (m² min⁻¹) irradiated with a predetermined dose, e.g. 10 kGy (1 Mrad), or only the linear velocity v, the material stream which refers to the predetermined dose level and the given stream width w. It is usually expressed in m min⁻¹. Typically, the surface throughput rates nowadays range from several tens to several hundreds of m² min⁻¹. The linear throughput rates range also from several tens to several hundred m min⁻¹, although in high yield processors they may be as high as 1200 m min⁻¹.

The throughput of accelerators intended for bulk processing is usually determined by the number of kilograms or tons to be irradiated in one hour with a predetermined dose (kgh⁻¹ or t h⁻¹ for a dose of, e.g. 10 kGy, i.e. 1 Mrad). Typically, throughputs of this kind range from several thousand of kg h⁻¹. For materials in package form, for example, intended of sterilization, the throughput is expressed in terms of the volume of packages per unit time (e.g. m³ h⁻¹ or m³ year-1 for typical sterilization dose of 25 kGy or 2.5 Mrad).

In practice, the possibility of employing techniques requiring higher doses, i.e. those above 10 kGy (1 Mrad), is dependent on the dose rate, which is the basic parameter of a radiation processor. It determines the rate at which energy is delivered to the irradiated object and is equivalent to the dose rate produced by the machine. That is why it is usually expressed in terms of gray per second or by derivative units such as kGy s⁻¹ or MGy s⁻¹.

Fig. 1 gives the irradiation time as a function of dose rate for three main types of processors: 60 Co gamma sources, accelerator bremsstrahlung generators (X-ray) and electron generators. The curves represent two dose levels: 10 kGy (1 Mrad) and 100 kGy (10 Mrad), thus covering a typical range used in radiation processing. It can easily bee seen from Fig. 1 that the dose rates of the order of 10^2 - 10^6 Gy s⁻¹ (10^4 - 10^8 rad s⁻¹) can be achieved with electron accelerators.



Fig.1. Irradiation time as a function of dose rate

Therefore, the required doses can be delivered to the irradiated product in the period of seconds or even less than one second. In respect of the production throughput rate, electron processors predominate over any others types of radiation processors.

$$w_m = \frac{3600f}{D(kGy)} = \frac{360f}{D(Mrad)} \frac{kg}{kWh} = \frac{3155f}{D(Mrad)} \frac{t}{kW year}$$
 Eq. 1

When using a 1.0 kW power beam, whose energy is totally absorbed in the radiated material, an average dose of 10 kGy (1.0 Mrad) can be obtained in the amount of material of 360 kg h⁻¹. Thus, the throughput or production rate of a processor is given by where *f* is total radiation energy utilization coefficient; *D* is the mean absorbed dose in the product. Typically, *f* values range from 25 to 75%, strongly depending on the type of radiation employed and the shape and size of the product processed. For the beam power, P (kW), Eq. (1) becomes

$$w_m = \frac{360Pf}{D(Mrad)} \qquad (kg \ h^{-1}) \qquad Eq.2$$

For example, if the beam power is 100 kW, and coefficient f = 50%, then, using a technique which requires a dose of 10 Mrad, the mass throughput rate is $w_m = 1800$ kg h⁻¹.

2. High Voltage Process Accelerators

Figure 2 shows a basic schematic of a *high - volt-age processing accelerator*. It consists of a particle source, an accelerating chamber that ends with a window or target, a high - vacuum pump and hv generator.

This hv accelerator is a *single - stage machine* in which the maximum particle energy corresponds to the maximum voltage delivered by the generator. The voltages generated at present range from 100 keV to about 5 MeV.

The beam of accelerated particles is usually circular in cross-section and its diameter ranges from about 1 mm to several centimeters. The area of the material under treatment is as a rule much larger than the cross - section of the beam, and therefore the accelerator is equipped with a special device, called a scanner, which sweeps the beam.

The beam is swept transversely to the direction of the material displaced by means of a suitable conveyor. The swept beam is shown on the right - hand side of Fig. 2.



Fig.2. Radiation processing by means of a hv accelerator with linear cathode (left - hand side) and beam scanning device, i.e. scanner (right hand side).

In order to avoid the troublesome sweep the beam construction of process accelerators have been developed with a *linear or planar cathode*. The length of this cathode corresponds to the width of the material to be irradiated (left hand - side of Fig. 2). Thus, the effective width of the *treatment zone*, w, in Fig. 2 becomes larger. This system, however, is appropriate only for low beam energies, i.e., those not higher than 300 keV. Machines of this kind are referred to as *linear cathode accelerators*. The material under treatment may be irradiated from one side, usually from above, or from both sides as shown in Fig. 2. Hence, we can speak of accelerators for *one-side processing* and those for *double-side processing*.

Energy classification. Radiation process accelerators can be classified in three groups in respect to the energies used: 1) low - energy (low - voltage) machines: 100 to 300 (500) keV; 2) medium - energy: 300 keV to 5 MeV: 3) high - energy: 5 to 10 or 15 MeV.

Low energy electrons - up to 300 keV - are used extensively in a wide variety of industries - e.g. the thin film packaging and printing industries. E-beam curable coatings, adhesives, and inks are commonplace. The penetration of these electrons is low (Fig. 3a), so the use is specific to thin films, but their fast reaction time and versatility enables users to place the machines in-line and achieve quality products.

Medium energy machines - up to 5.0 MeV beam energy with higher penetrative ability (Fig. 3b) are used in processes such as polymer cross-linking and wire and cable insulation (Table 12).



Fig. 3. Depth dose distribution curves for one-sided irradiation with electron beam: a) electron energy ranges 150-250 keV, b) electron energy range 3-14 MeV

High energy machines have energies up to more than 10 MeV. At this energy electrons achieve a high penetration of material (Fig. 3b). The uses of the high energy electron beam equipment include sterilization of single-use medical items - gloves, syringes, catheters, etc., cross-linking of polymers, sterilization of hospital waste, and food ionization, amongst others.

Depth dose distribution. Fig. 3 shows a typical depth dose distribution curve in flat material irradiated with high-energy electrons.

When the material is irradiated using a one-sided penetration approach, the part of the electron beam that penetrates beyond the equal-entrance-exit depth is essentially wasted. However, by irradiating from two opposite sides, we not only recover that energy, but also can handle thickness much greater than before (Fig 4). To determine the beam voltage needed for the product, read material thickness against energy for single-sided and two-sided irradiation approaches (Fig. 5).



Fig. 4. Depth dose distribution for two-sided irradiation with 1 MeV electrons



Fig. 5. Material thickness for one-sided irradiation (curve (1)) and two-sided irradiation (curve (2)) versus beam energy

Currently, electron treatment is considered to be most efficient method of radiation processing. The electron energy of over 10 MeV cannot, however, be employed because of the possibility of inducing radioactivity in the material to be processed. It is particularly undesirable in case of foodstuffs and medicines, for which special is needed if the energy of 10 MeV is to be exceeded. Thus the above energy value is used to determine the maximum area-weight of material processed. For example, if irradiated with 12 MeV electrons the maximum area-weight of material is 4.44 g cm⁻², and for two-sided irradiation, it can be as high as 10 g cm⁻². If, however, the product is to be processed in bulk (because of the packing), harder gamma or bremsstrahlung must be employed. For example, when a ⁶⁰Co source is used with gamma energies of 1.17 and 1.33 MeV, the maximum area - weight range for two-sided irradiation is 20 g cm⁻².



Box dimension, cm

Fig. 6. Two sided penetration of medical products for 2-10 MeV electron beam and X-ray after conversion to bremsstralung

3. Low Energy Accelerators

In accordance with the previously mentioned classification of accelerators, low-energy or low-voltage processors operate in the energy range between 100 and 300 keV. In view of the low penetration capability of electrons in this energy range, low-voltage accelerators are intended exclusively for surface treatment in the weight-area range from about 50 to about 400 g m⁻². Depending on their construction, they can be classified into linear or planar cathode accelerator and scanning accelerators.

Electrocurtain System. The concept of using an elongated cathode for producing a wide, low-energy electron beam without scanning was introduced in early 1970s by Energy Science Inc. [F1]. These Electrocurtains are mainly used for high-speed curing of inks and coatings on heat-sensitive substrates, but some have been adapted to the sterilization of packaging materials for medical products. Energy Iwasaki Electric Company, Ltd. (1988) now owns Science, Inc.

Electrocurtain System is a typical linear cathode processor. Its block diagram is given in Fig. 7. The upper part of the head contains the accelerating chamber proper (Fig. 7a). A heated linear cathode made of tungsten emits electrons. In the latest models, denoted by EPZ (Extended Process Zone), two to four parallel cathodes are installed (Fig. 7 shows two cathodes). The accelerating system is supplied with an hv ranging from 120 to 300 kV. This cathode or in other words, the electron gun operates at a high voltage, while the anode, which forms the external envelope of accelerating chamber, is grounded. A vacuum of less than 10^{-5} mbar exists in the chamber through a thin 12 mmthick titanium foil window which allows 80 percent of the total number of electrons in the beam to reach the product process zone. To ensure that the window has a long life a cooling system is employed.

The process chamber proper is located in the lower part of the head (Fig.7a). Its construction is determined by the fact that a large number of surface treatment techniques must require an atmosphere of nitrogen that acts as protective gas. If the material to be treated is in the form of flexible strip, the chamber ensures that the level of harmful oxygen in the air is less than 500 ppm for production rates of up to 300 m min⁻¹.

The head is housed in a shielding which fully protects against any radiation. The mean annual dose to the personnel is about 16.3 mrem, i.e., approx. 10 per cent of the dose from natural sources of radioactivity.



^{Fig. 7. Electrocurtain System with linear cathode} (ESI) [F1] for surface radiation processing:
a) construction of head assembly with accelerating chamber, b) view of head assembly

				Accelerator Type		
		7969 ¹⁾	7964 ²⁾	7966 ³⁾	7954 ⁴⁾	7953 ⁵⁾
Voltage [k]	V]	150-300	150-200	125-200	120-200	125-150
Dose/Speed	1	1 Mrad at 525 m min ⁻¹ , 1200 m/min max	1 Mrad at 1050m min ⁻¹ , 1200 m/min max	1 Mrad at 600 m min ⁻¹ typical, 1200 m/min max	1 Mrad at 1075 m min ⁻¹ typical, 1200 m/min max	1 Mrad at 1200 m min ⁻¹
Beam Uniformity [%]	cross web	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
	down web	5	5	5	5	5
Yield Valu Determinat	e ion	1.42 Mrad.ppm mA ⁻¹	2.1 Mrad.ppm mA ⁻¹	1.3 Mrad.ppm mA ⁻¹	1.4 Mrad ±0.4 Mrad.ppm mA ⁻¹	3.13 Mrad.ppm mA ⁻¹
Product Wi	dth	165 cm typical, 225 cm maximum	120 cm	150 cm typical, 225 cm maximum	180 cm typical, 225 cm maximum	75 cm
Product Type		Web, 0.90 mm to 3 mm thick	Web, 0.025 mm to 0.40 mm	Web, 0.025 mm to 0.40 mm	Web, 0.02 mm to 0.10 mm paper	Web, 0.025 mm to 0.40 mm typical

Tab. 5. Processing accelerators produced by ESI (Energy Science, Inc) (5)

¹⁾ Model EC 300/165/525 Type 7969;
 ²⁾ Model EC 200/120/1050 Cassette type 7964;
 ³⁾ Model EC 200/150/600 Drum type 7966;
 ⁴⁾ Model EC 200/180/1075 Type 7954;
 ⁵⁾ Model EC 150/075/1200 Cassette type 7963

Electrocurtain installations are 0.15 to 2 m long in the direction of the production line, which corresponds to the width of the product to be treated (w dimension in Fig 2). For a 70 % inhomogeneous depth dose (Fig. 3a), the useful range of the area-weight processed varies from 1 to 380 g m⁻² (300 kV). The upper limits of the above range are 120, 180 and 270 g m⁻² for the voltages of 175, 200 and 250 kV, respectively.

The accelerator throughputs for the dose of 10 kGy (1 Mrad) depend on the type of machine and range from 450 to 1600 m min⁻¹. For the ELECTROCUR-TAIN EPZ-2 and EPZ-3 models, they are 900 m min⁻¹, respectively. The energy efficiency is approx. 70 percent.

Fig. 8 represents ESI linear cathode system, type 7954. Some ESI accelerators performance characteristics are listed in Table 5.

In 1995, ESI introduced UV/EB thermal EB hybrid processing systems.



Fig. 8. ESI linear cathode system type 7954 (5)

LEA System. The so-called LEA accelerators use a linear tungsten filament as electron emitter but in contrast to other electron processors with similar characteristics, they do not employ any grid between cathode and anode. The acceleration takes place within the single potential gap formed by the cathode on high voltage and the exit window on ground. A cross sectional view of a typical LEA accelerator head is shown in Fig. 9.



Fig. 9. Cross sectional view of LEA acceleratos (Institute of Surface Modification, Leipzing, Germany); after R. Mehnert et al. (6)

Electrons emitted from the heated cathode are forced to move on trajectories illuminating homogeneously the exit window of the accelerator head. This can be achieved by using a cylindrical shaping electrode. The electron beam envelope can be adapted to the exit window dimensions by varying diameter and slit width of the shaping electrode and/or the diameter of the cylindrical accelerator head. At acceleration voltages above 120 kV this diode-type accelerator is working in the current saturation mode.

Some main characteristics of different LEA-type accelerators are summarized in Table 6. These accelerators are now manufactured by Polymer Physik, Tubingen [F2], a well-known manufacturer of scanning type low-energy accelerators.

As indicated in Fig. 10 LEA accelerators can be used in all main application areas of electron beam curing as furniture element coatings, web converting and printing.

Tab. 6. Low-energy Electron Accelerators of the LEA Family; after R. Mehnert et al. (6)

	Electron	Electron	Window	Typical
Type	Energy	Current	Dimensions	Applicati
	(keV)	(mA)	$(mm \times mm)$	ons
LEA 1	150-200	30	900×20	Lab unit
LEA 2	150-200	50	900×50	Furniture
LEA 3 ¹⁾	150-250	150	900×100	Printing
LEA 4	150-200	300	900×200	Printing

1) Maximum window length 1500 mm



Fig. 10. Application field of LEA Accelerators

RPC Technologies System. RPC [F4] makes BroadBeam accelerators with multiple cathodes for large-area, low-energy beam without scanning. They were also developing a cold-cathode system called Wire Ion Plasma (WIP or WIPL) because wire is used for turning on plasma that yields ions.

How the beam of accelerated electron is produced in WIP electron processor is shown in Fig. 11. A vacuum chamber, which is evacuated with turbomolecular pump, has a subchamber where plasma is generated. Helium gas is injected to the plasma chamber, then ions are generated in the low density plasma, which is fired and sustained by a wire anode. The plasma is shielded by honeycomb grid, which can pass a part of the Helium ions. Ions, coming through the grid, are accelerated toward a cathode that is supported with a ceramic insulator. Then secondary electrons are generated and accelerated in the inverse direction to the grid. The electrons, coming through the plasma and a window foil, finally reach to products. WIP electron gun has neither filament nor its power supply. This configuration can help to make the size small and to reduce its costs.

The result of WIP-6 is shown in Fig. 12. The uniformity is better than $\pm 10\%$ and typically $\pm 5\%$. This uniformity is much depend on the plasma density, hence it is necessary to control the plasma discharge current and Helium gas pressure at optimum values.

Some WIPL accelerators performance characteristics are listed in Table 7.

Figure 13 shows the view of WIP-8 system.

Tab. 7. Processing accelerators produced by Sumitomo Heavy Industries, Ltd.

	WIPL-165-300	WIPL-200-600	WIPL-250-600
Voltage, kV	130-165	150-200	150-250
Beam width, mm	320	600	600
Maximum dose, Mrad m ⁻¹ min ⁻¹	80	500	500
Beam power, kW	5	40	50
Max web speed, m min ⁻¹	-	40	50
Dose uniformity, %	± 10 (typically 5)	± 10 (typically 5)	±10 (typically 5)



Fig. 11. Production of a beam of accelerated electrons in WIP Electron Processor manufactured by Sumitomo Heavy Industries [F3]



Fig. 12. Dose Uniformity of WIP-6 (HV=165 kV, beam intensity 17.1 mA, He 20 mTorr, Al. foil 6.5 mm, web 14.5 m min⁻¹); after Y. Kumata et al. (9)



Fig. 13. A view of a WIP-8 System (mfd by Sumitomo Heavy Industries and RPC)

Polymer Physik Scanning System. This was developed in the late sixties by Polymer-Physik Company [F2] and at present being manufactured under license by Otto-Durr (10) as the ESH 150 System. Its construction is shown in Fig. 14.

The accelerating chamber is powered by a cablecoupled 250 kV generator. A heated tungsten cathode placed in the so-called Wehnelt electrode (used in oscilloscope tubes) serves an electron source. The purpose of this electrode is both to control the beam current and to focus electrons. As in other accelerators, the beam intensity is controlled here by controlling the filament current, i.e. the cathode temperature (typically, the temperature range from 2600° to 2900°K), and by controlling the Wehnelt electrode voltage.

The accelerating chamber is evacuated by a molecular pump operating in conjunction with a first stage vacuum oil pump. This system of pump need be started only 10 min before the processor commences operation.

By the end of the accelerating process the electron beam becomes approx. 4 mm in diameter. The scanning device consists of two pairs of crossed coils placed inside the anode in the vacuum part of the chamber. The first and the second pair deflect the beam in the x and y direction, respectively. Both pairs of coils are powered independently, which enables the motion to be programmed separately in each direction, if required.

The ESH 150 system scanner is provided with a 12 mm-thick titanium exit window whose width is all models is 100 mm, while the length can be 200, 400, 600, 1300 and 2000 m. The window is supported by segments in which cooling water circulates. The penetration capability of the supporting part of the window is 70% and that of the window itself is 80% of the total number of electrons. These figures depend to some extend of the accelerating voltage. In the worst case, the total penetration capability is higher than 50%, i.e. for a 15 kW beam the power losses in the window and its support can be as high as 7.5 kW.

When the scanner is switched off, the undeflected beam at the exit window would be 10 mm in diameter, while the energy density distribution at the beam cross-section would correspond to a Gaussian distribution. When the scanner is in operation, the irradiated field is 100-130 mm and the irradiation intensity drops off at the field edges following roughly the Gauss distribution of the undeflected beam.

Fig. 3a shows radiation characteristics of the ESH 150 processor. For 80% irradiation inhomogeneity the useful ranges are 115 g m⁻² and 250 g m⁻² for beam energies of 180 keV and 250 keV, respectively. What is meant by a useful range is a net range, i.e., the range

value reduced by that due to the absorption in the 15 mm-thick titanium window and the 3 cm-thick protective gas or air layer (Fig. 3a).

Experienced values for industrial acceleration voltage area as follows:

- thin layers in the field of printing inks or silicon-release material
- furniture foil, pressure-sensitive material 165-180 kV
- boards, parquet, panels 180-250 kV

At present there are 65 accelerators working in industry and research (45).



Fig. 14. ESH 150 (Polymer Physik) processor

Comparison of LEA. The low-energy electron accelerators mentioned in Table 8 can be used as computer-controlled subsystems in coating machines, printing presses, laminating machines, etc. Their operation parameters such as electron energy, beam power, irradiation width and dose rate can be precisely matched to the demands of the industrial process.

Tab. 8. Low-energy Electron Accelerators used in Industry; after R. Mehnert (10)

Manufacturer, Model	Cathode configuration	Electron energy, keV	Beam power, kW	Max beam width, m
Energy Sciences, Inc.				
(ESI), US,	linear cathode"	150-300		2,3
Electrocurtain head				
Electrocure ²⁾	multicathode		200	
Radiation Polymer Co. (RPC)	multicathode with 2 grids	150-300	200	2,3
Broad Beam Dual	multicathode3)	300	980	2,3
Polymer Physik (PP), Germany, Scanner	needle cathode ⁴⁾	130-280	100 ⁶)	2,2
LEA ⁵⁾	linear cathode with no control grid	120-250	60	1,0
Nissin High Voltage Co. (NHV), Japan	linear cathode	150-200	200	1,0
Scanner	needle cathode	300-500	65	1,2

¹⁾ Up to 4 cathode-systems per accelerator; ²⁾ Used in printing industry; ³⁾Consists of two accelerators; ⁴⁾ 2 cathodes possible; ⁵⁾ Used chiefly in printing industry; ⁶⁾ 65 kW at speed of 100 m min⁻¹ and a working width of 1300 mm

In all accelerators mentioned electrons are produced by a hot cathode at high voltage potential. In a single gap the electrons are accelerated to the anode (usually the accelerator window). Up to electron energies of about 300 keV a stable acceleration is only one stage and self-shielding is possible. An upper limit of the electron beam power is given by the maximum possible current per square centimeter of window area is 0.2 mA cm^2 (10).

4 Medium Energy Accelerators

4.1. Transformer Accelerators

Conventional Transformers. This term is taken to mean standard high-voltage transformers whose magnetic core is grounded. In view of the insulating difficulties involved, transformers of this kind are relatively seldom used in particle acceleration.

High-voltage generators provided with traditional transformers are manufactured by a Japanese company, the Nissin High-Voltage Co. [F5], wholly owned by Nissin Electric. The transformer feeds a suitable rectifying system and operates either in a single-phase or three-phase fashion. These transformers are built for the voltage range 300 to 1000 kV. A single-phase system is used for 300 to 500 kV with the load capacity of up to 100 mA, while three-phase systems are employed for the 750 to 1000 kV range. Oil-impregnated paper, whose dielectric strength is 10 to 20 times greater than the strength of oil itself, is used as an insulator. This results in a considerable reduction in the dimension of the insulation.

NHV makes several types of electron beam processing machines including low-energy (0.1 to 0.3 MeV) for curing coatings and medium-energy (up to 1 MeV) for cross-linking plastic and rubber sheets.

Maximum beam powers of accelerators equipped with the Nissin transformer generator mfd. by Nissin Company attain at present 100 kW and 1 MV, and their beam intensity is 100 mA. The generators are coupled by cable with the accelerating chamber. The versions of accelerating chambers are characterized by maximum current load of 100 mA, and types with a load of up to 150 mA are being designed. The advantage of generators provided with traditional grounded-core transformers is that the mains energy is transformed into beam energy in a simple way. Their relatively high efficiency amounts to 90 per cent.

Insulating-core Transformers. Since 1960s they have been manufactured by the High Voltage Engineering Corporation, HVEC, now Vivirad, and its European Division, High Voltage Engineering Europa B. V. [F6]. They are known as insulating-core transformers (ICT) and they are used as electron beam pro-

cess accelerators for medium energies of 300 to 3000 keV and beam powers of the order of several tens of kilowatts (up to 120 kW).



Fig. 15. High-voltage generator with insulating-core transformer: a) schematic; b) current voltage characteristics for core diameters 176 and 378 mm

An insulating-core transformer was developed by R. van de Graaff. The schematic of its design is shown in Fig. 15. To avoid the previously mentioned difficulties with insulation involved in traditional grounded-core transformers, the core in insulating-core transformers is divided into a series of sections separated by thin insulating spacers. The core is excited through the primary winding in a three-phase system (for simplicity, only two phases are shown in Fig. 15) by a 460 V potential at 50 or 60 Hz. Each secondary section is furnished with a rectifier operating as a voltage divider, and it constitutes a separate 50 kV unit ending in characteristic equipotential ring. The transformer current load capacity is dependent on the core diameter and on the total output voltage. The power of the most powerful commercial ICT is 120 kW. It is possible to use more generators in parallel. These machines have very high efficiency, over 90% and they are also very reliable. The transformer is housed in a SF6 pressure tank. To have accelerator it must be coupled to another pressure tank housing the electron gun and accelerating (and recovery) column.

The ITC and Van de Graaff technologies were recently acquired by Vivirad, a French firm making ion and electron accelerators.

At present ICT accelerators are built in China (13). Some main characteristics of these are summarized in Table 9. Tab. 9. Parameters of ICT Acceleration for Radiation Processing; built at Research Institute of Automation for Machine-Building Industry (Bejing, China); after W. Shiquin and Ch. Dali (13)

Туре	Energy, MeV	Beam intensity, mA	Energy stability, %	Current stability, %	Scan width, m
FDJ-0.3	0,3	50	3	2	1,0
FDJ-0.6	0,6	40	3	2	1,0
FDJ-1.2	1,2	10	3	2	1,0

Air-core Transformers. ELV-accelerators (Fig. 16), similar to ICT, are built by the Budker Institute of Nuclear Physics, Novosibirsk [F7] and have similar performances. They contain the tubes within the core of transformer. Their volume is smaller than that of ICT. Also efficiency is a bit less, around 80%. The accelerators are powered from 230/380 V AC mains at 50 Hz through 400 Hz frequency converter.



Fig. 16. Air transformer generator

The power supply of the primary winding of the accelerator is provided by the frequency of 400 Hz from the frequency converter. The only deficiency of these machines is quite low efficiency, 65-80% depending on power. The attempts are made now to replace them by the static frequency converters, both the thyrister and transistor types. In this case, the total efficiency is expected to increase up to 85% for the machines of up to 100 kW and up to 92% for more powerful accelerators.

Electron accelerators of the ELV-type covering the energy range from 0.2 to 2.5 MeV with a beam of accelerated electrons of up to 200 mA and maximum power up to 160 kW (400 kW). By now, over 70 accelerators had been delivered inside Russia and abroad and the total operation time exceeds 500 acceleratoryears.

Basic parameters of the ELV-type accelerators are given in Table 10. The last three lines are referred to the accelerators of a new generation. At relatively low energy they have quite large power. Their designs are mainly oriented to the solution of the ecology problems.

The accelerating voltage generator is a coreless step-up transformer with a sectionalized secondary coil (Fig. 16). The AC voltage applied to each section is converted to DC voltage with doubling. The accelerating tube is built in a column of rectifying sections; the electron beam is focussed magnetically. Both the generator and the accelerating tube are housed in a tank filled with SF6 gas.

Typically the ELV-type accelerators are designed for installation in a vertical position. However, accelerators for either horizontal beam extraction or for installation in a horizontal position are available on special order. The time required to attain rated operating conditions after a short idle time is 5 min, after a long idle time, 1 h, and after an idle time requiring filling with gas, 3h. The scheduled maintenance time does not exceed 10% of the calendar time.

Two versions of beam extraction into air provided: linear scanning (with the beam being extracted through foil and with linear scanning over the entire extraction window) and concentrated beam (with the beam being extracted through a system of diaphragms with wholes) (15).

Tab. 10. Parameters of ELV accelerators mfd. by Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS [F7]; after Y. Golubenko et al. (15)

Trme	Energy range,	Beam power,	Max beam
Type	MeV	kW	current, mA
ELV-mini	0,2-0,4	20	50
ELV-0.5	0,4-0,7	25	40
ELV-1	0,4-0,8	25	40
ELV-2	0,8-1,5	20	25
ELV-3	0,5-0,7	50	100
ELV-4	1,0-1,5	50	100
ELV-6	0,8-1,2	100	100
ELV-8	1,0-2,5	90	50
ELV-6a	0,75-0,95	160	200
Torch	0,5-0,8	500	800
ELV-12	0,6-1,0	400	400

The maximum current extracted through the foil window is 70 mA m-1. The use of radiation in the large scale industrial production (flue gas treatment of HES, metallurgy, waste water treatment, etc.) require an increase in accelerator power up to a few hundred kilowatts. The electron beam optimum energy for the majority of these application lies -within the range 0.7-1.5 MeV. Therefore, in order to achieve the required power one has to extract into air an electron beam with a current of few hundred mA at quite low current density, i.e. the extraction window area should be enlarged. The use of support grids in the given range of energies is not reasonable since their

transparency is 80-90%. In case of the use of the single window, its width is determined by the mechanical strength of the foil and does not exceed 7-10 cm. Therefore, it was decided to develop a new extraction device with two extraction foils enabling thus to expand the extraction window area twice with no substantial change in the device overall dimensions (15).

The accelerators available have the power mainly of up to 100 kW and cannot satisfy the need of powerintensive radiation technologies (mainly ecological) where the accelerators are required with total electron beam power of units and tens of megawatts. For the manufacturing of such complexes the modules of the unit power of hundreds of kilowatts as a minimum are required.

At the Budker INP, a new generation of high voltage accelerators is being developed with the required power of an extracted beam. The representatives of a new family of accelerators are the ELV-6M with an energy of 0.75-1.0 MeV and the power of 160 kW; the TORCH accelerator with an energy of 0.5-0.8 MeV at a power of 500 kW, and ELV-12 accelerator of a power of 400 kW at energy of 0.6-1.0 MeV.

In the TORCH accelerator, the high voltage rectifier is placed in a separate tank and it is connected with a accelerating tube through the gas feeder. The rectifier consists of two parallel columns with an output of high voltage in between. The sections of each columns are connected in series-parallel and there is no filter capacitors in them. The primary winding with the central magnitude is located inside the column of the high voltage rectifier. The accelerator operation frequency is 1000 Hz and it is supplied from the converter PPFV-500. The accelerator schematic diagram is shown in Fig. 17. It was equipped with the device for the extraction into air of the adiabatically com-



Fig. 17. TORCH accelerator; after Y. Golubenko et al. (15)

pressed electron beam which was described above. The maximum parameters obtained on this accelerator are the following: beam intensity of 0.8 A at energy of 0.5 MeV, beam intensity of 0,5 A at energy of 0.8 MeV, the beam power 500 kW (0.7 MeV*0.7 A).

4.2. Cascade Accelerators (Cockroft-Walton Accelerators)

The asymmetric cascade electrical circuit was developed in 1920 and is known in electrical engineering as *Greinacher doubling voltage circuit*. Cockroft and Walton were first to use it in acceleration to produce voltages of several hundred kilovolts. This is why accelerators equipped with cascade generators are often referred to as *Cockroft-Walton accelerators*.

The asymmetric cascade generator includes n identical stages, called cascades, consisting of capacitors C and rectifiers R. The first stage, consisting of capacitor C_1 and rectifier R_{el} , gets its power from the secondary winding of transformer Tr supplying an alternating voltage with amplitude u (Fig. 18). At point a of the circuit the transformer produces an alternating voltage which oscillates between the peak values \pm u. The first stage also contains rectifier R_{a1} which conducts when its anode has a positive potential relative the cathode. Thus in the positive halfperiod of the supply voltage the rectifier conducts and charges the capacitor C₁ to the value u. In the next halfperiod the capacitor is unable to discharge because rectifier is then reverse-biased and does not conduct. The potential at point c thus increases by u and now oscillates between the value of 0 and u. This causes the capacitor C_2 to be charged through rectifier R_{a2} to a voltage of 2u; point d is then at a constant potential of 2u.

If the cascade generator circuit consists of n identical stages, a constant output voltage of $U_0=2nu$ is set up in the case of operation with no current load. The insulation of the elements making up each stage, i.e. the capacitors and rectifiers, must thus withstand voltages of only 2u.

Since the voltage drop and the ripple amplitude in the above two kinds of cascade systems vary inversely with supply voltage frequency f, cascade generators often get their supply power from frequency converters which operate in the range from 0.5 to 10 kHz.

The efficiency of the machine depends mainly upon the oscillator, and is usually more than 75%. As for the power, it depends on the number of oscillators driving the machine and on the current achievable with the rectifiers. These latter limit the power that is possible to transfer form grounded up to the top of Cockroft-Walton ladder. The diode technology of today allows very powerful (100 mA, dc) and fast diodes (20 ns recovery time), which, further, can withstand very high power for short time.



Fig. 18. Cascade accelerator: a) asymmetric circuit; b) symmetric circuit.

The construction of cascade accelerators was pioneered by the Swiss company, Haefely. At present Nissin High Voltage (NHV) [F5] offers symmetrical Cockroft-Walton generators which use multistage rectifier circuits energized with series-connected filter capacitors at a frequency of 3 kHz. Such machines can produce 100 kW of dc beam power with electron from 1 to 5 MeV and 150 kW at 5 MeV (Table 11).

Tab.11. Parameters of Cockroft-Walton accelerators for radiation processing - Medium and High Energy Series, mfd. by Nissin High Voltage, Co [F5]

Tu		EPS	EPS	EPS	EPS	EPS	EPS	EPS
1 y	pe	500	800	1000	1500	2000	3000	5000
Accel Voltag	erator ge, kV	500	800	1000	1500	2000	3000	5000 0
Beam of m	current, A	100	100	100	65	50	30	30
Irradi widtł	iation 1, cm	180 ×2	180	180	120	120	120	120
u		ľ	n ² min ⁻	1	t hr ⁻¹			
atio	2Mrad	80	66	56	9,4	9,5	8,8	14,6
spe spe	5Mrad	32	26	22	3,7	3,8	3,5	5,8
<u>н</u> 1	0Mrad	16	13	11	1,9	1,9	1,8	2,9
Powe	r, kW	65	100	125	130	135	120	215

Nissin High Voltage is a major supplier of industrial accelerators in Japan (Fig. 18 and Table 12)

4.3. Dynamitrons

Radiation Dynamics, Inc. (RDI) [F8], formerly a subsidiary of Monsanto, is now owned by Sumitomo Heavy Industries (SHI). During the 1960s, RDI developed the Dynamitron type of accelerator which utilizes a multistage rectifier circuit energized through a parallel array of gas-insulated coupling capacitors. This system converts high-frequency ac power (75 to 100 kHz) to high-voltage dc power in the energy range of 0.5 to 5 MeV with electron beam power ratings as high as 200 kW (Table 12).

Radiation Dynamics, Inc. is a major supplier of industrial electron accelerators in North America, Western Europe and Japan. Most of these machines are devoted to cross-linking plastic and rubber products, but several Dynamitrons rated for 150 kW at 4.5 MeV are being used routinely for electron beam sterilization of medical devices. The largest model, which is capable of 200 kW at 5 MeV, is used for a variety of processes such as the modification of polymers and semiconductors and sterilization with electrons and x-rays (13).

Tab. 12. NHV (Nissin High Voltage Co, Ltd.) Electron Processing Systems, as for April, 1995, after T. Fujisawa (15).

	200~300 kV	350~1200kV	1500~ 5000kV	Total
Research and Development	49	6	5	60
Wire & Cable	1	50	5	56
Polyethylene Foam	-	15	1	16
Heat-shrinkable Sheet and Tube	3	3	4	10
Curring &Converting	14	2	-	16
Automobile Tire	4	22	-	26
Sterilization	-	1	$1^{*^{1}}$	2
Flue Gas Treatment	-	5	-	5
Others	5	10	4* ²⁾	19
TOTAL	76	114	20	210

* including under construction

¹⁾ 5000kV, 30mA, 1991 Radiat. Ind. Irradiation Service

²⁾ 5000kV, 300mA, 1994 S. Co. Sterilization



Fig. 19. Total number of NHV electron beam systems (1971-1995); after T. Fujisawa (15)

The Dynamitron's operating principle is illustrated in Fig. 20. Two large D-shaped electrodes powered by an rf generator at 100 kHz are installed inside pressure tank. The voltage from those electrodes, which acts as antennae, is used to induce the corresponding secondary voltages in separate segments of the receiving unit. The segments are coupled with rectifiers and the rectified voltages from each segment are added together to supply an hv electrode. The accelerating chamber, as in Fig. 20, is mounted inside these segments. The tank is filled with an insulating gas, SF₆. The direct voltage produced by a single segment is 50 kV.

The Dynamitron (Fig. 20) is similar to the previous machine: it is, in fact, based on a stack of Greinacher doublers connected in series, but with the important difference that the capacitors are fed in parallel. Some Dynamitrons performance characteristics are listed in Table 13.

The material throughput capabilities of RDI's new 550 keV an 800 keV Dynamitron accelerators (Fig.21) have been enhanced by increasing their beam current ratings from 100 mA to 160 mA. Future requirements up to 200 mA have been anticipated in the designs (18).

Tab. 13. Standard Dynamitron models mfd. by RDI [F8]

Rated voltage, kV	Rated beam current, mA
550	70/100/160
800	70/100/160
1000	60/100
1500	40/65
2500	40
3000	34/50
4500	20/34
5000	10/20/34

The concentrated electron beams are accelerated through elongated, multiple-gas tubes and then dispersed across the product conveyors by scanning through $+30^{\circ}$ and -30° . The thin, metallic windows through which the beams emerge from the high-vacuum systems are 1.65 m long and 12.7 cm wide and do not need supporting grids. They are cooled by transverse high-velocity air streams from manifolds located alongside the windows.

The electron beams are scanned in two dimensions to cover most of the available window area. The longitudinal (x) scan frequency is about 200 Hz and the transverse (y) scan frequency is about 4 kHz. Both of these waveforms are triangular. The x waveform can be modified to improve the dose uniformity at the edges of the product conveyors. Typical dose uniformities across the conveyors are $\pm 5\%$ of the average value.



Fig. 20. Dynamitron-type accelerator; mfd by Radiation Dynamics (RDI)



Fig. 21. View of Dynamitron accelerator mfd. by RDI, Co [F8]

4.4. Comparison of Medium Energy Accelerators

Commercial Facilities. Typical technologies used for radiation processing in various fields of application are listed in Table 3. In technological practice, the irradiation parameters should be differentiated and adapted to technological process. Possibilities of use medium energy machines are shown in Table 14. It concerns the accelerators installed in Beta-Gamma Service [F12], which is a commercial facility. This facility is equipped with four medium energy accelerators which energy ranges from 0.6 to 4.5 MeV (beam power 11-150 kW). Tab. 14. Technological possibilities of medium energy range processing accelerators (BGS-Beta-Gamma Service, Wiehl-Bruchsal, Germany [F12])

Energy, MeV Power, kW	0,3-0,6 11	0,8-1,5 75	1,5-2,8 100	2,5-4,5 150
Application		cables	/ wires	
max insulation thickness, mm	0,7	1,5	3,5	8
max outside diameter of drums, mm	1000	1000	2000	2800
max width, mm	800	800	1460	1500
Application		tubes /	/ pipes	
max wall thickness, mm	0,7	1,4	2,8	6
max outside diameter of drums, mm	1000	1000	2000	2800
max width, mm	800	800	1460	1500
Applications	films	foils		foils / profiles
max product thickness, mm	2	4	-	6
max production width, mm	800	1800	-	1000
max outside diameter of drums, mm	1000	1000	-	2800
max width, mm	800	2000	-	1500
Application	-	-	cardl	oxes
max weight per surface area, g cm ²	-	-	2,5	3,5
max product area	-	-	490×1000	1200×1600

The name *commercial facilities* is taken to embrace multifunction accelerator facilities which provide irradiation service to customers. The first of this type were founded in USA in the early sixties. For example in Europe, there are above mentioned BGS in Germany, Studer AG Bereich Elektronenbestrahlung in Switzerland [F13], CARIC in France [F14], SCAN-CARIC in Sweden [F15]. Accelerator techniques are highly cost-effective only on large, i.e. mass-production, scale. The above facilities, however, made it also possible to perform radiation processing on a smaller scale. They had pioneered the way for pilot experiments and semi-industrial processing, which were preliminary to decisions about the purchase of one's own accelerator.

Today, the role of commercial facilities has been greatly modified and enlarged. Many of the chief industrial manufacturers have installed their own accelerators. Since radiation processing most frequently involves quality improvement of a product and is economically advantageous, small entrepreneurs have been forced to adopt this technique or else be eliminated from the market. This was the main reason why the interest in commercial service facilities considerably increased.

The customers of commercial radiation centers are usually those same big manufacturers who already have accelerators of their own. Their machines are, however, permanently set up for a given production line and are not flexible enough to be used when another technique or product is to be employed. The introduction of radiation processing stimulates within the whole company the interest in this new tool and other irradiated products will be developed which cannot be processed in the existing facility and for which an additional facility cannot be justified. Sometimes the throughput of one's own facility is not high enough to handle the surplus production. In all these cases commercial radiation centers seem to provide the best solution to the problem.

References

- [1] Anonym: Statistics on the Use of Radiation in Japan (1997)
- [2] G. A. Norton, G. M. Klody: *The Application of Electrostatic Accelerator in Research and Industry a Summary*, 1109-14 in (39)
- [3] S. Machi: Radiation Technology for Sustainable Development, Radiat. Phys. Chem. 46, No. 4-6, 399-410 (1995)
- [4] M R. Cleland: Electron Beam Workshop Addresses Future Needs, (1998)
- [5] Electron Beam Processing, http://www.ebeam.com (1998)
- [6] R. Mehnert et al.: Low-energy electron accelerator for industrial radiation processing, 525-29 in (7)
- [7] H. Quitao et al.: Proc. of 8th Int. Meeting on Radiation Processing, 13-18 Sept. 1992, Bejing, Radiat. Phys. Chem. 42, No. 1-6 (1993)
- [8] P. Holl, E. Fool: *Electron Beam for Non-Thermal Curing and Crosslinking of Lacquers*, Printing Inks and Adhesives, Polymer Physik GmbH Pub., Tubingen (1993)
- [9] Y. Kumata et al.: Development of New-Type Low Energy Electron Beam Processor, private communication (1996)
- [10] P. Holl, E. Foll: High Scruf-Resistant Surfaces, Polymer Physik GmbH Pub., Tubingen (1994)
- [11] R. Mehnert et al.: Materials Modifications Using Electron Beams in (12)
- [12] NATO Advanced Study Institute: Application of Particle and Laser Beam in Materials Technology, 8-21 May, Chalkidiki (1994)

- [13] M. R. Cleland, J. A. Beck: *Electron Beam Sterilization*, 105-36, in J. Swarbrick, J. C. Boylan: Encyclopedia of Pharmaceutical Technology, Vol. 5, Marcel Dekker, Inc., New York (1992)
- [14] Shiguin, Ch. Dali: ITC Accelerator for Radiation Applications, 559-62 in (7)
- [15] Y. Golubenko et al.: Accelerators of ELV-Type: Status, Development, Applications, 1-29, private communication
- [16] Techsnabexport: Accelerators for Industrial Radiation Technological Processes, Moskwa (1987)
- [17] T. Fujisawa, NHV, private communication (1998)
- [18] M. R. Cleland et al.: New High-Current Dynamitron Accelerators for Electron Beam Processing, Nucl. Instr. Meth. B79, 861-64 (1993)
- [19] Th. Descamps: The Practical Experience of a Total Conversion to High Energy Electron Beam Processing, Radiat. Phys. Chem., Vol. 46, 439-42 (1995)
- [20] Th. Descamps: Design an Development of a Unique Electron Accelerator Facility, Molnlycke, Waremme (1997)
- [21] M. F. Vorogushin et al.: *Electron Linacs of D.V. Efremov Institute for Industry*, Doc. EC411, St Petersburg (1997)
- [22] M. F. Vorogushin, private communication (Feb. 1998)
- [23] Y. Hoshi et al.: X-ray Irradiation System for a Sterilization Application, Nucl. Instr. Meth. A 353, 6-9 (1994)
- [24] Y. Kamino: 10 MeV 25 kW Industrial Electron Linac, 836-838, in Proceedings of the XVIII Int. Linear Acc. Conference Linac'96, CERN Pub, 96-07 (Nov. 1996); ditto, Radiat. Phys. Chem. 52, 469-473 (1998)
- [25] Y. Kamino, private communication (Nov. 1997)
- [26] H. Anamkath: 10 MeV 10 kW E-beam processing linac, Nucl. Instr. Meth. B99, 725-727 (1995)
- [27] SureBeamŇ 10/15 System, http://www.titan.com/10-15.html (1998)
- [28] J. Pottier: A new Type of rf Electron Accelerator: the Rhodotron, Nucl. Instr. Meth. B40/41, 943-45 (1989)
- [29] Y. Jongen et al.: *Rhodotron Accelerators for Industrial Electron-Beam Processing*: Progress Report, 2687-89, in EPAC'96 - Proceeding of the 5th European Particle Accelerator Conference, Inst. of Physics Publishing, Bristol (1997)
- [30] J. Pottier, private communication (Jan. 1998)
- [31] J. McKeown et al.: The IMPELA Accelerator, Field Performance and New Developments in (39)
- [32] N. H. Drewell: Characterization and Stability of Accelerator Parameters for Industrial Applications, in (39)
- [33] Electron Beam Systems for Medical Device Sterilization, http://www.titan.com/scansystems/mdm.html (1998)
- [34] V. L. Auslender I. N. Meskov: Powerful Single Cavity rf accelerators and their Uses in the Radiation Chemical Processing Line, Radiat. Phys. Chem. 35, 627-31 (1990)
- [35] V. L. Auslender et al.: Installations for Electron Beams Treatment of Tubes and Bands on the Base of ILU-8 Accelerator, 531-34, in (7)
- [36] V. L. Auslender, V. A. Polyakov: The Installation for the Single Use Medical Devices Based on the ILU, 563-66, in (7)
- [37] T. Fujisawa et al: Compact rf Accelerator for Electron Beam Irradiation, Nucl. Instr. Meth. B124, 120-27 (1997)
- [38] L. X. Schneider et al.: Repetitive High Energy Pulsed Power Technology Development for Industrial Applications 1085-88, in (39)
- [39] CAARI'96, J. L. Duggan I. L. Morgan, CP392, AIP Press, New York (1997)
- [40] E. L.Neau: Pulsed, low impedance accelerator for industrial applications, 1171-74, in (39)
- [41] R. R. Smith, S. R. Farrell: 2 MeV Linear Accelerators for Industrial Applications, 1093-96 in (39)
- [42] P. Redlinger, D. Nelson: Food irradiation, HTML written by UMSCHPS (1998)
- [43] A. E. Ehlermann: Status of food irradiation in Europe, 3-7, in Proc. of the 22nd Japan Conf. on Radiation and Isotopes, Dec. 17-19, 1996, Yokohama
- [44] B. Mager, D. A. E. Ehlermann: *Electron beam processing of chicken carcasses*, 144-146, in R. Jowitt(ed): *Engineering and food at ICEF 7*, Part 2, Sheffield Academic Press, Sheffield (1997)
- [45] P. Holl, private communication, July 1998
- [46] J. T. Corley: Cobalt 60 gamma irradiation current status, trends and insights, Radiat. Phys. Chem. 52, 491-494 (1998)
- [47] J. L. Hackett: Astate of the art. Electron beam sterilization facility, Radiat. Phys. Chem. 52, 491-495 (1998)

List of Firms

- [F1] ESI Energy Science, Incorporation, 42 Industrial Way, Wilmington, MA 01887, USA Geneva Branch: Chemin du Pre-de-la-Fontaine 12, CH-1217 Meryin, Switzerland
- [F2] Polymer Physik GmbH & Co. KG, Sieben-Hofe-Str. 91, D-7400 Tubingen, Germany; closed down since the end of February 1998
- [F3] SHI Sumitomo Heavy Industries, Ltd, Quantum Equipment Division, 5-10-11 Kiba, Koto-ku, Tokyo, Japan
- [F4] RPC Technologies, 21325 Cabot Blvd, Hayward, California 94545, USA
- [F5] NHV Nissin High Voltage Co., Ltd., 47 Umezu-Tanase-cho, Ukyo-ku, Kyoto 615, Japan
- [F6] High Voltage Engineering Europe B. V., AmsterdamSeweg 61, P.O. Box 99, 3800 AB Amersfoort, The Netherlands
- [F7] Budker Institute of Nuclear Physics, 630090, Novosibirsk, Russia
- [F8] RDI Radiation Dynamics, Inc, 151 Heartland Blvd., Edgewood, NY 11717-8374
- [F9] Denki Kogyo 3-3-1, Marunouchi Chioda-Ku, Tokyo 100, Japan
- [F10] a) Titan Beta, 6780 Sierra Court, Dublin, CA 94568, USA; b) Titan Scan, 6750 East 46th AvenueDrive, Denver, CO 80216, USA
- [F11] Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., 10 Oye-Cho, Minato-Ku, Nagoya, 455, Japan
- [F12] BGS Beta-Gamma-Service, Fritz-Kotz-Strasse 16, D-51674 Wiehl, Germany
- [F13] Industrial Contract Irradiation Center Studer AG, Hogenweidstrasse 2, CH-4658 Daniken, Switzerland
- [F14] CARIC, Domaine de Corbeville, 91400 Orsay, France
- [F15] SCANCARIC, 71400 Kopparberg, Sweden
- [F16] Thomson-CSF, Parc Technologique, Gemini II, Route de l'Orme, F-91195 Saint-Aubin Cedex, France
- [F17] Sci. R. Efremov Institute of Electrophysical Apparatus, (NIEFA), 189631 St Petersburg, Russia
- [F18] Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Nagoya Aerospace Systems, 10 Oye-Cho Minato-ku, Nagoya, 455 Japan
- [F19] Ion Beam Application, IBA, Chemain du Cyclotrone, Louvain-la-Neuve, Belgium
- [F20] AECL Accelerators, 10 Hearst Way, Kanata, Ontario K2P4, Canada
- [F21] Denki Kogyo Co., Ltd., Nakatu-Sakuradai 4052-1, Aikawa-machi, Aikou-gun, Kanagawa 243-03, Japan
- [F22] SCA Mölnlycke, S.A. Clinical Products Parc Industriel, B-4300 Waremme, Belgique
- [F23] QM Technologies, 3701 Hawkins St. NE, Albuquerque, New Mexico 87109, USA
- [F24] High Technology Systems Spa (HITESYS), via dell'Industria, 1/A, 04011 Aprilia, Italy

Dr Waldemar Scharf Mgr inż. Wioletta Wieszczycka Warsaw University of Technology Institute of Radioelectronics Nowowiejska Street 15/19 PL 00-665 Warsaw, Poland e-mail W.Scharf@ire.pw.edu.pl

EMISJA POLICHLOROPOCHODNYCH DIOKSYN I FURANÓW (PCDD/F) W SPALINACH SILNIKOWYCH EMISSION OF POLYCHLORINATED DIOXINS AND FURANS (PCDD/F) WITH EXHAUST GASES

W referacie podano chemiczną i toksykologiczną charakterystykę polichloropochodnych dioksyn i furanów (PCDD/F) oraz przyczyny obecności tego rodzaju związków w spalinach silników ZI i ZS. Omówiono dotychczasowy stan wiedzy o wielkości emisji PCDD/F z tych źródeł oraz przypuszczalny mechanizm tworzenia się tych związków w procesie roboczym silnika spalinowego. Według przedstawionego własnego poglądu w mechanizmie tym przypisano główną rolę syntezie PCDD/F "de novo", w której kluczową rolę odgrywa arin nazywany benzinem $(C_6H_4 - o dwóch wiązaniach podwójnych i jednym potrójnym)$. Sformułowano tezę o konieczności eliminacji z paliw nie tylko $Pb(C_2H_5)_4$, ale przede wszystkim wszelkich związków chlorowców i to zarówno z benzyn, jak też z olejów napędowych i olejów silnikowych. Wyrażono opinię, że potrzebna jest kontrola zawartości chlorowców w paliwach i olejach silnikowych, zarówno u producentów jak i u sprzedawców detalicznych.

In this paper it was presented chemical and toxicological characteristics for polychlorinated dioxins and furans (PCDD/F) as well described the reasons of presence of these compounds in exhaust gas of spark-ignition and compression-ignition engines. It was treated of a knowledge state existing hitherto of the PCDD/F emission quantity from such sources and of a compound formation mechanism supposed during the internal combustion engine working cycle. In accordance with the author's own opinion represented the part of great weight in this mechanism was attributed to the PCDD/F synthesis "de novo", in which arine called benzine (C_6H_4 - with two double and one triple bounds) would be the most important component. A proposition was submitted, that not only $Pb(C_2H_5)_4$ but also first and foremost all halogen compounds would have to be eliminated from gasoline as well as from diesel oils and motor oils. The opinion was shaped that a halogens quantity in fuels and motor oils would be necessary checked at producers and dealers alike.

1. Wprowadzenie

Polichloropochodne dibenzo(p)dioksyn (PCDDs) i dibenzofuranów (PCDFs) tworzą grupę związków chemicznych określaną jako "izomery położenia" lub kongenery od łacińskiego congener czyli z tego samego rodu. Grupa tych związków (PCDD/F) składa się z 75 PCDDs i 135 PCDFs i bywa w skrócie nazywana dioksynami. Do substancji określanych jako dioksyny ze względu na podobne właściwości toksykologiczne zalicza się także 12 spośród 219 polichloropochodnych bifenyli (PCB), te które posiadają strukturę koplanarną i nie zawierają chloru w położeniu orto (non-orto coplanar PCB).

1. Introduction

Polychlorinated dioxins (PCDDs) and furans (PCDFs) make the group of chemical compounds called "localisation isomers" or congeners from a Latin word congener which means from the same family. This group (PCDD/F) consists of 75 PCDDs and 135 PCDFs and is often briefly called dioxins. There are also 12 of 219 polychlorinated biphenyls (PCBs) included in the dioxins group because of their similar toxic properties. They are those of co-planar structure and the ones that do not contain chlorine in orto position (non - orto coplanar PCBs). PCDD/F nie są wytwarzane celowo, lecz tworzą się w procesach spalania substancji zawierających chlor albo jako produkt uboczny w niektórych syntezach chemicznych, np. w procesach syntezy chloroorganicznych herbicydów lub przy bieleniu chlorem celulozy [1].

PCDD/F są poważnym zanieczyszczeniem środowiska ponieważ ich najwyższe dopuszczalne stężenia w gazach emitowanych do atmosfery wyrażane są w dziesiątych częściach nanogramów na 1 m³ (ca 0,1 ng·m⁻³), a dopuszczalne dzienne pobrania w piko lub nawet femtogramach na 1kg masy ciała ($10^{-12} - 10^{-15}$ g/kg). Dla porównania warto zauważyć, że średnie graniczne stężenie ołowiu w powietrzu (średnia roczna) zalecane przez WHO i od 1998 roku obowiązujące również w Polsce wynosi 0,5 mg·m⁻³ [2].

Jednym ze źródeł emisji PCDD/F sa spaliny samochodowe, pochodzące zarówno z silników ZI (z zapłonem iskrowym) jak i ZS (z zapłonem samoczynnym). Poziom ogólnej emisji PCDD/F w różnych krajach Europy oraz udział w niej silników spalinowych ilustrują dane przedstawione w tabelach 1 i 2. Podane wielkości są jednak dyskusyjne ponieważ uzyskano je w oparciu o arbitralnie przyjęte wskaźniki. Badania opisane w poświęconym temu zagadnie-niu raporcie Amerykańskiego Stowarzyszenia Inżynierów Mechaników (ASME) [3] wykazały, że nie ma prostej proporcjonalności pomiedzy wielkościa emisji PCDD/F i zawartością chloru w paliwie. Porównanie wielkości emisji PCDD/F z silników spalinowych i ze spalarni odpadów zawiera publikacja Ballschmitera i współpracowników [4].

Artykuł niniejszy jest poświęcony chemicznej, fizycznej i toksykologicznej charakterystyce PCDD/F, przyczynom i warunkom ich powstawania w procesach spalania paliw w silnikach spalinowych oraz wynikającym stąd zagrożeniom środowiska i możliwościom im przeciwdziałania.

Tab. 1. Wielkość rocznej emisji PCDD/F w krajach europejskich [5]

Tab. 1. Annual PCDD/F emissions in European countries [5]

Country	Annual emission [g 1-TEQ]
Total Europe	11300
France	1636
Romania	1500
Russia (European part)	1200
Germany	1196
England	881
Ukraine	877
Belgium	616
Italy	583
Netherlands	505
Poland	359
Sweden	83.5

PCDD/F are not produced intentionally but they are generated in combustion processes of chlorine containing substances or are by-products resulting from some chemical syntheses, for example: chloroorganic herbicide synthesis or from cellulose whitening with chlorine [1].

PCDD/F is a significant environment pollution because its highest allowable concentration in gases emitted to the atmosphere is expressed in tenths of nanogram per 1 m3 (ca 0.1 ng·m^{-3}) and the allowable daytime dose is expressed in picogram or even femtogram per 1 kg of body mass ($10^{-12} - 10^{-15}$ g/kg). In comparison, one can find that mean boundary lead concentration in the air (annual mean), recommended by WHO and since 1998 also obligatory in Poland, is 0.5 mg·m⁻³ [2].

One of PCDD/F emission sources is car exhaust gas coming out of either spark-ignition engines (SI) or compress-ignition engines (CI). General PCDD/F emission level in European countries and the share from engines are presented in Table 1 and 2. However, the data is doubtful because it was obtained on the basis of arbitrary accepted factors. The research described in the report by American Society of Mechanical Engineers (ASME) [3] dedicated to this problem prove that there is no direct proportion between the size of PCDD/F emission and chlorine content in fuels. The comparison between PCDD/F emission from engines and from incineration plants is presented in publication by Ballschmiter et al. [4].

This paper is dedicated to chemical, physical and toxicological characteristic of PCDD/F, to causes and conditions of their formation in fuel combustion processes in internal-combustion (IC) engines, to the threats they arise to the environment and to the possibilities of counteraction.

Tab. 2. Udziały różnych źródeł emisji PCDD/F w łącznej emisji tych mikrozanieczyszczeń [6]

Tab. 2. Share of particular PCDD/F emissions in to-

tal emission of micropollutants [6]				
Source	Share [%]			
Organic fuel combustion	38			
Incineration	24			

Organic fuel combustion	38
Incineration	24
Ferrous metallurgy	17
Non – ferrous metallurgy	14
Transport	$1^{*)}$
Other	6

*) Other estimations are often ten times bigger [33]

100

2. Charakterystyka chemiczna PCDD/F

PCCD/F są aromatycznymi związkami chloroorganicznymi, zawierającymi od 1 do 8 atomów chloru w cząsteczce, o następujących wzorach strukturalnych:



Tworzą się w reakcjach pomiędzy odpowiednimi chlorofenolami. Mechanizm syntezy według W. Balzera i P. Plusche [7] można opisać następującymi równaniami:

2. Chemical characteristic of PCDD/F

PCDD/F are chloroorganic aromatic compounds containing 1 to 8 chlorine atoms in molecules of following structural formulas:

polichlorodibenzo(p)dioksyny PCDDs

polichlorodibenzofurany PCDFs

polichlorobifenyleny PCBPs

polichlorobifenyle PCBs

They are formed in reactions between relevant chlorophenols. The synthesis mechanism can be described by means of the following formula according to W. Balzer and B. Pluschke [7]:



Podobny mechanizm syntezy PCDD/F w fazie gazowej można znaleźć także u innych autorów. W analogiczny sposób PCDD/F powstają ubocznie podczas syntezy chlorofenoli stosowanych jako skuteczny środek bakteriobójczy oraz podczas wytwarzania chloropochodnych kwasów fenoksyoctowych, stosowanych jako herbicydy totalne (np. 2,4D i 2,4,5T stosowanych w czasie wojny w Wietnamie jako tzw. Orange Agent) [1]. Chloropochodne w rodzaju PCB, a także PCDD/F podobnie jak inne związki chloroorganiczne są stosunkowo trwałe, ale w wysokich temperaturach ulęgają rozkładowi i utlenieniu. Okazało się jednak, że po spaleniu, podczas schładzania spalin, PCDD/F powstają na nowo (synteza de novo). Zjawisko takie wyraźnie występuje w spalarniach odpadów. Ilustrują je dane przedstawione w tabeli 3. Wydaje się, że ta właśnie synteza de novo, której me-

The similar mechanism of PCDD/F synthesis in the gaseous phase can be found in some other publications. PCDD/F are formed analogously during chlorophenol synthesis used as a useful herbicide and during production of chlorine derivative phenoxyacetic acids used as total herbicides (e.g. 2,4D and 2,4,5T used in Vietnam, such as, so called, Orange Agent) [1]. Chlorine derivatives of PCBs kind and also PCDD/F such as other chloroorganic compounds are relatively durable but at high temperature they are decomposited and oxidated. Unfortunately they recover after combustion when combustion gases are cooled (de novo synthesis). This phenomenon is well observed in incineration plants. This is presented in Table 3. It seems that this *de novo* synthesis, the mechanism of which is not defined, is the cause of common generation of chanizm nie jest jednoznacznie wyjaśniony jest przyczyna powszechnego tworzenia się PCDD/F w spalinach, w tym także podczas spalania paliw w silnikach ZI i ZS, o ile tylko paliwo zawiera związki chloru.

Niezależnie od możliwości syntezy *de novo* można jednak dokonać rozkładu PCDD/F i oczyścić od nich spaliny. Problemem jest wymagana głębokość oczyszczenia, wyrażająca się wielkościami astronomicznymi (nano lub piko, a nawet femtogramami). Łatwiej więc zapobiegać tworzeniu PCDD/F przez eliminację z paliw chloru i innych chlorowców. Biorąc pod uwagę wszystkie chlorowce i wszystkie możliwe kombinacje podstawień liczba chlorowcopochodnych dioksyn wynosi 1700, a pochodnych furanów 3320 [9]. PCDD/F in exhaust fumes, including fuel combustion in both types of engines if only the fuel contains chlorine compounds.

Independently from the possibility of the *de novo* synthesis, PCDD/F can be decomposited and exhaust gases can be cleaned of them. The problem here is the demanded depth of leaning expressed in huge quantities (by nano-, pico- or even femtogram). It is then easier prevent from PCDD/F generation through the elimination of chlorine and its compounds from fuels. Taking into account all halogens and all possible combinations the number of chlorine derivative dioxines is 1700 and of furan derivatives is 3320 [9].

Tab. 3. Stężenia PCDD/F w spalinach ze spalarni odpadów [8]

		-				
			Low temperature zone/high			
Incinerating	PCDD/F	High ter	mperature	Low ten	nperature*	temperature zone
plant		temp. [°C]	concentration [ng/m ³]	temp. [°C]	concentration [ng/m ³]	PCDD/F concentration factor
	PCDD	740	14	120	120	88.3
Prince	PCDF	/40	10	150	100	90.0
	PCDD	1050	1	102	60	98.3
Island	PCDF	1050	not detected	165	100	> 99
1514114	PCDD	840	not detected	194	110	> 99
	PCDF	840	not detected	104	160	> 99
	PCDD	784	3	246	13	76.9
Pittsfield	PCDF	/04	15	240	27	44.4
Vican	PCDD	864	3	258	21	85.7
	PCDF	804	12	238	37	67.6
Westchester	PCDD & PCDF	600	204	240	610	66.6
Resco	PCDD & PCDF	600	138	240	575	76.0

Tab.	3.	PCDD/F	concentration	in	exhaust	fumes	from	incineral	tion	plants	[8]	1
------	----	--------	---------------	----	---------	-------	------	-----------	------	--------	-----	---

*) Low temperature zone is at fume outlet to the ambience

3. Charakterystyka fizyczna PCDD/F

Chloropochodne PCDD/F są substancjami o względnie wysokich temperaturach topnienia i niskiej prężności par. W tabeli 4 przedstawione są wg W.A. Isidorowa wybrane dane z tego zakresu.

W innych źródłach można spotkać nieco inne dane, ale nie odbiegające znacząco od danych przedstawionych w tabeli 4. R. Atkinson [11] podaje, że dla 2,3,7,8-TCDD w temperaturze 298K można przyjąć prężność par wynoszącą $6,67 \cdot 10^{-7}$ Pa [12, 13]. W następstwie małej prężności par PCDD/F w temperaturach otoczenia kondensują i adsorbują się na ciałach stałych.

3. Physical characteristic of PCDD/F

Chlorine derivative PCDD/F are substances of relatively high melting temperatures and low vapour pressure (v.p.). Table 4 presents some selected data acc. to W.A. Isidorow [10].

Some other sources provide slightly different data but not too much differing as the ones in Table 4. R. Atkinson [11] gives that for 2,3,7,8-TCDD at 298 K v.p. can be assumed 6.67×10^{-7} Pa [12, 13]. In the result of low v.p., PCDD/F concentrate and are adsorbed on solids at ambient temperature. Według J.M. Schray'a [12] 2,3,7,8-TCDD ma w stanie stałym gęstość 1827 kg·m⁻³, a w stanie ciekłym 1021 kg·m⁻³, wrze w temperaturze 421,19 °C i w temperaturze 25°C wykazuje prężność par 4,5·10⁻⁷ Pa.

PCDD/F są substancjami lipofilowymi i dlatego są słabo rozpuszczalne w wodzie a znacznie lepiej w rozpuszczalnikach organicznych. Według J.M. Schray'a [12] w temperaturze 25°C w wodzie rozpuszcza się 3,17·10⁻⁷ g 2,3,7,8-TCDD a w metanolu 10⁻³ g, natomiast w benzenie 0,57 g, zaś w o-dichlorobenzenie 1,40 g. Lipofilowy charakter PCDD/F powoduje, że gromadzą się one w tłuszczach.

Tab. 4. Wybrane właściwości fizyczne PCDD/F [10]Tab. 4. Selected physical properties of PCDD/F [10]

Acc. to J.M. Schray [12] 2,3,7,8-TCDD density is 1827 kg·m⁻³ in solid state and 1021 kg·m⁻³ in liquid state, boiling point 421.19°C and at 25°C v.p. is 4.5×10^{-7} Pa.

PCDD/F are lipophil and that is why they are poorly soluble in water and much better soluble in organic solvents. Acc. to J.M. Schray [12] at 25° C 3.17×10^{-7} g of 2,3,7,8-TCDD dissolves in water, but 10^{-3} g in methanol and 0.57 g in benzene, 1.40 g in o-dichlorobenzene. Lipophil character of PCDD/F causes that they gather in lipids.

PCDD/F	Melting point [°C]	Solubility in water [ng/dm ³]*	Vapour pressure [mm Hg]*
2,3,7,8-TCDD	305	10.3	7.9 10-5
1,2,3,7,8-PCDD	241	n. a.	5.8 10 ⁻⁸
1,2,3,4,7,8-HCDD	273	4.42	1.45 10-6
2,3,7,8-TCDF	228	4.19	2.0 10-6
2,3,4,7,8-PCDF	196.5	n. a.	3.5 10-7

*) At room temperature

4. Charakterystyka toksykologiczna PCDD/F

Trujące działanie PCDD/F wynika z ich zdolności wiązania się z białkowym receptorem arylowęglowodorowym oznaczanym Ah, który jest tym samym receptorem, który wiąże wielopierścieniowe węglowodory aromatyczne (WWA).

Receptor Ah kontroluje aktywację genów A1 i A2 w 15 chromosomie człowieka. Blokowanie receptora Ah przez PCDD/F powoduje gromadzenie się niespecyficznych monooksygenaz - cytochromów P450A1 i P450A2 oraz innych będących biokatalizatorami hemoprotein. Nagromadzenie się takich substancji narusza prawidłowe funkcjonowanie komórek i całego organizmu.

PCDD/F są odporne na metaboliczne przemiany i ich czas życia w organizmie ludzkim jest rzędu 10 lat. Toksyczne działanie PCDD/F w stosunku do ludzi obserwowano w czasie katastrofalnych skażeń środowiska lub żywności określanych jako katastrofa Seveso, choroba Yusho lub chloracne, choroba Yu-Cheng i inne [1, 10]. Na tej podstawie oraz w oparciu o badania na zwierzętach ustalono, że PCDD/F mogą wykazywać działanie:

 embriotoksyczne i teratogenne (powodują wady rozwojowe embrionów) objawiające się wzrostem liczby spontanicznych poronień i przedwczesnych porodów oraz wzrostem częstości występowania anomalii rozwojowych,

4. Toxicological characteristic of PCDD/F

Toxic properties of PCDD/F results from their abilities to bind with aryl hydrocarbon protein receptor marked Ah, which is the same receptor that binds polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH).

Ah receptor controls the activation of genes A1 and A2 in the 15th human chromosome. Ah receptor block through PCDD/F causes gathering of non-specific mono-oxygenates - P450A1 and P450A2 cytochromes and other hemoprotein biocatalyzer. These substances gathered interfere proper functioning of cells and of the whole organism.

PCDD/F are resistant to metabolism and their lifetime in human body is about 10 years. Toxic action of PCDD/F in relation to people was observed during disaster environmental or food contamination called Seveso disaster, Yusho disease or chloracne, Yu-Cheng disease or some other ones [1, 10]. On this basis and tests on animals the following PCDD/F action has been found:

- embryotoxic and teratogenic (they cause embryo development defects) emerging in spontaneous miscarriage and premature deliveries and also in increased frequency of development anomalia,
- immunotoxic, very similar to the one caused by HIV viruses,
- histopathologic emerging in particular as Yusho disease or chloracne, externally similar to juvenile acne and gastric and duodenal ulcers,

- immunotoksyczne, w pełni podobne do powodowanego przez wirusy HIV,
- histopatologiczne objawiające się w szczególności chorobą Yusho lub chloracne, zewnętrznie podobną do młodzieńczego trądziku oraz rozwojem wrzodów żołądka i dwunastnicy,
- metaboliczne, związane z modulacją aktywności enzymów, np. metabolizmu wymiany witamin A, K i inne,
- endokrynotoksyczne, związane z wpływem na metabolizm hormonów, tyroksyny, estrogenów i androgenów, przy czym tłumienie syntezy testosteronu prowadzi do trwałej feminizacji potomstwa męskiego i obniżenia płodności,
- neurotoksyczne, objawiające się nerwowością, stanami depresji i obniżeniem poziomu rozwoju umysłowego,
- kancerogenne, powodujące powstawanie nowotworów organów nieendokrynnych.

Działanie hormonopodobne PCDD/F może wyjaśniać dlaczego substancje te mogą być szkodliwe w tak niskich stężeniach oraz w okresie życia płodowego. Zatrucia ostre PCDD/F następują po wchłonięciu stosunkowo dużych dawek, ale szkodliwe są także małe dawki. Skutki zatrucia mogą występować dopiero po wielu latach np. w postaci zaburzeń orientacji seksualnej czy bezpłodności [14].

Dla oceny zagrożenia zatruciem licznymi substancjami określanymi jako PCDD/F (75 PCDDs + 135 PCDFs + 219 PCBs) stężenia poszczególnych związków sprowadza się do jednej liczby określanej jako TEQ - ilości równoważnej toksykologicznie [15, 16, 17, 18, 19].

Dokonuje się tego przy pomocy współczynników TEF (współczynniki równoważności toksykologicznej). Współczynniki te wyrażają ile razy dana dioksyna mniej efektywnie wiąże się z wspomnianym receptorem Ah niż najbardziej toksyczna 2,3,7,8-TCDD, dla której TEF = 1. Suma iloczynów zawartości poszczególnych PCDD/F i odpowiadających im współczynników toksyczności TEF daje wielkość TEQ.

Wielkości TEF, są więc względna miarą toksyczności poszczególnych PCDD/F w porównaniu z 2,3,7,8-TCDD. Toksyczność wielu PCDD/F jest praktycznie tak mała, że przyjmuje się dla nich TEF = 0. Wielkości TEF są przedmiotem dyskusji. Aktualnie ustalenia przedstawione są w tabelach 5 i 6.

Zerowe TEF bywają podstawą do formułowania opinii, że tego rodzaju substancjami trudniej się otruć niż aspiryną. Opinia tego rodzaju nie jest jednak obiektywna. Bombastus Theofrastus von Hohenheim, znany jako Paracelsus wyraził pogląd, że wszystko jest trucizna i nic nie jest trucizna, ponieważ o działaniu toksycznym decyduje dawka. Jeśli przyjąć pogląd Paracelsusa za słuszny, wówczas winien istnieć próg

- metabolic, connected to enzyme activity modulation, e.g.: vitamin exchange such as A, K and other ones,
- endocrinotoxic, connected to the influence of hormone, thyroxine, estrogen and androgen on metabolism but moreover the suppression of testosterone synthesis leads to stable feminisation of male progeny and lower fertility,
- neurotoxic, emerging in nervousness, depression state and mental retardation,
- cancerogenic that causes cancer of non-endocrine organs.

Hormone similar action of PCDD/F explains why these substances can be so harmful even at so small concentration and in embryonal life. PCDD/ F acute poisoning occur after a relatively high dose absorption but small doses are also harmful. Poisoning results can occur after several years e.g. in the form of sexual orientation disorder or sterility [14].

To evaluate the risk of poisoning by different substances called PCDD/F (75 PCDDs + 135 PCDFs + 219 PCBs), the concentration of particular compounds is related to one number determined as TEQ - toxically equivalent quantity [15, 16, 17, 18, 19]. This is carried out by means of TEFs (toxic equivalence factors). These factors express how many times the given dioxin less effectively binds the above mentioned Ah receptor than the most toxic 2,3,7,8-TCDD, for which TEF = 1. The sum of products of particular PCDD/F contents and their relevant toxic equivalent factors TEF gives TEQ value.

TEF value is then a relative measure of toxicity for particular PCDD/F in comparison to 2,3,7,8-TCDD. Many PCDD/F are so little toxic that TEF is assumed 0 for them. TEF values are often the subject for discussion. Currently established values are given in Tables 5 and 6.

TEF = 0 forms the basis to formulate the opinion that with this kind of substance is less poisoning than aspirin. This opinion is, however, not objective. Bombastus Theofastus von Hohenheim, known as Paracelsus, expressed his opinion that everything is poison and nothing is poison, because the dose decides of toxic action. If Paracelsus'es opinion is to be taken right, then the threshold of dose must be determined from which this harmful toxic action starts. This problem is still the subject of scientific discussions and research. The findings concerning the highest allowable concentrations and consumption of PCDD/F indicate that if there is any threshold for PCDD/F, it is within the range of very small doses.

- Tab. 5. Współczynniki toksyczności kongenerów PCDD/F wg Amerykańskiej Agencji Ochrony Środowiska (EPA) z 1987r. i CCMS NATO*) z 1988r. [15]
- Tab. 5. Toxicity factors for PCDD/F cogeners acc. to American Environment Protection Agency (EPA) dated 1987 and CCMS NATO*) dated 1988 [15]

Congener	EPA-TEFs/87	NATO I-TEFs/88
mono-, di- i triCDDs	0	0
2,3,7,8-TCDD	1	1
others TCDDs	0.01	0
2,3,7,8-PeCDD	0.5	0.5
others PeCDDs	0.005	0
2,3,7,8-HxCDD	0.04	0.1
others HxCDDs	0.0004	0
2,3,7,8-HpCDD	0.001	0.01
others HpCDDs	0.00001	0
OCDD	0	0.001
mono-, di- i triCDFs	0	0
2,3,7,8-TCDF	0.1	0.1
others TCDFs	0.001	0
1,2,3,7,8-PeCDF	0.1	0.05
2,3,4,7,8-PeCDF	0.1	0.5
others PeCDFs	0.001	0
2,3,7,8-HxCDF	0.01	0.1
others HxCDFs	0.0001	0
2,3,7,8-HpCDF	0.001	0.01
others HpCDFs	0.00001	0
OCDF	0	0.001

*) Committee on Challenges of Modern Society

wielkości dawki od której zaczyna się szkodliwe działanie trucizny. Zagadnienie to określane niekiedy jako problem hormezy jest jeszcze przedmiotem naukowych badań i sporów. Ustalenia dotyczące najwyższych dopuszczalnych stężeń i pobrań PCDD/F zdają się wskazywać, że jeśli tego rodzaju próg dla PCDD/F istnieje, to występuje on w zakresie niezwykle małych dawek.

5. Silniki spalinowe źródłem PCDD/F

Benzyna etylizowana oprócz węglowodorów i tetraetyloołowiu (TEO) zawiera pewną ilość chloro lub bromopochodnych etylenu, które maja za zadanie zapobieganie nadmiernemu osadzaniu się ołowiu w silniku i nazywane są "wynośnikami ołowiu".

Podczas spalania etyliny w silniku ZI wynośniki ołowiu są źródłem chlorowców, z których tworzą się PCDD/F. Według A. Grochowalskiego [21] stężenie PCDD/F w spalinach silników ZI zasilanych etylina wynosi od 1 do 20 ng·m⁻³, co 10 - 200 razy przekracza 0,1 ng·m⁻³ - stężenie uznane na najwyższe dopuszczalne.

Dane doświadczalne, dostępne w publikacjach przedstawione w tabeli 7 wskazują, że stężenie PCDD/F w spalinach silników ZI są zróżnicowane i nie zawsze przekraczają dopuszczalne. Dane tabeli 8 wskazują, że PCDD/F występują także w spalinach silników ZI

5. Internal combustion engines - the source of PCDD/F

Leaded petrol contains hydrocarbons, tetraethyllead (TEL) and some chlorine or bromine derivative of ethylene that are to prevent from over-deposition of lead in engines and are called "lead scavengers".

During combustion of leaded petrol in SI engines, lead scavengers are the source of halogens from which PCDD/F are created. Acc. to A. Grochowalski [21], PCDD/F concentration in exhaust fumes is 1 to 20 ng·m⁻³ which 10 to 200 times exceeds 0.1 ng·m⁻³ - the concentration established as maximal allowable.

Experimental data available in publications and presented in Table 7 indicate that PCDD/F concentration in exhaust fumes from SI engines is diversified and not always exceeds its limit. Table 8 indicates that PCDD/F exists also in exhaust fumes Tab. 6. Współczynniki toksyczności kongenerów PCDD/F i koplanarnych non-orto PCB wg WHO z września 1997r. [20]

Congener	Man/mammals	Fish	Birds	
2,3,7,8-TCDD	1	1	1	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	1	1 ^f	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1 ^a	0.5	0.05 ^f	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1 ^a	0.01	0.01 ^f	
1,2,3,,7,8,9-HxCDD	0.1 ^a	0.01 ^e	0.1 ^f	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	0.001	< 0.001 f	
OCDD	0.0001 ^a	-	-	
2,3,7,8-TCDF	0.1	0.05	1 ^f	
1,2,3,7,8-PeCDF	0.05	0.05	0.1 ^f	
2,3,4,7,8,-PeCDF	0.5	0.5	1 ^f	
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1	0.1	0.1 ^{c,f}	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	0.1 ^c	0.1 ^{c,f}	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1 ^a	0.1 ^{c,e}	0.1 ^c	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1 ^a	0.1 ^c	0.1 °	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01 ^a	0.01 ^b	0.01 ^b	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01 ^a	0.01 ^{b,e}	0.01 ^b	
OCDF	0.0001 ^a	0.0001 ^{b,e}	0.0001 ^b	
3,4,4,5-T ₄ CB (nr 81)	0.0001 ^{a,b,c,e}	0.0005	0.1 ^e	
3,3,4,4-T ₄ CB (nr 77)	0.0001	0.0001	0.05	
3,3,4,4,5-P ₅ CB (nr 126)	0.1	0.005	0.1	
3,3,4,4,5,5-H ₆ CB (nr 169)	0.01	0.00005	0.001	
2,3,3,4,4-P ₅ CB (nr 105)	0.0001	< 0.000005	0.0001	
2,3,3,4,4-P ₅ CB (nr 114)	0.0005 ^{a,b,c,d}	< 0.000005 ^b	0.0001 ^g	
2,3,4,4,5-P ₅ CB (nr 118)	0.0001	< 0.000005	0.0001	
2,3,4,4,5-P ₅ CB (nr 123)	0.0001 ^{a,c,d}	< 0.000005 ^b	0.00001 ^g	
2,3,3,4,4,5-H ₆ CB (nr 156)	0.0005 ^{b,c}	< 0.000005	0.0001	
2,3,3,4,4,5-H ₆ CB (nr 157)	0.0005 ^{b,c,d}	< 0.000005 ^{b,c}	0.0001	
2,3,4,4,5,5-H ₆ CB (nr 167)	0.00001 ^{a,d}	< 0.000005 ^b	0.00001 ^g	
2,3,3,4,4,5,5-H ₇ CB (nr 189)	0.0001 ^{a,c}	< 0.000005	0.00001 ^g	

Tab. 6. Toxicity factors for PCDD/F congeners and coplanar non-orto PCB acc. to WHO dated Sept.'97 [20]

"-" = lack of TEF because of non – available toxicological data, a = limited number of data, b = structural similarity, c = prognosis on the basis of QSAR model from induction force CYP1A (monkey, pig, chicken or fish), d = lack of new data since 1993, e = CYP1A induction *in vitro*, f = CYP1A induction *in vitro* after injection *in ovo*, g = prognosis on the basis of QSAR model.

W maju 1998 r. Europejskie Centrum Środowiska i Światowa Organizacja Zdrowia (WHO) we współpracy z Międzynarodowym Programem Bezpieczeństwa Chemicznego (IPCS) po wspólnych konsultacjach w Genewie podały ocenę zagrożenia zdrowia człowieka przez PCDD/F i ich dopuszczalnych dziennych pobrań (TDI). Uznano, że dzienne pobrania PCDD/F skutkujące wystąpieniem pierwszych symptomów chorobowych zawierają się w zakresie 14-37 pg/kg masy ciała. Aby wyrazić dzienne dopuszczalne pobranie przez TEQ polecono stosowanie łącznego współczynnika niepewności. Stosując ten wskaźnik, ustalono TDI na poziomie 1-4 pg TEQ/kg masy ciała [32]. In May 1998 European Centre for Environment and Health Organisation (WHO-ECEH) and the International Programme on Chemical Safety (IPCS) after consultation in Geneva - Switzerland, on the "Assessment of the health risk of dioxins; re-evaluation of the TDI" estimated, that human daily intake of PCDD/F which gives first symptoms is the range of 14-37 pg/kg b.w./day. To arrive at TDI expressed as TEQ a composite uncertainly factor was recommended. By applying this uncertainly factor a TDI range of 1-4 pg TEQ/kg body weight was established [32].

Datual	Content [mg/l]			PCDD/F concentration		Dessevek by	Domoulz		
retroi	Pb	Cl	Br	pg TEQ/km	ng TEQ/l	Research by	кешагк		
leaded									
	nb	nb	nb	30-520	0.35-5.8	Marklund 1987	with C ₂ H ₂ Cl ₂ * ⁾		
	nb	nb	nb	120	1.08	Hagenmaier 1990			
	288	161	172	ca 40	0.5	Bingham 1989			
	150	84	81	1.1	0.01	Marklund 1990			
	150	80	81	2.6	0.023	Marklund 1991			
	nb	nb	nb	6		Parma 1994			
	nb	70	76		0.45-1.66	Schwind 1991			
	nb	nb	nb	200	1.79	CARB 1987			
30% leaded + 70% unleaded									
	nb	nb	nb	38 (11-64)		Oehme	tunnel, drive upwards		
	nb	nb	nb	520 (310-810)		Oehme	tunnel, drive low		
unleaded, without catalyst									
	50	19	nb	0.36	0.0035	Marklund 1990			
	nb	nb	nb	4	0.05	Hagenmaier 1990			
	nb	nb	nb	ca 40		Bingham 1989			
	nb	nb	nb		0.05-0.22	Schwind 1991			
unleaded, with	1 catalyst								
	nb	nb	nb	2	0.02	Hagenmaier 1990			
	nb	nb	nb		0.02-0.03	Schwind 1991			
	nb	nb	nb	240	4.33	CARB 1987			

Tab. 7. Wielkości emisji PCDD/F z silników spalinowych liczone na 1 km przebytej drogi lub 1 l zużytego paliwa [22]Tab. 7. PCDD/F emission from IC engines per 1 km or 1 l of fuel [22]

*) lead scavenger

zasilanych benzyną bezołowiową, a wiec z założenia pozbawioną wynośników ołowiu. Podobne zjawisko można zaobserwować w przypadku silników ZS zasilanych jak wiadomo olejami napędowymi, które także nie zawierają (z założenia) związków chloru (rys. 1).

Źródła chloru niezbędnego do syntezy PCDD/F w silnikach spalinowych upatrywać można w olejach silnikowych, ale są to bardzo małe ilości chloru nie przekraczające 50 ppm, przy czym według norm winny być o rząd wielkości mniejsze (DIN 51527 Teil 1 przewiduje nie więcej niż 5 ppm) [24].

W takiej sytuacji niezbędny do syntezy chlor (lub brom) może pochodzić z powietrza albo z nieświadomych lub celowych, choć przestępczych zanieczyszczeń paliwa związkami chloroorganicznymi. Nie jest wykluczone, że jedną z przyczyn pojawiania się związków chloru w paliwach, które z założenia nie powinny zawierać chloru może być przemienne używanie zbiorników do przewożenia lub gromadzenia etyliny i paliw nie zawierających chloru. from SI engines fed with unleaded petrol which should be deprived from lead scavengers. Similar phenomenon can be observed in the case of CI engines fed with diesel oil which do not contain chlorine compounds (Fig. 1).

Chlorine sources to synthesize PCDD/F in IC engines can be seen in engine oils, however the quantities are very small, not exceeding 50 ppm. Acc. to the standard these values should be ten times smaller (DIN 51527 Teil 1 does not predict more than 5 ppm) [24].

In this case, necessary chlorine (or bromine) for the synthesis can come from the air or unintentional or intentional, however criminal, pollution of fuels with chloroorganic compounds. It is not unlikely that one of the reasons for chlorine compounds in fuels that should not contain them, can be subsequent use of cisterns for leaded petrol and fuels without chlorine.

D I ·	PCDD/F [pg/km]				PCDD/F [pg TEQ/km]			
Rodzaj	I-TEF	S1	S2	RN	RV	S1	RN	RV
2,3,7,8-TCDF	0.1	< 2.7	nb	< 4.0	4.9	nw	nw	0.49
1,2,3,7,8-PeCDF	0.05	< 2.2	nb	< 4.0	5.3	nw	nw	0.265
2,3,4,7,8-PeCDF	0.5	< 2.4	nb	< 6.4	5.3*	nw	nw	nw
1,2,3,4,7,8- HxCDF	0.1	2.3	nb	6.3	8.0	0.23	0.63	0.80
1,2,3,6,7,8- HxCDF	0.1	2.7	nb	6.8	4.7	0.27	0.68	0.47
2,3,4,6,7,8- HxCDF	0.1	3.0	nb	11	8.7	0.30	1.1	0.87
1,2,3,7,8,9- HxCDF	0.1	< 1.2	nb	< 2.5	< 1.8	nw	nw	nw
1,2,3,4,6,7,8- HpCDF	0.01	8.8	nb	24	39	0.088	0.24	0.39
1,2,3,4,7,8,9- HpCDF	0.01	< 1.3	nb	5.0	10	nw	0.05	0.10
OCDF	0.001	< 1.8	nb	< 4.7	19	nw	nw	0.019
TCDF		46	nb	93	125			
PeCDF		9.5	nb	109	70			
HxCDF		6.1	nb	92	74			
HpCDF		8.8	nb	28	68			
Total PCDF		70	nb	322	356	0.89	2.70	3.40
2,3,7,8-TCDD	1	< 1.2	< 1.3	< 1.1	1.7	nw	nw	1.7
1,2,3,7,8-PeCDD	0.5	< 1.2	< 1.3	< 1.4	< 1.4	nw	nw	nw
1,2,3,4,7,8- HxCDD	0.1	2.0	2.9	1.1	3.0	0.2	0.11	0.30
1,2,3,6,7,8- HxCDD	0.1	1.2	1.6	2.6	2.9	0.12	0.26	0.29
1,2,3,7,8,9- HxCDD	0.1	1.6	< 1.3	1.2	2.2	0.16	0.12	0.22
1,2,3,4,6,7,8- HpCDD	0.01	3.5	5.6	6.9	7.2	0.035	0.069	0.072
OCDD	0.001	11	15.1	27	18	0.011	0.027	0.018
TCDD		16	20.4	26	30			
PeCDD		6.7	6.0	13	5.2			
HxCDD		25	24.0	37	28			
HpCDD		8.9	14.0	18	18			
Total PCDD		68	80	121	99	0.53	0.59	2.6
Total PCDD/F		138		443	455	1.4	3.3	6.0

Tab. 8. Emisja PCDD/F przez samochód Škoda Favorit zasilany benzyną bezołowiową [22]Tab. 8. PCDD/F emission by Skoda Favorit fuelled with lead-free petrol [22]

S1, S2 - test with synthetic engine oil, RN - test with new mineral engine oil, RV - test with worn out mineral engine oil, *) co-elution with non toxic congener, nb - not tested, nw - not found. See also [33].



Rys. 1. Porównanie emisji PCDD/F z silników ZI i ZS [9] Fig. 1. The comparison of PCDD/F emissions from SI and CI engines [9]

6. Synteza PCDD/F de novo

W czasie spalania paliw w silnikach spalinowych destrukcji ulegają zarówno zawarte w paliwie węglowodory, jak też związki chloroorganiczne. Z produktów destrukcji powstają potem WWA i PCDD/F. Zadziwiające jest, że te ostatnie powstają przy nawet bardzo małych zawartościach chloru w paliwie i krótkim czasie reakcji. Oznacza to, że synteza PCDD/F następuje z bardzo reaktywnych substratów. Według poglądów autorów referatu kluczową substancją w tej syntezie może być benzin, węglowodór o wzorze C_6H_4

6. PCDD/F de novo synthesis

Chloroorganic compounds and hydrocarbons contained in fuels undergo destruction during fuel combustion in engines. Destruction products generate then PAH and PCDD/F. It is surprising that the latter is created even at little chlorine content in fuels and in a very short reaction time. This means that PCDD/F synthesis results from very reactive substrates. The authors point out benzine as the key substance in this
i pierścieniowej budowie podobnej do benzenu, lecz zawierający dwa wiązania podwójne i jedno potrójne (a nie trzy podwójne jak w benzenie).

Benzin jest bardzo reaktywny chemicznie ponieważ można rozpatrywać ten związek jako dirodnik, możliwość jego powstawania w wielu reakcjach chemicznych została potwierdzona doświadczalnie.



henzin benzine

Zakładając tworzenie się w warunkach spalania benzinu, można dalsza synteze PCDD/F de novo wyjaśnić w terminach klasycznej nadtlenkowej teorii Bacha-Englera [23]. Według tej teorii pierwszym aktem reakcji jest przyłączenie się cząsteczki tlenu O, do aktywnej cząsteczki związku utlenianego A* i powstaje nadtlenek:

$$A^* + O_2 \rightarrow AO_2$$

Energia wiązania pomiędzy atomami tlenu w cząsteczce O, jest 3 - 4 razy większa niż w powstałym nadtlenku, wskutek czego łatwo ulega on następującej reakcji:

$$A^* + O_2 \rightarrow AO_2$$

w której powstaje tlenek. Istnienie tlenków i nadtlenków powstających w procesach spalania paliw jest powszechnie uznawane.

Podstawiając za A* dirodnik benzinu otrzymuje się:



Benzine is very chemically reactive because it can be considered as a diradical. The possibility for its generation has been confirmed experimentally.



dirodnik benzinu benzine diradical

Assuming benzine generation during combustion, further de novo synthesis of PCDD/F can be explained in terms of classic Bach-Engler's peroxide theory [23]. Acc. to this theory, the first event of reaction is combining of an oxygen particle O, with an oxidable compound active particle A* to create peroxide:

$$A^* + O_2 \rightarrow AO_2$$

Bond energy between oxygen atoms in O2 molecule is 3 - 4 times as such in the created peroxide and that is why it undergoes easily through the following reaction:

$$A^* + O_2 \rightarrow AO_2$$

in which oxide is produced. The existence of oxides and peroxides resulting from fuel combustion processes is commonly accepted.

Substituting A* with a benzine diradical one can obtain:



NAUKA I TECHNIKA

alternatively: i = 0 + i = 0 + 2 i = 0 o nadtlenek benzinu benzine peroxide benzine benzine benzine benzine benzine dibenzofuran tlenek benzinu benzine oxide benzine dibenzofuran

W ten sposób w wysokich temperaturach mogą tworzyć się szybko w następstwie reakcji rodnikowych struktury dibenzodioksyn i dibenzofuranów, ponieważ tego rodzaju reakcje w zasadzie nie wymagają energii aktywacji i na ich szybkość nie ma wpływu współczynnik steryczny.

alternatywnie:

Kluczowa substancja - benzin może się tworzyć w wysokich temperaturach z acetylenu, który jest zawsze obecny w strefie reakcji w procesie spalania i z którego tworzy się także benzen. Acetylen można również rozpatrywać jako dirodnik - CH = CH - , trzy cząsteczki acetylenu tworzą benzen. W odpowiednich warunkach może powstawać również chloroacetylen [11].

W obrębie żółtego płomienia występuje nie tylko acetylen, ale również cząsteczki C_2 , które także można rozpatrywać jako dirodniki:

$$C_2 \leftrightarrow -C \equiv C -$$

Dwie cząsteczki acetylenu tworzą dirodnik diwinylu, z którego po przyłączeniu C₂ powstaje benzin:

$$-HC = CH - + -HC = CH - \rightarrow -CH = CH - CH = CH -$$



In this way at high temperatures dibenzodioxine and dibezofuran structures can be created quickly in the result of radical reactions because this type of reactions does not require activation energy and does not depend on the steric factor.

The key substance - benzine can be created at high temperatures from acetylene which is always present in reaction zone in combustion processes and benzene C_6H_6 also is produced from acetylene. Acetylene can also be considered as diradical - CH = CH -, three molecules of acetylene make benzene. In friendly conditions chloroacetylene can be produced too [11].

In yellow flames there is not only acetylene, but there are C_2 molecules, which can also be considered as diradicals:

$$C_2 \leftrightarrow -C \equiv C -$$

Two acetylene molecules create divinyle diradical, which with C_2 create benzine:

dirodnik diwinylu divinyle diradical



Łatwo również wyjaśnić rolę tlenku węgla CO jako silnego prekursora syntezy de novo PCDD/F biorąc pod uwagę reakcję:

$$2 \text{ CO} \leftrightarrow \text{C} + \text{CO}_2$$

PCDD/F mogą się tworzyć albo przez późniejsze schlorowanie wytworzonych struktur dioksyn lub furanów lub z chloroacetylenu, który także może powstawać w wysokotemperaturowej strefie reakcji z zawierających chlor substratów organicznych.

W literaturze można spotkać inne oprócz wspomnianej (wg W. Balzera i P. Pluschke) interpretacje mechanizmu syntezy PCDD/F de novo, które nie uwzględniają w tej syntezie kluczowej roli benzinu [25, 26, 27, 28]. Dyskusja tych teorii przekracza ramy tego artykułu i dlatego jest pominięta. Inne teorie nie tłumaczą dlaczego zjawisko syntezy de novo jest w procesach spalania powszechne i synteza następujenawet przy bardzo małych stężeniach chloru w paliwie, choć nie ma prostych zależności pomiędzy stężeniem chloru w paliwie i stężeniem PCDD/F w spalinach. Brak tej zależności można wyjaśnić efektami katalitycznymi. Jeśli, jak dowodzą dane z tabeli 3 w wysokich temperaturach PCDD/F nie występują, to tym bardziej trudno przyjąć, że występują tam chlorofenole lub chlorobenzeny stanowiące niezbędne substraty dla syntezy PCDD/F według mechanizmu podanego przez W. Balzera i P. Pluschke.

Z pewnością można jednak stwierdzić, że wówczas kiedy paliwo i olej silnikowy nie zawierają chloru, PCDD/F nie mogą powstać.

7. Podsumowanie

Przedstawiony opis szkodliwego działania PCDD/F i ich powszechnego tworzenia się w procesach spalania paliw i olejów silnikowych zawierających chlor pozwala sformułować następujące wnioski:

- etylinę należy zastępować benzyną bezołowiową nie tylko ze względu na skażenie środowiska ołowiem, ale także z uwagi na nie mniej groźne skażenie środowiska PCDD/F,
- również w przypadku olejów napędowych trzeba drastycznie ograniczać dopuszczalną zawartość chloru,
- podobnie rygorystyczne ograniczenie powinno dotyczyć zawartości chloru w olejach silnikowych. Nawet niewielkie emisje PCDD/F w następstwie

ich dużej trwałości mogą koncentrować się w przydrożnych glebach [29, 30, 31] i poprzez rośliny włączać się w łańcuchy pokarmowe. Nie jest wykluczone, że podobne ograniczenia powinny dotyczyć także bromu i innych chlorowców, których toksyczne własności są jeszcze mało znane. It also may to explain why CO is an "excellent" precursor of PCDD/F synthesis de novo through reaction:

$$2 \text{ CO} \leftrightarrow \text{C} + \text{CO}_2$$

PCDD/F can be created by further chlorination of generated dioxin or furan structures or from chloroacetylene that can be produced in the high temperature zone of reactions with organic substrates that contain chlorine.

Publications provide some other than the mentioned (acc. to W. Balzer and P. Pluschke) explanation of the de novo PCDD/F synthesis mechanism. They, however, do not take into account the key role of benzin [25, 26, 27, 28]. The discussion on these theories exceeds the frame of this paper and that is why is omitted. The other theories do not explain why this de novo synthesis is so common in combustion processes and the synthesis occurs even at small chlorine concentration in fuels, however there are no direct relation between the chlorine concentration in fuels and the PCDD/F concentration in fumes. The lack of this relation can be explained by catalytic effect. If, as it follows from Table 3, PCDD/F do not occur at high temperature, then it is even more difficult to accept that chlorophenol and chlorobenzen, which is a necessary substrate for PCDD/F syntheses, occur there, acc. to the mechanism given by W. Balzer and P. Pluschke.

One can state for sure that if fuels and engine oil do not contain chlorine, PCDD/F do not occur.

7. Summary

The presented description of PCDD/F harmful action and their common occurrence in combustion processes of fuels and engine oils containing chlorine let us formulate the following conclusions:

- leaded petrol should be replaced with lead-free petrol not only because of environment pollution with lead but also because of not less hazardous pollution with PCDD/F,
- in the case of diesel oil the allowable content of chlorine should be reduced too,
- similarly strict reduction should be applied to chlorine content in engine oils.

Even small PCDD/F emissions can concentrate in the soil along roads because they are long lasting [29, 30, 31] and through plants get into the food chain. It is not unlikely that similar restrictions should be applied to bromine and other halogens, the toxicity of which is not well known.

References

- [1] Alloway B.J., Ayres D.C.: Chemical Principles of Environmental Pollution (in Polish Chemiczne podstawy zanieczyszczenia środowiska). Wydawnictwo Naukowe PWN 1999.
- [2] Mitosek G., Skotak K., Iwanek J.: *Ocena stanu zanieczyszczenia powietrza w Polsce w świetle standardów Unii Europejskiej.* Państwowa Inspekcja Ochrony Środowiska, Warszawa 1998.
- [3] Rigo H.G., Chandler A.J., Lanier W.S.: The Relationship between Chlorine in Waste Streams and Dioxin Emissions from Waste Combustor Stacks. CRID vol. 36 An ASME Research Report 1997, http://c3.org/library/relationship.html#dioxins.
- [4] Ballschmiter K., Buchert H., Niemczyk A., Munder A., Swerev M.: *Automobile exhaust versus municipal waste incineration as sources of the polichloro-dibenzodioxins (PCDD) and furans (PCDF) found in environment.* Chemosphere 15 (1986) pp. 901-915.
- [5] The European Emission Inventory of Heavy Metals and Persistent Organic Pollutants for 1990 (1997) TNO Institute of Environmental Science, Energy Research and Process Innovation. Ateldorn, 376 p.
- [6] Jacenko-Chmielewska M.A., Cybulski W.W.: Ecological Chemistry. 1999 8(2) p.74.
- [7] Balzer W., Pluschke P.: Secondary Formation of PCDD/F During the Thermal Stabilisation of Sewage Sludge. Chemosphere, vol. 29, nos. 9-11, pp. 1889-1902, 1994.
- [8] Goldfarb T.D.: *Evidence for Post-Furane Formation of PCDDs and PCDFs Implication for Control.* Chemosphere vol. 18, nos. 1-6, pp. 1051-1055, 1989.
- [9] Bühler U., Essers U., Greiner R.: *Dioxin-Emission des Strassenverkehrs*. MTZ Motortechnische Zeitschrift 58 (1997) 7/8.
- [10] Isidorov W.A: *Wwiedienje w kurs chimiczeskoj ekotoksikologii*. Izdatielstwo Sankt-Peterburskowo Uniwersitieta1997.
- [11] Atkinson R.: Atmospheric lifetimes of dibenzo(p)dioxins and dibenzofurans. The Science of the Total Environment 104 (1991) pp. 17-33.
- [12] Schray J.M.: Physical-chemical properties of 2,3,7,8 TCDD. Chemosphere 1985 (14) No 6/7, pp. 887-890.
- [13] Rodorf B.F.: Prediction of vapour pressure, boiling points and enthalpies of fusion for twenty-nine halogenated dibenzo(p)dioxins. Thermochem Acta 112 (1987) pp. 117-122.
- [14] See also: Chemosphere (15) No 9-12, pp. 1325-1332, 1986 and Rodorf B.F.: Thermodynamic properties of polychlorinated compounds: the vapour pressure and enthalpies of sublimation of ten dibenzo-para-dioxins. Thermochem Acta 85 (1985) pp. 435-438.
- [15] Colborn T., Dumanowski D., Myers J.P.: Our Stolen Future with foreword of Al Gore (in Polish Nasza skradziona przyszłość). Wydawnictwo Amber Warszawa 1997.
- [16] Barnes D.G.: *Toxicity equivalents and EPA's risk assessment of 2,3,7,8 TCDD*. The Science of the Total Environment 104 (1991) pp. 73-86.
- [17] Starek A.: *Ocena narażenia złożonego koncepcja równoważnika toksyczności*. Materials of International Conference "Dioksyny w przemyśle", Kraków 23-24 September 1999, pp. 41-50.
- [18] Travis C.C, Hattemer-Frey H.A.: *Human exposure to dioxin*. The Science of the Total Environment 104 (1991) pp. 97-127.
- [19] Schierow L.J.: CRS Report for Congress Dioxin: Reassessing the Risk. http://www.c3.org/library/crsdioxin.html
- [20] Piskorska-Pliszczyńska J.: Toksyczność i mechanizm molekularny działania polichlorowanych dibenzo(p)dioksyn i dibenzofuranów. Materials of International Conference "Dioksyny w przemyśle", Kraków 23-24 September 1999, pp. 59-68.
- [21] Falandysz J.: Polichlorowane bifenyle (PCBs) w środowisku chemia, analiza, toksyczność, stężenia i ocena ryzyka. Fundacja rozwoju Uniwersytetu Gdańskiego 1999.
- [22] Grochowalski A.: Źródła powstawania dioksyn i sposoby przedostawania się ich do środowiska. Materials of the 1st Conference "Dioksyny - Człowiek - Środowisko", Kraków, 22-23 September 1994.
- [23] Výška J., Přibyl J., Pekárek V., Stach J., Tydlitát V., Smolík J., Grabic R., Lojkásek M., Kilián J., Beneš J.: Oznaczanie trwałych zanieczyszczeń organicznych w gazach spalinowych silników spalinowych. Materials of 3rd International Conference "Dioksyny - Człowiek - Środowisko", Kraków 17-18 September 1998, pp. 60-66.
- [24] Kratkaja chimiczeskaja enciklopedja vol. 3, p. 938. Izdatielstwo Sowietskaja Enciklopedja, Moskwa 1964.
- [25] Grabic R., Danihelka P., Ocelka T., Dej M., Horak J.: Emission of POPs from combustion of used oils in heat sources to 30 kW and to 233 kW power at presence of heavy metals. Materials of International Conference "Dioksyny w przemyśle", Kraków 23-24 September 1999, pp. 79-84.
- [26] Chrząszcz R.: Rozwój badań nad powstawaniem i analizą PCDD/F. Materials of 3rd International Conference "Dioksyny Człowiek Środowisko", Kraków 17-18 September 1998, pp. 96-100.

- [27] Huang H., Buekens A.: *De novo synthesis of polychlorinates dibenzo(p)dioxins and dibenzofurans; Proposal of a mechanistic scheme*. The Science of the Total Environment 193 (1996) pp. 121-141.
- [28] Konduri R., Altmicker E.: Analyses of Time Scales Pertinent to Dioxin/Furan Formation on Fly Ash surfaces in Municipal Solid Waste Incinerators. Chemosphere vol. 28, no 1, pp. 23-45, 1994.
- [29] Stieglik L., Zwicke G., Beek J., Roth W., Vogg H.: On the De-Novo Synthesis of PCDD/PDCF on Fly Ash of Municipal Waste Incinerators. Chemosphere vol. 18, nos. 1-6, pp. 1219-1226, 1989.
- [30] Unger H.J., Prinz D.: Verkehrsbedingte Immissionen in Baden-Württemberg Schwermetalle und organische Fremdstoffe in strassennahen Böden und Aufwuchs. Umweltministerium Baden-Württemberg, Dezember 1992.
- [31] Oehme M., Larssen S., Brevik E.M.: Emission factors of PCDD and PCDF for road vehicles obtained by tunnel experiment. Chemosphere 1991, vol. 23, pp. 1699-1708.
- [32] Li H., Banner C., Mason G.G., Westerholm R.N., Rafter J.J.: Determination of Polycyclic Aromatic Compounds and Dioxins Receptor Ligands Present in Diesel Exhaust Particulate Extracts. Atmospheric Environment vol. 30, no. 20, pp. 3537-3543, 1996.
- [33] V.Leeuwen F.X.R., Feely M., Schrank D., Larsen J.C., Farland M., Younes M.: *Dioxins: WHO's tolerable daily intake* (*TDI) revisited*. Chemosphere 40 (2000), pp. 1095-1101.
- [34] See also: Brouwer A., Ahlborg V.G., V.Leeuwen F.X.R., Feely M.: Report of the WHO Working Group on the Assessment of Health Risks for Human Infants from Exposure to PCDDs, PCDFs and PCBs. Chemosphere 37 (1998), nos. 9-12, pp. 1627-1643.
- [35] Broz J., Grabic R., Kilian J., Lojkasek M., Marklund S., Ocelka T., Pekarek V., Pribyl J., Tydlitat V., Vyska J.: *The effect of oils on PAH, PCDD, PCDF and PCB emissions from a spark engine fuelled with leaded gasoline*. Chemosphere 41 (2000), pp.1905-1911.

Prof. dr hab. inż. Jerzy Merkisz Mgr inż. Jarosław Kozak

Instytut Silników Spalinowych i Podstaw Konstrukcji Maszyn Politechnika Poznańska ul. Piotrowo 3 60-965 Poznań tel.: (0-61) 6652704, fax: (0-61) 6652204 e-mail:Jerzy.Merkisz@put.poznan.pl e-mail: Miloslaw.Kozak@put.poznan.plJerzy Merkisz

Prof. dr hab. inż. Zdzisław KOZAK

Instytut Inżynierii i Ochrony Środowiska Politechnika Lubelska ul. Nadbystrzycka 40 20-618 Lublin tel.: (0-81) 5381413, fax: (0-81) 5256948 e-mail: danuta@akropolis.pol.lublin.pl

STATYSTYCZNA ANALIZA TOLERANCJI STATISTICAL ANALYSIS OF TOLERANCE

W artykule omówiono podstawowy tolerowania wymiarów części maszyn oraz zasady statystycznej analizy tolerancji wymiarów. W statystycznej analizie tolerancji uwzględniono podstawowe parametry określające stabilność procesu technologicznego. Do tych parametrów zaliczono odchylenie od symetrii i koncentrację. Analizę statystyczną tolerancji przeprowadzono dla pięciu przypadków niestabilności procesu, wyznaczając tolerancję zaobserwowaną oraz prawdopodobieństwo wstąpienia błędu I-go rodzaju dla określonej tolerancji konstrukcyjnej.

The paper indicates the grounds for tolerating machine elements' dimensions as well as presents principles of statistical analysis of dimensional tolerance. Statistical analysis of tolerance comprises basic parameters defining stability of technological process such as deviation from the symmetry and concentration. The analysis was carried out for 5 cases of process instability, indicating real tolerance and probability of occurring type 1 error for a specified structural tolerance.

1. Wstęp

Prawidłowość współpracy elementów maszyn, w dużym stopniu zależy od właściwości geometrycznych powierzchni współpracujących. Do właściwości tych można zaliczyć:

- wymiary określające położenie powierzchni,
- kształty elementarnych brył geometrycznych,
- położenie wzajemne elementarnych brył geometrycznych,
- strukturę geometryczną powierzchni.

Wymienione właściwości geometryczne powierzchni warstwy wierzchniej winny być uzyskane w procesie technologicznym obróbki danego elementu. Procesy technologiczne charakteryzują się określoną dokładnością, dlatego w rzeczywistości określone właściwości geometryczne uzyskuje się z pewnym przybliżeniem do założonych.

Z uwagi na skończoną dokładność procesów technologicznych, wprowadzono w technice wartości tolerowane, a w budowie maszyn w odniesieniu do właściwości geometrycznych powierzchni - **tolerancję** określającą dokładność wykonania:

- wymiaru,
- kształtu,
- położenia,
- gładkości powierzchni (chropowatość).

1. Introduction

The correct co-operation between machine elements seems to be greatly dependant on geometrical features of mating surfaces. Such features include:

- dimensions determining position of the surface,
- shapes of elementary geometrical solids,
- reciprocal position of elementary geometrical solids,
- geometrical structure of the surface.

All those geometrical features of the upper surface layer should be obtained during the technological process aimed at treating the element. Technological processes are characterised by a definite accuracy, and so the values of some geometrical features gained in reality are to some extent approximate to those that have been assumed.

Considering the limited accuracy of technological process, it has been decided to introduce tolerable values into technology, whereas mechanical engineering approves **tolerance** (in relation to geometrical features of the surface) determining measuring accuracy of:

- dimension,
- shape,
- position,
- surface smoothness (roughness).

2. Tolerancja wartości

Wartość tolerowana charakteryzuje się tym, że dopuszcza w procesie technologicznym pewne granice odchyleń wartości rzeczywistej od wartości nominalnej. Granice te stanowią dwie wartości, tzw. górna wartość graniczna (górny wymiar graniczny) \mathbf{B} i dolna \mathbf{A} . Tolerancja \mathbf{T} jest różnicą tych wartości:

$$T = B - A \tag{1}$$

Wartości graniczne są związane z wartością nominalną N odchyłkami granicznymi tzw. górną odchyłką ES(es) i dolną odchyłką EI(ei) odpowiednio:

$$B = N + ES(es) \tag{2}$$

$$A = N + EI(ei) \tag{3}$$

Podstawiając związki (2) i (3) do (1) uzyskamy związek tolerancji wartości z odchyłkami granicznymi

$$T = ES(es) - EI(ei) \tag{4}$$

Związki zachodzące pomiędzy tolerancją, wartościami granicznymi lub odchyłkami od wartości nominalnej przedstawiono w sposób graficzny na (rys.1).

2. Value tolerance

Tolerable value allows the real value to be to a certain degree deviated from nominal value in the technological process. Such limits are bound within two values, so-called upper boundary value (upper boundary dimension size) **B** and lower **A**. Tolerance **T** can be then defined as a following difference:

$$T = B - A \tag{1}$$

Boundary values are related to nominal value N by the boundary deviations *upper deviation ES(es)* and *lower deviation EI(ei)*:

$$B = N + ES(es) \tag{2}$$

$$A = N + EI(ei) \tag{3}$$

By substituting the relations (2) and (3) to (1) it is possible to obtain the dependence between value tolerance and boundary deviations

$$T = ES(es) - EI(ei) \tag{4}$$

The relations between tolerance, boundary values or deviations from nominal value are presented graphically (fig.1).



Rys. 1. Graficzne przedstawienie wartości tolerowanej Fig. 1. Graphical presentation of tolerable value

Należy tu jeszcze wspomnieć, że oprócz wyżej wymienionych odchyłek istnieje jeszcze tzw. pojęcie odchyłki podstawowej i odchyłki zaobserwowanej (zmierzonej).

Odchyłką podstawową będziemy nazywać odchyłkę górną lub dolną ES(EI) lub es(ei) w zależności od tego, która z tych dwóch odchyłek będzie przyjęta do określenia położenia pola tolerancji względem wartości nominalnej. Obowiązuje zasada przyjmowania za odchyłkę podstawową tej odchyłki, względem której pole tolerancji leży w głąb materiału dla wałków i otworów oznaczonych od $\mathbf{a} \div \mathbf{h}$ i $\mathbf{A} \div \mathbf{H}$, a dla pozostałych wałków i otworów tej, której wartość bezwzględna jest mniejsza. It needs to be mentioned that except for the deviations refereed above two other types of deviations can be distinguished, so-called basic deviation and real deviation (measured).

Basic deviation is supposed to be either upper or lower deviation ES(EI) or es(ei) as depending on the fact, which of them will be assumed to assess the position of tolerance zone towards the nominal value. There is a rule that deviation, which toleration zone is located far inside the material (for rollers and holes marked as $\mathbf{a} \div \mathbf{h}$ and $\mathbf{A} \div \mathbf{H}$), and which relative value is lower (for other rollers and holes) should be accepted as a basic deviation. Odchyłką zaobserwowaną ER(er) będziemy nazywać różnicę pomiędzy wartością rzeczywistą (zmierzoną), a wartością nominalną. Różnicę pomiędzy odchyłką rzeczywistą ER(er) a podstawową ES(EI)lub es(ei) będziemy nazywać błędem technologicznym ΔT .

$$\Delta T = |ER - ES(EI)| \le T_0 \quad \text{dla otworu} \quad (5)$$

$$\Delta T = |er - ei(es)| \le T_w \qquad \text{dla wałka} \qquad (6)$$

Znajomość wartości odchyłek zaobserwowanych pozwala ustalić wartość błędu technologicznego i potwierdzić prawidłowość przeprowadzenia danej operacji, jeżeli wartość błędu technologicznego jest mniejsza od założonej tolerancji.

3. Technologiczne błędy przypadkowe

Analiza błędów technologicznych ΔT może być oparta na modelu o charakterze zarówno zdeterminowanym jak i probabilistycznym. Na modelu zdeterminowanym opiera się tolerowanie klasyczne, w którym zakłada się stałą wartość graniczną błędu technologicznego. Probabilistyczny model błędów technologicznych opiera się na założeniu nieznajomości prawdziwej wartości błędu ΔT_p a tylko jego oszacowania ΔT . Występująca różnica $\Delta T - \Delta T_p$ niezgodności tych błędów, nieznana co do wartości, podlega prawom probabilistycznym i w związku z tym może być modelowana zmienną losową.

Rzeczywisty przedział wartości technicznie poprawnych ΔT_r (tolerancja zaobserwowana) różni się od tolerancji konstrukcyjnej *T*. Powodem tej różnicy są m. in. **technologiczne błędy przypadkowe**.

Są dwa zasadnicze źródła technologicznych błędów przypadkowych:

- niestabilność i zużycie układu obrabiarka, uchwytprzedmiot, narzędzie,
- błędy ustalenia i zamocowania przedmiotu obrabianego oraz błędy pomiarów po obróbce.

Błędy przypadkowe można zaobserwować jako brak powtarzalności wyników w warunkach praktycznie niezmiennych. Brak powtarzalności jest powodowany sumowaniem się wielu drobnych błędów o zmieniających się znakach i wartościach, przy czym:

- błędy dodatnie jak i ujemne co do wartości są jednakowo prawdopodobne (symetria),
- prawdopodobieństwo wystąpienia błędu małego co do wartości jest większe od prawdopodobieństwa wystąpienia błędu dużego co do wartości (koncentracja).

Real deviation ER(er) - it is a difference between real (measured) and nominal value. The difference between real ER(er) and basic deviation ES(EI) or es(ei)will be called **technological error** ΔT .

$$\Delta T = |ER - ES(EI)| \le T_0 \text{ for a hole}$$
 (5)

$$\Delta T = |er - ei(es)| \le T_w \qquad \text{for a roller} \qquad (6)$$

The acquaintance with the values of real deviations makes it possible to estimate technological error and verify whether the process has been carried out properly if technological error is lower than the tolerance assumed.

3. Technological random errors

Analysis of technological errors ΔT may be based on two model types: determined and probabilistic. Determined model, in which the boundary value of technological error is assumed to be constant, seems to be the base of classical tolerance, while probabilistic model of technological errors is grounded on the assumption that what we are acquainted with is not the real error ΔT_p , but only its estimated value ΔT . The discrepancy $\Delta T - \Delta T_p$, of indefinite value is subject to probabilistic rules and can be modelled by random variable.

Real range of technically correct values ΔT_r (real tolerance) differs from structural tolerance *T*, and such a distinction is, among other things, caused by **technological random errors**.

There are two main sources of technological random errors:

- instability and wear of the OUPN system,
- errors of PO settlement and fixation and measurement errors after treatment.

Random errors may be observed as a lack of results' repeatability under practically unchangeable conditions. The lack of repeatability is brought about by summing many small errors of unstable characters and values, but:

- there is an equal probability (symmetry) of occurring both positive and negative errors,
- there is a higher probability of occurring minor than major errors (concentration).

4. Statystyczna ocena tolerancji rzeczywistej

Z uwagi na występowanie w procesie technologicznym błędów przypadkowych, jako tolerancję zaobserwowaną T_r można przyjąć podwojoną wartość maksymalnej niepewności technologicznej ΔW_{Pmax} dla której ryzyko *błędu I-rodzaju* będzie mniejsze od $\alpha = 1 - P_u$ a więc

$$T_r = 2\Delta W_{P\max} \tag{7}$$

Tolerancję zaobserwowaną można zdefiniować w sposób statystyczny, jako przedział o szerokości równej podwojonej maksymalnej wartości różnicy $W_i - \overline{W}$, wyrażony w liczbie u_i odchyleń standardowych S_{ij} (rys.2).

$$T_r = 2 \left| W_i - \overline{W} \right|_{\max} = (u_2 - u_1) S_{(i)}$$
(8)

Do wyznaczenia wartości tej tolerancji należy oszacować odchylenie standardowe $S_{(i)}$ wg wzoru [3]

$$S_{(i)} = \sqrt{\frac{\sum\limits_{i=1}^{n} \left(W_i - \overline{W}\right)^2}{n-1}}$$
(9)

Wartość średnią \overline{W} należy wyznaczyć ze wzoru

$$\overline{W} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} W_i \tag{10}$$

Prawdopodobieństwo P_u znalezienia wartości poprawnej w przedziale tolerancji zaobserwowanej będzie można wyznaczyć jako różnicę dystrybuanty $\Phi(u_2), \Phi(u_1)$ dla zmiennej standaryzowanej *u*

$$u_2 = + \frac{|W_i - \mu|}{\sigma}; \ u_1 = - \frac{|W_i - \mu|}{\sigma}$$
 (11)

Załóżmy, że tolerancja zaobserwowana T_r powinna być taka, aby prawdopodobieństwo znalezienia w niej wartości poprawnej wynosiło $P_u=0,98$, a więc ryzyko błędu *I-rodzaju* będzie równe $(1-P_u)=0,02=2\%$. Dla tej wartości prawdopodobieństwa niech oszacowanie odchylenia standardowego wynosi $S_{(I)}$. Przyjęcie określonej wartości prawdopodobieństwa dla tolerancji zaobserwowanej oznacza, że różnica dystrybuant $\Phi(u_2)$, $\Phi(u_1)$ będzie równa temu prawdopodobieństwu, a więc

4. Statistical evaluation of real tolerance

Due to the occurrence of random errors in technological process, real tolerance T_r is assumed to amount to a double value of maximum technological uncertainty ΔW_{Pmax} for which the risk of *type 1 error* will be lower than $\alpha = 1 - P_u$, so

$$T_r = 2\Delta W_{P\max} \tag{7}$$

Real tolerance can be statistically defined as a range, width of which is equal to double maximum difference $W_i - \overline{W}$, expressed in the number u_i of standard deviations S_{ii} (fig.2).

$$T_r = 2 \left| W_i - \overline{W} \right|_{\max} = (u_2 - u_1) S_{(i)} \tag{8}$$

Determination of the tolerance value needs calculating standard deviation $S_{(i)}$ according to the formula [3]

$$S_{(i)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (W_i - \overline{W})^2}{n - 1}}$$
(9)

The following formula will be applied to assess mean value \overline{W}

$$\overline{W} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} W_i \tag{10}$$

The probability P_u of finding true value within the real tolerance range can be evaluated as a difference of distribution function $\Phi(u_2)$, $\Phi(u_1)$, for standardised variable u

$$u_2 = + \frac{|W_i - \mu|}{\sigma}; \ u_1 = - \frac{|W_i - \mu|}{\sigma}$$
 (11)

If real tolerance T_r is assumed to reach such a level that probability of finding true value is $P_u = 0.98$, so the risk of *type 1* error will be $(1-P_u)=0.02=2\%$. For the probability estimation of standard deviation value should be $S_{(1)}$. Taking the specified value of probability for real tolerance means that the difference of distribution function $\Phi(u_2)$, $\Phi(u_1)$ will be equal to the probability, so

$$P_{u}(u_{1} \le W \le u_{2}) = \int_{u_{1}}^{u_{2}} \frac{1}{\sqrt{2\pi\delta}} \exp\left(-\frac{(W-u)^{2}}{2\delta^{2}}\right) dx = \Phi(u_{2}) - \Phi(u_{1}) = 0.98$$
(12)

Wartości dystrybuant $\Phi(u_2)$, $\Phi(u_1)$ dla krańcowych wartości przedziału tolerancji zaobserwowanej i dla zadanego prawdopodobieństwa P_u można wyznaczyć z następujących wzorów [3] Values of distribution function $\Phi(u_2)$, $\Phi(u_1)$ for the boundary values of real tolerance range and for a given probability P_u may be determined according to the following formulas [3]

$$\Phi(u_2) = P - 0.5(P_m - P_u) = 0.99865 - 0.00865 = 0.99$$
⁽¹³⁾

$$\Phi(u_1) = P + 0.5(P_m - P_u) = 0.00135 + 0.00865 = 0.01$$
⁽¹⁴⁾

gdzie: P_m - prawdopodobieństwo dla $\pm 3\sigma$

where: P_m - probability for $\pm 3\sigma$



- *Rys. 2. Położenie pola tolerancji zaobserwowanej T_r i tolerancji wykonawczej (technologicznej) T_w względem tolerancji wymiaru T (oznaczenia na rysunku są zgodne z oznaczeniami w tekście)*
- Fig. 2. Position of real tolerance zone and working tolerance (technological) in relation to dimensional tolerance (marks on the figure are the same as those used in the text)

Znając wartości dystrybuant na krańcach przedziału tolerancji można odczytać z tablic dystrybuanty rozkładu normalnego wartości krańcowe tego przedziału wyrażone w mierze odchyleń standardowych jako równe

$$u_1 \cong -2,3; \ u_2 \cong +2,3$$

Tolerancja zaobserwowana będzie teraz wynosić

$$T_r = (u_2 - u_1)S_{(1)} = 4.6S_{(1)}$$
(15)

Położenie statystycznie wyznaczonej tolerancji zaobserwowanej względem tolerancji konstrukcyjnej przedstawiono na (rys.2).

Powyższa analiza została przeprowadzona przy założeniu, że proces technologiczny jest tak ustabilizowany, że występuje koncentracja, symetria oraz zgodność wartości średniej z konstrukcyjną średnią arytmetyczną. W rzeczywistości pełna symetria i zgodność wartości średniej ze średnią arytmetyczną praktycznie nie występuje z uwagi na niestabilność proceIf we are acquainted with the values of distribution function at the edges of tolerance range it is possible to read limit values of the range from the tables of distribution function of normal value distribution. Such values are expressed in the measure of standard deviation as equal to

$$u_1 \cong -2,3$$
; $u_2 \cong +2,3$

Real tolerance will now come up to

$$T_r = (u_2 - u_1)S_{(1)} = 4,6S_{(1)}$$
(15)

Statistical position of real tolerance towards structural tolerance is presented on fig.2.

The above analysis was carried out at the assumption that technological process is so stabilised that there are: concentration, symmetry and consistency between mean value and structural arithmetic mean. However, in reality full symmetry and consistency between mean and arithmetic values does not practically exist with regard to process instability. It is additionally favoured sów. Dodatkowo sprzyja temu, występowanie niepewności pomiarowej narzędzi stosowanych do kontroli procesów. Problem ten znany w technologii od dawna rozwiązywano poprzez przyjęcie tzw. tolerancji wykonawczej T_w określonej zależnością [2].

$$T_w = \sqrt{T^2 - (2\Delta P)^2} \tag{16}$$

Tolerancja wykonawcza T_w jest tu związana z dokładnością pomiarową ΔP . Położenie tolerancji wykonawczej względem konstrukcyjnej przedstawiono na (rys.2).

5. Wpływ stabilności procesu technologicznego na tolerancję rzeczywistą

Występowanie i fizyczne oddziaływanie wielu czynników na proces technologiczny, prowadzi do niestabilności charakteryzującej się przypadkowymi zmianami wartości parametrów procesu. Tolerowanie klasyczne z uwzględnieniem tolerancji wykonawczej w takich przypadkach jest mało przydatne, ponieważ dostarcza zbyt mało informacji umożliwiających skutecznie oddziaływanie na niestabilność procesu i w rezultacie na jakość wytwarzanych wyrobów. Z tych względów lepszym sposobem jest stosowanie statystycznej kontroli jakości wraz ze statystycznym badaniem tolerancji zaobserwowanej.

Statystyczne badanie tolerancji zaobserwowanej powinno m.in. obejmować:

- badania zmienności odchylenia standardowego,
- badania zgodności wartości średniej statystycznej ze średnią arytmetyczną wartości granicznych tolerancji konstrukcyjnej,
- badania zgodności wartości średniej i asymetrii odchylenia standardowego.

5.1. Badania wpływu zmienności odchylenia standardowego na tolerancję rzeczywistą

Wartość tolerancji rzeczywistej (7), (8) zależy m.in. od wartości odchylenia standardowego. Odchylenie to może zmieniać swoją wartość przy zachowaniu symetrii i zgodności wartości średniej statystycznej ze średnią arytmetyczną. Zgodnie z (15) przedział tolerancji zaobserwowanej określa iloczyn wartości zmiennej standaryzowanej i odchylenia standardowego, gwarantujący określone prawdopodobieństwo wystąpienia w tym przedziale wartość poprawnej.

Przyjmijmy, że zmienność odchylenia standardowego jest równa $S_2 = 1.5xS_{(1)}$. Dla tego odchylenia standardowego, przy prawdopodobieństwie $P_u=0.98$ tolerancja zaobserwowana wyniesie zgodnie z (15) by the uncertainty of measuring instruments applied to control processes. Such a problem known in technology for many years has been finally solved by adopting so-called working tolerance expressed by the relation [2].

$$T_w = \sqrt{T^2 - (2\Delta P)^2} \tag{16}$$

Working tolerance T_w is here related to measuring accuracy ΔP . Position of working tolerance towards structural tolerance is presented on fig.2.

5. The impact of process stability on real tolerance

The occurrence and physical interaction of many factors on technological process leads to instability characterised by random changes of process parameter values. Taking into account both classical and working tolerance does not seem to be of much use in such cases, as it provides too few details allowing to successfully react on process instability and as a result on the quality of produced goods. Therefore joint application of statistical quality monitoring and statistical studies on real tolerance tend to be a much better solution.

The statistical studies on real tolerance should include:

- examination of standard deviation variability,
- examination of consistency of the statistical mean value with arithmetic mean of limit structural tole-rance values,
- examination of consistency of mean value and asymmetry from standard deviation.

5.1. The studies on the impact of standard deviation variability on real tolerance

Real tolerance value (7), (8) depends, among other things, on the standard deviation value that may change at maintaining symmetry and consistency of mean statistical value with arithmetic value. In accordance with (15) the real tolerance range is determined by the product of standardised variable and standard deviation, guarantying the specified probability that true value is likely to occur within the range.

Let's assume that standard deviation variability is equal to $S_2 = 1.5xS_{(1)}$ and probability $P_u = 0.98$, so real tolerance will reach (15)

$$T_{r1} = (u_2 - u_1)S_{(2)} = (u_{21} - u_{11})S_{(1)} = 6,9S_{(1)}$$
(16a)

oraz

$$u_{11} = -3,45$$
; $u_{21} = +3,45$

W tym przypadku prawdopodobieństwo dla przyjętej wcześniej wartości tolerancji zaobserwowanej $T_r=4,6S_{(1)}$ wyniesie

$$P_{u1} = 2[0,5P_m - (\Phi(u_1) - \Phi(u))] = 2[0,49 - (0,9997 - 0,9893)] = 0.9592$$
(16b)

and

Zmienność odchylenia standardowego w sposób graficzny przedstawiono na (rys.3).

Standard deviation variability is illustrated on the graph (fig.3).

 $u_{11} = -3,45$; $u_{21} = +3,45$

value $T_r = 4,6S_{(1)}$ assumed earlier will be

In such a case probability for a real tolerance



Rys. 3. Wpływ zmienności odchylenia standardowego na wartość tolerancji rzeczywistej w stosunku do tolerancji konstrukcyjnej wymiaru



Zmienność odchylenia standardowego można tolerować [1] przy pomocy współczynnika C_p wyrażającego miarę zakresu zmienności wartości rzeczywistej wymiaru w stosunku do jego tolerancji konstrukcyjnej

$$C_p = \frac{B-A}{k_i \times S_{(i)}} \ge 1 \tag{17}$$

Dla przyjętego w naszym przypadku prawdopodobieństwa P_{ul} wartość tego współczynnika wyniesie

$$C_P = \frac{6S_{(2)}}{4,6S_{(2)}} = 1,3$$

przy czym należy pamiętać, że zmienność odchylenia standardowego w granicach $\pm 1.5 x S_{(J)}$ zmniejszyła prawdopodobieństwo znalezienia wartości poprawnej w przedziale tolerancji zaobserwowanej do wartości $P_{ul}=0.9592$. Standard deviation variability may be tolerated [1] by means of the coefficient C_p expressing measure of real dimension variability range towards its structural tolerance

$$C_p = \frac{B-A}{k_i \times S_{(i)}} \ge 1 \tag{17}$$

For the probability P_{ul} assumed in our case, the coefficient will be

$$C_P = \frac{6S_{(2)}}{4.6S_{(2)}} = 1.3$$

but it must be remembered that standard deviation variability within the limits $\pm 1,5xS_{(1)}$ led to decreasing probability of finding true value within the real tolerance range to $P_{ul} = 0,9592$.

5.2. Badanie wpływu niezgodności średniej statystycznej ze średnią arytmetyczną na tolerancję rzeczywistą

W celu zbadania, jaki jest wpływ niezgodności statystycznej wartości średniej ze średnią arytmetyczną wartości granicznych na tolerancję rzeczywistą, przyjmijmy założenie, że niezgodność ta jest równa 0.3Ta odchylenie standardowe $S_{(1)}$ zapewnia tolerancję rzeczywistą T_r o wartości określonej zależnością (15), przy prawdopodobieństwie równym $P_u = 0.98$.

Z uwagi na występującą asymetrię wartości średniej, górna granica tolerancji T_r wykracza poza granicę górnego wymiaru granicznego B (rys.4).

5.2. The studies on the impact of inconsistency between statistical mean and arithmetic mean on real tolerance

In order to study the effect of inconsistency between statistical mean and arithmetic mean of limit values on real tolerance, let's assume that such an inconsistency is equal to 0.3T and standard deviation $S_{(1)}$ guarantee real tolerance T_r to reach the value determined by the relation (15), at probability $P_u = 0.98$.

With regard to the asymmetry of mean value, upper limit of tolerance T_r exceeds upper dimension limit *B* (fig.4).



Rys .4. Asymetria tolerancji rzeczywistej względem średniej arytmetycznej tolerancji Fig. 4. Asymmetry of real tolerance in relation to arithmetic tolerance mean

Aby zachować zgodność tolerancji zaobserwowanej z konstrukcyjną, należy jednostronnie zmniejszyć tolerancję T_{rl} do wartości T_r równej

$$T_r = (u_{22} - u_{12}) \times S_{(1)} - (\overline{W}_2 - 0.5(A + B))$$
(18)

Prawdopodobieństwo znalezienia poprawnej wartości w przedziale tolerancji T_r , można wyznaczyć z zależności (12) przyjmując:

$$u_{12} \cong u_1 - 0,3T = -2,3 - 0,3 \times 3 = -3,2$$

$$u_{22} = u_2 - 0, 3T = +2, 3 - 0, 3 \times 3 \cong +1, 4$$

Prawdopodobieństwo P_{u2} znalezienia wartości poprawnej w tym przedziale będzie równe zgodnie z (12):

1

In order to keep real tolerance in consistency with structural tolerance, tolerance T_{rl} needs to be one-sidedly decreased to the value T_r equal to

$$T_r = (u_{22} - u_{12}) \times S_{(I)} - (\overline{W}_2 - 0.5(A + B))$$
(18)

Probability of finding true value within the tolerance range T_r , may be determined from the relation (12) if it is assumed that:

$$u_{12} \cong u_1 - 0,3T = -2,3 - 0,3 \times 3 = -3,2$$
$$u_{22} = u_2 - 0,3T = +2,3 - 0,3 \times 3 \approx +1.4$$

Probability P_{u2} of finding true value within this range will be consistent with (12) and equal to:

$$P_{u_2}(u_{12} \le W \le u_{22}) = \Phi(u_{22}) - \Phi(u_{12}) = 0,9192 - 0,0007 = 0,9185$$
(18a)

Asymetrię wartości średniej można tolerować [1] przy pomocy współczynnika C_c określającego dopuszczalną miarę asymetrii rozkładu względem średniej arytmetycznej pola tolerancji:

$$C_c = \frac{\left|\overline{W} - 0.5(B+A)\right|}{0.5(B-A)} \le 1 \tag{19}$$

Z przytoczonego zapisu miary asymetrii wynika, że wartość współczynnika C_c powinna być mniejsza od jedności dla poprawnie przebiegającego procesu. W analizowanym przypadku dla przyjętych założeń jego wartość wynosi:

$$C_c = \frac{0.3T}{0.5T} = 0.6$$

Z powyższej analizy wynika, że wraz ze wzrostem wartości współczynnika C_c maleje prawdopodobieństwo wystąpienia wartości poprawnej w przedziale równym tolerancji zaobserwowanej, a im większa jest wartość tego współczynnika to prawdopodobieństwo jest mniejsze.

5.3. Badania wpływu niezgodności wartości średniej i asymetrii odchylenia standardowego na tolerancje rzeczywistą

W analizowanych powyżej przypadkach zmienności procesu, odchylenie standardowe charakteryzowało się symetrią względem statystycznej wartości średniej (rys. 3) i (rys. 4). Bardziej ogólnym przypadkiem zmienności procesu jest występowanie asymetrii wartości średniej i odchylenia standardowego (rys. 5 linia ciągła). Asymmetry of mean value can be tolerated [1] by means of the coefficient C_c determining limit measure of distribution asymmetry in relation to arithmetic tolerance zone:

$$C_c = \frac{\left|\overline{W} - 0, 5(B+A)\right|}{0, 5(B-A)} \le I \tag{19}$$

The record mentioned above proves that the value of the coefficient C_c should be lower than 1 for the process run properly. In the analysed case with the assumptions accepted earlier its value is:

$$C_c = \frac{0,3T}{0,5T} = 0,6$$

It seems to be evident that the increase of the value of the coefficient C_c is followed by decreasing probability of occurring true value within the range equal to real tolerance.

5.3. The studies on the inconsistency between mean value and asymmetry of standard deviation on real tolerance

In the process variability cases analysed earlier, standard deviation was characterised by the symmetry towards statistical mean value (fig. 3) and (fig. 4). More general case of the process variability is occurrence of asymmetry of mean value and standard deviation (fig. 5 full line).



Rys. 5. Asymetria tolerancji rzeczywistej względem średniej arytmetycznej tolerancji Fig. 5. Asymmetry of real tolerance towards arithmetic mean of tolerance

W celu zbadania jaki jest wpływ niezgodności wartości średniej i asymetrii odchylenia standardowego na tolerancję zaobserwowaną rozpatrzmy dwa przypadki:

(1) Przyjmijmy dla spójności prowadzonej analizy, że w przedziale tolerancji zaobserwowanej T_{rl} prawdopodobieństwo $P_u=0,98$ a wartość średnią $\overline{W_3}$ wyznaczono ze wzoru (10). W tym przypadku odchylenie standardowe sprowadzimy do symetrycznego (rys. 5 linia przerywana), ale o wartości większej niż w poprzednich przykładach. Asymetria wartości średniej będzie inna niż 0,3T ponieważ wartość średnia statystyczna przesunie się dodatkowo z uwagi na asymetrię odchylenia standardowego. Dla tych warunków możemy oszacować u_{23} i u_{13} i wyznaczyć prawdopodobieństwo P'_{u3} znalezienia wartości poprawnej w przedziale tolerancji T_r .W tym celu przyjmijmy, że:

$$S_{(2)} = 1,5S_{(1)}; \text{ oraz } k_2 = u'_{23} - u_{13}; k_1 = u_2 - u_3$$

a następnie wyznaczmy u_{13} i u'_{23} , sprowadzając parametry k_2 i $S_{(2)}$ do wartości k_1 i $S_{(1)}$ stosowanych w poprzednich analizach. In order to study the effect of discrepancy between mean value and asymmetry of standard deviation on real tolerance, two cases must be considered:

(1) To make the analysis coherent it needs to be assumed that within the tolerance range T_{rl} , probability $P_u = 0.98$, and mean value $\overline{W_3}$ has been determined according to the formula (10). In that case standard deviation must be taken as symmetrical (fig. 5 broken line), but its value will be higher than in previous examples. Asymmetry of mean value will be different from 0.3T because mean statistical value will additionally move with regard to asymmetry of standard deviation. For such conditions u_{23} i u_{13} may be assessed and probability P'_{u3} of finding true value within the tolerance range T_r - determined. To achieve that we must assume that:

$$S_{(2)} = 1,5S_{(1)}$$
; oraz $k_2 = u'_{23} - u_{13}$; $k_1 = u_2 - u_1$

and then we are able to determine u_{13} i u'_{23} , bringing parameters k_2 and $S_{(2)}$ to the values k_1 and $S_{(1)}$ applied in previous analyses.

$$u_{13} = 0.5k_2S_{(2)} = 0.5k_1 \times 1.5S_{(1)} = 0.75k_1S_{(1)} = 0.75\frac{u_1}{0.5} = 1.5u_1 = -3.45$$
$$u_{23} = +3.45$$
$$u'_{23} = k_1S_{(1)} - 0.5k_2S_{(2)} = k_1S_{(1)} - 0.5k_1 \times 1.5S_{(1)} = 0.25k_1S_{(1)} = 0.25\frac{u_2}{0.5} = 0.5u_2 = 1.15$$
$$P'_{u'3}(u_{13} \le W \le u'_{23}) = \Phi(0.5u'_{23}) - \Phi(1.5u_{13}) = \Phi(1.15) - \Phi(-3.45) = 0.8749 - 0.0003 = 0.8740$$

 $P'_{u3} = 0,8746$

(2) Przyjmijmy teraz, że średnia $\overline{W_3}$ nie została wyznaczona ze wzoru (10) ale przyjęto za średnią wartość $\overline{W'_3}$ wokół której występuje maksymalna koncentracja wyników pomiarów. W tym przypadku przedział tolerancji zaobserwowanej T_{r1} stanie się przedziałem asymetrycznym tzn. $|u_{23}| \neq |u_{13}|$. Dla tych warunków możemy oszacować u_{23} i u_{13} i wyznaczyć prawdopodobieństwo wartości P''_{u3} .

$$u_{13} = u_1 - 0,3T = -2,3 - 0,9 = -3,2$$

natomiast u_{23} wyznaczymy przypisując tylko jednej stronie wzrost odchylenia standardowego do wartości równej $I, 5xS_{(i)}$

$$u_{23} = 1,5 \times u_1 = 1,5 \times 2,3 = 3,45$$

(2) The other case is based on the assumption that instead of determining mean value $\overline{W_3}$ according to the formula (10), another value $\overline{W'_3}$, around which there is a maximum concentration of measurement results has been accepted as a mean. In this case the real tolerorazance range T_{r1} will become asymmetrical, i.e. $|u_{23}| \neq |u_{13}|$. For such conditions we may assume u_{23} i u_{13} and determine probability P''_{u3} .

$$u_{13} = u_1 - 0,3T = -2,3 - 0,9 = -3,2$$

whereas u_{23} will be determined by one-side attribution of standard deviation increase to the value equal to $1,5xS_{(i)}$

$$u_{23} = 1,5 \times u_1 = 1,5 \times 2,3 = 3,45$$

przy czym w przedziale tolerancji zaobserwowanej ustabilizowanego procesu będzie mieścić się tylko część u''_{23} przedziału u_{23} równa:

but at the same time there will be only part u''_{23} of the range u_{23} that will fit within the range of real tolerance of stabilised process and will be equal to:

$$u_{23}'' = 4,6-3,2 = 1,4$$

$$P_{u3}''(u_{13} \le W \le u_{24}'') = \Phi(u_{23}'') - \Phi(u_{13}) = \Phi(1,4) - \Phi(3,2) = 0,9192 - 0,0003 = 0,9189$$

$$P_{u3}'' = 0,9189$$

Taki przebieg zmienności procesu można tolerować [1] przy pomocy współczynnika C_{pk} określającego dopuszczalną asymetryczną miarę zmienności rozkładu elementu:

$$C_{pk} = \min\left[\frac{B - \overline{W}}{0.5k_i \times S_{(i)}} \operatorname{lub} \frac{\overline{W} - A}{0.5k_i \times S_{(i)}}\right] \quad (20)$$

W analizowanych przypadkach wartość współczynnika $C_{_{pk}}$ wynosi:

$$C'_{pk} = \frac{1,15S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 0,500 \operatorname{lub} \frac{3,45S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 1,5$$
$$C''_{pk} = \frac{1,4S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 0,609 \operatorname{lub} \frac{3,45S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 1,5$$

Z obliczonych wartości współczynnika C_{pk} wynika, że im mniejsza jest jego wartość tym prawdopodobieństwo znalezienia wartości poprawnej w przedziale tolerancji jest mniejsze.

5. Wnioski

Statystyczna analiza tolerancji dowodzi, że tolerancja zaobserwowana jest istotnym parametrem oceny stabilności procesu technologicznego. Wyniki przeprowadzonej analizy prezentują wykresy słupkowe na (rys. 6). Porównanie prezentowanych wartości wskazuje, że przy wyznaczaniu wartości tolerancji zaobserwowanej, należy uwzględniać prawdopodobieństwo wystąpienia w jej przedziale wartości poprawnej. Such a course of the process variability may be tolerated [1] by means of the coefficient C_{pk} determining limit asymmetrical measure of element distribution variability:

$$C_{pk} = \min\left[\frac{B - \overline{W}}{0.5k_i \times S_{(i)}} \operatorname{lub} \frac{\overline{W} - A}{0.5k_i \times S_{(i)}}\right] \quad (20)$$

The value of the coefficient C_{pk} in analysed cases is:

$$C'_{pk} = \frac{1,15S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 0,500 \operatorname{lub} \frac{3,45S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 1,5$$
$$C''_{pk} = \frac{1,4S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 0,609 \operatorname{lub} \frac{3,45S_{(i)}}{2,3S_{(i)}} = 1,5$$

The calculated values of the coefficient C_{pk} prove that its lower value is strongly connected with lower probability of finding true value within the tolerance range.

5. Conclusions

Statistical analysis of tolerance demonstrates that real tolerance is a significant parameter to assess stability of technological process. The results of analysis are shown as bar charts on fig. 6. The comparison between presented values indicates that determination of real tolerance value should include probability of occurring true value within its range.

NAUKA I TECHNIKA



- Rys. 6. Zestawienie wyników analizy wpływu stabilności procesu na wartość tolerancji zaobserwowanej wymiaru 1- proces ustabilizowany, 2- proces o odchyleniu standardowym, 3- proces o odchyleniu standardowym i odchyleniu średniej równym, 4- proces o odchyleniu standardowym i odchyleniu średniej dla którego przyjęto za średnią, średnią statystyczną, 5- proces o odchyleniu standardowym i odchyleniu średniej dla którego przyjęto za średnią, wartość najbardziej prawdopodobną
- Fig. 6. The results of analysis on the impact of process stability on real dimensional tolerance 1- stabilised process, 2- process of standard deviation, 3- process of standard deviation and mean deviation equal to, 4- process of standard deviation and mean deviation, for which statistical value has been assumed as a mean, 5- process of standard deviation and mean deviation, for which the most probable value has been assumed as a mean

Należy podkreślić, że dla tolerancji zaobserwowanej $T_r=4,6S_{(l)}$ zgodnej z tolerancją konstrukcyjną, wartość prawdopodobieństwa P_u może obniżyć się od wartości 0,98 dla procesu ustabilizowanego aż do wartości 0,87 dla procesu o niestabilności odchylenia standardowego $S_{(2)}=1,5S_{(l)}$, i niezgodności wartości średnich równej 0,3T. It must be stressed that for real tolerance $T_r=4,6S_{(1)}$ consistent with structural tolerance, probability value may decrease from 0,98 for a stabilised process up to 0,87 for the process of standard deviation instability $S_{(2)}=1,5S_{(1)}$, and discrepancy between mean values equal to 0,3T.

6. References

- [1] Białas Sł.: Tolerowanie statystyczne w budowie maszyn Technologia Maszyn, '2000 Koszalin'.
- [2] Jakubiec W., Malinowski J.: Metrologia wielkości geometrycznych, WNT W-wa 1999.
- [3] Volk W.: Statystyka stosowana dla inżynierów, WNT W-wa 1973.

Dr hab. inż. Józef Kuczmaszewski, prof. PL Dr inż. Krzysztof Kujan

Politechnika Lubelska Wydział Mechaniczny Katedra Podstaw Inżynierii Produkcji ul. Nadbystrzycka 36 20-618 Lublin e-mail: j_kucz@archimedes.pol.lublin.pl

SPEKTROMETR MAS Z POMIAREM CZASU PRZELOTU JONÓW W ZAKŁADZIE FIZYKI STOSOWANEJ UMCS

THE TIME OF FLIGHT MASS SPECTROMETER IN THE DIVISION OF APPLIED PHYSICS OF MARIA CURIE-SKŁODOWSKA UNIVERSITY

Spektrometria mas oparta na pomiarze czasu przelotu jonów (TOF-MS Time Of Flight Mass Spectrometry) jest obecnie szeroko stosowaną techniką ich rozdzielania. Koncepcja tego typu spektrometru zaproponowana została po raz pierwszy w 1948 roku przez A.E. Camerona. Dopiero wprowadzenie w latach 70-tych i 80-tych ubiegłego stulecia wielu udoskonaleń, zarówno w źródle jonów (zastosowanie nanosekundowych laserów) jak i optyce jonowej (zastosowanie reflektronu), uczyniło je bardzo cenionymi urządzeniami analitycznymi. Główne zalety takich spektrometrów to praktycznie nieograniczony zakres analizowanych mas, stosunkowo prosta konstrukcja oraz możliwość detekcji ciężkich molekuł. Praca przedstawia rozwiązania konstrukcyjne i parametry pomiarowe spektrometru mas z pomiarem czasu przelotu jonów zbudowanego w Zakładzie Fizyki Stosowanej Instytutu Fizyki Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej. Spektrometr ten służy do badań zjawisk jonizacyjnych metodą MALDI.

Time of flight mass spectrometry (TOF-MS) is a common technique used to resolve mass difference of ions. The concept of this spectrometer was proposed first time in 1948 by A.E. Cameron. Many improvements in ion source (application of nanosecond lasers) and ions optics (application of the reflectron) at the 70's and 80's made the time of flight mass spectrometry very useful for analytical applications. The main advantages of such systems are practically unlimited mass range, straightforward construction and possibility of high masses of molecules detection. This work presents construction and measurement parameters of the time of flight mass spectrometer built in the Division of Applied Physics, Institute of Physics, Maria Curie-Skłodowska University. This spectrometer is used for studies of ionization processes by MALDI method.

1. Wstęp

Spektrometria mas oparta na pomiarze czasu przelotu jonów (TOF-MS *Time Of Flight Mass Spectrometry*) jest obecnie szeroko stosowaną techniką ich rozdzielania [1,2]. Koncepcja tego typu spektrometru zaproponowana została po raz pierwszy w 1948 roku przez Camerona [3]. Pierwsze spektrometry pozwalały rozdzielać jony jednorodnie naładowane różniące się masami o 30-50 procent. Dopiero wprowadzenie w latach 70-tych i 80-tych ubiegłego stulecia wielu udoskonaleń, zarówno w źródle jonów jak i optyce jonowej, uczyniło je bardzo cenionymi urządzeniami analitycznymi.

1. Introduction

Time of flight mass spectrometry (TOF-MS) is a common technique used to resolve mass difference and a kinetic energy spread of ions[1,2]. The concept of ions separation of differing charge to mass ratio by measurement time of flight was proposed in 1948 by Cameron [3]. The first TOF instruments could separate single charged ions that differed in mass about 30-50 percent. Many improvements in ions optics and ion source made the time of flight mass spectrometry very useful for analytical applications. Idea spektrometru z pomiarem czasu przelotu przestawiona jest na rysunku 1. W pulsującym źródle jonów, jony są przyspieszane w stałym polu elektrycznym do określonej energii, a następnie dryfują w obszarze bezpolowym w kierunku detektora. Prędkość poszczególnych jonów zależy od stosunku ich masy m do ładunku z, a więc jony o różnym m/z docierają do detektora w różnych odstępach czasu t,

$$\frac{m}{z} = 2\frac{V_0}{L^2} \cdot t^2 \tag{1}$$

gdzie: V_0 jest napięciem przyspieszającym, a L jest długością drogi przelotu jonów.

Zdolność rozdzielcza $m/\Delta m$ (m - zarejestrowana masa, Δm - szerokość wierzchołka w zarejestrowanym widmie masowym) pierwszych tego typu spektrometrów wynosiła 300. Za zdolność rozdzielczą spektrometru TOF głównie odpowiadają warunki jonizacji w źródle jonów. W celu otrzymania dużej zdolności rozdzielczej należy zwrócić uwagę na to aby:

- czas trwania impulsu, podczas którego wytwarzane są jony był krótki,
- rozrzut energetyczny i przestrzenny wytwarzanych jonów, który prowadzi do poszerzenia paczki jonowej był minimalny.

Idea of the TOF-spectrometer is given in figure 1. In the pulsed ion source ions are accelerated to a fixed energy and then drift in a field free region towards a detector. For all ions velocity depend on their mass *m* to charge *z* ratio and ions of different m/z will reach a detector in different time *t*,

$$\frac{m}{z} = 2\frac{V_0}{L^2} \cdot t^2 \tag{1}$$

where: V_0 is the accelerating voltage, *L* is a length of flight way.

The resolution $m/\Delta m$ (*m* - mass registered, Δm - the width of the mass peak in the spectrum) of such spectrometers was about 300. The resolution of TOF spectrometers mainly depends on the ionization conditions in the ion source. To achieve a high resolution following conditions ought to be performed:

- 1. width of the extracted ion pulse must be short,
- 2. the differences in the direction and magnitude of the initial kinetic energy lead to lengthen peak width need to be reduce.



Rys. 1. Liniowy spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu jonów Fig. 1. Linear time of flight mass analyzer

W 1955 roku Wiley i McLaren [4] zastosowali do przyspieszania jonów dwa odpowiednio dobrane pola elektryczne, które ogniskowały wiązkę jonową zarówno w przestrzeni jak i w czasie. Był to pierwszy, ważny krok w doskonaleniu spektrometrii czasu przelotu. Jednak szybki rozwój chemii organicznej, biofizyki, farmakologii i fizyki klasterów w latach 70tych potrzebował analiz spektrometrycznych wielkich, termicznie niestabilnych molekuł, których odparowywanie i jonizacja nie mogły przebiegać w dotychczas używany sposób tj. konwencjonalnego ogrzewania próbki i jonizacji jej par poprzez zderzenia z wiązką elektronową. Badanie molekuł o bardzo dużych masach wymagało zupełnie nowej metody jonizacji.

In 1955 Wiley and McLaren [4] applied an accelerating section consisting of two well chosen electric fields. These fields were capable of focusing the ions beam in space and time. It was the first important step in progress of the time of flight mass spectrometry. The fast development at the 70's of organic chemistry, biophysics, pharmacology and the physic of clusters needed a mass spectrometric analysis of large, thermally labile molecules which vaporization and ionization could not be performed by traditional methods such as thermal evaporation and electron impact ionization in vacuum. Very high masses of molecules need a new technique of ionization. The application Dopiero zastosowanie nanosekundowych (czas trwania impulsu) laserów w źródle jonów dało tu nowe możliwości i stało się kolejnym doniosłym wydarzeniem dla spektrometrii TOF. Zastosowanie desorpcji laserowej połączonej z jonizacją znacznie podniosło parametry źródła jonów, ale nie zredukowało całkowicie rozrzutu energetycznego jonów. W 1973 roku Mamyrin [5] skonstruował tzw. reflektron jonowy, który miał wielki wpływ na redukcję tego rozrzutu, a poprzez to na podniesienie zdolności rozdzielczej spektrometrów TOF (rysunek 2). Pierwszy reflektron stanowił układ dwóch statycznych pól elektrycznych umieszczonych na drodze jonów. Ideą działania takiego reflektronu jak i następnych była zmiana długości toru jonów a przez to zróżnicowanie ich czasu przelotu w obrębie jonów o takim samym stosunku m/z. Dzięki temu udało się zminimalizować rozrzut energetyczny jonów niekorzystnie wpływający na zdolność rozdzielczą spektrometru. W reflektronie został zmieniony tor jonów z liniowego na krzywoliniowy (patrz rysunek 1 i 2). Obecnie używa się dwóch rodzajów reflektronu: jednostopniowego (jedno jednorodne pole elektryczne) i dwustopniowego (układ dwóch jednorodnych pól elektrycznych). Ideę działania tych reflektronów przedstawia rysunek 3. W przypadku reflektronu dwustopniowego jony są głównie hamowane w obszarze pierwszego pola, a następnie odbijane w obszarze drugim. Całkowity czas przelotu t jonów w spektrometrze z jednostopniowym reflektronem jest sumą czasu przelotu w obszarze bezpolowym t_i i czasu przelotu w polu odbijającym reflektronu t_p ,

$$t = t_L + t_R \tag{2}$$

W przypadku reflektronu dwustopniowego czas ten wynosi

$$t = t_L + t_B + t_R \tag{3}$$

gdzie: t_{R} jest czasem przelotu w polu hamującym.

of nanosecond pulsed lasers in ion source gave new opportunities and was significant for development of TOF MS.

The next obstacle in increasing of the resolution of analyzed masses was the energy spread of ions produced in the ion source. In 1973 Mamyrin [5] developed the ion reflectron that had significant influence on ions energy spread reducing. The first reflectron was a system consisting of two static electric fields defined between two meshes showed in figure 2. The idea of this reflectron and next ones is changing the flight trajectory and following to this differentiating time of flight of ions with the same m/z ratio. Thanks to this the energy spread influencing on the resolution of the spectrometers was reduced. In the reflectron the trajectory of flight of ions from straight to curvilinear is changed (figures 1 and 2). Nowadays two types of reflectrons one-stage (one uniform electrical reflecting field) and two-stage (two electrical reflecting field) reflectrons are used. The idea of one and two stage reflectron is showed in figures 3a and 3b, respectively. The total time of flight of ions in the one-stage reflectron is a sum of the flight time in the field free region t_{L} and in the reflecting field t_{R} , respectively:

$$t = t_L + t_R \tag{2}$$

In the two-stage reflectron this time becomes:

$$t = t_L + t_R + t_R \tag{3}$$

were the t_{R} is the time of flight in the retarding field.



Rys. 2. Spektrometr mas TOF z reflektronem Fig. 2. Time of flight mass spectrometer with reflectron

NAUKA I TECHNIKA



Rys. 3. Reflektron spektrometru TOF : a) jednostopniowy, b) dwustopniowy Fig. 3. Reflectron of TOF mass spectrometer: a) one-stage reflectron, b) two-stage reflectron

Zastosowanie nanosekundowego lasera i reflektronu pozwoliło podnieść zarówno czułość jak i znacznie zwiększyć zdolność rozdzielczą spektrometrów z pomiarem czasu przelotu jonów [6]. Obecnie spektrometry TOF osiągają zdolność rozdzielczą rzędu kilkudziesięciu tysięcy. Główne zalety takich spektrometrów to praktycznie nieograniczony zakres analizowanych mas, stosunkowo prosta konstrukcja oraz możliwość detekcji ciężkich molekuł.

2. Przygotowanie i jonizacja próbki

Próbki substancji zawierające termicznie stabilne molekuły mogą być odparowywane poprzez konwencjonalne grzanie a następnie jonizowane elektronami lub fotonami w próżni, praktycznie we wszystkich typach spektrometrów masowych. Ta technika odparowywania nie może być stosowana w przypadku termicznie niestabilnych molekuł, ponieważ powolne ogrzewanie próbki prowadzi zwykle do ich fragmentacji. Obecnie jedynym sposobem jest ogrzewanie próbki do odpowiednio wysokiej temperatury w bardzo krótkim czasie (nanosekundowym) tak, aby desorpcja molekuł następowała przed osiągnięciem równowagi termicznej z powierzchnią, na której się znajdują. Ten efekt można osiągnąć przy użyciu krótkich (nanosekundowych) impulsów zogniskowanej na powierzchni próbki wiązki laserowej o odpowiedniej gęstości mocy (104 W/cm⁻²). Zastosowanie w 1978 roku desorpcji laserowej pozwoliło po raz pierwszy wytworzyć jony z polarnych nielotnych molekuł o masie 1250 Da [7]. Obecnie laserowa desorpcja obejmuje dwie główne techniki badawcze: laserową desorpcję z jonizacją w stałej matrycy (MALDI - Matrix Assisted Laser Desorption Ionization) i laserowa desorpcję z "post" jonizacją (LDI - Laser Desorption The application of a pulsed laser and a reflectron in the time of flight spectrometers improved their sensitivity and resolution [7]. Now the resolution of these spectrometers is about several tens thousands. The main advantages of such systems are: practically unlimited mass range, straightforward construction and possibility of high masses of molecules detection.

2. Sample preparation and ionization

Thermally stable samples can be evaporated by heating and them ionised by electrons or photons in the vacuum in all types of mass spectrometers, from the practical point of view. This technique cannot be used for thermally labile compounds because slow heating does not always keep the molecules intact. Now the only way is heating of the sample so fast that it desorbs before it reaching equilibrium with the heated surface. This effect can be achieved by using the pulsed nanosecond laser beam with the proper power density (about 10⁴ Wcm⁻¹) focused on the desorbed surface. In the 1978 the laser desorption technique was first time permitted to produce cationized ions from polar non volatile molecules with masses up to 1250 Da [5]. Since then laser desorption has differentiated into the MALDI (Matrix Assisted Laser Desorption Ionization) and LDI (Laser Desorption with post Ionization) techniques. In MALDI method the sample is mixed with matrix, often an aromatic acid, 1:1000 down to 1:50000 in proportion [8]. As a matrix there are used many compounds for example: 3,5-dimethoxy4-hydroxycynaminic acid, 2,5-dihydroxybenzoic acid or nicotinic acid and others. The volume of several µl of the mixture of the Ionization). W technice MALDI badana próbka jest mieszana z tzw. matrycą przy użyciu rozpuszczalnika, w proporcjach od 1:1000 do 1:50000 [8]. Jako matryc używa się zwykle takich związków jak: kwas 3,5-dimethoksy4-hydrocynamonowy, kwas 2,5-dihydroksybenzoesowy czy też kwas nikotynowy. Roztwór matrycy i próbki w ilości kilku µl jest następnie nakładany na stolik desorpcyjny źródła jonów i osuszany. Naniesiona w ten sposób warstwa zestalonej matrycy wraz z próbką jest następnie oświetlana krótko trwającymi (od 3 do 5 ns) impulsami światła laserowego. Długość fali światła laserowego odpowiada obszarowi absorpcji matrycy. Wzbudzone i zjonizowane cząstki matrycy przekazują poprzez zderzenia swój ładunek do molekuł próbki. Tak powstałe jony są przyspieszane w polu elektrycznym źródła jonów i kierowane do układu analizującego spektrometru mas (rysunek 4). W widmie masowym obserwuje się jony pochodzące zarówno od matrycy jak i od badanej próbki. Rodzaj matrycy, użyte rozpuszczalniki jak i skład procentowy roztworów są podstawowymi i najważniejszymi czynnikami decydującymi o czułości techniki MALDI.

sample and matrix is then placed on the desorption table of the a ion source and then dried in room temperature. The layer of the solid mixture is irradiated with nanosecond (from 3 to 5ns) laser pulse. The wavelength of the laser light is chosen in the absorption band of the matrix and the excited molecules of matrix transfer their charge to the sample molecules in ionization collisions. These generated ions are accelerated in the electric field and directed to the analyzer (figure 4). Ions of the matrix and the sample investigated molecules are observed in the mass spectrum. The type of matrix and dissolvents as well as the solution concentration in the sample are basic and important parameters for the sensitivity of the MALDI technique.



Rys. 4. Źródło jonów z laserową desorpcją Fig. 4. Laser desorption ion source

3. Spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu jonów w Zakładzie Fizyki Stosowanej Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej

W Zakładzie Fizyki Stosowanej Instytutu Fizyki Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej zbudowany został spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu jonów do badań zjawisk jonizacyjnych metodą MAL-DI. Konstrukcja tego spektrometru przedstawiona została na rysunku 5. W jego skład wchodzą:

- 1. system próżniowy,
- 2. układ ogniskowania wiązki jonowej wraz z reflektronem,

3. The time of flight mass spectrometer in the Division of Applied Physics of Maria Curie-Skłodowska University

For MALDI investigations a reflectron time of flight mass spectrometer was constructed in the Division of Applied Physics, Maria Curie-Skłodowska University. Figure 5 presents the schematic view of this spectrometer. Typesetting of this spectrometer are:

- 1. vacuum system,
- 2. ions focusing system with reflectron,
- 3. supply system,
- 4. time of fight measurements system,

- 3. system zasilania,
- 4. układ pomiaru czasu przelotu jonów,
- 5. układ detekcji jonów.

Spektrometr mas (rysunek 5) składa się z dwóch komór próżniowych: komory źródła jonów i komory analizatora. W skład układu próżniowego każdej z komór wchodzi pompa rotacyjna BL30P służącą do otrzymywania próżni wstępnej rzędu 10-3 Tr, połączona poprzez pułapkę olejową i zawór ZWK25 z pompą turbomolekularną firmy Electronowa (ETP300 - w przypadku komory źródła jonów, ETP450 - w przypadku komory analizatora). Połączenia giętkie pomiędzy podzespołami próżniowymi wykonane są przewodem PVC25. Obie komory oddzielone są od siebie zaworem separującym E-GV-6000V (firmy MDC Vacuum Products Corporation). Zastosowanie zaworu separującego pozwala na utrzymywanie wysokiej próżni w obszarze detektora, podczas wymiany próbki w źródle jonów. Zastosowany w spektrometrze układ próżniowy pozwala na uzyskanie próżni wstępnej (10⁻³Tr) w ciągu 10 minut i próżni wysokiej rzędu 10-7Tr w ciągu następnych 10 minut od momentu włączenia pomp. 5. ion detection system.

The spectrometer (figure 5) consists of two vacuum chambers i.e. the ions source and analyser chambers. Each of vacuum chamber consists of a rotary pump BL30P for a low (initial) vacuum (about 10-4Tr), connected by the oil trap and the vacuum valve ZWK25 with the turbomolecular pump (Electronova, ETP 300 for the ion source chamber and ETP450 for the analyser chamber). All flexible vacuum connections are made by using the PVC25 tube. Both chambers are separated by the gate vacuum valve E-GV-6000V (MDC Vacuum Products Corporation). Application of valve ensures high vacuum in the detector region while the sample in the ion source is changed. The described vacuum system allows to obtain an initial vacuum (10-3Tr) during 10 minutes and high vacuum (10^{-7}Tr) during the next 10 minutes.



Rys. 5. Układ próżniowy spektrometru TOF z reflektronem Fig. 5. Reflectron Time of Flight vacuum system

System formowania wiązki jonowej (rysunek 6) składa się ze stalowego stolika, na który nanoszona jest próbka, dwóch par płytek odchylających (w kierunku poziomym i pionowym) oraz reflektronu. Próbka znajdująca się na stoliku jest oświetlana pulsującą (czas trwania impulsu 3 ns) zogniskowaną (f = 15 cm) wiązką z lasera azotowego LNC300C firmy Laser Photonics, (λ =337nm) o mocy 50kW. Podczas naświe-

The ion focusing system (figure 6) consists of the stainless steel sample holder for the desorption sample, two pairs of deflecting electrodes (horizontal and vertical) and the reflectron. The sample placed on the sample holder is lighted by focused (f=15 cm) pulsed beam of the nitrogen laser LN300C (Laser Photonics, λ =337 nm, the width of a pulse is 3ns and the maxi-



Rys. 6. Idea formowania i separacji jonów w spektrometrze TOF z reflektronem Fig. 6. Idea of ions forming and separating in RTOF MS

tlania laserem maja miejsce: absorpcja światła, a następnie desorpcja połączona z jonizacją molekuł próbki.

Powstałe w wyniku tych procesów jony są przyspieszane w polu elektrycznym wytworzonym pomiędzy stolikiem a uziemioną płaską elektrodą. Przyspieszona wiązka jonowa porusza się dalej pomiędzy układem płytek odchylających w celu ewentualnej korekcji jej niecentralnego ustawienia. Po przejściu przez obszar dryfu, wolny od pola elektrycznego, jony wchodzą do reflektronu a następnie osiągają detektor. Separacja jonów w spektrometrze następuje ze względu na ich prędkość. Jony, których stosunek masy do ładunku jest większy uzyskają mniejszą prędkość, co oznacza ich dłuższy czas przelotu od źródła do detektora. Tak więc paczka jonów powstała w źródle, a będąca mieszaniną różnych jonów, zostaje rozdzielona na szereg paczek w zależności od stosunku m/z. W prezentowanym spektrometrze zastosowano reflektron składający się z jedenastu pierścieniowych elektrod

mal power of 50kW). This laser irradiation causes following reactions: absorption light and desorption with ionisation of the sample.

The generated ions are accelerated in the electric field between the sample holder and the grounded flat electrode. The accelerated ion beam flights between the horizontal and vertical deflecting electrodes for correct ion of its trajectory. Then the ion beam flights in the field free region through the reflectron to the detector. The ions separation proceeds with regard to their velocity. Ions with the higher mass to charge ratio achieve lower velocities and their time of flight from ion source to the detector is adequately longer. Thus the ion packet created in the ion source as a mixture of different ions is separated to series of packets, depend on the m/z ratio. In the presented spectrometer a reflectron consisting of eleven electrodes (fig. 7) is used. The first ten electrodes are retarding electrodes whilst the last one with additional voltage applied is a reflecting electrode. The ion packet entering the reflectron with the spread of their kinetic ener





Rys. 7. Reflektron spektrometru TOF a) schemat połączeń elektrycznych, b) fotografia Fig. 7. TOF- MS reflectron a) electrical connections, b) photo

(rysunek 7). Obszar pomiędzy pierwszymi dziesięcioma elektrodami jest obszarem hamującym, natomiast obszar pomiędzy ostatnimi elektrodami, z dodatkowo przyłożonym napięciem jest obszarem odbijającym. Paczka jonów wlatująca do reflektronu zawiera ze względu na rozrzut energetyczny w momencie wytwarzania jony o różnych prędkościach. Jony mające większą prędkość wchodzą głębiej w obszar reflektronu niż te, których energia jest mniejsza. Oznacza to, że jony szybsze przebywają w reflektronie dłużej. W końcowym efekcie wszystkie jony o tym samym stosunku m/z dotrą do detektora jednocześnie (rysunek 7). W opisywanym spektrometrze jest to dwustopniowy detektor mikro-kanałowy (Hamamatsu, typ F4655-10). Detektor tego rodzaju charakteryzuje się małymi rozmiarami geometrycznymi i dużym współczynnikiem wzmocnienia, rzędu 108. Składa się on z dwu płytek kwarcowych o grubości około 1 mm każda, z wytrawionymi mikro-kanałami ustawionymi pod odpowiednim kątem. Płytki te umieszczone są jedna obok drugiej, tak jak na rysunku 8. Mikro-kanały pokryte są materiałem o wysokim współczynniku wtórnej emisji elektronowej. Pomiędzy wejściem a wyjściem detektora utrzymywane jest ujemne napięcie 2,1 kV. Jony wlatujące do mikro-kanałów wytwarzają dzięki zjawisku wtórnej emisji strumień elektronów, który jest zbierany przez anodę. Sygnał z anody kierowany jest do oscyloskopu. W naszym przypadku jest to oscyloskop Hewlet Packard, HP54615B, 1GSa/s, 500MHz. Oscyloskop wyzwalany jest jednocześnie z wysłanym impulsem lasera. Do zasilania całego układu spektrometru użyto kilku zasilaczy przedstawionych na rysunku 9. Napięcia przyspieszające, odchylające i hamujące zabezpieczają odpowiednio zasilacze PNC20000-3ump i LNG350-06, a napięcie zasilające detektor zasilacz PNC3500-20ump. Wszystkie zasilacze są firmy Knürr Heizinger.

gies. The ions with higher energy (higher velocity) penetrate the reflectron deeper than ions with smaller energy. It means that speeder ions spend adequately longer time in the reflectron area. Finally, all ions with the same m/z ratio reached the detector at the same time. In our spectrometer a two-stage micro channel plate detector F4655-10 (Hamamatsu) is used. This detector has a small geometric size and a large gain coefficient, about 10⁸. It consists of two quartz plates thickness about 1 mm, each, with etched micro channels angled properly. The plates are located one under the other, as in figure 8. The micro channels are covered inside with a high secondary electron emission factor material and the negative voltage 2.1kV is applied. Ions on the surface of micro channels produce secondary emission electrons collected by an anode. The signal from the anode is directed to an oscilloscope. In our case Hewlett Packard Oscilloscope, HP54154B, 500MHz, 1Gsa/s, is used. The oscilloscope is triggered by the signal from the nitrogen laser. For the supply of the spectrometer several electric feeders are used (figure 9). The accelerating and retarding voltage is from PNC20000-3ump feeder and two feeders LNG350-06 are used for the deflecting voltage and PNC3500-20ump for the MPC detector.



Rys. 8. *Mikrokanałowy detektor jonów Fig.* 8. *Micro channel plate detector of ions*



Rys. 9. Schemat elektryczny spektrometru TOF z reflektronem Fig. 9. Electrical RTOF MS scheme

W celu zaprezentowania jonizacji poprzez laserową desorpcję użyliśmy fullerenu C60 zakupionego w Sigma Aldrich. C60 rozpuszczony w benzenie nakładany był na płaski stalowy stolik próbki i suszony przez kilkanaście sekund w pokojowej temperaturze. Odparowanie rozpuszczalnika dawało na stoliku widoczny ślad o średnicy około 5 mm. Prezentowane poniżej wyniki otrzymane zostały dla próbki wykonanej z 1 mg fullerenu C_{60} rozpuszczonego w 10 μ L benzenu. Na rys. 10 przedstawione zostały widma jonów dodatnich C_{60}^{+} uzyskane przy dwóch napięciach przyspieszających 14kV (a) i 4kV (b).Czas przelotu jonów C60+ jest równy 40,2µs przy napięciu 14kV i 79,6µs przy napięciu 4kV. W przypadku widma uzyskanego dla niższego napięcia przyspieszającego, wierzchołek odpowiadający jonom C60+ jest rozmyty i znacznie niższy w wyniku dużej fragmentacji jonu macierzystego

To provide an example of the assisted laser desorption ionization fullerene C_{60} purchased from Sigma Aldrich (Poznań, Pl) was used. C_{60} dissolved in benzene was placed on a flat stainless steel sample holder and then dried for several seconds at the room temperature. Evaporation of the solvent produces a visible spot about 5mm diameter. In the presented experiment the best results were obtained for the mixture of 1 mg C_{60} and 10µL of benzene. C_{60} positive and negative ions were observed. The mass spectrum for positive ions C_{60}^+ for two cases of accelerating voltage 14 kV (figure 10a) and at low voltage 4kV (figure 10b), are presented.

The time of flight of C_{60}^{+} ions is 40.2µs and 79.6µs for high and low voltage, respectively. In the low voltage case the C_{60}^{+} peak is broadening with the adequately lower intensity. This effect results from a high fragmentation of parent ions.



Rys. 10. Widmo masowe jonów C_{60}^{+} . Napięcie przyspieszające a) 14kV, b) 4kV. Fig. 10. Mass spectrum of C_{60}^{+} ions accelerated voltage a) 14kV, b) 4kV.

4. Podsumowanie

W Zakładzie Fizyki Stosowanej Instytutu Fizyki Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskej zbudowany został spektrometr mas z pomiarem czasu przelotu do badań zjawisk jonizujących metody MALDI (*Matrix Assisted Lasser Desorption Ionization*). Spektrometr ten zawiera najnowsze rozwiązania konstrukcyjne i aparaturowe stosowane w tej technice w świecie. Układ próżniowy składający się z dwóch pomp turbomolekularnych pozwala uzyskać wysoką próżnię (10⁻⁷ Tr) w przeciągu kilkunastu minut. Zastosowanie próżniowego zaworu separującego w układzie spektrometru pozwala znacznie skrócić czas trwania wymiany badanej próbki. Jako detektor jonów został tu użyty detektor mikrokanałowy.

4. Conclusion

There was built time of flight mass spectrometer in the Division of Applied Physics, Institute of Physic, Maria Curie-Skłodowska University. It is used for studies of ionization processes by MALDI (*Matrix Assisted Laser Deorption Ionization*) method. This spectrometer contains the most modern constructional solutions used in this method nowadays. The vacuum system consisted of two turbomolecular pumps let achieve high vacuum (10^{-7} Tr) in few minutes. The application the gate vacuum valve in the spectrometer system allows for shortening of sample change time. As a ions detector microchanel detector was used.

References

- R.J.J.M. Steenvoorder, P.G. Kistemder, A.E. DeVries, L. Michalak, N.M.M. Nibbering: *Laser single photon ionization mass spectrometry of linear, branched and cyclic Hexanes*, Int. J. Mass Spectrom. Ion. Processes, 107 (1991) 475.
- [2] L. Michalak, R.J.J.M. Steenvoorder: *Investigations of third-harmonic generation in Xenon by means of a TOF mass spectrometer*, Acta Phys. Polonica, No 5, 79 (1991) 661.
- [3] A.E. Camerona and D.E. Eggers: Time of flight mass spectrometry, Rev. Sci. Instrum., 19 (1948) 605.
- [4] U.Boels, R. Weinkauf, E.W.Schlag: Reflectron time of flight mass spectrometry and laser excitation for the analisys of neutrals, ionized molecules and secondary fragments, Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes, 112 (1992) 121.
- [5] B.A. Mamyrin: *Laser assisted reflectron time of flight mass spectrometry*, Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes, 131 (1994) 1.
- [6] Chuan-Chuan Chen, Ching-Shen Su: *A time of flight mass spectrometer with an accelerating field in the reflecting system*, Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes, 124 (1992) 37.
- [7] D.M. Lubman (Ed.): Laser and Mass Spectrometry, Oxford University Press, New York, 1990.
- [8] G. Siuzdak: Mass spectrometry for biotechnology, Academic Press, San Diego, 1996.

Mgr Krzysztof Głuch Mgr Anna Bajuk Prof. dr hab. Leszek Michalak Zakład Fizyki Stosowanej Instytut Fizyki UMCS PI. Marii Curie-Sklodowkiej 1 20-031 Lublin e-mail: kgluch@tytan.umcs.lublin.pl

TERMOGRAFICZNA OCENA ROZKŁADU TEMPERATURY NA POWIERZCHNI PRZEDMIOTU OBRABIANEGO PODCZAS SKRAWANIA ORTOGONALNEGO

THERMOGRAPHIC EVALUATION OF TEMPERATURE DISTRIBUTION ON WORKPIECE SURFACE DURING ORTHOGONAL MACHINING

W artykule poruszono zagadnienia związane z szeroko rozumianymi oddziaływaniami ciepła generowanego w strefie skrawania na przedmiot obrabiany. W nowym ujęciu przedstawiono analizę rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas procesu skrawania. Wskazano na możliwość wykorzystania techniki termograficznej do analizy zjawisk cieplnych towarzyszących skrawaniu materiałów a w szczególności ich wpływu na dokładność wymiarową po obróbce. W postaci termogramów oraz wykresów przedstawiono wyniki badań własnych, wykonanych przy wykorzystaniu systemu termograficznego V-20ER005-25, zaprojektowanego przez firmę VIGO SYSTEM z Warszawy.

In this article questions connected with widely understood interactions of heat generated in machining area on workpiece were raised. The analysis of temperature distribution on surface of workpiece during machining process was presented in new formulation. Possibility of usage of thermographic technique for analysis of heat effects concomitant with machining of materials was indicated, in particular their effect on dimensional accuracy after machining. Results of author's own research performed with usage of V-20ER005-25 thermographic system, designed by VIGO SYSTEM, the company from Warsaw is presented in form of thermographs and diagrams.

1. Wprowadzenie

Intensywne poszukiwania bezinwazyjnych metod pomiarów w mechanice, utorowały drogę rozwojowi technik wykorzystujących promieniowanie podczerwone. Stosowane coraz częściej badania termograficzne, opierają się na detekcji promieniowania podczerwonego emitowanego z powierzchni badanych obiektów. Źródłami ciepła zmieniającymi stany termiczne obiektów są elementy, w których następuje przemiana dostarczonej energii mechanicznej lub elektrycznej w ciepło. W mechanice pomiary termograficzne wykorzystywane są do optymalizacji działań związanych z eksploatacją maszyn technologicznych i narzędzi (również maszyn pomiarowych), monitorowaniem procesów technologicznych, a w szczególności w systemach kompensacji odkształceń cieplnych. Coraz częściej stosowane są do analizy zjawisk cieplnych towarzyszących skrawaniu materiałów. Wytwarzanie elementów z ściśle narzuconą dokładnością wymaga dokonywania precyzyjnych i szybkich

1. Introduction

Intensive research of invasiveless methods of measurements in mechanics made a way to development of techniques using infrared radiation. Thermographic research, applied more and more often, is based on detection of infrared radiation emitted by surface of objects investigated. The heat sources are elements, in which conversion of supplied mechanical or electrical energy to the heat takes place. In mechanics, thermographic measurements are used for optimising of works connected with exploitation of technological machines and tools (also measuring machines), monitoring of technological processes, and particularly in systems of compensation of thermal deformation. More and more they are used for analysis of heat effects concomitant with machining of materials. Manufacture of elements with precisely imposed precision requires execution of accurate and quick measurement methods in on-line mode. In machining process, due to heat generated in machining area and

NAUKA I TECHNIKA

pomiarów realizowanych w trybie *on-line*. W procesie skrawania, wskutek generowanego w strefie obróbki ciepła i jego przewodzenia przez ostrze narzędzia i przedmiot obrabiany, powstają odkształcenia cieplne. Pomiar tych odkształceń na podstawie skorelowanych z nimi zmian wartości temperatury jest możliwy między innymi dzięki wykorzystaniu techniki termograficznej. W prezentowanej pracy, przedstawiono metodę określania rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu podczas toczenia ortogonalnego. Znajomość pola temperatury zarówno w odniesieniu do ostrza narzędzia jak również przedmiotu obrabianego stanowi podstawę do budowania modeli cieplnych procesu skrawania.

2. Powstawanie ciepła w procesie skrawania oraz parametry fizyczne związane z jego wymianą

Skrawanie materiałów zachodzi w wyniku wywoływania przez ostrze narzędzia skrawającego w obrabianym materiale szybko rosnących naprężeń i odkształceń (sprężystych oraz plastycznych). Temu złożonemu procesowi oddzielania materiału warstwy skrawanej, towarzyszy powstawanie znacznych ilości ciepła [1, 4, 10, 12]. Powstawanie ciepła podczas obróbki zachodzi zasadniczo w trzech obszarach (rys. 1):

- obszarze intensywnych odkształceń sprężystoplastycznych oraz dekohezji materiału,
- obszarze kontaktu wióra z powierzchnią natarcia,
- obszarze kontaktu powierzchni przyłożenia z obrobioną powierzchnią przedmiotu skrawanego.

conduction of it through tool blade and workpiece, thermal strains appear. The measurement of these deformations on the basis of temperature changes corresponding to them is possible owing to thermographic technique, among other methods. Herein, the method of designation of temperature distribution on the surface of workpiece during orthogonal turning is presented. The knowledge of thermal field, both in relation to tool blade as well as machined workpiece makes the basis for construction of thermal model of machining process.

2. Origination of heat in machining process and physical parameters connected with exchange of it

Machining of materials is the result of rapidly growing stresses and strains (elastic and plastic) caused by blade of machining tool in machined material. Appearance of considerable amounts of heat is concomitant with this complex process [1, 4, 10, 12]. Origination of heat during machining basically takes place in three zones (fig. 1):

- zone of intensive elastic and plastic strains and decohesion of material,
- zone of chip contact with rake face,
- zone of major flank contact with machined surface of the workpiece.



Rys. 1. Obszary intensywnych oddziaływań fizycznych w układzie narzędzie - przedmiot obrabiany [4] Fig. 1. Zones of intensive physical interactions in tool - workpiece system [4]

Powstające ciepło przepływa pomiędzy elementami fizycznego modelu procesu skrawania [1, 4, 10, 12]. Z badań doświadczalnych wiadomo, że natężenie strumieni cieplnych, a przez to wartości temperatury elementów systemu obróbkowego, zależą od właściwości fizycznych materiału ostrza narzędzia i przedmiotu obrabianego (przewodności oraz pojemności cieplnej), technologicznych parametrów skrawania, sposobu chłodzenia oraz mechanizmu rozdzielania materiału w procesie tworzenia wióra [4]. Wymiana ciepła między ostrzem narzędzia, wiórem, przedmiotem obrabianym i ewentualnie środkiem chłodząco - smarującym, zachodzi w głównej mierze wskutek przewodnictwa cieplnego materiału. Przewodzeniem ciepła rządzi prawo Fouriera, zgodnie z którym natężenie strumienia cieplnego jest proporcjonalne do gradientu temperatury mierzonego wzdłuż kierunku przepływu ciepła [6, 9, 11, 13].

Matematycznie prawo to jest wyrażane zależnością w postaci [13]:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \tag{1}$$

gdzie: λ - współczynnik przewodzenia ciepła, dT - przyrost temperatury, dx - przyrost drogi w kierunku normalnym do powierzchni izotermicznej.

Znak minus w równaniu (1) wynika stąd, że ciepło przepływa zgodnie ze spadkiem temperatury, a więc odcinkowi dx mierzonemu wzdłuż kierunku przepływu ciepła odpowiada ujemna wartość przyrostu temperatury - dT. Przewodzenie ciepła jest zjawiskiem nieodwracalnym. Polega na przekazywaniu energii wewnątrz ośrodka materialnego lub z jednego ośrodka do drugiego przy ich bezpośrednim styku. Współczynnik proporcjonalności λ (*przewodność cieplna*) charakteryzuje materiał pod względem jego zdolności do wymiany ciepła. Ciepło przewodzone jest z miejsc o temperaturze wyższej do miejsc o temperaturze niższej, przy czym poszczególne cząstki rozpatrywanego ciała materialnego nie wykazują większych zmian położenia. W przypadku procesu skrawania ruchome źródło ciepła (strefa skrawania) przemieszcza się w przestrzeni a jego intensywność zmienia się w czasie. Mamy zatem do czynienia z nieustalonym przewodzeniem ciepła [7, 8, 10]. Pod wpływem różnic temperatury między strefą oddziaływania źródła ciepła a punktami materialnymi oddalonymi od niego, następuje wymiana ciepła zmierzająca do wyrównania temperatury w całej objętości materiału. Efektem ciepła generowanego w strefie obróbki jest wzrost temperatury przedmiotu obrabianego oraz narzędzia. Znajomość temperatury w strefie skrawania, temperatury przedmiotu oraz narzędzia, odgrywa istotna role i jest przedmiotem badań w wielu ośrodkach badawczych w kraju i zagranica [2, 3, 5, 8, 9, 14, 15]. Od wartości tej temperatury i jej rozkładu zależą takie

Originated heat flows among elements of physical model of machining process [1, 4, 10, 12]. It is known from empirical research, that intensity of heat flux, and temperature values of elements of machining system in consequence, depend on physical properties of tool blade and workpiece materials (conductivity and thermal capacity), technological parameters of machining, way of cooling and material separation mechanism in process of chip forming [4]. The exchange of heat among tool blade, chip, workpiece and eventually cooling and lubricating medium mainly results from heat conductivity of material. Heat conductivity is subject to Fourier's Principle, according to which the intensity of heat flux is proportional to temperature gradient, measured along direction of heat flow [6, 9, 11, 13].

Mathematically this principle is expressed with following formula:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \tag{1}$$

where: λ - thermal conductivity, dT - raise of temperature, dx - raise of patch in normal direction to isothermal surface

Sign minus in equation (1) arises from the fact, that the heat flows in accordance to temperature decrease, so minus value of temperature raise dTcorresponds to the length dx measured along direction of heat flow. The conductivity of heat is the irreversible process of energy inside material medium or from one medium to the other one at direct contact of them. The proportionality coefficient λ (thermal conductivity) characterises material regarding capability of heat exchange. The heat is conducted from places of higher temperature to places of lower temperature, and particular particles of material substance under investigation do not show major changes of location. In case of machining, moving heat source (machining area) moves in the space and its intensity changes in time. So, we deal with transient conductivity of heat [7, 8, 10]. Under the influence of temperature differences among the area of acting of heat source and material points distant from it, exchange of temperature takes place, aiming at equalisation of temperature within all material volume. The temperature increase of the workpiece and tool is the effect of heat generated in machining area. The knowledge of temperature in machining area, temperature of workpiece and tool, plays important part and is the subject of investigations in many research centres in Poland and abroad [2, 3, 5, 8, 9, 14, 15]. Such mechanisms as: tool blade wear, chip forming and

mechanizmy jak: zużywanie ostrza narzędzia, mechanizm tworzenia wióra, konstytuowanie warstwy wierzchniej. Ponadto powstające odkształcenia cieplne w sposób istotny przyczyniają się do obniżenia dokładności obróbki.

Ponieważ wymiana ciepła następuje pod wpływem różnicy temperatury, zatem przy rozpatrywaniu zjawisk przewodzenia pomiędzy elementami systemu obróbkowego konieczna jest znajomość *pola temperatury*. Jeżeli w danej chwili w każdym punkcie pewnego obszaru ciała znana jest temperatura to znaczy, że w obszarze tym określone jest *pole temperatury*. W przypadku gdy rozkład temperatury zależy od czasu, to pole temperatury określa się jako nieustalone [13]. Podczas wymiany ciepła między ostrzem narzędzia, wiórem, przedmiotem obrabianym i ewentualnie czynnikiem chłodzącym występują na ogół różne temperatury w poszczególnych punktach tych ciał. Wartość temperatury jest zależna od intensywności strumieni cieplnych [4] i zmienia się w czasie.

Przyjmując kartezjański układ współrzędnych pole temperatury możemy opisać zależnością w postaci:

$$T = T(x, y, t) \tag{2}$$

gdzie: x, y - współrzędne kartezjańskie, t - czas.

Pole temperatury można modelować metodami analitycznymi lub doświadczalnymi. W metodach analitycznych stosuje się różne sposoby rozwiązywania równań opisujących to pole, przy uwzględnieniu odpowiednich warunków jednoznaczności rozwiązania (geometrycznych, fizycznych, początkowych, brzegowych) [2, 10, 11]. Przykładowo można tu wymienić zastosowanie metody rozdzielania zmiennych, przekształceń całkowych, metod numerycznych, przybliżonych metod analitycznych i sposobów wykreślnych. W metodach doświadczalnych badania pola temperatury wyróżnia się metody powierzchniowe i metody punktowe. Podstawową metodą powierzchniową jest termowizja, umożliwiająca wyznaczenie układów izoterm powierzchni badanych elementów. W metodach punktowych stosuje się zwykle termoelementy i termistory jako czujniki temperatury, której wartości i przebiegi rejestrowane są automatycznie [3, 5, 6, 11, 13 15].

Parametrem cieplnym uwzględnianym w badaniach zjawisk cieplnych towarzyszących skrawaniu jest pojemność cieplna c. W sensie fizycznym pojemność cieplna c oznacza ilość energii jaką należy dostarczyć do ciała w postaci ciepła, aby podwyższyć jego temperaturę o jeden stopień Celcjusza. Pojemność cieplna przypadająca na jednostkę masy ciała stanowi cechę charakterystyczną substancji, z której zbudowane jest ciało i określana jest *ciepłem właści*-

formation of top layer depend on value and distribution of this temperature. Moreover, the thermal strains raised (depending on temperature raise) have significant influence on accuracy of machining. For heat exchange follows the difference of temperature, the knowledge of temperature field is essential for analysis of conductivity effects among elements of machining system. If temperature in every point of certain area of substance is known in given moment, thermal field is designated in this area. If temperature distribution depends on time, thermal field is designates as transient [13]. During heat exchange among tool blade, chip, workpiece and eventually cooling medium there are in general various temperatures in particular points if these substance. The value of temperature depends on intensity of heat fluxes [4] and change in time.

Assuming Cartesian co-ordinates, we can describe thermal field with following formula:

$$T = T(x, y, t) \tag{2}$$

where: x, y - Cartesian co-ordinates, t - time

It is possible to make a model of thermal field with analytic or experimental methods. In analytic methods various ways of solution of the equation describing this field, considering proper conditions of uniqueness of solution (geometric, physical, initial, boundary) are applied [2, 10, 11]. As the example, we can mention application of separation of variables, integral transformations, numeric methods, approximate analytic methods and graphical ways. In empirical methods of the researches of thermal field, superficial and point-by-point methods can be mentioned. The basic superficial method is thermovision, offering determining of isotherms of surface of elements investigated. In point-by-point methods, thermoelements and thermistors are usually applied as temperature indicators, values and courses of each are registered automatically [3, 5, 6, 11, 13, 15].

Thermal capacity c is the heat parameter considered in investigation of heat effects contaminant with machining. In physical sense, thermal capacity c means an amount of energy to be supplied to the substance in form of heat, in order to increase its temperature at one Celsius degree. Thermal capacity per unit of weight of the substance is the characteristic feature of the substance, from which it is built and is defined as *specific heat*. Thermal capacity of the substance and specific heat of the *wym*. Ani pojemność cieplna ciała, ani ciepło właściwe materiału nie są stałe, lecz zależą od temperatury [13]. Ciepło właściwe materiału ostrza narzędzia oraz przedmiotu obrabianego decyduje o zdolnościach akumulacyjnych tych materiałów.

Typowymi zjawiskami związanymi ze zmianami temperatury są zmiany wymiarów i zmiany stanu skupienia ciał. Wzrastająca amplituda drgań atomów ciała wskutek wzrostu temperatury prowadzi do wzrostu średniej odległości pomiędzy nimi, a więc rozszerzenia całego ciała. Związana z tym zjawiskiem zmiana wymiarów liniowych nazywana jest rozszerzalnością liniową. Na podstawie doświadczeń stwierdzono, że jeżeli przyrost temperatury jest dostatecznie mały, to zmiana długości jest proporcjonalna do zmiany temperatury i długości początkowej. Zjawisko rozszerzalności cieplnej materiału ciała pod wpływem zmian jego temperatury powoduje powstawanie odkształceń cieplnych. W przypadku procesu skrawania wywierają one decydujący wpływ na dokładność wymiarowo-kształtową obrabianych przedmiotów. W pracach [7, 8] zaprezentowano próbę analitycznego określenia wpływu odkształceń cieplnych narzędzia skrawającego oraz przedmiotu obrabianego na uzyskiwaną dokładność obróbki.

3. Stanowisko badawcze i przebieg eksperymentu

Podstawowym etapem ilościowej oceny stopnia oddziaływań ciepła generowanego w strefie skrawania na elementy układu obróbkowego jest analiza rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu oraz narzędzia. Prowadzone badania w Katedrze Podstaw Inżynierii Produkcji, mają na celu ustalenie charakteru zmian temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas toczenia ortogonalnego w funkcji warunków skrawania. Zamieszczone w artykule wyniki, stanowią fragment szerszych badań oddziaływań cieplnych towarzyszących procesowi skrawania i ich wpływu na dokładność wymiarowo - kształtową przedmiotów po obróbce.

Badania prowadzono na tokarce uniwersalnej CS401. Zastosowano nóż tokarski NNPa 25x16 z ostrzem wykonanym z węglika spiekanego S20. Proces skrawania prowadzono dla kilku zestawów technologicznych parametrów skrawania (*prędkości skrawania* v_c (26÷56 m/min), posuwu f (0.075, 0.1, 0.125 mm/obr), bez chłodzenia strefy obróbki.

Toczeniu poddawano odpowiednio przygotowane próbki ze stali węglowej konstrukcyjnej wyższej jakości 45. Wykonano je w kształcie wałków o średnicy 100 mm z charakterystycznie naciętymi "talerzykami" (rys. 3). Podstawowe zespoły funkcjonalne stanowiska badawczego przedstawiono na rys.2. material are not constant, but depends on temperature [13]. Specific heat of material of tool blade and workpiece decide on accumulation capabilities of these materials.

Changes of dimensions and changes of state of aggregation of the substance are typical effects connected with changes of temperature. Increasing amplitude of vibration of atoms of the substance resulting from temperature increase leads to increase of average distance among them, and extension of all substance in consequence. The change of linear dimensions related to this effect is called *linear ex*pansion. On the basis of experience it was ascertained that if raise of temperature is sufficiently small, the change of length is proportional to the temperature change and initial length. The effect of thermal expansion of material of the substance under influence of changes of its temperature causes origination of thermal strains. In case of machining process, they have decisive influence on dimensional and shape accuracy of workpieces. In articles [7, 8] a trial of analytic definition of influence of thermal strain of machining tool and workpiece to obtain accuracy of machining is presented.

3. Research station and run of experiment

The analysis of temperature distribution on surface of workpiece and tool is the basic stage of quantitative evaluation of works of heat produced in machining area on elements of machining system. Researches performed by The Faculty of Principles of Production Engineering, aim at determining of character of temperature changes on surface of the workpiece during orthogonal turning in function of conditions of machining. The results presented in this article are the part of larger research of heat interactions contaminant with process of machining and their influence on dimensional and shape accuracy of the workpiece after machining.

The research was performed with universal lathe CS 401. Turning tool NNPa 25x16 with blade made from sintered carbide S20 was applied. The machining process was performed for few sets of technological parameters of machining (machining speed v_c (26 ÷ 56 m/min), rate of feed f (0.075, 0.1, 0.125 mm/rot)), without cooling of machining area.

Specially prepared specimens, made from constructional carbon quality steel of 45 grade were subject to turning. They were made in form of shaft of 100 mm diameter with characteristically cut "discs" (fig. 3). Basic functional units of the research station are presented on fig.2. Thermographic technique of

NAUKA I TECHNIKA



Rys. 2. Schemat strukturalny stanowiska badawczego

Fig. 2. Research station

W badaniach wykorzystano termograficzną technikę pomiaru temperatury. Zastosowano kompleksowy, termograficzny system pomiarowy V-20ER005-25 wyprodukowany przez firmę VIGO System z Warszawy.

System ten składa się z następujących zespołów funkcjonalnych:

- kamery termograficznej,
- toru pomiarowego z kolorowym monitorem,
- oprogramowania do akwizycji i analizy danych termograficznych TERMOGRAF v. 1.95c oraz sterowania pracą kamery,
- kolorowej drukarki atramentowej.

System V-20ER005-25 umożliwia rejestrację obrazów termalnych badanego obiektu oraz obserwację i zapis temperatury z dowolnie wybranej linii termogramu. Ponadto pozwala na precyzyjne odczytywanie wartości temperatury w każdym punkcie linii, określanie czasu i daty rejestracji, a ponadto różnic czasu pomiędzy punktami w linii. Zgromadzone dane termograficzne można łatwo analizować z poziomu programu a zaimplementowana w programie "struktura projektu" czyni z niego "centrum informacji" na temat badanego obiektu lub zjawiska. Program pozwala eksportować dane do formatu tekstowego i analizować je przy pomocy innych programów. Otrzymywany obraz termalny składa się z 240 linii, zaś każda linia z 240 punktów, nazywanych w dalszej części pracy pikselami. Każdemu pikselowi można przypisać wymiar liniowy zależny od odległości usytemperature measurement was used in the research. Complex, thermographic measuring system V-2-ER005-25 was applied, made by VIGO System in Warsaw.

This system consists from following functional units:

- thermographic camera,
- measurement line with colour monitor,
- TERMOGRAF v. 1.95 c, software for acquisition and analysis of thermographic data and controlling of camera,
- colour ink printer.

V-20ER005-25 system provides recording of thermal pictures of object under investigation and observation and registration of temperature from freely chosen thermogram line. Moreover it provides accurate reading values of temperature in every point of the line, designated time and date of recording, and also time difference between points in the line. Collected thermographic data could be easily analysed from the level of programme, and implemented "project structure" in the programme creates from it the "information centre" about object under investigation or effect. The programme allows exporting data to text format and analysing it with other programmes. Received thermal picture consists of 240 lines, and every line from 240 points, called hereinafter pixels. To each pixel the linear dimension can be attributed, dependent on distance between front of the camera from tuowania czoła kamery od badanego obiektu oraz drogi optycznej wewnątrz kamery. Wymiar liniowy pojedynczego piksela wyznaczono z zależności ogólnej:

$$el = (x + L) \cdot tg \ (\alpha / n) \tag{3}$$

gdzie: *el* - wymiar liniowy piksela [mm], x - odległość czoła kamery od badanego obiektu [mm], L - droga optyczna wewnątrz kamery [mm], α - kąt skanowania, n - liczba pikseli w linii.

Po odpowiednim zamocowaniu kamery nad obrabianym przedmiotem prowadzono rejestrację obrazów termalnych strefy obróbki.

Dla przyjętej odległości czoła kamery od powierzchni obiektu badanego x = 300 mm oraz drogi optycznej wewnątrz kamery równej L = 120 mm, liczby pikseli w linii n=240 i kąta skanowania $\alpha = 30^\circ$, wyznaczono wartość wymiaru liniowego jednego piksela el = 1,015 mm. Otrzymane wyniki pomiarów przedstawiono w postaci termogramów oraz wykresów. object under investigation and optical distance inside camera. Linear dimension of single pixel is appointed with general formula:

$$el = (x + L) \cdot tg \ (\alpha / n) \tag{3}$$

where: el - linear dimension of pixel [mm], x - distance between front of camera and object under investigation [mm], L - optical distance inside camera [mm], α - angle of scanning, n - number of pixels in line.

After proper location of the camera above workpiece, the recording of thermal pictures of machined area was made.

For assumed distance between front of camera and surface of object under investigation x=300 mm and optical distance inside camera L=120 mm, number of pixels in line n=240 and scanning angle $\alpha = 30^{\circ}$, the value of linear dimension of one pixel was calculated el=1.015 mm. The results received were shown in form of thermogram and diagrams.



- Rys. 3. Strefa obróbki podczas skrawania ortogonalnego: v_f prędkość posuwowa [m/min], n prędkość obrotowa przedmiotu obrabianego [obr/min], 1- oś pomiaru skanera liniowego, T1, T2, T3, T4 kolejne "talerzyki" poddawane skrawaniu
- Fig. 3 Machining area during orthogonal machining: v_f rate of feed speed [m/min], n rotation speed of workpiece [rot/min], 1- axis of measurement of linear scanner, T1, T2, T3, T4 - succeeding "discs" subject to machining

4. Termograficzna ocena niejednorodności rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego podczas toczenia ortogonalnego

Podczas prowadzenia pomiarów rejestrowano obrazy termalne przedmiotu oraz rozkład temperatury wzdłuż wybranej z termogramu linii. Wybrane wyniki pomiarów uzyskane przy wykorzystaniu opcji skanera liniowego kamery termograficznej podczas obróbki, przedstawiono na rys. 4, 5 oraz 6.

Jak wynika z przedstawionych na rysunkach 4, 5 oraz 6 wykresów, charakter przebiegu zmian temperatury mierzonej wzdłuż osi obserwacji 1 (leżącej w płaszczyźnie prostopadłej do osi symetrii przedmiotu i przechodzącej przez obrabiany talerzyk) zostaje zachowany dla każdej kombinacji technologicznych parametrów skrawania. Zaobserwowano, że przy wzrastającej wartości posuwu, prędkości skrawania oraz czasu, wzrasta wartość mierzonej temperatury. Maksymalne wartości temperatury zarejestrowano w miejscu aktualnie znajdującego się ruchomego źródła ciepła, w otoczeniu którego gradienty osiągają najwyższe wartości. Dla przyjętego rodzaju obróbki, kierunek przemieszczania źródła ciepła zorientowany jest zgodnie z wektorem prędkości ruchu posuwowego.

4. Thermographic evaluation of temperature inhomogeneity distribution on workpiece surface during orthogonal turning

During measurements, thermal pictures of the workpiece and temperature distribution along the line selected from the thermogram were recorded. Some results of measurements for designated technological machining parameters, obtained by using of linear scanner option of thermographic camera during machining, are presented on fig. 4, 5 and 6.

As results from diagrams shown on fig. 4, 5 and 6, the character of course of temperature changes measured along the axis of observation 1 (located in the plane perpendicular to symmetry axis of workpiece and going through machined disc) is maintained for each combination of technological parameters of machining. It was found that at increasing value of rate of feed, machining speed and time, the value of temperature measured increases. The maximum values of temperature were registered in the place of current location of moving heat source, in neighbourhood of which the gradients reach the highest values. For assumed kind of machining, the direction of heat source movement is oriented in accordance with the speed vector of feed motion.



Rys. 4. Rozkład temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego (T_2) *w kolejnych etapach obróbki, rejestrowany w płaszczyźnie prostopadłej do osi symetrii wałka (f=0,07mm/obr, n=180 obr/min,d_n=100mm)*

Fig. 4. Distribution of temperature on surface of machined object (T_2) in succeeding stages of machining, registered in plane perpendicular to symmetry axis of shaft (f=0,007 mm/rot, n=180 rot/min, d_w =100 mm)





Fig. 5. Distribution of temperature on surface of workpiece (T_3) in succeeding stages of machining, registered in plane perpendicular to the symmetry axis of the shaft (f=0,1 mm/rot, n=180 rot/min, d_m =100 mm)



Rys.6. Rozkład temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego (T₄) w kolejnych etapach obróbki, rejestrowany w płaszczyźnie prostopadłej do osi symetrii wałka (f=0,125mm/obr, n=180 obr/min, d_w=100mm)

Fig. 6. Distribution of temperature on surface of workpiece (T4), in succeeding stages of machining, registered in the plane perpendicular to symmetry axis of the shaft (f=0,125 mm/rot, n=180 rot/min, dw=100 mm)
NAUKA I TECHNIKA



Data: 2000-12-29 Godz: 12:38:14

Data: 00-12-29 Godz: 12:48:16

- *Rys.* 7. *Termogramy rozkładu temperatury na powierzchi przedmiotu obrabianego podczas stygnięcia, po obrób* ce: a) talerzyka T_{i} , b) talerzyka T_{j} , c) talerzyka T_{j} , d) talerzyka T_{4}
- Fig. 7. Thermograms of temperature distribution on surface of machined workpiece during cooling after machining of: a) disc T_{1} , b) disc T_{2} , c) disc T_{3} , d) disc T_{4}

Dla wzrastających wartości posuwu, zaobserwowano wzrost temperatury w środkowej części analizowanej linii pomiarowej (rys. 4, 5 oraz 6). Największe różnice temperatury na powierzchni przedmiotu wynoszą ok. 50°C.

Na rys. 7, przedstawiono termogramy zarejestrowane w wybranych fazach stygnięcia przedmiotu obrabianego po obróbce poszczególnych talerzyków (T_1 , T_2 , T_3 , T_4).

Jak należało oczekiwać, najszybsza utrata ciepła występuje w przypadku nieobrobionych talerzyków, czyli tam gdzie powierzchnia odbierania ciepła jest największa. Najwyższa temperatura znajduje się na powierzchni nieobrobionego rdzenia. Jak wynika z prezentowanych termogramów, miejscem generowania ciepła jest również strefa podparcia przedmiotu obrabianego kłem For increasing values of the rate of feed, the increase of temperature in central part of analysed measurement line was fund (fig 4 5 and 6). The biggest differences of temperature on surface of the workpiece were registered about 50°C.

On fig.7 thermograms registered in chosen cooling stages of machined object are submitted, after machining of particular (T_1, T_2, T_3, T_4) .

As it was expected, the highest heat loses are in not machined discs, that means where the surface of heat absorption is the largest. The highest temperature is on the surface of non-machined core. Presented thermograms show, the area of supporting of the workpiece by tail centre of the workpiece is also the place of heat generation. Due to friction konika tokarskiego. Wskutek występujących w tym miejscu sił tarcia wykonywana jest praca tarcia, wynikiem której jest powstawanie ciepła i proces jego przewodzenia przez materiał obrabiany.

Na rys. 8 przedstawiono przykładowy wykres powierzchniowy obrazujący rozkład temperatury na powierzchni przedmiotu podczas jego stygnięcia, po obróbce talerzyka T_4 . forces existing in this place, the friction work is made, resulting with origination of heat and process of its conduction through material machined.

The example diagram showing distribution of temperature on the surface of workpiece during cooling at machining of disc T_4 is presented on fig. 8.



Rys. 8. Rozkład temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego w końcowym etapie stygnięcia: x - wymiar liniowy mierzony równolegle do osi symetrii przedmiotu, d - wymiar liniowy mierzony prostopadle do osi symetrii przedmiotu

Fig. 8. Distribution of temperature on surface of workpiece machined in end stage of cooling: x - linear dimension measured parallel to the workpiece symmetry axis, d - linear dimension measured perpendicularly to the symmetry axis of the workpiece

Zaobserwowano pewną stabilizację temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego po odjęciu źródła ciepła jakim jest strefa skrawania. Stabilizacja ta, związana jest ze zjawiskiem przewodzenia ciepła, którego wynikiem jest wyrównanie temperatury w całej objętości materiału. Dodatkowo, radiacyjna wymiana ciepła z otoczeniem powoduje przyspieszenie utraty ciepła i wyrównanie wartości temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego.

5. Prognoza wpływu odkształceń cieplnych na dokładność wymiarową przedmiotów obrabianych

Obecne oczekiwania dotyczące dokładności przedmiotów obrabianych przez skrawanie ciągle wzrastają. Pozostaje, a nawet zaczyna odgrywać coraz większą rolę problem osiągania wysokiej dokładności geometryczSome stabilisation of temperature on surface of workpiece after removal of machining area being the heat source was observed. This stabilisation is connected with thermal conductivity effect, resulting from equalisation of temperature within all volume of the material. In addition, radiational heat exchange originated at turning causes speeding up of heat lose and equalisation of temperature value on surface of the workpiece.

5. Forecast of thermal deformation on dimensional accuracy of workpieces

Requirements concerning accuracy of workpieces grow constantly. The question of reaching high geometric accuracy at application of high machining parameters still remains, and also is nej przy stosowaniu bardzo dużych parametrów skrawania. Niestety podwyższanie wartości parametrów obróbki prowadzi do wzrostu temperatury w strefie skrawania. Wzrost temperatury przedmiotu obrabianego oraz narzędzia prowadzi do zmian wymiarów liniowych, a przez to do błędów obróbki. Starając się sprostać stawianym wymaganiom wymiarowo - kształtowym, często stawiane jest pytanie: jak zapewnić wysoką wydajność procesu obróbki przy zachowaniu dużej dokładności i niskich kosztów wytwarzania. Szczególnie wyraźnie problem osiągania wysokiej dokładności wykonania dotyczy przedmiotów, które charakteryzują się niską sztywnością i wrażliwością na strumień ciepła generowany w strefie skrawania. Stosowane do opisu procesu skrawania modele analityczne - mające postać funkcji wielu zmiennych, zawierają parametry wyznaczane na drodze doświadczalnej dla pewnych przeciętnych warunków skrawania i są mało dokładne w konkretnych zastosowaniach. Ponadto, uwzględniają one tylko część zjawisk wywołujących odstępstwa od idealnego kształtu i wymiaru przedmiotu powstającego w wyniku skrawania. Brak modeli obróbki skrawaniem uwzględniających cieplne oddziaływania w strefie obróbki, wynika z dużej liczby czynników wpływających na zachowanie się procesu skrawania, ich wzajemnych interakcji oraz nieliniowych związków między nimi a parametrami geometrycznymi przedmiotu po obróbce.

more and more important. Unfortunately, increase of values of machining parameters leads to changes of linear dimensions and to machining errors in consequence. Trying to meet the dimensions and shape requirements, following question is often asked: how to provide high efficiency of machining at high accuracy and low cost of manufacture. In particular, the matter of high accuracy concerns work-pieces of low rigidity and sensitiveness for thermal flux generated in machining area. Analytic models applied in order to describe machining process, having the form of function of several variables, contain parameters determined in empirical way for some average machining conditions and are insufficiently accurate in concrete applications. Moreover, they consider only a part of effects causing deviation from ideal shape and dimension of workpiece as the result of machining. Lack of models of machining, considering heat interactions in machining area, is caused by big number of factors having influence on the behaviour of machining process, their interactions and non-linear relations among them and geometric parameters of work-piece after machining.



Rys. 9. Prognozowany charakter zmian błędu obróbki spowodowanego cieplnymi oddziaływaniami w strefie skrawania, d_p - nominalna średnica skrawania, ΔT - przyrost temperatury powierzchni przedmiotu obrabianego, Δd_p - błąd obróbki

Fig. 9. Forecasted character of changes of machining error caused by heat interactions in machining area, d_p -nominal diameter of machining, ΔT -raise of temperature of workpiece, Δd_p -error of machining Wygenerowana charakterystyka powstających błędów w wyniku rozszerzalności cieplnej obrabianego materiału (rys. 9), wskazuje na istotny wpływ akumulowanego przez przedmiot obrabiany ciepła na dokładność wymiarową po obróbce. Zaprezentowany na rys. 9 prognozowany charakter zmian błędu obróbki Δd_p spowodowanego cieplnymi oddziaływaniami w strefie skrawania wyznaczono na podstawie zależności w postaci [8]:

$$\Delta d_p = \alpha_p d_p \Delta T \tag{4}$$

gdzie: α_p - współczynnik rozszerzalności liniowej materiału obrabianego, d_p - nominalna średnica skrawania, ΔT - przyrost temperatury przedmiotu obrabianego po osiągnięciu równowagi cieplnej.

Przyrost temperatury $\Delta T = T_{p2} - T_{p1}$, rozumiany jako różnica temperatury przedmiotu obrabianego w trakcie obróbki T_{p2} i temperatury przed obróbką T_{p1} , określono na drodze doświadczalnej za pomocą systemu termograficznego *V-20ER005-25* (rys. 4, 5, 6). Wartość temperatury T_{p2} wyznaczono dla określonych parametrów skrawania (a_p , v_c , f), materiału ostrza narzędzia oraz przedmiotu obrabianego. Przyjęto, że pole temperatury przedmiotu obrabianego jest równomierne w całej jego objętości a współczynnik rozszerzalności liniowej α_p nie zmienia się w analizowanym przedziale zmian temperatury. Ponadto nie uwzględniono procesu zmian wymiarów liniowych narzędzia pod wpływem przyrostu temperatury ostrza oraz jego geometrii wskutek procesów zużycia.

Większość prowadzonych badań oraz proponowanych rozwiązań dotyczy systemów bazujących na uproszczonych modelach analitycznych stosowanych w trybie on-line. W większości wykorzystywane są one do kompensacji odkształceń sprężystych. Podejmowane próby opracowywania analitycznych modeli uwzględniających zjawisko generowania i przewodzenia ciepła w procesie skrawania oraz konfrontowania ich z modelami uzyskanymi na podstawie badań doświadczalnych, zaczynają przynosić obiecujące rezultaty. Obecnie pojawiające się modele, powstałe częstokroć w wyniku uczenia sieci neuronowych, pozwalają na utrwalenie zachodzących związków funkcyjnych pomiędzy parametrami cieplnymi procesu obróbki a uzyskiwaną dokładnością wymiarowo - kształtową. Pozwala to na łatwe eksperymentowanie bez konieczności powtarzania prób technologicznych. W konstruowaniu i weryfikacji odpowiednich modeli wpływu wędrującego źródła ciepła na deformacje przedmiotów po obróbce z zadowalającymi rezultatami pomaga zastosowanie techniki termograficznej. Zapis rozkładu temperatury w czasie obróbki umożliwia konstrukcje modeli dynamicznych ujmujących związki temperatura - odkształcenie w czasie obróbki.

The generated characteristics of errors arisen from thermal expansion of material (fig. 9) show important influence of heat accumulated by the workpiece on dimensional accuracy after machining. Forecasted character of change of machining error Δd_p on fig. 9, caused by heat interactions in machining area was determined on the basis of following formula:

$$\Delta d_p = \alpha_p d_p \Delta T \tag{4}$$

where: α_p - linear expansion coefficient of material machined, d_p - nominal diameter of machining, ΔT - raise of surface temperature of workpiece after reaching of thermal balance

The temperature raise $\Delta T = T_{p2} - T_{p1}$, understood as the difference of the workpiece temperature during machining T_{p2} and temperature before machining T_{p1} , was calculated in empirical way with *V-20ER005-25* thermographic system (fig. 4, 5, 6). The temperature value T_{p2} was calculated for specified machining parameters (a_p , v_c , f), material of tool blade and the workpiece. It was assumed that thermal field of workpiece is uniform within all volume and linear expansion coefficient α_p remains unchanged within analysed scope of temperature change. Moreover, the process of linear dimensions of tool under influence of temperature raise of the blade and change of its geometry resulting from wear process, was not taken under consideration.

The majority of researches and suggested solutions concerns the systems basing on simplified analytic models applied in on-line mode. They are used mostly for compensation of elastic strains. The trials undertaken for elaboration of analytic models considering the effect of generation and conduction of heat in machining process and confrontation of them with models obtained on the basis of empirical research begin to offer promising results. At present, appearing models, often originated as the result of learning of neuron net, allow fixing the functional relationship existing among heat parameters of machining process and obtained dimensional and shape accuracy. This allows making easy experiments without need of repetition of technological trials. The application of termographic technique is very helpful in design and verification of proper models of influence of moving heat source on deformation of workpieces after machining. The registration of temperature distribution during machining makes possible designing dynamic models, containing relation: temperature - deformation at machining.

6. Podsumowanie i wnioski

Przeprowadzone badania oraz analiza uzyskanych wyników pomiarów dowodzą, że oddziaływanie ruchomego źródła ciepła na przedmiot obrabiany objawia się niejednorodnym przyrostem temperatury powierzchni zarówno w kierunku równoległym do osi przedmiotu jak również prostopadłym oraz na jego obwodzie (rys. 4, 5 oraz 6). Występujące gradienty temperatury na powierzchni przedmiotu obrabianego osiągają zróżnicowane wartości, zależnie od położenia punktów powierzchni względem źródła ciepła. Wraz ze wzrostem wartości posuwu, prędkości skrawania oraz czasu obróbki, wzrasta temperatura zarówno w strefie generowania ciepła jak również na obwodzie przedmiotu. Osiągane wartości temperatury na powierzchni przedmiotu w pobliżu kontaktu z ostrzem narzędzia (podczas skrawania) są kilkakrotnie wyższe w stosunku do temperatury punktów powierzchni leżących w pewnej odległości od niego (rys. 4, 5, 6).

Powstające wskutek rozszerzalności cieplnej przedmiotu obrabianego błędy obróbki osiągają znaczne wartości (rys. 9), co skłania do prowadzenia szerszych badań tego zjawiska podczas skrawania. Znacznie szybszą utratę ciepła w stosunku do rdzenia próbki zarejestrowano dla talerzyków obrobionych (rys. 7, 8). Zastosowany system termograficzny V-20ER005-25 w sposób zadowalający pozwala na określanie rozkładu temperatury na powierzchni przedmiotu podczas skrawania oraz studzenia. Badanie obrazu termalnego obrabianego materiału umożliwia analizę procesu skrawania w zupełnie nowym ujęciu i jest źródłem cennych informacji na temat jego stanu. Wykorzystywana metoda pomiarowa, stwarza możliwość bezinwazyjnego pomiaru temperatury przedmiotu obrabianego. Jej wykorzystanie w systemie kompensacji może w istotny sposób przyczynić się do minimalizacji powstających błędów obróbki i doskonalszego sterowania procesem skrawania.

6. Summarisation and conclusions

The performed investigation and analysis of obtained measurement results proves, that action of moving heat source on the workpiece appears in form of inhomogeneous surface temperature raised both in direction parallel to the axis of the workpiece as well as perpendicular, and on its circuit (fig. 4, 5 and 6). Gradients of temperature on surface of the workpiece have various values, in dependence on location of surface points in relation to heat source. Together with increase of rate of feed value, machining speed and time of machining, the temperature in heat generation area and on the workpiece circuit increases. The temperatures on the workpiece surface close to contact with tool blade (during machining) are few times higher than temperatures of surface points located in some distance from it (fig 4, 5, 6).

Machining errors due to influence of thermal expansion of the workpiece have high values (fig 9.), which motivates larger investigation of this effect during machining. Much higher heat loss in relation to the core of specimen was registered on discs machined (fig 7, 8). V-20ER005-25 thermographic system applied, allows in satisfactory way describing distribution of temperature on the workpiece surface during machining and cooling. Investigation of thermal picture of material machined makes possible the analysis of machining process in completely new formulation and is the source of valuable information about its state. The measurement method applied offers possibility of invasiveless temperature measurement of the workpiece. Usage of it in compensation system can increase minimising of machining errors and in important way improve machining process control.

References

- [1] Boothroyd G.: Fundamentals of metal machining. London, Edward Arnold 1965.
- [2] Carslaw H.C., Jeager J.C.: Conduction of heat in solids. Edison 2, Oxford University Press. London 1959.
- [3] Cichosz P.: Rozkład temperatury na powierzchniach roboczych ostrza ceramicznego znajdującego się w określonym stadium zużycia. Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń, z. 3-4, 1991.
- [4] Grzesik W.: Podstawy skrawania materiałów metalowych. WNT. Warszawa 1998.
- [5] Józwik J.: Modelowanie zjawisk cieplnych zachodzących w strefie skrawania przy wykorzystaniu sztucznej sieci neuronowej. OK-SKN i MPN, Białystok 1999.
- [6] Kulesza J.: Pomiary cieplne. WNT, Warszawa 1995.
- [7] Lutek K., Nieszczeta W., Zaleski K.: Próba określenia wpływu nieustalonych warunków cieplnych w procesie skrawania. Maszyny i urządzenia technologiczne podstawy projektowania, budowy i eksploatacji. Miedzeszyn 1993.

- [8] Lutek K., Nieszczeta W., Zaleski K.: Analiza wpływu zużycia ostrza oraz odkształceń cieplnych narzędzi i przedmiotów obrabianych na dokładność wymiarową obróbki. Folia Scietatis Scientiarum Lublinensis, vol. 3, 1, 1994, tech. 1.
- [9] Łykow A. W.: Tieoria tiepłoprowodnosti. Gosud. Izdat. Tiechniko-Tieorieticzeskoj Litieratury. Moskva 1952.
- [10] Reznikov A.N.: Teplofizika processov mechaničeskoj obrabotki materialov. Moskva, Mašinostroenie 1981.
- [11] Szargut J.: Modelowanie numeryczne pól temperatury. WNT. Warszawa 1992.
- [12] Trent E. M.: Metal cutting. London, Butterworths 1989.
- [13] Wiśniewski S., Wiśniewski T. S.: Wymiana ciepła. WNT, Warszawa 1997.
- [14] Wójtowicz Cz.: Metoda doświadczalno-teoretyczna obliczania ciepła w strefie kontaktu wióra z ostrzem skrawającym w różnych ośrodkach obróbki. Postępy Technologii Maszyn i Urządzeń z. 4, 1992.
- [15] Zębala W.: Heat Transfer in the cutting zone. V Międzynarodowe Sympozjum OSiN. Krynica 1997.

Mgr inż. Jerzy Józwik

Politechnika Lubelska Wydział Mechaniczny Katedra Podstaw Inżynierii Produkcji ul. Nadbystrzycka 36 20-618 Lublin e-mail: jerzy_j@archimedes.pol.lublin.pl

III SESJA NAUKOWA "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH"

Stanisław Hałas Jarosław Nowak Tomasz Durakiewicz

STABILIZATOR NAPIĘCIA JAKO KONTROLER TEMPERATURY WŁÓKNA W SPEKTROMETRZE MAS ZE ŹRÓDŁEM TERMOEMISYJNYM

VOLTAGE STABILIZER AS A TEMPERATURE CONTROLLER IN THERMAL IONIZATION MASS SPECTROMETER

W pracy opisano zastosowanie prostego stabilizatora szeregowego napięcia do kontrolowania temperatury włókna, T_f w termoemisyjnym źródle jonów spektrometru masowego. Napięcie na włóknie, V_f jest mierzone za pomocą pary przewodów dołączonych wewnątrz źródła jonów równolegle do pary przewodów służących do grzania włókna. Pokazano, że wartość V_f jest wprost proporcjonalna do T_f w szerokim zakresie temperatur. Wartość T_f jest kontrolowana jedynie wartością napięcia referencyjnego, V_f , które może być wybierane ręcznie z dzielnika napięcia lub za pomocą komputera. Sygnały cyfrowe z komputera są transmitowane optoelektroniczne a następnie w kontrolerze temperatury są przetwarzane na sygnał analogowy. Opisane urządzenie jest stosowane w spektrometrze mas służącym do analizy zawartości potasu metodą rozcieńczenia izotopowego.

We describe the use of a simple voltage stabilizer that controls filament temperature, T_{f} in the ion source of a thermal ionization mass spectrometer (TIMS). The filament voltage, V_{f} is measured by means of a separate pair of wires connected inside of the ion source in parallel to the wires supplying power. It has been demonstrated that V_{f} is directly proportional to T_{f} in a wide range of filament temperature. The T_{f} value is solely controlled by the reference voltage, V_{r} , which can be manually selected from a voltage divider or by means of a computer. Digital signals from the computer in form of series of pulses are transmitted opto-electronically and subsequently converted to the analog signals. The temperature controller described here is succesfully applied for analysis of potassium concentration by the isotope dilution method.

1. Wstęp

Spektrometr mas z termoemisyjnym źródłem jonów (TIMS) wymaga stosowania stabilizatora temperatury włókna, na którym zachodzi desorpcja i/lub jonizacja badanej próbki. Stosowany dotychczas w Pracowni Spektrometrii Mas Instytutu Fizyki UMCS

1.Introduction

A thermal ionization mass spectrometer (TIMS) requires a high quality controller of the filament temperature, T_{i} , on which proceeds desorption and/or ionization of sample. So far we used in Mass Spectrometry Laboratory the temperature controller [1] based

kontroler temperatury [1] był oparty na utrzymywaniu stałej rezystancji włókna za pomocą mostka Hałasa-Kamińskiego [2]. Zmianę temperatury (rezystancji) włókna stanowiącego jedno z ramion mostka, osiągano przez zmianę rezystancji w drugim jego ramieniu. Jednakże rezystancja rozżarzonego włókna jest dość niska, rzędu 1 Ω , co utrudniało precyzyjną regulację temperatury włókna z powodu niedostępności niskoomowych rezystorów nastawnych.

W tej sytuacji ponownie rozważyliśmy inne sposoby utrzymywania stałej temperatury włókna umożliwiające łatwą jej regulację. Są to:

- powszechnie stosowana metoda stabilizacji natężenia prądu włókna,
- 2) stabilizacja napięcia,
- 3) stabilizacja mocy.

Z dyskusji przedstawionej w pracy [1] wynika, że stabilizacja mocy wydzielonej przez włókno jest metodą konkurencyjną w stosunku do metody stabilizacji rezystancji. Jednakże zrezygnowaliśmy z niej z uwagi na konieczność stosowania szybkiego układu mnożącego do jego realizacji. Z kolei metoda (1) ma tę wadę, że temperatura włókna zależy silnie nieliniowo od natężenia prądu, nie wymaga jednak stosowania dwóch par przewodów gdyż próbkę natężenia prądu można pobrać w dowolnym punkcie włączając w szereg niewielką rezystancję. Mając do dyspozycji 4 przepusty w źródle jonów zdecydowaliśmy się na wariant (2), w którym jedną parą przewodów doprowadzamy moc a drugą parą mierzymy napięcie na końcach włókna.

2. Zależność temperatury włókna od napięcia

Rozkład temperatury krótkiego jednorodnego włókna metalowego charakteryzuje się płaskim maksimum na środku włókna i szybkim spadkiem (niemal liniowym) przy jego końcach [3,4]. W termoemisyjnym źródle jonów interesuje nas temperatura środka włókna, gdzie nanosimy badaną próbkę, na ogół w postaci roztworu jakiejś soli. Ta temperatura zależy nie tylko od natężenia prądu płynącego przez włókno, lecz również od temperatury końców włókna, które są dospawane do metalowych szpilek o znacznie większym przekroju poprzecznym od przekroju włókna. W zależności od wymiarów szpilek i natężenia prądu grzania włókna temperatura w miejscach dołączeń włókna do szpilek jest znacznie wyższa od temperatury otoczenia. Tak więc uwzględnienie temperatury końców włókna jest niezbędne przy obliczaniu temperatury środka włókna metodami opisanymi w pracach [4,5].

on Halas-Kaminski bridge [2], which enables to keep filament resistance, R_r , constant. Adjustment of T_r was achieved by adjustment of resistance of one leg of the bridge in which the filament itself makes another leg. However, the resistance of hot filament is rather too low, of order of 1 Ω , to be controlled by a variable resistor of similar resistance, such resistors are hardly accessible.

In this situation we have reconsidered other methods of filament temperature control, the adjustment of which would be easier than in the constant resistance method. Those are:

- 1) commonly used method of current stabilization,
- 2) filament voltage stabilization,
- 3) stabilization of power supplied to the filament.

It follows from the discussion in ref. [1] that stabilization of power dissipated by the filament is a competitive method to that of resistance stabilization. However we have ruled out this approach due to necessity of use of a fast multiplicative circuit. On the other hand method (1) has a serious drawback, namely the filament temperature depends highly nonlinearly on current intensity. Method (1) does not, however, require use of 2 pairs of leads because a sample of current intensity may be taken in any point of the power circuit by inserting of a small resistance. Having 4 free feedthroughs in our ion source, we have chosen method (2), in which one pair of leads supplies the power, while the filament voltage is tested by another pair.

2. Dependence of filament temperature on voltage

Temperature distribution along a short homogeneous filament is characterized by a flat maximum in the middle and a rapid drop (nearly linear) at ends of the filament. In the ion source of a TIMS the most important is the temperature of the filament center, the hottest spot where the investigated sample is usually placed as a little droplet of a salt solution. Filament center temperature depends not only on the current intensity, but it also depends on the temperature of filament ends, which are spot-welded to metal pins of significantly larger cross-section than that of the filament. The steady-state temperature of filament ends is significally higher than room temperature. It depends on the current and pin size. The filament ends temperature has to be taken into account in calculation of filament center temperature by the methods described in papers [4,5].

Na rys. 1 jest pokazana zależność temperatury środka włókna platynowego o wymiarach 0.05mm x 0.62mm x 12mm od napięcia na jego końcach. Własności platyny użyte do obliczeń są podane w tabeli 1. Krzywa dolna (0deg/V) jest obliczona dla stałej temperatury końców włókna, równej 300K. Dla pozostałych krzywych założono liniowy wzrost temperatury końców z napięciem na końcach włókna. Obserwacja zaniku świecenia włókna w próżni (T=950K) wskazuje, że badane włókno Pt najlepiej charakteryzuje krzywa 250deg/V. Zauważmy, że krzywe z rys. 1 mają niemal liniowy przebieg w zakresie do 1000K, stosowanym w analizie izotopowej potasu. The dependence of filament center temperature on the voltage at its ends for a platinum ribbon 0.05mmx0.63mmx12mm is shown in Fig. 1. The physical properties of platinum that were used in the calculation are given in Table 1. The lowermost line (0deg/V) was calculated for a constant temperature of filament ends, equal 300K. For the remaining lines a linear increment of filament ends temperature with the voltage supplied to the ends was assumed. The observation of decay of light emitted by the platinum filament (T=950K) shows that the investigated Pt ribbon is best characterized by the curve 250 deg/V(Fig.1). Note that all curves in Fig. 1 do not significantly deviate from a straight line in the range up to 1000K, used in potassium analysis.

Tab. 1. Wybrane własności platyny użyte do obliczeń Tab. 1. Selected physical properties of platinium used in calculations

Gęstość/density	$\delta = 21.090 \times 10^3$ kg/m ³
Zdolność emisyjna/total emissivity	$\epsilon = (22/30)*(0.064/375)*T$
Opór właściwy/resistivity	$\rho = 0.03654 * T * 10^{-8}$ $\Omega * m$
Przewodnictwo cieplne/thermal conductivity	$\lambda = 80.6262 \cdot 0.04735 * T + (7.36519 * 10^{-5}) * T^{2} - (3.36416 * 10^{-8}) * T^{3}$
	$+(5.5132*10^{-12})*T^4 W/(m*K)$
Ciepło właściwe/ specific heat	c=122.1626+0.03301*T J/(kg*K)



Rys. 1. Zależność temperatury środka włókna od napięciach na jego końcach przy różnych przyrostach temperatury końców na 1 wolt tego napięcia

Fig. 1. Relationship between filament center temperature and filament voltage for various filament ends temperature increments per 1 volt

3. Opis układu

Sercem całego zasilacza jest wzmacniacz operacyjny MA741 pracujący w pętli ujemnego sprzężenia zwrotnego. Napięcie odniesienia może być zadawane drogą cyfrową poprzez przetwornik cyfrowo-analogowy (AD7243), bądź też ręcznie, za pomocą poten-

3. Circuit description

The MA741 operational amplifier working in the negative feedback loop configuration constitutes the core of our circuit. Reference voltage may be set either digitally by use of the digital-to-analog converter (AD7243) or manually by use of the cjometru. Wszelkie odchylenia napięcia na włóknie od wartości zadanej są niwelowane przez układ sprzężenia zwrotnego dzięki czemu osiąga się stabilizację temperatury włókna. Istotną innowacją w tym układzie jest to iż napięcie na włóknie mierzymy osobną parą przewodów, dzięki czemu zmiany rezystancji przewodów grzewczych nie zakłócają pomiaru napięcia na końcach włókna. Sygnał opuszczający wzmacniacz MA741 służy do wysterowania układu Darlingtona zbudowanego na tranzystorach 2N3055 oraz BD439N. Układ ten steruje wartością natężenia prądu przepływającego przez włókno a co za tym idzie i jego temperaturą. Ponieważ jony muszą być uformowane w wiązkę, do włókna a więc i do całego obwodu zasilania przyłożony jest potencjał 2 kV.

Z uwagi na pracę źródła na wysokim potencjale konieczna stała się konstrukcja przekaźnika optycznego trójkanałowego pomiędzy komputerem sterującym a przetwornikiem cyfrowo-analogowym w zasilaczu. W ten sposób komputer sterujący zabezpieczony został przed przebiciem wysokiego napięcia. Pozostałe elementy widoczne na schemacie służą do niwelacji efektów związanych z przełączaniem pomiędzy sposobem sterowania ręcznym a komputerowym oraz minimalizują możliwość spalenia katody podczas włączania zasilacza.

Widoczny na schemacie woltomierz umożliwia wizualną kontrolę temperatury włókna. Związane jest to z faktem istnienia proporcjonalności między napięciem na włóknie i jego temperaturą (rys.1). Woltopotentiometer. All the fluctuations of the filament voltage are minimized by the negative feedback loop what allows for the temperature stabilization of the filament. Important innovation here is use of a separate pair of wires to measure the filament voltage. Thanks to this approach (four - pole method) the resistance variations of filament power supply wires do not affect the measurement. Output signal of the MA741 is used to drive the Darlington circuit comprising the 2N3055 and BD439N transistors. This circuit is used to regulate the filament current and therefore - its temperature. Since ions have to be formed into a beam, the filament and the whole supply circuit is fixed on the 2kV potential versus ground.

Because of the high potential of the source it was necessary to construct the three channel optical relay between the master computer and slave digital-to-analog converter in the filament power supply. This way the master computer is protected against high voltage. The remaining components identified on the schematic diagram are used to allow smooth switching between the computer and manual steering, and to protect the filament against burning during power-on of the supply.

The voltmeter indicated on the schematic diagram enables the visual control of the filament temperature. This is possible because the temperaturevoltage characteristics of the filament are almost linear, as shown in Fig.1. The voltmeter was cali-



Rys. 2. Schemat stabilizatora temperatury włókna do termoemisyjnego źródła jonów spektrometru mas Fig. 2. Schematic diagram of filament temperature controller in TIMS

mierz został wyskalowany w jednostkach temperatury, co w konsekwencji daje operatorowi natychmiastową informację o stanie włókna.

4. Wyniki i dyskusja

Opisany kontroler temperatury z powodzeniem jest stosowny w analizie pierwiastkowej potasu metodą rozcieńczenia izotopowego [6]. W metodzie tej analiza zawartości pierwiastka sprowadza się do analizy izotopowej, która może być prowadzona z wysoką dokładnością. Przykład serii widm masowych potasu z domieszką izotopu ⁴¹K jest pokazany na rys. 3. Z uśrednionego stosunku izotopowego 39K/41K (typowo z 10 widm) uzyskuje się wynik, którym jest zawartość procentowa potasu z niepewnością względną około 0.5%. Jest to wartość kilka razy niższa od niepewności wyników uzyskiwanych metodą fotometrii płomieniowej. Wspomniana wyżej niepewność pomiarów w przypadku potasu wynika głównie z frakcjonowania izotopów podczas programowanego wygrzewania próbki w tempie 200 deg/h jak też podczas skanowania widm masowych, a nie z szumów wynikających z niedostatecznej stabilizacji temperatury włókna.

brated directly in temperature units what allows the operator immediate information on the filament status.

4. Results and discussion

The circuit described in the previous section has been employed to elemental analysis of potassium by the isotope dilution method [6]. In this method the chemical analysis is reduced to the isotope analysis of an element, the last can be done with enhanced precision. An example of series of potassium mass spectra is shown in Fig. 3. It may be seen that the ion current is very stable. Usually we took 10 spectra to average the ${}^{39}K/{}^{41}K$ ratio. The potassium content calculated from this ratio has relative uncertainty of about 0.5 percent, which is several times lower than that obtained by flame photometry. It should be empasized that the mentioned uncertainty results not from the ion current noise, but predominantly from isotope fractionation during programmed sample heating with rate 200 deg/h and during scanning of mass spectra.



Rys. 3. Przykład serii widm masowych potasu z domieszką izotopu 41K. Fig. 3. A series mass spectra of potasium with admixture of 41K isotope

Po przeanalizowaniu wielu próbek przy zastosowaniu opisanego stabilizatora temperatury stwierdzamy, że obserwowany niewielki dryft prądów jonowych, może być spowodowany nie tylko wyparowywaniem próbki, lecz także powolnymi zmianami temperatury włókna, pomimo utrzymywania stałego napięcia na zaciskach pomiarowych. Zaciski te znajdują się w masywnych kostkach ze stali kwasoodpornej, do których są również dołączone przewody grzewcze. Zatem napięcie stabilizowane przez układ jest równe spadkowi potencjału na włóknie plus spadki potencjału wzdłuż szpilek (od końców włókna do kostek, w których są dokręcone szpilki). To dodatkowe niepożądane napięcie jest jednak zauważalnie niższe od napięcia na włóknie i można je zmniejszyć stosując grubsze szpilki. W naszym źródle jonów stosujemy szpilki kowarowe o wymiarach Φ 1mm i L=30mm. W tym przypadku spadek potencjału na szpilce przy

In analysis of numerous samples with use of this temperature controller we have noticed a small drift (increase) of the ion current, which may result not only from surface phenomena in the course of sample evaporation but also from the slow temperature change, though the measured voltage is kept constant. This is due to source design for the purpose of frequent replacement of the filament: the pins supporting of the filament and the two pairs of the wires are tightly connected by separate screws to rather massive endpieces made of stainless steel. It follows from this design that the extra voltage from the pins is added to the filament voltage. This undesired voltage is, however, significantly lower than that between filament ends. Moreover it can be significantly reduced by use of thicker pins. In our source we use covar pins of 1.0 mm diameter and 30mm long. In this case the voltage along the pin was about 0.05V, whereas it was 0.32V

T=950K wynosi około 0.05V, podczas gdy na samym włóknie wynosi 0.32V. Wynik ten uzyskano stosując dodatkową parę cienkich drutów Pt dołączonych bezpośrednio do końców włókna, ustawiając napięcie żarzenia włókna, przy którym pojawia się/zanika świecenie.

5. Wniosek

Opisany kontroler temperatury znakomicie nadaje się do termoemisyjnego źródła jonów z pojedynczym włóknem, w którym możemy sobie pozwolić na zainstalowanie 2 par przewodów, z których jedna para służy do doprowadzenia mocy a druga para do pomiaru napięcia na włóknie. Ze względu na konieczność częstej wymiany włókna kontrolowane i mierzone jest sumaryczne napięcie na włóknie i szpiłkach. To napięcie jest jednak wprost proporcjonalne do temperatury środka włókna w szerokim zakresie temperatur. Dlatego woltomierz analogowy służący do jego pomiaru łatwo jest wykalibrować w jednostkach temperatury. Zaletami tego typu kontrolera są:

- 1) prostota konstrukcji układ elektronicznego,
- liniowa zależność temperatury od napięcia odniesienia.

Do niedostatków można zaliczyć konieczność stosowania 4 przepustów zamiast 2, jak to ma miejsce w przypadku użycia stabilizatora natężenia prądu. between filament ends. This result was found (by use of additional pair of thin Pt wires directly connected to the filament ends) for T=950K of filament center, at which the light emitted by filament appeared/decayed.

5. Conclusion

We have proven that the filament temperature controller described here is suitable for a single filament TIMS, the source of which has sufficient number of feedthroughs. The separate pair of leads for filament voltage testing has to be installed. Due to necessity of frequent filament replacement the total voltage on the filament and both pins is tested. However, both voltages are directly proportional to filament center temperature in a wide range. Therefore an analog voltmeter can be easily calibrated in temperature units. Important advantages of this controller are:

- 1) simplicity of circuit,
- 2) linear dependence of temperature on reference voltage.

As an drawback one can account necessity of use 4 feedthroughs instead of 2 as it is in the case of current stabilizer.

References

- [1] Halas S., Durakiewicz T.: *Filament temperature stabilizer for a thermal ionization mass spectrometer*, Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes 181 (1998) 167-171.
- [2] Halas S., Kamiński A, Patent No. PL166713B1, 1995
- [3] Langmuir I., Taylor J.B.: *The heat conductivity of tungsten and the cooling effect of leads upon filaments at low temperatures*, Phys. Rev. 50 (1936) 68-87.
- [4] Hałas S., Durakiewicz T.: *Temperature distribution along a metal filament heated in vacuum by DC current*. Vacuum 46 (1998) 331-336.
- [5] Durakiewicz T., Hałas S.: *Computation of time-dependent temperature distribution along a filament heated in vacuo by electric pulses*, J. Vac. Sci. Technol. A 16 (1998) 194-199.
- [6] Halas S. Analiza pierwiastkowa metodą rozcieńczenia izotopowego na przykładzie określenia zawartości potasu w minerałach datowanych metodą K/Ar, Elektronika (2001), in press.

Prof. dr hab. Stanisław Hałas Jarosław Nowak Dr Tomasz Durakiewicz

Instytut Fizyki UMCS PI. Marii Curie-Sklodowkiej 1 20-031 Lublin e-mail: halas@tytan.umcs.lublin.pl

ZASTOSOWANIE SPEKTROSKOPII EFEKTU MÖSSBAUERA W BADANIU MATERIAŁÓW OTRZYMYWANYCH POPRZEZ SYNTEZĘ MECHANICZNĄ

APPLICATION OF THE MÖSSBAUER SPECTROSCOPY IN THE INVESTIGATION OF MATERIALS PREPARED BY MECHANOSYNTHESIS

Nowe materiały otrzymywane poprzez syntezę mechaniczną są przedmiotem intensywnych badań. Metoda syntezy mechanicznej pozwala wytwarzać różne fazy nierównowagowe, takie jak: przesycone roztwory stałe, nanostruktury, fazy metastabilne krystaliczne i quasikrystaliczne oraz materiały amorficzne. Spektroskopia efektu Mössbauera jest bardzo użytecznym narzędziem w badaniu tych materiałów. Można dzięki niej śledzić proces tworzenia się danej fazy i równocześnie określić jej uporządkowanie magnetyczne. W niniejszej pracy przedstawiono przykłady zastosowania spektroskopii efektu Mössbauera w badaniach żelaza syntetyzowanego mechanicznie z niklem i niobem oraz reakcji syntezy hematytu z aluminium.

New materials prepared by mechanosynthesis are the subjects of very intensive research. Mechanosynthesis is the method allowing to obtain various non-equilibrium phases, such as supersaturated solid solutions, nanostructures, metastable crystalline and quasicrystalline phases and amorphous materials. Mössbauer spectroscopy is a very useful tool for the investigation of these materials. It is possible to monitor the phase formation process and to determine the magnetic arrangement of the phase by Mössbauer spectroscopy. In this paper are presented examples of the application of the Mössbauer spectroscopy in the investigation of the iron mechanosynthesized with nickel and niobium and of the reaction of hematite with aluminium are described.

1. Wstęp

Spektroskopia efektu Mössbauera jest bardzo użyteczną metodą badawczą pozwalającą uzyskać informacje o występujących w badanym materiale lokalnych oddziaływaniach pomiędzy próbnikami jądrowymi a ich najbliższym otoczeniem. Są to tzw. oddziaływania nadsubtelne, czyli oddziaływania elektromagnetycznych momentów próbnika jądrowego z poza jądrowymi polami: elektrycznym i magnetycznym. Próbnikami jądrowymi są różne izotopy, najbardziej popularnym jest 57Fe, które albo wchodzą w skład materiału albo są domieszkowane do próbek. Wyróżniamy trzy rodzaje oddziaływań nadsubtelnych: 1) monopolowe oddziaływanie elektrocstatyczne dodatniego ładunku jądra atomowego z powłoką elektronową, 2) oddziaływanie elektrycznego momentu kwadrupolowego jądra z gradientem pola elektrycznego wytwarzanego przez otaczające elektrony oraz 3) oddziaływanie momentu magnetycznego jądra z po-

1. Introduction

Mössbauer spectroscopy is a very useful method that allows to get information about the local interactions in the investigated material between the nuclear probes and their nearest environment. There are so-called hyperfine interactions, e.g. interactions of the electromagnetic moments of the nuclear probe with the electric and magnetic fields. Various isotopes are the nuclear probes, the most popular is ⁵⁷Fe, and they are contained in the material or they are doped to the samples. There are three kinds of the hyperfine interactions: 1) monopoly electrostatic interaction between the positive charge of the atomic nucleus and the electron shell, 2) interaction between the quadrupole electric moment of the nucleus and the electric field gradient generated by the surrounding electrons and 3) interaction between the magnetic moment of the nucleus and the magnetic field inside the nucleus lem magnetycznym wytworzonym w obszarze jądra głównie przez elektrony typu s. Doświadczenia przeprowadzane przy pomocy spektroskopii efektu Mössbauera polegają na zmierzeniu tzw. widma mössbauerowskiego danej próbki. Jeżeli w próbce występują wszystkie rodzaje oddziaływań w widmie obserwuje się odpowiednie przesunięcia i rozszczepienia linii widmowych. Dopasowanie numeryczne widm doświadczalnych pozwala określić parametry oddziaływań nadsubtelnych występujących w badanych próbkach, tj. przesunięcie izomeryczne, rozszczepienie kwadrupolowe oraz nadsubtelne pole magnetyczne.

W niniejszej pracy przedstawione będzie zastosowanie spektroskopii efektu Mössbauera w badaniu materiałów otrzymywanych poprzez syntezę mechaniczną. Zjawisku Mössbauera odkrytemu w 1957 r., polegającemu na bezodrzutowej emisji i absorpcji promieniowania γ przez jądra w ciałach stałych, poświęcono wiele monografii (np. [1, 2]) oraz artykułów przeglądowych (np. [3, 4]). Dlatego też bardziej szczegółowo zostanie opisana metoda przygotowania materiału badawczego.

Synteza mechaniczna po raz pierwszy została zastosowana w 1966 r. przez Johna S. Benjamina i współpracowników w laboratorium badawczym Paul D. Merica firmy International Nickel Company (INCO) do produkcji superstopów na bazie Ni, Fe lub Al, umacnianych dyspersyjnie tlenem, odpornych na korozję w wysokich temperaturach i wykorzystanych w przemyśle lotniczym. W latach 80-tych nastąpił gwałtowny rozwój badań laboratoryjnych poświęconych syntezie mechanicznej. Okazało się, że dzięki tej metodzie można otrzymywać materiały, których produkcja w konwencjonalny sposób (np. poprzez topienie składników) nie jest możliwa. Mianowicie, stała się możliwa synteza stopów ze składników nie mieszalnych w fazie ciekłej (np. Ge-Sn, Ge-Pb, Cu-Pb, Cu-V, Ag-Fe) lub nierozpuszczalnych w stanie stałym (Cu-Fe). Dzięki syntezie mechanicznej wytworzono krystaliczne fazy wysokotopliwe (Ti₂B, VC, V,Ga) i stopy ze składników znacznie różniących się temperaturą topnienia (Nb-Sn). Zaletą metody jest także możliwość otrzymywania stopów o strukturze przesyconego roztworu stałego ze znacznie rozszerzonym w stosunku do warunków równowagowych zakresem rozpuszczalności składników w stanie stałym. Syntezę mechaniczną stosuje się również do produkcji materiałów kompozytowych (np. kompozyt aluminiowy umacniany dyspersyjnie cząstkami tlenków (Al₂O₃, TiO₂) lub węglików (Al₄C₃, TiC, SiC)) oraz wytwarzania materiałów amorficznych i nanokrystalicznych.

W skali laboratoryjnej syntezę mechaniczną przeprowadza się w różnego rodzaju młynkach kulowych nisko- i wysoko-energetycznych. Ze względu na wyand produced mainly by s-type electrons. Mössbauer experiments consist in the measurement of the so- called Mössbauer spectrum of the investigated sample. If all types of hyperfine interactions are present in the sample the suitable shifts and splitting of the spectral lines are observed in the Mössbauer spectrum. Numerical fitting of the experimental spectra allows one to determine the hyperfine interaction parameters, e. g. isomer shift, quadrupole splitting and hyperfine magnetic field.

In this work the application of the Mössbauer spectroscopy in the investigation of materials prepared by mechanosynthesis will be presented. Mössbauer effect discovered in 1957 is the recoilless emission and absorption of γ radiation by nuclei in solids. There are many monographs (for example [1, 2]) or review articles (for example [3, 4]) devoted to the Mössbauer effect. So, the method of preparation of the investigated material will be described in detail.

Mechanosynthesis was first applied in 1966 by John S. Benjamin and his colleagues at the Paul D. Merica Research Laboratory of the International Nickel Company (INCO) to produce oxide-dispersion strengthened nickel-, iron- and aluminiumbase superalloys, which had good corrosion resistance in high temperatures and found applications in the aerospace industry. In 1980s a great development of the laboratory research devoted to the mechanosynthesis has taken place. It appeared that this method is capable of obtaining materials conventionally impossible to produce (for example by melting). Namely, it was possible to synthesize alloys from components immiscible in the liquid phase (for example Ge-Sn, Ge-Pb, Cu-Pb, Cu-V, Ag-Fe) or from components insoluble in the solid state (Cu-Fe). Through mechanosynthesis the crystalline high-fusible phases (Ti,B, VC, V,Ga) and alloys from the components with significantly different melting points (Nb-Sn) were produced. The good point of this method is also the possibility of production of alloys with the structure of the supersaturated solid solution, which have the solid solubility limits extended significantly as compared equilibrium conditions. Mechanosynthesis is also applied to preparation of the composite materials (for example oxide-dispersion strengthened (Al₂O₂, TiO₂) aluminium composite or carbide-dispersion strengthened (Al₄C₃, TiC, SiC) aluminium composite), nanocrystalline and amorphous materials.

In the laboratory scale the mechanosynthesis is performed in the various kinds of low- and high-energy ball mills. From the point of view of efficiency of the process, high-energy mills SPEX or FRITSCH types (trademarks) are mainly applied. Mills are manudajność procesu obecnie stosuje się głównie wysokoenergetyczne młynki typu SPEX i FRITSCH (nazwy firmowe). Młynki wykonane są fabrycznie ze stali utwardzonej, stali nierdzewnej, cyrkonu, agatu, węglika wolframu, azotku krzemu i wielu innych materiałów w zależności od potrzeb laboratorium. W pojemniku młynka umieszcza się kilkadziesiat lub kilkaset gramów sproszkowanego materiału oraz kule wykonane z takiego samego materiału jak pojemnik. Podczas mielenia liniowe prędkości kul są rzędu 5-10 m/s, co powoduje, że siła zderzeń kul z proszkiem jest bardzo duża. W wyniku tych zderzeń następuje cykliczne rozdrabnianie cząsteczek proszku, ich spłaszczanie, zespalanie, pękanie i rozłączanie. Mielenie powoduje wzrost gęstości defektów sieci krystalicznej, co ułatwia dyfuzję atomów różnych składników mielonego materiału pomiędzy sobą. W efekcie, po pewnym czasie mielenia, uzyskuje się materiał, który w zależności od celu badań może być przesyconym roztworem stałym, materiałem amorficznym, quasikrystalicznym, kompozytem, itp. Warto dodać, że proces syntezy mechanicznej prowadzony jest w atmosferze gazu obojętnego, zazwyczaj argonu, w celu uniknięcia utlenienia syntetyzowanego materiału.

Badania struktury i właściwości magnetycznych materiałów zsyntetyzowanych mechanicznie przeprowadzane są m.in. metodą dyfrakcji promieniowania X oraz spektroskopii efektu Mössbauera. Metody te wzajemnie się uzupełniają. Pozwalają śledzić proces tworzenia się roztworu stałego bądź materiału amorficznego. W początkowym etapie mielenia materiał jest zazwyczaj dwufazowy, tzn. próbka składa się z cząsteczek proszków wyjściowych oraz cząsteczek nowo utworzonego materiału, co odzwierciedlają zarówno widma dyfrakcyjne jak i mössbauerowskie. Przewaga spektroskopii efektu Mössbauera nad dyfrakcja promieniowania X polega na tym, że można oszacować procentowy udział powstających podczas mielenia faz w danej próbce (ale tylko wtedy, gdy każda z faz zawiera próbniki jądrowe) i jednocześnie określić ich właściwości magnetyczne, a mianowicie parametry oddziaływań nadsubtelnych.

Przykłady przedstawione w niniejszej pracy dotyczą głównie badań metodą spektroskopii efektu Mössbauera materiałów, które w wyniku syntezy mechanicznej uzyskały postać: a) roztworu stałego (Fe₆₅Ni₃₅), b) amorficzną (Fe₃₆Nb₆₄) oraz c) kompozytu (reakcja hematytu z aluminium).

2. Szczegóły eksperymentów

W przypadku Fe₆₅Ni₃₅ wyjściowe proszki Fe i Ni, o czystości 99,9 %, rozmiarach cząsteczek mniejszych niż 0,1 mm, poddano mieleniu w wysoko-energetycznym młynku FRITSCH ze stali nierdzewnej. Stosu-

factured form hardened steel, stainless steel, zircon, agate, tungsten carbide, silicon nitride and other materials in dependence on the laboratory necessity. A few tens or hundred grams of the powdered material and balls are placed together in the milling container. The grinding balls are commonly made of the same material as the container. During milling the linear velocities of the balls are of the order of 5-10 m/s and consequently the force of the ball's impact is unusually great. In the result of ball's collisions, powder particles are repeatedly fragmented, flattened, welded, fractured and rewelded. Milling causes the increase of the density of the crystalline lattice defects, what makes easy the diffusion of atoms of various components of the milled material among each other. As the result, after some period of milling, in dependence on the aim of the investigations, the obtained material may be supersaturated solid solution, amorphous or quasicrystalline material, composite material, etc. It is worth adding that the process of mechanosynthesis is carried out in the inert gas atmosphere, commonly argon, to prevent oxidation of the synthesized material.

The investigations of the structure and magnetic properties of the mechanosynthesized materials are performed by using X-ray diffraction and Mössbauer spectroscopy among other techniques. These methods are complementary. They allow to monitoring the process of the formation of the solid solution or an amorphous material. In the early stages of milling the material is usually two-phase material, e.g. the sample consist of the particles of the starting elemental powders and the particles of the new formed material, what is reflected by the diffraction and Mössbauer spectra. The advantage of the Mössbauer spectroscopy on the X-ray diffraction consist in the possibility of the estimation of the proportional contribution of the phases formed during milling (only when the phases contain the nuclear probes) and also the determination of their magnetic properties, namely hyperfine interaction parameters.

The examples presented in this paper refer mainly to the investigations by the Mössbauer spectroscopy technique of the materials, which have got the form of the a) solid solution ($Fe_{65}Ni_{35}$), b) amorphous material ($Fe_{36}Nb_{64}$) and c) composite material (reaction of hematite with aluminium) as a result of the mechanosynthesis.

2. Experimental details

In the case of $Fe_{65}Ni_{35}$ the starting powders of Fe and Ni, with purity of 99.9%, particle sizes smaller than 0.1 mm, were milled in the high-energy mill FRITSCH made from stainless steel. The ball-to-pow-

nek masy kul do proszku wynosił 10:1, zaś całkowita masa proszku wynosiła 10 g. Prędkość obrotów pojemnika wynosiła 300 obr./min. W przypadku Fe₃₆Nb₆₄, proszki o czystości 99,8 % i rozmiarach cząsteczek Fe poniżej 50 µm oraz Nb poniżej 20 µm poddano syntezie mechanicznej w młynku FRITSCH. Prędkość obrotów pojemnika wynosiła 250 obr./min. Synteza hematytu α-Fe2O3 (czystość 99,5 %, rozmiary cząsteczek poniżej 20 µm) z aluminium (czystość 99,8 %, rozmiary cząsteczek poniżej 20 µm) przeprowadzona została w wibracyjnym młynku typu SPEX ze stali nierdzewnej. Stosunek masy kul do proszku wynosił 5:1, zaś całkowita masa proszku wynosiła 10 g. W każdym przypadku proces syntezy mechanicznej odbywał się w atmosferze ochronnej argonu. Co pewien okres czasu proces mielenia był przerywany i małe ilości proszku pobierane były do dalszych badań.

Badania dyfrakcyjne przeprowadzono na dyfraktometrze Philips PW 1830 przy użyciu promieniowania CuKa (długość fali $\lambda = 0,158$ nm) w przypadku Fe65Ni35 i reakcji hematytu z aluminium oraz promieniowania CoKá (długość fali $\lambda = 0,179$ nm) w przypadku Fe₃₆Nb₆₄. Badania metodą spektroskopii efektu Mössbauera przeprowadzono na spektrometrze POLON w geometrii transmisyjnej w temperaturze pokojowej. Użyto źródła 5⁷Co w matrycy Rh o aktywności ok. 10 mCi.

3. Wyniki badań

3.1. Fe₆₅Ni₃₅

Badania dyfrakcyjne wykazały, że w przypadku Fe₆₅Ni₃₅ syntetyzowanego mechanicznie w młynku wysoko-energetycznym utworzył się roztwór stały o sieci regularnej powierzchniowo centrowanej γ (Fe, Ni) (tzw. taenit). Stała sieci taenitu obliczona z położenia linii (220) wynosi 0,35911(5) nm, zaś rozmiary krystalitów i poziom odkształceń sieci obliczone metodą Williamsona-Halla [5] wynoszą odpowiednio 10 nm i 0,66 % [6].

W wyniku pomiarów metodą spektroskopii efektu Mössbauera otrzymano szereg widm, które przedstawione są na rys. 1a. Obserwacja widm uzyskanych dla próbek mielonych przez dany okres czasu pozwoliła śledzić proces tworzenia się roztworu stałego. Początkowo, widmo próbki mielonej przez okres 1 godziny jest charakterystyczne dla widma α -Fe. Szerokość połówkowa linii widmowych wynosi 0,125(5) mm/s. Kształt widma zaczyna zmieniać się dla próbek mielonych przez 2 i więcej godzin. Obserwuje się poszerzenie linii widmowych do 0,200(5) mm/s, co wynika z dwóch przyczyn: tworzenia się roztworu stałego Fe-Ni oraz zmniejszania się średniego rozmia-

der weight ratio was 10:1 and the total weight of the powders was 10 g. The speed of rotation of the container was 300 rpm. In the case of Fe₃₆Nb₆₄ the starting powders with purity of 99.8 % and particle sizes less than 50 µm for Fe and less than 20 µm for Nb, were mechanosynthesized in the FRITSCH mill. The speed of rotation of the container was 250 rpm. The synthesis of hematite α -Fe₂O₂ (purity of 99.5 %, particle sizes less than 20 µm) with aluminium (purity of 99.8 %, particle sizes less than 20 µm) was performed in the vibration mill SPEX made from stainless steel. The ball-to-powder weight ratio was 5:1 and the total weight of the powders was 10 g. In all cases the processes of the mechanosynthesis were performed under a protective argon atmosphere. For selected times the milling process was interrupted and a small quantity of the milled powders was taken out for further examinations.

X-ray diffraction investigations were performed on a Philips PW 1830 diffractometer using CuKa radiation (wave length $\lambda = 0.158$ nm) in the case of Fe₆₅Ni₃₅ and the reaction of hematite with aluminium and CoK_a radiation (wave length $\lambda = 0.179$ nm) in the case of Fe₃₆Nb₆₄. Mössbauer spectroscopy studies were carried out on a POLON spectrometer in the transmission geometry at room temperature. The source ⁵⁷Co in a Rh matrix with an activity of about 10 mCi was used.

3. Results of studies

3.1. Fe₆₅Ni₃₅

X-ray diffraction investigations proved that in the case of Fe₆₅Ni₃₅ mechanosynthesized in the high-energy mill the solid solution with face centred cubic structure γ (Fe, Ni) (i.e. taenite) was formed. The lattice parameter of taenite calculated from the (220) line position is equal 0.35911(5) nm, while the average crystallite sizes and the mean level of the lattice strain calculated by the Williamson-Hall method [5] are 10 nm and 0.66 %, respectively [6].

A sequence of the spectra measured by the Mössbauer spectroscopy method is presented at Fig. 1a. The observation of the spectra obtained for the samples milled for the suitable duration allowed one to monitor the process of the solid solution formation. First, the spectrum registered for the sample milled during 1 hour is characteristic for α -Fe. The half-width at half-maximum of spectral lines is 0.125(5) mm/s. The shape of the spectrum starts to change for the samples milled for 2 and more hours. The broadening of the spectral lines to 0.200(5) mm/s is observed, what is the result of two reasons: formation of the solid solution Fe-Ni and the decreasing of the average crystal-

ru krystalitów i jednocześnie wzrastania poziomu odkształceń sieci. Wszystkie widma są złożone z sześciu linii widmowych, co jest charakterystyczne dla próbek z uporządkowaniem ferromagnetycznym. Jednakże każde widmo, począwszy od próbki mielonej przez 2 godziny, jest złożeniem kilku widm składowych. Z kolei każde widmo składowe odpowiada danemu otoczeniu próbnika jądrowego 57Fe. Widma wszystkich próbek zostały dopasowane numerycznie przez szereg widm składowych, które tworzą tzw. rozkłady nadsubtelnych pól magnetycznych (rys. 1b). Z rozkładu pól nadsubtelnych obliczono średnią indukcję nadsubtelnego pola magnetycznego, której wartość wynosi 29,5(4) T dla próbki mielonej przez 50 godzin. Stosując model lokalnego otoczenia Jaccarino-Walkera [7] można określić średnia liczbę atomów niklu znajdujących się w najbliższym otoczeniu próbnika jądrowego 57Fe. Pole o indukcji 29,5(4) T świadczy o tym, że strefie najbliższego otoczenia 57Fe znajduje się średnio pięć atomów niklu. Otrzymana dla taenitu zsyntetyzowanego mechanicznie wartość indukcji pola nadsubtelnego jest większa od analogicznej wartości otrzymanej dla taenitu uzyskanego w konwencjonalny sposób tj. poprzez topienie składników (wartość ta wynosi 27 T [8]). Zaobserwowana różnica może wynikać z tego, że w taenicie otrzymanym metodą syntezy mechanicznej występuje duża gęstość granic ziaren oraz wysoki poziom odkształceń sieci.

3.2. Fe₃₆Nb₆₄

Badania dyfrakcyjne wykazały, że w przypadku Fe₃₆Nb₆₄ proces syntezy mechanicznej doprowadził do utworzenia materiału amorficznego. Nie zaobserwowano przesunięcia wierzchołków Bragga odpowiadających Fe i Nb, co świadczy o tym, że w wyniku mielenia materiał amorficzny powstał bezpośrednio z elementów składowych, bez tworzenia się faz pośrednich. Tuż przed amorfizacją średnie rozmiary krystalitów obliczone na podstawie wzoru Scherrera wynosiły odpowiednio 24(3) nm dla Fe oraz 10(2) nm dla Nb [9].

Badania metodą spektroskopii efektu Mössbauera pozwoliły zaobserwować proces tworzenia się fazy amorficznej i oszacować jaki procent materiału uległ już amorfizacji. Na rys. 2 przedstawione są widma zmierzone dla próbek mielonych przez odpowiedni okres czasu. Już po 2 godzinach mielenia w widmie oprócz szóstki linii (tzw. sekstetu) charakterystycznej dla α -Fe można zaobserwować dodatkową składową w środku widma. Jej udział w widmie wynosi ok. 9 %. Dalsze widma uzyskane dla próbek mielonych przez 5, 10 i 22 godziny (rys. 2a) są złożone z sekstetu α -Fe oraz pary linii (tzw. dubletu), który pochodzi

lite sizes accompanied by the increasing of the mean level of lattice strains. All spectra consist of six spectral lines what is characteristic for the samples with a ferromagnetic arrangement. However, every spectrum, starting from the sample milled for 2 hours, is the superposition of several subspectra. Then each subspectrum corresponds to different local surrounding of the nuclear probes ⁵⁷Fe. Spectra of all samples were fitted numerically by several subspectra giving the so-called hyperfine magnetic fields distributions (Fig. 1b). From the hyperfine fields distribution the average value of the induction of the hyperfine field was calculated for the sample milled for 50 hours and this value is 29.5(4) T. The application of the local environment model by Jaccarino and Walker [7] gives the possibility of the determination of the average number of nickel atoms in the nearest neighbourhood of the nuclear probe 57Fe. Hyperfine field of 29.5(4) T corresponds to five nickel atoms in the nearest surrounding of 57Fe, on average. The value of the induction of the hyperfine magnetic field obtained for taenite prepared by mechanosynthesis is larger than that for taenite conventionally prepared, i. e. by melting (this value is 27 T [8]). The observed difference may be result of the high density of grain boundaries and the high level of lattice strains in the mechanosynthesized taenite.

3.2. Fe₃₆Nb₆₄

X-ray diffraction investigations proved that in the case of $Fe_{36}Nb_{64}$ the process of mechanosynthesis led to the formation of an amorphous material. A shift of Bragg peaks corresponded to Fe and Nb was not observed, testifying the formation of an amorphous phase directly from the starting mixture of elemental powders, without formation of any intermediate phases. Just before the amorphization, the average sizes of grains calculated on the base of Scherrer's formula were 24(3) nm and 10(2) nm for Fe and Nb, respectively [9].

Mössbauer spectroscopy studies allowed to observe the process of an amorphous phase formation and to estimate the proportion of material subjected to the amorphization process. Fig. 2 presents spectra measured for the samples milled for the different periods. Already after 2 hours of milling the additional component in the centre of the spectrum may be observed, besides the six lines (so-called sextet), which are characteristic for α -Fe. The contribution of this component in the spectrum is about 9 %. Next spectra registered for samples milled for 5, 10 and 22 hours (Fig. 2a) are the superposition of α -Fe sextet and



Rys. 1. a) Widma mössbauerowskie zmierzone w temperaturze pokojowej oraz b) rozkłady nadsubtelnych pól magnetycznych uzyskane z opracowania widm doświadczalnych próbek Fe₆₅Ni₃₅ syntetyzowanych w młynku wysoko-energetycznym dla różnych okresów mielenia

Fig. 1. a) Room-temperature Mössbauer spectra and b) hyperfine magnetic field distributions obtained from the fitting of the experimental spectra of $Fe_{65}Ni_{35}$ synthesized in a high-energy ball mill for various milling duration

od nowo utworzonego materiału amorficznego. Wraz ze wzrostem czasu mielenia udział dubletu linii w widmie zwiększa się i dla 22 godzin wynosi ok. 80 %. Próbki mielone przez 35, 50 i 70 godzin (rys. 2b) są już jednorodnym materiałem amorficznym a kształt widm świadczy o tym, że jest to materiał paramagnetyczny. Dopasowanie numecouple of lines (so-called doublet), which is due to the new formed amorphous material. As the time of milling increases the contribution of the doublet in the spectrum also increases and it is about 80 % for the sample milled for 22 hours. Samples milled for 35, 50 and 70 hours (Fig. 2b) are already homogeneous amorphous material which is paramagnetic as



Rys. 2. Widma mössbauerowskie zmierzone w temperaturze pokojowej dla próbek $Fe_{36}Nb_{64}$ *mielonych przez a) 2, 5, 10 i 22 godziny oraz b) przez 35, 50 i 70 godzin*

Fig. 2. Room-temperature Mössbauer spectra of $Fe_{36}Nb_{64}$ collected after a) 2, 5, 10 and 22 hours of milling and b) 35, 50 and 70 hours of milling

ryczne widm próbek mielonych przez 35, 50 i 70 godzin poprzez rozkład dubletów pozwoliło określić średnią wartość rozszczepienia kwadrupolowego, która wynosi 0,18(1) mm/s. Niezerowa wartość tego parametru świadczy o tym, że w amorficznej próbce próbniki jądrowe ⁵⁷Fe znajdują się w miejscach, gdzie występuje niezerowy gradient pola elektrycznego.

3.3. Synteza α-Fe₂O₃ z Al

Badania dyfrakcyjne wykazały, że po pewnym czasie mielenia hematytu z aluminium w wyniku reakcji w stanie stałym utworzył się materiał kompozytowy, tzn. powstał roztwór stały Al w sieci Fe będący matrycą oraz wytrącenia Al_2O_3 umacniające matrycę. Uzyskany w ten sposób materiał charakteryzuje się bardzo wysoką odpornością na ścieranie. Stała sieci roztworu stałego Fe(Al) obliczona z położenia wierzchołka (211) wynosi 0,2930(5) nm, zaś rozmiary krystalitów matrycy i wytrąceń są rzędu 10 nm [10].

Rys. 3 przedstawia widma uzyskane metodą spektroskopii efektu Mössbauera dla próbek pobranych z mielonej mieszaniny. Pierwsze widmo zmierzono dla próbki będącej mieszaniną wyjściową hematytu α-Fe₂O₂ z aluminium. Parametry oddziaływań nadsubtelnych uzyskane z dopasowania numerycznego widma są charakterystyczne dla hematytu i zgadzają się z danymi literaturowymi [11]. Widmo próbki mieszaniny mielonej przez 15 minut także jest widmem hematytu. Trzecie z kolei widmo (rys. 3a) świadczy o tym, że nastąpiła transformacja mieszaniny hematytu z aluminium do innej postaci. Badania dyfrakcyjne wykazały, że po 30 minutach mielenia mieszanina zawiera roztwór stały Fe(Al) o składzie w przybliżeniu równoatomowym oraz Al₂O₂. Ponieważ widmo mössbauerowskie można uzyskać tylko wtedy, gdy materiał zawiera próbniki jądrowe, dlatego pojedyncza linia zaobserwowana dla próbki mielonej przez okres 30 minut pochodzi od roztworu stałego Fe(Al).

Dłuższe mielenie mieszaniny nie zmienia jej składu fazowego, jednakże wpływa nieznacznie na oddziaływania nadsubtelne w matrycy Fe(Al). Widma zmierzone dla próbek mielonych przez 30 minut, 2, 5 i 10 godzin zostały numerycznie dopasowane przez dublet (para linii widmowych) i singlet (pojedyncza linia widmowa). Składowe widma są uwidocznione na rys. 3b. Przesunięcie izomeryczne singletu jest niezależne od czasu mielenia i wynosi ok. 0,21 mm/s. Parametry dubletu zmieniają się wraz z czasem mielenia następująco: przesunięcie izomeryczne zmniejsza się monotonicznie od wartości 0,18 mm/s do wartości 0,11 mm/s, natomiast wartość rozszczepienia the shape of the spectra proved. The numerical fitting of the spectra of the samples milled for 35, 50 and 70 hours by the doublets distribution gave the average value of the quadrupole splitting, which is 0.18(1) mm/s. Nonzero value of this parameter testifies to the situation when in the amorphous sample the nuclear probes ⁵⁷Fe are placed in the nonzero electric field gradient region.

3.3 Synthesis of α -Fe₂O₃ with Al

As X-ray diffraction analysis proved after some time of milling of hematite with aluminium as the result of the solid state reaction the composite material was formed, e. g. solid solution of Al in the Fe lattice as a matrix and Al_2O_3 as reinforcement. Material obtained in such experiment is characterised by high abrasion hardness. The lattice parameter of the Fe(Al) solid solution calculated from the (211) line position is equal 0.2930(5) nm, while the average grain sizes of the matrix and reinforcement are of the order of 10 nm [10].

Fig. 3 presents spectra obtained by the Mös-sbauer spectroscopy method for the samples taken from the milled mixture. First spectrum measured for the sample of the starting mixture of hematite α -Fe₂O₃ with aluminium. Hyperfine interactions parameters obtained from the numerical fitting of the spectrum are characteristic for hematite and they agree well with the literature data [11]. The spectrum of the sample of the mixture milled for 15 min is also the spectrum of the hematite. Third spectrum (Fig. 3a) revealed the transformation of the mixture of hematite with aluminium to other form. As X-ray diffraction studies proved, after 30 min of milling the mixture consist of the solid solution Fe(Al) with an approximately equiatomic composition and Al₂O₃. Mössbauer spectrum may be measured only when the material contains the nuclear probes, so the single line observed for the sample milled for 30 min comes from the solid solution Fe(Al). Prolonged milling of the mixture do not change its phase composition, however it subtly influences the hyperfine interactions in the matrix Fe(Al). Spectra measured for the samples milled for 30 min, 2, 5, and 10 hours were numerically fitted by a doublet (couple of spectral lines) and a singlet (single spectral line). Subspectra are marked in Fig. 3b. The isomer shift for the singlet is independent on the milling time and its value is about 0.21(1) mm/s. Parameters of the doublet change with the milling time in the following way: the isomer shift decreases monotonically from the value of 0.18(1) mm/s to the value of 0.11(1) mm/s, while the quadrupole splitting increases from the value of 0.14(1) mm/s for the sample milled for 30 min to the value of 0.18(1) mm/s for the



*Rys. 3. Widma mössbauerowskie zmierzone w temperaturze pokojowej dla: a) mieszaninyFe*₂O₃ *z Al wyjściowej i mielonej przez 15 min. oraz mieszaniny Fe(Al) z Al*₂O₃ *mielonej przez 30 min.; b) mieszaniny Fe(Al) z Al*₂O₃ *mielonej przez 30 min. oraz przez 2, 5 i 10 godzin, zaznaczono widma składowe*

Fig. 3. Room-temperature Mössbauer spectra a) of the starting and 15-min-milled mixture of Fe₂O₃ with Al, and of the mixture of Fe(Al) with Al₂O₃ milled for 30 min; b) of the mixture of Fe(Al) with Al₂O₃ milled for 30 min, 2, 5 and 10 h, components of the spectra are marked

kwadrupolowego wzrasta od 0,14 mm/s dla próbki mielonej przez 30 minut do 0,18 mm/s dla próbki mielonej przez 10 godzin. Podobne zależności zaobserwowano dla nieuporządkowanych stopów Fe-Al otrzymanych poprzez topienie w piecu łukowym [12]. Można przypuszczać, że te niewielkie zmiany parametrów oddziaływań nadsubtelnych występujących w matrycy Fe(Al) zaobserwowane wraz z czasem mielenia są spowodowane fluktuacjami składu chemicznego.

4. Wnioski

W niniejszej pracy przedstawiono zastosowanie spektroskopii efektu Mössbauera w badaniu materiałów otrzymywanych poprzez syntezę mechaniczną. Synteza mechaniczna pozwala wytwarzać różnorodne próbki, zarówno krystaliczne jaki i amorficzne. Cechą charakterystyczną materiałów krystalicznych jest duża gęstość granic ziaren, wysoki poziom odkształceń sieci i duża ilość defektów. W badaniach materiałów otrzymanych metodą syntezy mechanicznej dyfrakcja promieni X i spektroskopia efektu Mössbauera wzajemnie uzupełniają się. Jednak czułość metody mössbauerowskiej jest dużo większa od sample milled for 10 hours. Similar tendencies were observed for the disordered Fe-Al alloys prepared by melting in arc furnace [12]. It may be supposed that these subtle changes of the parameters of the hyperfine interactions existing in the Fe(Al) matrix observed for various milling times are the result of the fluctuations of the chemical composition.

4. Conclusions

The application of the Mössbauer spectroscopy in the studies of materials prepared by mechanosyn-thesis was presented in this work. Mechanosynthesis allows to produce various samples, crystalline as well as amorphous. The large density of grain boundaries, the high level of the lattice strains and large amounts of defects are the attributes of the crystalline materials prepared by mechanosynthesis. X-ray diffraction and Mössbauer spectroscopy are complementary techniques in the studies of the mechanosynthesized materials. However, the sensitivity of the Mössbauer spectroscopy is significantly greater than that for the diffraction method, so it is possible to reveal the exmetody dyfrakcyjnej, dzięki czemu można wykryć występujące w próbkach fazy niewidoczne w widmach dyfrakcyjnych tych próbek, pod warunkiem że fazy te zawierają próbniki jądrowe. Ponadto można określić ilościowo względny udział poszczególnych faz.

Przytoczone wyżej przykłady pokazują, że spektroskopia efektu Mössbauera pozwala śledzić proces tworzenia się różnorodnych materiałów z mieszaniny czystych składników poddanych mieleniu w specjalnych młynkach. Jednak główną zaletą tej metody jest możliwość określenia uporządkowania magnetycznego w badanych materiałach. Ponadto opracowanie numeryczne widm mössbauerowskich dostarcza wartości parametrów oddziaływań nadsubtelnych występujących w próbkach. isting in the sample phases invisible in the diffraction patterns of these samples, as long as the phases contain the nuclear probes. Moreover, the relative contributions of the different phases may be determined quantitatively.

The examples described above show that the Mössbauer spectroscopy allows to monitor the process of the formation of various materials from the mixture of pure elemental powders subjected to the milling in special mills. However, the main advantage of this method is the possibility of determination of the magnetic arrangement in the studied materials. Moreover, numerical fitting of the experimental Mössbauer spectra gives the values of the parameters of the hyperfine interactions existing in the samples.

References

- [1] Wertheim G. K.: Mössbauer Effect. Principles and Applications, Academic Press New York and London, 1964
- [2] Long G. J., Grandjean F.: *Mössbauer Spectroscopy Applied to Inorganic Chemistry*, New York, Plenum Press, 1989
- [3] Janot C.: *Mössbauer Spectroscopy in Materials Research*, EPS Conf. Nuclear Physics Methods in Materials Research, Darmstadt 1980, 186
- [4] Verret F., Henry M.: Mössbauer Spectroscopy of Amorphous Compounds, Rev. Phys. Appl. 15, 1980, 1057
- [5] Williamson G. K., Hall W. H.: Acta Metallogr.1, 1953, 22
- [6] Jartych E., Żurawicz J. K., Oleszak D., Pękała M.: J. Magn. Magn. Mater. 208, 2000, 221
- [7] Jaccarino V., Walker L. R.: Phys. Rev. Lett. 15, 1965, 258
- [8] Johnson C. E., Ridout M. S., Cranshaw T. E.: Proc. Phys. Soc. 81, 1963, 1079
- [9] Jartych E., Oleszak D., Żurawicz J. K.: Hyperfine Interact. w druku/in print
- [10] Jartych E, Oleszak D., Żurawicz J. K.: Hyperfine Interact. 128, 2000, 495
- [11] Kündig W., Bömmel H., Contabaris G., Lindquist R. H.: Phys. Rev. 142, 1966, 327
- [12] Bohórquez A., Tabares J. A., Pérez Alcazar G. A., Gancedo J. R.: Hyperfine. Interact. 83, 1994, 311

Dr Elżbieta Jartych Zakład Fizyki Doświadczalnej Instytut Fizyki, Politechnika Lubelska ul. Nadbystrzycka 38 20-618 Lublin

ZASTOSOWANIE TERMOGRAFII W RÓŻNYCH DZIEDZINACH NAUKI I TECHNIKI APPLICATION OF THERMOGRAPHY IN DIFFERENT

BRANCHES OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

W artykule omówiono podstawy teoretyczne pomiaru temperatury radiacyjnej. Przedstawiono również zasadę działania systemu termograficznego AGEMA 880 LWB pracującego w zakresie 8-13 µm. Na podstawie kilkunastoletnich doświadczeń w pracy z tym systemem zaprezentowano kilka aplikacji termografii w różnych dziedzinach nauki i techniki.

In this paper the theory of radiation temperature measurement has been discussed. The principle of operation of thermographic system AGEMA 880LWB working in the range 8-13 μ m has been presented. Several years of experiences with this system were the base for presenting some applications of thermography in different branches of science and technology.

1. Wstęp

Teledetekcja w podczerwieni jest młodą gałęzią techniki, ale znalazła od chwili powstania liczne zastosowania w różnych dziedzinach życia ludzkiego. Promieniowanie termiczne obejmuje zakres fal elektromagnetycznych od ok. 0,76 µm do 1000 µm. Odwzorowuje ono rozkład temperatury na powierzchni badanego obiektu. Spośród metod analizy promieniowania cieplnego szczególne znaczenie ma termografia umożliwiajaca wizualizację i rejestrację rozkładów temperatury na powierzchni badanych obiektów. Podstawowymi zaletami tej techniki wyróżniającymi ją spośród innych metod są:

- możliwość wielopunktowej rejestracji i analizy rozkładów termalnych;
- budowa kamer oparta jest na bardzo czułych i szybkich detektorach fotonowych (w różnych układach);
- możliwość rejestracji w czasie rzeczywistym;
- zapamiętywanie zobrazowań i sekwencji obrazów na taśmie magnetycznej lub w pamięci komputera;
- nowoczesne systemy termograficzne współpracują z komputerem oferującym oprogramowanie z różnorodnymi procedurami i funkcjami ułatwiającymi analizę obrazów;
- praca w kilku zakresach spektum;

1. Introduction

Infrared remote sensing is a new branch of technology but since its beginning it has found numerous applications in different spheres of life. Infrared radiation covers the range of electro-magnetic spectrum from 0.76 μ m to 1000 μ m. It projects the temperature distribution on the surface of the investigated object. Thermography plays a special role among different methods of infrared radiation analysis, enabling visualisation and registration of temperature of the investi-gated surfaces.

The main advantages of thermography distinguishing it from other methods are:

- possibility of multipoint registration and analysis of thermal distributions;
- thermographic cameras are built with the use of very sensitive and fast photon detectors (in different configurations);
- possibility of registration in real time;
- individual images and their sequences can be stored in computer memory ;
- modern thermographic systems can co-operate with computers offering software with different procedures and functions making the image analysis easy;
- measurements in several spectrum ranges can be done;

 możliwość zastosowania w bardzo wielu gałęziach nauki i techniki.

W niniejszym artykule omówiono podstawy teorii promieniowania cieplnego, technikę jego pomiaru oraz przykłady zastosowania termografii w różnych dziedzinach nauki i techniki.

2. Promieniowania ciała doskonale czarnego i ciał rzeczywistych

Wymiana ciepła pomiędzy ciałami przebiega na trzy różne sposoby, tzn. poprzez przewodzenie, konwekcję i promieniowanie termiczne. Promieniowanie termiczne ciała znajdującego się w temperaturze wyższej od zera bezwzględnego polega na zamianie energii kinetycznej bezładnego ruchu cząstek ciała na fale elektromagnetyczne. Dzięki temu można mierzyć bezkontaktowo strumień energii tego promieniowania. Jest on funkcją czwartej potęgi temperatury termodynamicznej badanego obiektu. Dla ciała doskonale czarnego ujmuje tę zależność prawo Stefana-Boltzmanna: całkowita energia W emitowana przez jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego w jednostce czasu wyraża się wzorem:

$$W = \sigma T_t^4 \tag{1}$$

gdzie:

 σ -stała Stefana-Boltzmanna=5,6697·10⁻⁸[W·m⁻²·K⁻⁴], T, - temperatura termodynamiczna ciała [K].

Max Planck opisał zależność promieniowania ciała doskonale czarnego jako funkcję długości fali i temperatury:

$$W_{\lambda b} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \left(e^{hc/\lambda kT} - I\right)} \cdot 10^{-6}$$
(2)

gdzie: $W_{\lambda b}$ - gęstość strumienia energii promieniowania ciała doskonale czarnego dla danej długości fali [W·m⁻²·µm⁻¹], c - prędkość swiatła w próżni ~3·108[m·s⁻¹], h - stała Plancka = 6,6256·10⁻³⁴ [J·s], k - stała Boltzmanna = 1,38054·10-23 [J·K⁻¹], T - temperatura ciała doskonale czarnego[K], λ - długość fali [m].

Stosunek energii W_{rz} emitowanej przez ciało rzeczywiste o danej temperaturze do energii W emitowanej przez ciało doskonale czarne w tej samej temperaturze nazywa się współczynnikiem emisyjności ciała:

$$\varepsilon = \frac{W_{rz}}{W} \tag{3}$$

- possibility of application in many branches of science and technology.

In this paper the foundation of the theory of thermal radiation has been discussed as well as the methods of measurements and the examples of the application of thermography.

2. Black body and real bodies radiation

The heat exchange between bodies can take place in three different ways, i.e. through conduction, convection and thermal radiation. The thermal radiation of a body in temperature higher than absolute zero relies on the exchange of kinetic energy of chaotic movement of particles into electromagnetic waves. Due to this, it is possible to measure remotely the energy flux of this radiation. It is the fourth power of thermodynamic temperature of the investigated object. For the black body this relation is expressed by Stephan-Boltzmann law: the total energy W emitted from a unit surface of blackbody in a unit time is expressed by equation:

$$W = \sigma T_t^4 \tag{1}$$

where:

 σ -Stephan-Boltzmann's constant=5,6697 \cdot 10⁻⁸[W·m²·K⁴], T_. - termodynamic temperature of a body [K].

Max Planck described the black body radiation as a function of wavelength and temperature:

$$W_{\lambda b} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5 \left(e^{hc/\lambda kT} - I\right)} \cdot 10^{-6} \tag{2}$$

where: $W_{\lambda b}$ - flux density of black body radiation energy for a given wavelength [W·m⁻²·µm⁻¹], c - light velocity in vacuum ~3·108[m·s⁻¹], h - Planck's constant = 6,6256·10⁻³⁴ [J·s], k -temperature of black body = 1,38054·10-23 [J·K⁻¹], T - wave length [m].

The ratio of the energy W_{rz} emitted by a real body at a given temperature to the energy W emitted by a black body at the same temperature is called the emissivity coefficient of the real body:

$$\varepsilon = \frac{W_{rz}}{W} \tag{3}$$

Z równań 1 i 3 wynika, że:

$$\sigma T_r^4 = \varepsilon \, \sigma T_t^4 \tag{4}$$

a więc temperatura radiacyjna T_r ciała rzeczywistego o współczynniku emisyjności ε jest równoważna temperaturze termodynamicznej T_t pomnożonej przez pierwiastek 4-go stopnia z tego współczynnika:

$$T_r = \sqrt[4]{\varepsilon} T_t \tag{5}$$

Zgodnie z prawem Wiena maksimum energii wypromieniowywanej przez ciało wraz ze wzrostem temperatury przesuwa się w kierunku fal krótszych.

W zakresie meteorologicznych wartości temperatury, czyli około 300 K maksimum wypromieniowywanej energii przypada na długość fali elektromagnetycznej ok. 10 µm. Fakt ten wykorzystywany jest w konstruowaniu urządzeń do pomiaru temperatury radiacyjnej. Większość tego typu urządzeń wykorzystuje pomiar temperatury radiacyjnej w zakresie 8-13 µm. Dla tego pasma atmosfera jest dobrze przepuszczalna. Dla temperatury Słońca, tj. ok. 6000 K, maksimum to przypada na optyczny zakres elektromagnetycznego spektrum. Długość fali elektromagnetycznego spektrum odpowiadająca maksimum wypromieniowanej energii w danej temperaturze określa wzór:

$$\lambda_{\max} = \frac{C}{T} \tag{6}$$

gdzie C = 2898 [μ m ·K].

Ciało doskonale czarne charakteryzuje się tym, że pochłania całą energię promieniowania nań padającego (absorpcyjność a = 1). W ciałach rzeczywistych część energii promieniowania padającego jest odbijana (refleksyjność - r), część zostaje przepuszczona (przepuszczalność - p), a reszta zaabsorbowana. Tak więc:

$$r + p + a = 1 \tag{7}$$

Wśród ciał rzeczywistych wyróżnia się: ciała białe (r=1), ciała przezroczyste (p=1), ciała nieprzezroczyste (p=0) i ciała szare (a<1).

Na ilość energii promienistej docierającej do detektora, oprócz rozkładu widmowego, ma wpływ rozkład geometryczny. Prawo Lamberta mówi, że intensywność promieniowania powierzchni płaskiej (gęstość strumienia emisji przypadająca na jednostkę kąta bryłowego) zmienia się wraz z kątem odchylenia (β) od kierunku prostopadłego do powierzchni emitującej odpowiednio wg wzoru:

$$I_{\beta} = I_n \cos \beta \tag{8}$$

It results from equations 1 and 3 that:

$$\sigma T_r^4 = \varepsilon \, \sigma T_t^4 \tag{4}$$

and therefore the radiation temperature T_r of a real body having emissivity coefficient ε is equivalent to the thermodynamic temperature T_t multiplied by the 4-th power root of its emissivity coefficient:

$$T_r = \sqrt[4]{\varepsilon} T_t \tag{5}$$

According to Wien's law the maximum of energy emitted by a body due to temperature increase moves towards shorter wavelengths.

In the range of meteorological temperatures, i.e. about 300 K, the maximum of emitted energy corresponds with electromagnetic wave length of about 10 μ m. This fact is the base for construction of thermographic devices working in the range 8-13 μ m. For the radiation in this range the atmosphere is nearly transparent. For the temperature of sun, i.e. about 6000 K, this maximum corresponds with optical range of electromagnetic spectrum. The wave length of electromagnetic spectrum corresponding with the maximum of energy emitted in a given temperature is calculated from the equation:

$$\lambda_{\max} = \frac{C}{T} \tag{6}$$

where C=2898 μ m \cdot K.

In the black body the whole incident energy is absorbed by its surface (ab-sorbtance=1). In the real bodies a fraction of incident energy is reflected (reflectance r), a fraction is transmitted (transmittance p) and the rest is absorbed. Therefore:

$$r + p + a = 1 \tag{7}$$

Among real bodies we can select: white bodies (r=1), transparent bodies (p=1), opaque bodies (p=0) and grey bodies (a<1).

The amount of energy of infrared radiation incoming to the detector is influenced not only by its spectral but also by geometrical distribution. The Lambert's law says that the intensity of radiation from a flat surface (the density of an emitted flux into the unit spherical angle) changes with the angle of deflection (b) from the perpendicular to the emitted surface according to the equation:

$$I_{\beta} = I_n \cos \beta \tag{8}$$



Rys. 1. Gęstość mocy promieniowania (emitancja) ciała doskonale czarnego w funkcji długości fali dla różnych wartości temperatury

Fig. 1. Radiation flux density (emittance) of back body as a function of wavelength for different temperature values

gdzie I_β - intensywność promieniowania dla kąta β [W·m⁻²sr⁻¹], I_n - intensywność promieniowania w kierunku normalnym do powierzchni wysyłającej promieniowanie [W·m⁻²sr⁻¹]. Wynika stąd, że przy kącie β=0 między osią termowizora a powierzchnią emitującą, sygnał rejestrowany przez detektor jest najsilniejszy.

Tylko ciało doskonałe emituje promieniowanie w taki sposób, że wektor natężenia pola dla wszystkich kierunków tworzy kulę. Dla ciał rzeczywistych kule te są zdeformowane, przy czym największe odstępstwa od prawa Lamberta występują zwykle dla kątów 60°-90°.

3. Zasada działania urządzeń termograficznych

W kamerze termowizyjnej AGEMA 880 LWB (Rys. 2) promieniowanie dochodzące od obiektu przechodząc przez układ soczewek germanowych wchodzi do układu mechanicznej analizy obrazu.

Najpierw jest ono skupiane na oscylującym zwierciadle rozkładającym obraz w płaszczyźnie pionowej przechodząc przez układ trzech na stałe zamocowanych zwierciadeł jest ogniskowane na wielokątnym graniastosłupie o poziomej osi obrotu, obracającym się wokół niej z prędkością 16000 obrotów/min.

Obydwa ruchome zwierciadła są kontrolowane przez mikroprocesor. Ruch pionowego i poziomego zwierciadła jest tak zsynchronizowany, aby otrzymywać obraz składający się z 70 aktywnych poziomych linii w czterech pionowych polach (razem 280 aktywwhere I_{β} - radiation intensity for the angle β [W·m⁻²sr⁻¹], I_n - radiation intensity in the direction normal to the emitting surface[W·m⁻²sr⁻¹]. Therefore, for the angle β =0 between the axis of thermographic device and the emitted surface, the signal registered by the detector is the strongest.

Only in the case of radiant emission from a perfect body the vector of field intensity for all directions creates a sphere. For real bodies these spheres are deformed and the highest deviation from the Lambert's law usually occur for the angles 600-900.

3. The principle of operation of thermographic devices

In the thermographic camera AGEMA 880 LWB (Fig. 2) the infrared radiation from the emitting object goes through the set of germanium lenses and gets into the system of mechanical image analysis.

First, the emitted radiation is focussed on the oscillating mirror decomposing the image vertically, then coming through the system of three fixed mirrors it is focussed onto a horizontal mirror polygon which rotates at 16000 rpm.

Both oscillating mirrors are controlled by the microprocessor. The oscillating mirror and horizontal motors are synchronised in such a way that an image is obtained having 70 active horizontal lines in four vertical fields (280 active lines per



Rys. 2. Budowa kamery termograficznej AGEMA 880 LWB [1] Fig. 2. Cutaway view of AGEMA 880 LWB Thermovision scanner [1]

nych linii na obraz) otrzymuje się 6 pełnych obrazów obiektu na sekundę. Strumień promieniowania odbity od poziomego wirującego zwierciadła po przejściu przez układ przesłony i filtr jest skupiony na punktowym detektorze (średnica 150 μ m) umocowanym z boku naczynia Dewara z ciekłym azotem. Sygnał elektryczny z detektora fotoelektrycznego przechodzi do monitora termowizyjnego, gdzie ulega odpowiedniej obróbce.

4. Zastosowanie termografii

4.1. Techniczno-przemysłowe

Ocena strat cieplnych z budynków opiera się na wyznaczeniu współczynnika przewodnictwa cieplnego (k) ściany ze wzoru:

$$q = k(t_i - t_e) \tag{9}$$

gdzie: q - gęstość strumienia ciepła przenikającego przez powierzchnię ściany, t_i - temperatura wewnętrzna budynku (przyjmuje się, że jest funkcją zmienną w czasie), t_e - temperatura zewnętrznej powierzchni ściany.

Wielkości t, i t, mierzone są kamerą termowizyjną, która również umożliwia wybranie jednakowych pod względem temperatury fragmentów powierzchni badanej ściany. Dla nich mierzy się wielkość q wycechowanym ciepłomierzem. Dla poprawności pomiarów tego typu wymagana jest różnica temperatur między zewnętrzną i wewnętrzną powierzchnią ściany conajmniej 10 stopni Kelwina, a sam pomiar powinien odbywać się przy małym nasłonecznieniu, przy pogodzie bezwietrznej. Dzięki metodom przetwarzaframe). In the scanner 6 complete images of an object are obtained per second. The reflected beam from a horizontal mirror polygon after passing through a set of apertures and filters is focused onto a point detector (with a 150 μ m square window mounted into the side of a metal Dewar. The electrical signal from the photoelectric detector is transmitted to the display unit to be processed.

4. Thermography applications

4.1. Technical and industrial

The evaluation of heat losses from buildings is based on determination of thermal conductivity coefficient of a wall from the equation:

$$q = k(t_i - t_e) \tag{9}$$

where: q - density of the heat flux of the wall, t_i - inner temperature of the building (is as-sumed to be the function of time), t_e - temperature of the outer wall surface.

The quantities ti and te are measured with the use of a thermographic camera which makes it also possible to select fragments of the wall surface with the same temperatures. For these fragments the value of q is measured with a calibrated heat meter. To perform this measurement properly the temperature differences between outer and inner wall surfaces should be at least 10 K and solar radiation intensity and wind speed should be considerably small. Using the methods of image processing the maps of temperature distribution are created in the same scale as in the engineering drawing of the building. nia graficznego tworzy się mapy rozkładu temperatury na pomieszczeniach ścian w skali takiej, jak na rysunkach budowlanych.

Przykład zobrazowania termalnego ściany budynku przedstawiono na fot. 1 (spoina murarska stanowi mostek cieplny odwzorowujący się na powierzchni tynku) i fot. 2 (uwidocznione są miejsca dużych strat ciepła poprzez ściany i niektóre okna).

Podobne badania, dotyczące strat ciepła przez otwory w przegrodach chłodni składowych ilustrują fotografie 3a i 3b. Badając pole temperatury na powierzchni drzwi w połączeniu z charakterystykami cieplnymi otworów drzwiowych stwierdzono, że w ogólnym bilansie cieplnym komór straty ciepła spowodowane konwekcją cieplną są porównywalne ze stratami przez obudowy i sięgają 220 kW w lecie.

W ciepłownictwie możliwa jest lokalizacja metodą termograficzną wycieków wody w podziemnych instalacjach lub miejsc uszkodzenia izolacji cieplnej bez konieczności wykonywania odkrywek kontrolnych.

Termografia jest stosowana do określania stanu technicznego maszyn i urządzeń. Diagnostyka termiczna ma za zadanie wykrywanie stanów przedawaryjnych urządzeń poprzez lokalizację powierzchni o podwyższonej temperaturze. Jest to również metoda wykorzystywana do weryfikacji nowych rozwiązań konstrukcyjnych. Szczególnie przydatna jest termografia w diagnostyce urządzeń elektrycznych i energetycznych, wydzielających dużo ciepła jako następstwo lokalnego wzrostu oporu elektrycznego. Wadliwy kontakt, niewidoczny gołym okiem, uwidacznia się bardzo dobrze na zdjęciu termicznym. Możliwa jest kontrola tych urządzeń bez konieczności przerywania ich pracy.

Termografia ułatwia inspekcję i prace inwentaryzacyjne kominów ciepłowniczych. Na kolejnym termogramie (fot. 4) widać miejsca przepalonej, wymagającej naprawy ścianki komina.

Przy wykorzystaniu nowego systemu badano struktury półprzewodnikowe mocy (tranzystory, tyrystory), szacując jakość ciepłowodów w tranzystorze oraz skuteczność oddawania ciepła w przypadku chłodzenia naturalnego oraz wymuszonego.

Termowizja znalazła również zastosowanie w badaniach deformacji plastycznej różnych materiałów.

4.2. W medycynie

Termografia w medycynie ma zastosowanie jako tester diagnostyczny. Rozkład temperatury na powierzchni ciała pacjenta daje informację na temat występowania zjawisk patologicznych w organiźmie. Technika termografii jest jednak z trudnością wdrażana do praktyki klinicznej ze względu na złożoność An example of a thermal images of a wall is presented on Phot. 1 (a mortar join is a thermal bridge projected on the plaster surface) and Phot. 2 (the places with high heat losses through the walls and windows are visible).

Similar investigations concerning heat losses through the leaks in partitions of cold stores are represented in Phot. 3a and 3b. When investigating the temperature field on the door surface in connection with thermal characteristics of the doors it was stated that in the total heat balance of the cold rooms the heat losses caused by heat convection are comparable with the losses through the walls and reach 220 kW in the summer.

In heat engineering it is possible to locate with thermography water leaks in under-ground water supply system or the places of heat insulation damages without the necessity of digging control strip pits.

Thermography is applied for determination of technical state of machines and de-vices. The purpose of thermal diagnosis is to detect preemergency state of the devices through the localisation of overheated surfaces. It is also a method used for verification of new constructional solutions. Thermography is especially useful for diagnosis and inspection of electrical equipment which release a lot of heat as a result of local increases of electrical resistance. A defective contact that cannot be noticed with eyes is very well projected in thermal images. The control of this equipment is possible without stopping work.

Thermography facilitates inspection and inventory works of chimneys in heat and power generating plants. In the following thermogram (Phot. 4) the places of the chimney's wall which are overheated and need quick repair are shown.

Using the latest thermographic systems the semiconductor structures of power (transistors and thyristors) were investigated and the quality of heat conductors in transistors and the efficiency of giving up the heat in the case of natural and forced cooling was estimated.

Thermography has also found an application in the investigation of plastic deformation in different materials.

4.2. In medicine

In medicine thermography is applied as a diagnostic tester. Temperature distribution on the surface of patient's body gives information about the occurrence of pathologic phenomena in organism. However, thermography is implemented into clinical practice with difficulties because of the complexity of zobrazowań cieplnych ciała ludzkiego. Ich interpretacja wymaga uwzględnienia: ogólnego stanu fizjologicznego i nastawienia psychicznego pacjenta, wzajemnego położenia poszczególnych części ciała podczas rejestracji i naturalnego zróżnicowania ich temperatury, warunków otoczenia, współczynnika emisyjności oraz procesów biochemicznych i biofizycznych zachodzących w zdrowej i chorej tkance.

Duże nadzieje wiąże medycyna z komputerowym wspomaganiem termografów (specjalistyczne oprogramowanie, np. MEDS firmy AGEMA). Badania idą w kierunku standaryzacji warunków otoczenia i procedur diagnostycznych oraz stosowania testów czynnościowych z wymuszeniem termicznym i farmakologicznym.

Aplikacja termografii w medycynie dotyczy następujących zagadnień:

- onkologia (wczesne wykrywanie raka, ocena dynamiki rozrostowej ogniska nowotworowego i ewentualnej złośliwości zmian skórnych, np. czerniak);
- choroby układu krążenia;
- reumatologia (zapalenia stawów);
- choroby naczyń obwodowych (choroba Bürgera, tętniaki tętniczo-żylne);
- dermatologia (martwice, zapalenia skórno-mięśniowe, blizny);
- immunologia (badanie alergicznych odczynów skórnych);
- endokrynologia (badania tarczycy, guzy).

Dla przykładu na fotografii 5 przedstawiono rozkład temperatury radiacyjnej na twarzy pacjentki ze stanem zapalnym zatok czołowych oraz w trakcie leczenia stomatologicznego. Obszary o podwyższonej temperaturze (kolor czerwony i różowy) wskazują na wystąpienie i zasięg zmian zapalnych.

4.3. W ekologii i rolnictwie

Badania w podczerwieni z pułapu lotniczego i satelitarnego są szeroko stosowane w ekologii. Sczególnie połączenie zakresów podczerwieni długofalowej, krótkofalowej i bliskiej (0.75-1.05 mm) z pasmem widzialnym umożliwia poznanie różnych cech fizycznych i biologicznych dużej grupy naturalnych obiektów na powierzchni Ziemi. Przykładem najnowocześniejszego skanera wielospektralnego jest MIVIS firmy Daedalus. Rejestruje on jednocześnie dane w 102 kanałach widmowych w zakresie od 0.433 do 12.7 mm. Skaner ten automatycznie wyznacza charakterystyki emisyjności i odbicia badanych obiektów. Pozwala on również składać w dowolne kombinacje obrazy składowe z różnych pasm. thermal images of human body. Their interpretation requires consideration of: the general physiological and mental attitude of a patient, mutual situation of particular parts of the body during registration and natural differentiation of their temperature, external conditions, emissivity coefficient as well as biochemical and biophysical processes taking place in healthy and sick tissue.

Medicine sets its hopes on computer aid of thermograms (specialistic software, e.g. MEDS from AGEMA). The investigations are directed towards standardisation of ambient conditions and diagnostic procedures and the use of functional tests with thermal and pharmacological enforcement.

The application of thermography in medicine refers to the following topics:

- oncology (early detection of cancer, evaluation of the dynamic of tumour focus growth and eventually malignancy of skin changes, e.g. melanoma);
- circulatory system diseases;
- rheumatology (arthritis);
- diseases of circumferential vessels (Bürger disease, aneurysms);
- dermatology (necrosis, dermatisis, scars);
- immunology (study of allergic skin reaction);
- endocrinology (thyroid gland and tumours treatment).

As an example on Phot. 5 we have presented radiation temperature distribution on a patient face with inflammatory state of forehead antrum and during dental treatment. The areas of higher temperature (red and pink colours show the occurrence and the range of inflammatory changes

4.3. In ecology and agriculture

Airborne and satellite investigations in infrared range are widely applied in ecology. Especially, when combining long (8-13 μ m), middle (3,5-5 μ m) and near 0,76-1,1 μ m) infrared ranges with visible range it is possible to get to know different physical and biological properties of a large number of the objects on earth surface. An example of a modern multispectral scanner MIVIS of Dedaelus firm. It can register data from 102 spectral channels at the same time in the range of 0,433 to 12,7 μ m. The scanner automatically determines the emissivity and reflection characteristics of the investigated object. It enables to compose partial images from different ranges into optional combinations.

III SESJA NAUKOWA "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH"

Wykorzystanie badań w podczerwieni w ekologii ma na celu raczej wgląd w warunki termiczne obiektów na powierzchni Ziemi niż samą identyfikację obiektów (co umożliwia pasmo widzialne i bliska podczerwień). Dane termalne są wykorzystywane:

- przy sporządzaniu map geologicznych;
- w badaniach geotermicznych;
- w badaniach warunków pogodowych;
- przy określaniu składników atmosfery;
- przy określaniu zanieczyszczeń wody;
- do lokalizacji źródeł wody;
- do wykrywania i zobrazowania pożarów;
- w badaniach obszarów wulkanicznych.

Wymienić można następujące zastosowania rolnicze zobrazowań termalnych, często w połączeniu z obrazami wielospektralnymi:

- do określania ewapotranspiracji z dużych obszarów;
- wykrywanie stresu wodnego roślin;
- wykrywanie zasięgów różnych upraw i ich identyfikacja;
- określanie stosunków wodnych pola uprawnego z możliwością wykorzystania do sterowania systemami nawadniania;
- w badaniach mikroklimatu i lokalizacji obszarów gdzie występują nocne przymrozki;
- w wykrywaniu powierzchni roślinnych zaatakowanych chorobami i szkodnikami;
- do identyfikacji obszarów o dużym zasoleniu gleby;
- badania warunków temperaturowych w szklarniach pod kątem optymalnej ich eksploatacji.

Instytut Agrofizyki realizował kilkunastoletni cykl badań dotyczących określenia stresu wodnego roślin jako czynnika ograniczającego produkcję biomasy oraz ewapotranspiracji rzeczywistej czyli składowej bilansu wodnego z wykorzystaniem teledetekcyjnych badań termograficznych. Celem tych badań było opracowanie metody pomiaru warunków wodnych użytków zielonych i pól uprawnych w aspekcie sterowania systemami melioracji wodnych obszarów użytkowanych rolniczo. Badania ukierunkowano na możliwość wykorzystania metody termografii do określenia wpływu dostępności wody glebowej dla systemu korzeniowego na intensywność ewapotranspiracji, a zatem na kształtowanie się temperatury liści. Szczególnie ważnym jest określenie momentu powstawania stresowych warunków wodnych (Fot. 6).

The use of infrared investigations in ecology aims rather at insight into thermal conditions of the objects on the earth surfaces than at objects identification (it is possible due to visible and near infrared ranges). The termal data are utilised for:

- making geological maps;
- geothermic studies;
- studies of weather conditions;
- determination of atmosphere components;
- determination of water pollutions;
- localisation of water sources;
- detection and projections of fires;
- investigations of volcanic areas.

The following agricultural applications of thermal images often in connection with multispectral images can be mentioned:

- determination of evapotranspiration from large areas;
- detection of the ranges of different plant cultures and their identification;
- determination of water relations in the cultivated field with possibility of controlling drainage systems;
- in the studies of microclimate and localisation of the areas where night frost takes place;
- detection of plant cover areas attacked with diseased and insects;
- identification of the areas of high soil salinity;
- investigations of thermal conditions in greenhouses in the aspect of their optimum exploitation.

In the Institute of Agrophysics PAS a several years series of investigation was realised on determination of plant water stress as a factor limiting biomass production and actual evapotranspiration, i.e. a component of water balance with the use of remote sensing thermography methods. The aim of these studies was to elaborate the method of water conditions measurement of grasslands and cultivated fields in the aspect of the control of melioration systems of arable lands. The investigations were directed towards the possibility of the use of thermographic method for determination of the influence of soil water availability for the rooting system on evapotranspiration intensity, thus on leaf temperature distribution. It is especially important to determine the moment of stress water conditions occurrence (Phot. 6).

III SESJA NAUKOWA "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH"



Fot. 1. Termogram otynkowanej ściany Phot. 1. A thermal image of a plastered wall

a)





 Fot. 2. Termogram elewacji budynku wykonany zimą
 Phot. 2. The thermal image of a buildings facade made in winter



Fot. 3. Zobrazowanie termalne dwóch ścian budynku pakowni chłodni w Łopatkach. a) widać efekty wadliwej izolacji cieplnej, b) fragment ściany z dobrą izolacją cieplną

b)

Phot. 3. Thermal image of two walls of a cold store in Łopatki. a) the effect of defective heat insulation, b) presents a fragment of a wall with good heat insulation



- Fot. 4. Obraz termalny komina ciepłowniczego w kopalni w Bogdance
- Phot. 4. Thermal image of a thermal-electric power station's chimney in Bogdanka coal mine





- Fot. 5. Rozkład temperatury radiacyjnej na twarzy pacjentki
- *Phot. 5. Radiation temperature distribution on a patient face*
- Fot. 6. Obraz termalny dwóch roślin pomidora w doświadczeniu wazonowym w szklarni
- *Phot.* 6. Thermal image of two tomato plants in pot experiment in a greenhouse

References

- [1] AGEMA Infrared System, Thermovision 880, Operating Manual.
- [2] Materiały Pierwszej Ogólnopolskiej Konferencji Termografii i Termometrii w Podczerwieni, Szczyrk, 1992.
- [3] Mulders M.A.: *Remote sensing in soil science*. Developments in Soil Science 15. ELSEVIER Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo, 1987.
- [4] Proceedings of International Seminar "*Agricultural and Environmental aspects of soil structure*". Lublin, June 7-9, 1993, str.55.
- [5] Walczak R., Mazurek W., Baranowski P.: *Teledetekcja w badaniach agrofizycznych*. III Letnia Szkoła "Fizyka z elementami agrofizyki" Lublin, 1991.

Prof. dr hab. Ryszard Walczak, czł. koresp. PAN Dr Wojciech Mazurek Dr Piotr Baranowski

Instytut Agrofizyki PAN im. Bohdana Dobrzańskiego ul. Doświadczalna 4 20-290 Lublin e-mail: agrof@demeter.ipan.lublin.pl

ODDZIAŁYWANIE PLAZMY WYŁADOWAŃ JARZENIOWYCH Z POWIERZCHNIĄ CIAŁA STAŁEGO

INTERACTION OF A GLOW DISCHARGE PLASMA WITH A SOLID SURFACE

Oddziaływanie plazmy wyładowania jarzeniowego z powierzchnią ciała stałego ma wiele zastosowań w nowoczesnych technologiach elektroniki i w mechanice. Procesy składające się na to oddziaływanie są złożone i są ciągle w fazie badań podstawowych. Typowe spektra energetyczne ciężkich cząsteczek bombardujących ciało stałe wykazują charakter wykładniczy. Typowe koncentracje rozpylonych atomów w fazie plazmy są kilka rzędów mniejsze od koncentracji atomów gazu buforowego. Jednak natężenie linii widmowych emitowanych przez te atomy jest na poziomie natężenia linii gazu buforowego. Szczególne cechy wyświecania linii przez rozpylony materiał ciała stałego nie znajduje dotąd wyjaśnienia.

The glow discharge plasma-solid surface interaction is often used in modern technologies of electronics or mechanics. Processes consisting of this interaction, e.g. sputtering, are complex and are still under fundamental studies. Typical energy spectra of heavy particles bombarding solid show exponential character. Typical calculated concentration of solid atoms sputtered to the plasma phase are few order lower than those of buffer gas. However intensities of optical lines emitted by sputtered atoms are at level of those of buffer gas. This particular character of sputtered atoms lighting has not yet full explanation.

I. Wprowadzenie

"Elektroniczna rewolucja ostatnich 30 lat nie mogłaby mieć miejsca bez technologi plazmowych. Oddziaływanie plazma-ciało stałe (P-S) (trawienie, odkładanie cienkich warstw) jest ważne z ekonomicznego punktu widzenia produkcji obwodów elektronicznych o wysokiej skali integracji. Należy podkreślić wagę zrozumienie procesów plazmowych i wykorzystania ich potencjału. Powyższe opinie, zadelarowane w 1993 roku w *Physics World* przez R. Gottscho, kierownika jedngo z wydziałów w Labolatorium Bella, są ciągle aktualne.

Utwardzanie powierzchni narzędzi w procesach plazmowego nakładania warstw np. azotku tytanu czy plazmowe modyfikacje powierzchni implantów używanych w chirurgii, to nowoczesne technologie wykorzystujące oddziaływanie P-S [1]. Charakter i stopień modyfikacji powierzchni zależą od rodzaju i stanu fizycznego powierzchni oraz spektrum masowo-energetyczno-kątowego F(m,e,a) ciężkich cząsteczek docierających do niej. Jest to powszechna opinia w środowisku zajmujących się oddziaływaniem P-CS.

W niniejszej pracy przedstawiono przegląd wyników autora z badań oddziaływania jonów plazmy wyładowań jarzeniowych z powierzchnią katody, prezentowanych szerzej na sesji naukowej "Fizyka w zastosowaniach" [2].

I. Introduction

"The electronic revolution of the past 30 years could not have taken place without plasma processing. Plasma processing - the etching, deposition and cleaning of thin films - is essential for economical fabrication of very large-scale integrated electronic circuits. The importance of understanding plasma processing, and fully exploiting its potential, cannot be over emphasised". The above opinion declared by R. Gottscho in *Physics World* in 1993, who is head of a laboratory at Bell Laboratories, is still valid.

The hardening of tool surface by plasma processing, e.g. deposition of titanium-nitride layers, or plasma modification of implant surfaces used in the surgery involves modern technologies using plasma solid-interaction (P-S) [1]. The character and depth of surface modification depend on the type and physical state of the treated surface and mass-energy-angle distribution of heavy particles arriving at it. The above opinion is common among scientists working in the field of the P-S interaction. In this paper a review of the author's research results concerning the interaction of glow discharge plasma ions with the cathode surface are presented. More of these results were presented during the conference "Physics in Application" [2].

II. Typowe układy eksperymentalne stosowane w badaniach oddziaływania P-CS

Na rys. 1. pokazano komorę z tzw. wyładowaniem staoprądowym (DC). Tego typu wyładowania stosowane są w badaniach podstawowych rozpylania ciała stałego plazmą i emisji światła z plazmy.

Katoda znajduje się pod jasno świecącym obłokiem plazmowym na dnie komory. Widać tam płaskie ekrany wprowadzone przez autora do badań wyładowania jarzeniowego [3]. Ekrany ograniczają plazmy do walca podstawę którego stanowi katoda oraz wychwytują rozpylony materiału co zapewnia długą przeźroczność ścianek komory. Ekrany ustawione są we względnej odległości ~ 1 cm. Na odległościach x < 2 cm licząc od katody, rozciąga się obszar niejednorodnej plazmy z silnym polem elektrycznym, jest to obszar tzw. katodowego spadku potencjału U_{cf}. Na odległościach x > 2 cm występuje tzw. poświata ujemna (NG), będąca obszarem niemal jednorodnej plazmy.

Podobną strukturę ma wyładowanie wysokiej częstości (RF) stosowane w subtelnych technologiach plazmowych, gdzie obszarowi spadku katodowego odpowiada tzw. "warstwa", (sheat) a poświacie ujemnej tzw. "obłok plazmowy" (plasma bulk) [3].

W jednorodnej plazmie NG zachodzą procesy tak fizyczne (jonizacja, wzbudzanie do świecenia), jak i reakcje chemiczne, "destrukcji gazu roboczego", za sprawą energetycznych elektronów pompowanych przez pole elektryczne z obszaru "warstwy". W obszarach przykatodowych powstają "agresywne" szybkie ciężkie cząsteczki i jako jony przyspieszone polem elektrycznym warstwy, bądź neutrały powstałe w wymianie ładunku, dochodzą do powierzchni katody lub próbki (podłoża) umieszczonej w jednorodnej plazmie "modyfikując" je. Ostatecznym skutkiem jest trawienie katody lub formowanie cienkich warstw na podłożu.

II. Typical experimental sets used for P-S interaction studies

Fig. 1. shows the photo of a typical direct current (DC) discharge. This type of discharges is commonly used for fundamental studies of plasma-solid sputtering and light emission of plasma.

The cathode is situated

under a bright plasma cloud

at the chamber bottom. The

flat screens, seen there, were

used for thefirst time by the

author to study glow dis-

charge plasma [3]. These

screens limit the plasma to to

cylinder volume, where the

cathode is the base of this

cylinder, and keep sputtered

material: this last role make

possible the long transpar-

ency of the glass chamber

walls. In the presented case

the screens are arranged at

a relative distance of ~ 1 cm.

At a distance x < 2 cm there

occurs a region of inhomo-

geneous plasma with a strong

electric field: that is so-called

"space (CPF) of cathode fall potential U_{cf} ". Over the dis-

tance x > 2 cm we observe

there the region of almost ho-

mogeneous plas-ma space

commonly called "negative

acteristic is the radio fre-

quency discharge (RF) used

in advanced plasma technolo-

gies, where "sheath" and

"plasma bulk" correspond to

both CPF and NG regions

The same structure char-

glow (NG)".



Rys. 1. Fotografia wyładowania stałoprądowego (DC) w azocie z żelazną katodą stosowanego przez autora w badaniach podstawowych wyładowań. Ciśnienie azotu p = 0.12 tor, gęstość prądu wyładowania $j_d = 0.5$ mA/cm²

Fig. 1. Photo of DC discharge created in nitrogen with an iron cathode. This set is used by author in his fundamental studies of discharge. Gas pressure p = 0.12 torr, discharge current density $j_d = 0.5 \text{ mA/cm}^2$

respectively [3].

Physical processes (ionisation, excitation) as well as chemical reactions (destruction of the buffer gas) are initiated in the NG by fast electrons pumped from the CPF space. In the space close to the cathode "aggressive" fast and heavy particles are created and in form of ion accelerated by the electric field or neutrals created in the charge transfer process, arrive at cathode surfaces or substrates placed in the NG plasma and "modify" these.

III. Modelowanie oddziaływania P-CS

Schemat obszaru przykatodowego wyładowania DC, pomocny w teoretycznych rozważaniach zachodzących tam procesów, przedstawiony jest na rys. 2.

III. Modelling of P-S interaction

A scheme of the cathode space of glow discharges, useful in theoretical consideration of processes occurring there is shown in fig. 2.



Rys. 2. Struktura obszaru przykatodowego stałoprądowych wyładowań jarzeniowych Fig. 2. Structure of the cathode space of DC discharges

Elektrony (czynnik pierwotny) jonizują gaz w obszarze ($0 < x < L_{cf}$) katodowego spadku potencjału namnażając się w strumień którego natężenie jest niemal równe natężeniu prądu wyładowania j_d. Jony docierające do katody strumieniem o gęstości f_b rozpylają ją, przy czym z katody odpływa strumień atomów As o gęstości f_{sc}. Miarą rozpylania jest klasyczny współczynnik rozpylania Y_{s,c}, będący stosunkiem liczby atomów rozpylonych do liczby atomów bombardujących Rozpylone atomy po części osiadają wtórnie na katodzie strumieniem o gęstości f_{dep}, dlatego dla rozpylania katody należy przyjąć efektywny współczynnik rozpylania.

$$Y_{ef} = \frac{\phi_{sc} - \phi_{dep}}{\phi_b} \tag{1}$$

Struktura obszaru "warstwy" przykatodowej wyładowań RF jest bardzo podobna do struktury obszaru spadku katodowego wyładowań DC, tej z rys. 2.

Oddziaływanie P-CS stałe składa się z trzech podprocesów: /1/ formowania strumieni szybkich ciężkich cząsteczek plazmy (nieraz "egzotycznych"), /2/ właściwego oddziaływania (implantacja, rozpylanie, reakcje chemiczne na powierzchni), /3/ dyfuzyjnego błądzenia rozpylonego materiału w fazie plazmowej, prowadzącego do depozycji na podłożu. Electrons (the initial agent) ionise gas at space $(0 < x < L_{cf})$ and multiply themselves to a current which is almost equal to the total discharge current. Ions arriving at the cathode surface, in a stream of density f_b , sputter that and flux of sputtered atoms As, of density (f_{sc}) flies out of the cathode. A measure of the sputtering process can be the classical sputtering yield $Y_{s,c} = f_{sc}/f_b$. Sputtered atoms turn back on the cathode surface and can be deposited there at a flux of density fdep. Because of the above process, real sputtering should be repre-sented by the effective sputtering yield

$$Y_{ef} = \frac{\phi_{sc} - \phi_{dep}}{\phi_b} \tag{1}$$

Structure of th cathode sheath of RF discharges is very similar to that of DC discharges shown in fig. 2.

The P-S interaction consists of three characteristic processes: /1/ the production of fluxes of fast heavy particles in the plasma phase (sometimes very "exotic"), /2/ the main interaction (implantation, sputtering, chemical reactions on surface), /3/ diffusive roaming of sputtered material in the plasma phase affecting deposition of various species. ad. /1/ Dla wyładowań DC podproces ten może być modelowany na bazie równania kinetycznego, gdzie rozkład energetyczny F(,e) i średnia energia e_{cav} jonów docierających do katody, liczone są wg formuł [5]:

ad. /1/. In the case of DC discharges this process can be modelled on the basis of kinetic equation, where energy distributions and average energies of ions arriving at the cathode surface can be calculated with the formulae [5]:

$$F(\varepsilon) = const (x) \cdot \exp\left(-\varphi \frac{\varepsilon}{U_{ac}}\right) / \sqrt{\varepsilon/U_{ac}}, \varepsilon_{cav} = \left(\frac{1}{\varphi} - \frac{1}{\exp(\varphi) - 1}\right) U_{ac}$$
(2)

gdzie: *j* jest współczynnikiem zależnym od rodzaju i ciśnienia gazu *p*, gęstości prądu wyładowania *j*_d, napięcia anoda-katoda $U_{ac} \sim U_{cf}$ i zespołu przekrojów czynnych na oddziaływanie cząsteczek.

Gdy gaz jest złożony chemicznie lub wyładowanie jest typu RF, wtedy rozkłady F(m,e) liczy się numerycznie, metodą Monte-Carlo (M-C) [3,6].

ad. /2/. Jeśli moc deponowania energii na katodzie jest na tyle mała, że jej temmperatura jest daleka od temperatury topnienia, wtedy oddziaływanie jonów z powierzchnią katody można rozważać wg teorii klasycznej implantacji, wykorzystując komputerowe symulacje np. program SATVAL [7], i jego późniejsze wersje, czy program SUSPRE IV [8]. W symulacjach takich problemem jest zadeklarowanie tzw. powierzchniowj bariery potencjału, który po częsci został rozwiązany w pracach autora i współpracowników.

ad. /3/. Błądzenie rozpylonych atomów lub "egzotycznych" cząsteczek plazmy warunkują głównie elastyczne zderzenia. Proces ten jest zwykle symulowany metodą M-C.

IV.Eksperymentalne badania oddziaływania P-CS

Oddziaływanie P-S i jego skutki bada się eksperymentalnie metodami spektometrii masowo-energetycznej (ME), w tym siatek hamujących (RG) [9, 10] metodą emisyjnej spektroskopii optycznej (ESO) [3], oraz poprzez pomiar profili wytrawionych kraterów. Spektrometria ME pozwala określić rozkłady masowo energetyczne ciężkich cząsteczek docierających do powierzchni ciała stałego. Natężenie emisji linii l (kwantów *hv*) z warstwy plazmy *Dx* rozważa się wg formuły where: *j* is a parameter dependent on used gas and its pressure, current density, anode-cathode voltage U_{ac} and a set of cross section characteristic of particle/particle interaction in the plasma phase[5].

If the gas is chemically complex or a RF discharge is under consideration, then F(e) distributions are calculated numerically by Monte-Carlo method [3,6].

ad. /2/. If the power of energy deposition on the cathode surface is so small that its temperature is lower than the melting temperature, then the ion-surface interaction can be considered in the light of the classical implantation, and common computer codes such as SATVAL [7] and its late version or SUSPRE IV [8] can be used. A declaration of surface bonding energy is "a hard problem" of the above modelling and that has been resolved partially by the author and collaborators.

ad. /3/. Roaming of sputtered atoms material or "exotic" plasma species is determined by elastic scattering process in the plasma and it is usually modelled by the M-C method.

IV.Experimental studies of P-S interaction

The plasma-solid interaction and its results are experimentally investigated by mass-energy spectrometry (MES), including retarding grids (RG) method [9,10], by emission optical spectrometry (OES) [3] and by the measurement of profiles of modified surfaces (MSP). ME spectrometry allows us to determine the species-energy spectrum of ions impacting a solid surface. The intensity of lines l, i.e. of quanta hv, emitted from the plasma layer Dx in thickness, is usually considered with the formula

$$I(\lambda, x, \Delta x) = geometria \cdot czynnik \cdot środowisko = const \cdot P(\lambda) \cdot \phi(x) \cdot \Delta x$$
(3)

Jeśli zakładamy, że rozpylne atomy wzbudzone są przy opuszczaniu powierzchni wtedy P(l) jest prawdopodobieństwem deekscytacji atomów na jednostkowej drodze a f(x) ich lokalnym strumieniem. Taka interpretacja pozwala na wnioskowanie o przestrzennym rozkładzie atomów migrujących w fazie plazmowej. O skutkach rozpylania najlepiej wnioskować If we assume that the sputtered atoms are excited during their passage through the outer layer of the solid then P(l) is the probability of atom deexcitation at an unique distance, and F(x) is their local flux. The above interpretation allows us to conclude about space distribution of atoms migrating in the plasma phase. The best and simplest way to decide about sputtering z pomiaru profilu zmodyfikowanej powierzchni katody. Na bazie takich wielkości jak: głębokość Dx wytrawionego krateru, jego powierzchnia S_c , strumień f_b cząstek bombardujących, czas ekspozycji Dt, koncentracja n_t atomów katody, określamy efektywny ("zmierzony") współczynnik rozpylania wg formuły

$$Y_m = \frac{\Delta x S_c n_t}{\phi_b \Delta t} \tag{4}$$

V. Przykłady wyników i ich dyskusja

Przykładowe spektra jonów docierających do powierzchni próbki położonej na elektrodzie mocy ("katodzie") w wyładowaniu RF w mieszaninie wodoru i metanu, używanego do modyfikacji powierzchni GaAs, pokazano na rys. 3. is to measure of the profiles of the etched surface. On the basis of the measured values: the depth of the etched crater Dx, its surface S_c , the flux of bombarding particles, the time Dt of exposition of solid to plasma, atom concentration nt of virgin solid, effective (measured) sputtering yields can be determined with the formula

$$Y_m = \frac{\Delta x S_c n_t}{\phi_b \Delta t} \tag{4}$$

V. Sample results and their discussion

Fluxes of ions impacting the surface of a sample placed on the power (cathode) electrode of the RF discharge in an hydrogen-methane mixture are shown in fig. 3. This type of dischargesis used for GaAs surface modification.



Rys. 3. Zmierzone (a) i modelowane (b) strumienie jonów docierających do elektrody wyładowania RF w mieszaninie H_2/CH_4 w funkcji jej składu. p = 0.05 tor, gęstość mocy wyładowania ~ 0.5 W/cm². Dane wzięte z pracy [4] autora

Fig. 3. Measured (a) and simulated (b) ion fluxes arriving at the cathode surface in the RF discharge in the CH_4/H_2 mixture vs its composition, see rep. [4]. p = 0.05 torr, the power density of discharge ~ 0.5 W/cm²

W takich spektrach występują "egzotyczne" jony $C_2H_5^+$, spełniające ważną rolę w "erozji" GaAs. Zadaniem jonów H_3^+ , występujących w dużej ilości, jest usuwanie polimerów formujących się na modyfikowanych powierzchniach. W spektrach widać charakterystyczne nasycanie jonami węglowodorowymi przy wzroście zawartości metanu, będące skutkiem wtórnych reakcji jonow z gazem roboczym. W aplikacjach tego typu wyładowań metan stanowi zazwyczaj kilku procentową domieszkę.

Przykłady rozkładów masowo energetycznych jonów bombardująścych katodę wyładowania jarzeniowego DC pokazane są na rys. 4 i 5. Dla rozkładów takich jest charakterystyczny kształt wykładniczy przewidywany przez teorię, patrz formuła (1). Typowe średnie energie bombardujących jonów są około ~ $0.25 eU_{x}$ We observe there "exotic" ions $C_2H_5^+$, which play a crucial role in the GaAs erosion. The aim of H_3^+ ions appearing in a high percentage is to remove the polymers created on the modified GaAs surface. The above species spectra show characteristic saturation of hydrocarbon ions at arrising methane percentage and that is due to the ion - buffer gas reaction. In applications of this type of discharges, methane is ussually a mixture of of a few per cent.

Sample energy spectra of ions bombarding the DC discharge cathode are shown in fig.'s 4 and 5. These distributions show the characteristic exponential shape foreseen by theory, see formula (1). Typical average current energies bombarding ions are equal to $\sim 0.25 \ eV_{ac}$.


- Rys. 4. Rozkłady energetyczne F(,e) jonów (N_2^+, N^+) uderzających w aluminiową katodę wyładowania w azocie: p = 0.07 tor. Symbole - F(e)zmierzone metodą SH. Linie ciągłe - F(,e) liczone wg formuły (2). $\Delta - j_d \sim 0.05$ mA/cm². $\diamondsuit - j_d \sim 0.1$ mA/cm². $\bigcirc - j_d \sim 0.15$ mA/cm². $+ - j_d \sim 0.2$ mA/cm²
- Fig. 4. Energy spectra F(e) of ions impacting the cathode of N_2/Al discharge. p = 0.07 tor. Symbole F(e) measured by RG method. Solid linese F(e) calculated with formula (2). $\Delta - j_d \sim 0.05 \text{ mA/cm}^2$. $\diamond - j_d \sim 0.1 \text{ mA/cm}^2$. $O - j_d \sim 0.15 \text{ mA/cm}_2$. $+ j_d \sim 0.2 \text{ mA/cm}^2$

Typowe rozkłady zmierzone metodą SME wykazują charakterystyczny brak niskoenergetycznych jonów będący skutkiem rozogniskowującego działania "elektrostatycznego" układu plazma-otwór ekstrakcyjny, co autor wyjaśniał w pracy [11]. Stosunkowo duża względna zawartość jonów N⁺ jest skutkiem małego przekroju czynnego niesymetrycznej wymiany ładunku: N⁺ + N₂ -> N + N₂⁺.

Przy mocach wyładowania rzędu ~ 1W/cm², intesywności *I(l)* linii rozpylonego materiału katody, mierzone tuż przy jej powierzchni (rys. 6), są jak te gazu roboczego. Dla porównania źródła Grima, używane często w ESO ciała stałego, pracują przy mocach ~ 100 W/cm². Wyświecanie przez rozpylony materiał na dużych odległościach jest bardzo słabe, nawet w poświacie ujemnej ($x > 1.1 * L_{cf}$) gdzie wzbudzenia elektronami są bardzo intensywne.

Przykłady przestrzennych rozkładów świecenia cząsteczek plazmy przedstawione są na rys. 7. Dwa maksima w przypadku linii N2⁺(391.4 nm), dla której znane są przekroje czynne na wzbudzenie elektronami i jonami, mają teroretyczne uzasadnienie [3]. Ma-



Rys. 5. Rozkłady F(e) jonów (N_2^+, N^+) uderzających w aluminiową katodę wyładowania w azocie zmierzone metodą SME. p=0.07 tor, $j_d \sim$ 0.2 mA/cm^2 , $U_{ac} = 2070 \text{ V}$

Fig. 5. Fig. 5. Mass-energy spectra of ions impacting the cathode of N_2/Al discharge. p = 0.07tor, $j_d \sim 0.2 \text{ mA/cm}^2$, $U_{ac} = 2070 \text{ V}$

Typical spectra measured by the ME spectroscopy show a characteristic lack of low energy ions and that is due to the defocusing effect of electrostatic plasmaextraction hole lens: this fact was explained in rep. [11]. The relatively high percentage of N⁺ ions is due to a small cross section of asymmetric charge transfer: N⁺ + N₂ -> N + N₂⁺.

If the power density is about ~1 W/cm², then intensities I(l) of lines emitted by the sputtered cathode material, measured at the cathode surface are such as those of the buffer gas (fig 6). For comparision, Grim's light sources, used commonly for the OES of solid, work at powers ~100 W/cm²! The lighting of sputtered atoms at large distances from the cathode is very low, even at the begining of the NG where electron excitation is most intensive.

sample space distributions of light emitted by plasma species are shown in fig. 7. Two maxima of the N2⁺ (391.4 nm) line have a theoretical explanation [4], because the excitation cross section of this line are at our disposal. The maxima of the sputtered material observed at the cathode surface have yet no full theoretical explanation ! xima linii rozpylonego materiału katody obserwowane tuż przy katodzie nie znajdują dotąd pełnego wyjaśnienia.

Przykład "makroskopowych" skutków oddziaływania plazmy z powierzchnię katody przedstawiony jest na rys. 8. Wypukły kształt wyjściowej powierzchni, wyolbrzymiony różnicą w skali osi X i Y, katody to skutek ręcznego polerowania. "Wyspy" to ślady po maskach. Nierówności na strawionej powierzchni katody to "uskoki" na granicy odkrywanych kryształów. Piki na obrzeżach śladów po maskach to wtórnie osadzający się na pionowych ściankach masek rozpylony materiał. Osadzanie to potwierdza przyjmowane



Rys. 6. Ultrafioletowa część spektrum emitowanego przez plazmę obszaru przykatodowego wyładowania $N_2/Fe: p=0.13$ tor, $j_d=0.5 \text{ mA/cm}^2$

Fig. 6. The UV subspectra of light emitted by the cathode sheath plasma. N_2 /Fe discharge: p=0.13 torr, $j_d = 0.5 \text{ mA/cm}^2$

An example of "macroscopic effects" of the P-C interaction is shown in fig. 8. The nonvex shape of the virgin cathode surface, emphasised by the difference between scales of both X and Y axeses, is due to manual polishing. The sharp roughnesses on the etched surface correspond to polycrystalline structure of the cathode bulk. The "islands" correspond to traces left by masks. Characteristic peaks at mask edges are due to backdeposition of the sputtered cathode material on vertical walls of masks. The erection of these peaks confirms the common assumption that ions impact the cathode surface at almost normal direction.



Rys. 7*a*, *b*. Osiowe rozkłady natężenia I(l) linii emitowanych z obszaru przykatodowego wyładowania N_2 /Fe: p=0.13 tor, $j_d = 0.5 \text{ mA/cm}^2$. Linie pionowe wskazują początek poświaty ujemnej

Fig. 7a, b. Axial distributions of intensities I(l) of lines emitted by the cathode space plasma of the N_2/Fe discharge. Vertical lines arrow point at the NG beginning

założenie, że jony uderzają w powierzchnię katody niemal wzdłuż normalnej do niej.

Typowe rozkłady energetyczno-kątowe F(e,a) rozpylonych atomów (rys. 9), niewiele zależą od rodzaju i energii bombardujących jonów. Średnie energie tych atomów wynoszą kilka eV-ów. A typical energy-angle distributions of sputtered atoms (fig. 9), do not depend much on the type and energy of bombarding ions. Average energies of those atoms are usually equal to a few eV.



Rys. 8. Profil powierzchni katody żelaznej po jej ekspozycji w wyładowaniu w neonie. p = 0.13 tor. $j_d = 0.5$ mA/cm². Czas ekspozycji Dt = 24 h

Fig. 8. Surface profile of the Fe cathode after its exposition into plasma. Ne/Fe discharge: p = 0.13 torr, $j_d = 0.5 \text{ mA/cm}^2$, exposition time Dt = 24 h

Typowe koncentracje $n_s(x,r)$ rozpylonych atomów (rys. 10) wykazują maksima w pewnej odległości od katody i są znacznie mniejsze od koncentracji gazu roboczego! Maksima te można kojarzyć z maksimami świecenia rozpylonych atomów (rys. 7). Brak przekrojów czynnych na wzbudzanie atomów metali jonami gazów nie pozwala na dokładną teoretyczną weryfikację tego kojarzenia.



Rys. 9. Rozkłady F(e,a) atomów Fe rozpylonych do fazy plazmowej wyładowania w azocie symulowane programem SATVAL. p = 0.12 tor. $j_d = 0.5 \text{ mA/cm}^2$

Fig. 9. Energy-angle distribution of sputtered Fe atoms simulated with SATVAL code. N_{2} /Fe discharge: p = 0.12 torr, $j_{d} = 0.5$ mA/cm²

W tab.1 zestawiono podsumowujące wyniki oddziaływania plazmy azotowej i neonowej z żelazną katodą. Widać, że klasyczne współczynniki rozpylania $Y_{s,c}$ żelaza znacznie odbiegają od współczynników zmierzonych Y_m , szczególnie w przypadku wyładoTypical concentrations of sputtered atoms in the plasma phase (fig. 10) show maxima at certain distance from the cathode and are much lower then those of the buffer gas. These maxima could be associated with maxima of line emission of the sputtered atoms (fig. 7). A lack of cross sections of the gaseous ionsmetallic atoms excitation prevent exact theoretical verification of this association.



Rys.10. Symulowane rozkłady koncentracji $n_s(x,r)$ atomów Fe w fazie plazmy. a) Wyładowanie w azocie: p = 0.11 tor, $n(N_s) = 4*10^{15}$ cm⁻³

Fig. 10. Simulated space concentration distribution of Fe atoms roaming in the plasma phase. N_2 /Fe discharge: p = 0.11 torr, $n(N_2)=4*10^{15}$ cm⁻³, $j_d = 0.5$ mA/cm²

Particular results of the interaction of both neon and nitrogen plasmas with the iron cathode are presented in table 1. We can see that classical sputtering yields $Y_{s,c}$ are far from the measured yields Y_m , particularly in the case of nitrogen plasma. However,

wania w azocie. Jednak korekcja współczynnika rozpylania azotem, uwzględniająca wtórne osadzanie (wzór (1)), daje w miarę dobrą zgodności współczynników liczonego i zmierzonego. Dla rozpylania plazmowego jest charaterystyczny stan rónowagi pomiędzy strumieniem bombardujących jonów (np. N⁺) a strumieniem rozpylonych atomów tego gatunku, (np. N), które wcześniej zostały zaimplantowane. Silna emisja linii rozpylonego materiału, silna wzg. emisji linii gazu roboczego, szczególnie w przypadku wyładowania w azocie, nie znajduje dotąd pełnego wyjaśnienia. Porównanie relacji, np. $(Y_{s,c}(Fe)/Y_{s,c}(N))$ pomiędzy współczynnikami rozpylania wyjściowego materiału tarczy i zaimplantowanych atomów gazu buforowego, a intensywnościami emitowanych linii widmowych, np. I(l)nFe)/I(N), ostrzega przed łatwym wyciąganiem wniosków o rozpylaniu na podstawie zmierzonych intensywności I(l).

W komunikacie zaprezentowano po części wyniki powstałe we współpracy autora z następującymi osobami: prof. J. Sielanko (UMCS), prof. J. Sullivanem (Aston University), mgr. R. Layberry (Aston University) i mgr, J. Herea (UMCS). a correction of sputtering yields, taking into consideration a backdeposition of the cathode material make both $Y_{s,c}$ and Y_m yields close. The equality of fluxes of both the bombarding atoms (e.g. N in form of N_2^+ ions) and those sputtered (e.g. native atoms N early implanted) is characteristic of steady-state discharges. This fact allows us to decide exactly about flux intensity of the sputtered native atoms and eventually verify the experimental results of the sputtering process in the light of formula (3).

The strong emission of the sputtered atoms of cathode material, strong in relation to the mission of all species of buffer gas, particularly in the case of nitrogen plasma, has not yet been successfully explained. Disagreement about the relation between sputtering yields of both cathode atoms and implanted buffer gas atoms and intensities of emitted lines of these species, see tab.1, warns us against easy conclusions about sputtering on the basis of measured line intensities.

The results presented in this paper have been worked out in close collaboration of the author with Prof. J. Sielanko (UMCS), Prof. J. Sullivan, (Aston University) Mr. R. Layberry (Aston) and mgr. J. Herea (UMCS).

Discharge set	Ne/Fe	N ₂ /Fe
<i>p</i> [torr]	0.14	0.13
$j_d [mA / cm^2]$	0.5	0.5
U_{ac} [V]	2800	3150
ε_i [eV]	742 (Ne ⁺)	$370 (N^+), 739 (N_2^+)$
Y _m [nm/sec, atom/ion]	0.3055, 0.829	0.16, 0.212
Y _{s.c.} (SUSPRE) [atom/ion]	0.726	0.373
Y _{sc} ,(SATVAL)[atom/ion]	0.68	0.48
Y _{s,ef} (SATVAL)[atom/ion]		0.178
Y _{s,other} [atom/ion]	1.0 - Matsunami [12]	0.73 - Matsunami [12]
	0.8 - Almen [12]	0.43 - Bader [12]
$Y_{s,c}(\mathrm{Ti})/Y_{s,c}(\mathrm{N})$	-	~ 0.26
<i>I</i> (Fe: 399.8 nm) [a. u.]	0.06	5
<i>I</i> (N ₂ ⁺ :391.4 nm) [a. u.]	-	7
<i>I</i> (N:~ 648.4 nm) [a. u.]	-	0.02
<i>I</i> (Ne: 585.2 nm) [a. u.]	2.1	-

IUU. I.

References

- Czarnkowska E., Wierzchoń T., Maranda-Niedbała A., Kaczmarewicz E., J. Mater. Sci. Mat. Med. vol. 11 (2000) 73.
- [2] III Sesja Naukowa: "Fizyka w zastosowaniach", organizowana przez Lubelskie Oddziały PANu i PTFu, Lublin, czerwiec 2001.
- [3] Wronski Z., J. Phys. D:, Appl. Phys., vol. 33, (2000) 414.
- [4] Layberry R.L., Wronski Z., Pearce C.G., Sullivan J.L., J. Phys. D:, Appl. Phys., 32 (1999) 1857.
- [5] Wronski Z., J. Phys. D:, Appl. Phys., vol. 27 (1994) 533.
- [6] Wronski Z., Vacuum, vol. 42 (1991) 635.
- [7] Sielanko J., Szyszko W., Nucl. Instrum. Methods, vol. 16, (1986) 240.
- [8] Webb R.P., Wilson J.H., Proc. 2nd Int. Conf. Simulation of Semiconductor Devices and Processes, Swansea UK (1986).
- [9] Wronski Z., Vacuum, vol 36 (1986) 329.
- [10] Wronski Z., Pi3at M., Vacuum, vol. 38 (1988) 547.
- [11] Wroński Z., Murlak-Stachura H., Vacuum, vol. 49 (1998) 97.
- [12] Matsunami N., et. al., Atomic Data. Nucl. Data Tab. vol. 31 (1984) 1.

Dr Zdzisław Wroński

Instytut Fizyki UMCS PI. Marii Curie-Sklodowkiej 1 20-031 Lublin

PRECYZJA POMIARU ILORAZU M/E METODĄ DWUHALLOTRONOWĄ W SPEKTROMETRZE MAS Z WYBIERANIEM MAGNETYCZNYM

PRECISION M/E RATIO MEASUREMENT BASED ON TWO HALL PROBES METHOD IN A MAGNETICALLY SCANNED MASS SPECTROMETER

W pracy zostało przedstawione urządzenie do identyfikacji rodzaju prądu jonowego w spektrometrach z wybieraniem magnetycznym. W spektrometrach tego typu iloraz m/e jest wprost proporcjonalny do kwadratu indukcji magnetycznej. W opisanym urządzeniu sygnał napięciowy będący miarą ilorazu m/e został uzyskany za pomocą dwóch hallotronów umieszczonych w szczelinie elektromagnesu. Wyniki badań eksperymentalnych potwierdzają korzystne właściwości metrologiczne (precyzję) opracowanego urządzenia.

In this paper the device for identification of the ion beams in a magnetically scanned mass spectrometer is considered. For mass spectrometers with magnetic scanning the m/e ratio is directly proportional to the square of the magnetic field strength. In the device described a voltage signal precisely matching the ratio m/e is obtained by means of two Hall probes placed into the gap of the electromagnet. Results of the experimental testing confirm the advantageous metrological properties (precision) of the recently developed device.

1. Wprowadzenie

W celu wyznaczenia widma mas za pomocą spektrometru mas z wybieraniem magnetycznym należy zmierzyć iloraz m/e i natężenie prądu jonowego. Poniższe równanie opisuje iloraz m/e w zależności od indukcji magnetycznej B, napięcia przyśpieszającego V_i oraz promienia trajektorii jonów r.

$$\frac{m}{e} = \frac{r^2 B^2}{2V_i} \tag{1}$$

Zakładając stałą wartość napięcia przyśpieszającego jony V_i , iloraz m/e jest wprost proporcjonalny do kwadratu indukcji magnetycznej:

$$\frac{m}{e} = CB^2 \tag{2}$$

W pracy przedstawiono rozważania teoretyczne i wyniki badań eksperymentalnych nowego urządzenia do pomiaru ilorazu m/e wykorzystującego dwa hallotrony [1]. Zastosowano hallotrony KSY 14 (Sie-

Introduction

To determine a mass spectrum with help from a magnetically scanned mass spectrometer m/e ratio and corresponding its ion current should be measured. The following equation relates m/e with strength of magnetic field, B, the acceleration voltage, V_i , and the radius of ion trajectory, r:

$$\frac{m}{e} = \frac{r^2 B^2}{2V_i} \tag{1}$$

Assuming a constant value of the ion acceleration voltage V_i , the m/e ratio is directly proportional to the square of the magnetic field strength:

$$\frac{m}{e} = CB^2 \tag{2}$$

where C is constant.

The paper describes theoretical considerations and the results of experimental research with a new device for m/e ratio measurement based on two Hall probes [1]. We applied ion-implanted Hall probes in a momens), wykonane metodą implantacji jonów na podłożu arsenku galu oraz bardzo precyzyjne wzmacniacze operacyjne AD548 (Analog Devices).

2. Analiza teoretyczna

Rozważmy układ przedstawiony na rysunku 1. Dwa izolowane elektrycznie hallotrony są umieszczone równolegle pomiędzy biegunami elektromagnesu w celu zapewnienia identycznej indukcji magnetycznej. no-crystalline GaAs material KSY 14 (Siemens), and very precise operational amplifiers AD548 (Analog Devices).

2. Theoretical analysis

Let us consider the circuit diagram shown in figure 1. Two electrically insulated Hall probes are placed in parallel between the magnet poles to fulfil the requirement of identity of the magnetic field strength.



Rys. 1. Schemat układu do pomiaru ilorazu m/e w spektrometrze mas z wybieraniem magnetycznym Fig. 1. Schematic diagram for m/e ratio measurement in magnetically scanned mass spectrometer

Zakładając, że użyte wzmacniacze operacyjne są idealne (nieskończone wzmocnienie w otwartej pętli oraz impedancja wejściowa), poniższe równania umożliwiają opis matematyczny układu:

$$I_I = \frac{V_{REF}}{R_I} \tag{3}$$

$$V_1 = S_1 I_1 B \tag{4}$$

$$I_2 = \frac{V_1}{R_2} \tag{5}$$

$$V_2 = S_2 I_2 B \tag{6}$$

gdzie S_{p} , S_{2} są czułościami hallotronów H_{p} , i, H_{2} odpowiednio.

W efekcie natężenie prądu wyjściowego I_2 , oraz napięcie V_2 można zapisać w następującej postaci:

$$I_2 = \frac{S_1 V_{REF}}{R_1 R_2} B \tag{7}$$

$$V_2 = \frac{S_1 S_2 V_{REF}}{R_1 R_2} B^2$$
 (8)

Assuming that the applied operational amplifiers are ideal (infinite open loop gain and input impedance [2]) the following equations are used for the mathematical description of the circuit:

$$I_1 = \frac{V_{REF}}{R_1} \tag{3}$$

$$V_I = S_I I_I B \tag{4}$$

$$I_2 = \frac{V_1}{R_2} \tag{5}$$

$$V_2 = S_2 I_2 B \tag{6}$$

where S_1 , S_2 are sensitivities of Hall probes H_1 and H_2 , respectively.

In this way a final expressions for the output current I_{2} , and voltage V_{2} can be written in the following forms:

$$I_2 = \frac{S_I V_{REF}}{R_I R_2} B \tag{7}$$

$$V_2 = \frac{S_1 S_2 V_{REF}}{R_1 R_2} B^2$$
 (8)

co oznacza, zgodnie z równaniem (2), że napięcie V_2 jest wprost proporcjonalne do ilorazu *m/e* w spektrometrze mas z wybieraniem magnetycznym.

Transmitancja układu, określona jako iloraz napięcia wyjściowego V_2 i kwadratu indukcji magnetycznej *B*, jest równa:

$$\frac{V_2}{B^2} = \frac{S_1 S_2 V_{REF}}{R_1 R_2}$$
(9)

Względny błąd transmitancji określa wyrażenie:

$$\frac{\Delta V_2}{B^2} = \frac{\Delta S_1}{S_1} + \frac{\Delta S_2}{S_2} + \frac{\Delta V_{REF}}{V_{REF}} + \frac{\Delta R_1}{R_1} + \frac{\Delta R}{R_2}$$
(10)

3. Wynik badań eksperymentalnych

Pomiary napięć i prądów przeprowadzono dla wybranych punktów układu. Hallotrony zostały umieszczone w szczelinie elektromagnesu spektrometru mas MI-1305. Maksymalny prąd zasilający dla hallotronów KSY14 jest równy 7mA.

Dla ustalonej wartości napięcia referencyjnego, napięcie wyjściowe pierwszego hallotronu jest wprost proporcjonalne do indukcji magnetycznej *B*, co przedstawia rysunek 2 i opisuje równanie (4).

Rysunek 3 ilustruje powtarzalność charakterystyki V1/B pierwszego hallotronu. Względny błąd jest mniejszy niż 0.2%. Optymalna wartość napięcia referencyjnego jest równa V_{ref} =3.5V.



Rys. 2. Zależność napięcia wyjściowego pierwszego hallotronu od indukcji magnetycznej dla wybranych napięć referencyjnych

Fig. 2. Dependence of the first Hall probe output voltage on the intensity of magnetic field, at four selected reference voltages

Prąd wyjściowy wzmacniacza operacyjnego OA2 steruje drugim hallotronem. W efekcie otrzymuje się napięcie wyjściowe drugiego hallotronu V_2 , propor-

which means that, according to equation (2), V_2 , is directly proportional to the m/q ratio in magnetically scanned mass spectrometer.

The transmittance of this circuit describing the ratio of output voltage, V_2 , to square of magnetic field strength, *B*, can be determined:

$$\frac{V_2}{B^2} = \frac{S_1 S_2 V_{REF}}{R_1 R_2}$$
(9)

The total relative error of transmittance can be estimated by the following formula:

$$\frac{\Delta V_2}{B^2} = \frac{\Delta S_1}{S_1} + \frac{\Delta S_2}{S_2} + \frac{\Delta V_{REF}}{V_{REF}} + \frac{\Delta R_1}{R_1} + \frac{\Delta R}{R_2}$$
(10)

3. Result of experimental research

The measurements of voltages and currents performed at selected circuit terminals have been of above described device. The Hall probes were placed in the gap of electromagnet of mass spectrometer type MI-1305. The maximum supply current for applied Hall probes KSY14 was less than 7mA.

For constant reference voltage the output voltage of the first Hall probe directly proportional to the strength of the magnetic field B as it is shown in fig. 2 and described by equation (4).

Figure 3 shows precision for the first Hall probe characteristic V1/B. The relative error is less than 0.2%. The best value of reference voltage is V_{ref} =3.5V.



- Rys. 3. Ilorazu odchylenia standardowego i wartości średniej dla zależności V₁/B w funkcji napięcia referencyjnego.
- Fig. 3. Ratio of standard deviation to average for V_{I} B dependence as a function of reference voltage

The output current of the second operational amplifiers controls the second Hall probe. In results the output voltage, $V_{,v}$ of the second Hall probe proporcjonalne do kwadratu indukcji magnetycznej (rysunek 4). Zakres indukcji magnetycznej, przedstawiony na rysunku 4, odpowiada wartościom *m/e* w przedziale 2-208 Daltonów, co stanowi znaczne rozszerzenie w porównaniu z urządzeniem opisanym w pracy [1].



- Rys. 4. Zależność napięcia wyjściowego drugiego hallotronu od indukcji magnetycznej, dla wybranych napięć referencyjnych
- Fig. 4. Dependence of the output voltage of second Hall probe on the intensity of the magnetic field, at four selected reference voltages.

Minimalny błąd względny pomiaru m/e (rys. 5) odpowiada wartości $V_{REF} = 3.5V$. Jest to optymalny punkt pracy całego układu.

4. Wniosek

Rezultaty badań eksperymentalnych potwierdzają wysoką precyzję ostatnio opracowanego urządzenia. Jest ono proste i wygodne w obsłudze. Niski pobór mocy umożliwia zastosowanie zasilania bateryjnego. tional to the square of magnetic field strength has been obtained (fig. 4). The whole range for the magnetic field given in figure 4 corresponds to m/e values from 2-208 Daltons which is wider that in the device described previously [1].



- Rys. 5. Ilorazu odchylenia standardowego i wartości średniej dla zależności V₂/B₂ w funkcji napięcia referencyjnego
- Fig. 5. Ratio of standard deviation to average for V_2/B_2 dependence as a function of reference voltage

Minimum relative error of m/e measurement is identified at $V_{REF} = 3.5V$. This is optimum working point of the measurement system.

4. Conclusion

Results of the experimental testing confirm the advantageous precision of the recently developed device. The circuit is simple and convenient in operation. Its low power consumption allows that it may be used in battery operated system.

References

- [1] S. Halas, J. Sikora : *Precise m/e monitoring in a magnetically scaned mass spectrometer by using two Hall probes*, J.Phys. E :Sci. Instrum. 20, (1987), 110-113.
- [2] Ulrich Tietze, Christoph Schenk, Halbleiter-Schaltungstechnik, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, 1985.

Dr inż. Jarosław Sikora Katedra Automatyki i Metrologii Politechnika Lubelska ul. Nadbystrzycka 38a 20-618 Lublin e-mail: jareks@elektron.pol.lublin.pl

AKREDYTACJA LABORATORIÓW - WYMÓG NAUKI I RYNKU

ACCREDITATION OF LABORATORIES - SCIENCE AND MARKET REQUIREMENTS

W pracy przedstawiono zagadnienia związane z akredytacją laboratoriów badawczych i/lub wzorcujących według normy ISO/IEC 17025:1999. Wymagania związane z akredytacją laboratorium są sprawdzonym narzędziem doskonalenia zarządzania laboratorium i wiarygodności uzyskiwanych wyników. Z punktu widzenia klientów fakt akredytowania jest jednoznaczną informacją, że laboratorium jest kompetentne w zakresie akredytowanych usług i dzięki temu ma szansę na zwiększenie ilości zleceń. Z naukowego punktu widzenia standaryzacja badań/ wzorcowań wynikająca z akredytacji podnosi rzetelność rezultatów prac naukowych i umożliwia porównywanie uzyskanych wyników pomiędzy różnymi laboratoriami.

The problem of accreditation system of testing and/or calibration laboratories according to ISO/IEC 17025:1999 standard is presented in the paper. Requirements referring to the laboratory accreditation are a verified tool for improving laboratory management and reliability of the results. From customer point of view accreditation is a clear and fully recognised confirmation that the laboratory is qualified to carry out accredited services. Owing to that fact it has a great chance to increase the number of orders. From scientific point of view standardisation of testing/ calibration resulting from the accreditation increases the reliability of the results of scientific papers and allows to compare the results between various laboratories.

Przemiany w polskiej gospodarce, które przyniosły ostatnie lata pociągają za sobą konieczność zmiany sposobu myślenia i postępowania kadry kierowniczej. Zwiększanie produkcji przestało być kluczowym problemem, natomiast wzmożony wysiłek producentów zaczyna iść w kierunku jakości i konkurencyjności produktów.

Przemiany w gospodarce nie ominęły wyższych uczelni i instytutów naukowych. Z jednej strony coraz mniejszy, sprowadzony do absurdu, budżet przeznaczany na naukę. Z drugiej, mniejsze zainteresowanie przemysłu współpracą ze środowiskami naukowymi.

Nie analizując przyczyn wspomnianych powyżej zjawisk, można zaryzykować tezę, że jednym z powodów ograniczenia współpracy pomiędzy środowiskami nauki i biznesu jest nieprzystosowanie uczelnianych i instytutowych laboratoriów do praw rynku. Czasami można odnieść wrażenie, że laboratoria nie nadążają za wymaganiami jakie są już standardem w zakładach przemysłowych. I nie chodzi tu tylko o wyposażenie w aparaturę pomiarową. Transformations in Polish economy that have been occurring during the last years need to be necessarily followed by modifying the way of thinking and operating of the managers. A tendency to increase production seems not to be a key issue any more, and nowadays the most intensive efforts are directed towards improving the quality and competitiveness of the products.

Transformations in the economy concern also universities and scientific institutions. The main problem they must face is, from one hand extremely low budget set apart for the science, and from the other limited industry interest in co-operating with scientific environment.

When not analysing the reasons for circumstances mentioned above, it might be stated that one of the factors affecting the co-operation between business and science environments is that the laboratories situated within universities and institutes are not properly adjusted to market rules. One can be under impression that the laboratories could hardy cope with and meet the requirements that have already been regarded as a standard in many industrial plants, and their inappropriate provision with measuring equipment is supposed not to be the most important matter in that case. Coraz więcej firm posiada wdrożony i certyfikowany system zarządzania jakością zgodny z wymaganiami norm ISO 9000. Laboratoria w tych firmach są akredytowane zgodnie z normą EN 45001 [3] i przewodnikiem ISO Nr 25 [11] lub normą (która zastąpiła poprzednie standardy) ISO/IEC 17025 [9]. Nie dotyczy to niestety zdecydowanej większości laboratoriów naukowych. Tylko nieliczne z nich, głównie z instytutów branżowych, mogą poszczycić się akredytacją.

Celem niniejszego artykułu jest przybliżenie zagadnień związanych z akredytacją laboratoriów, a także wykazanie konieczności podjęcia tego wyzwania.

Jakość, certyfikacja, akredytacja

Jednym z kluczowych i coraz ważniejszych atrybutów każdego wyrobu jest jego jakość. Istnieje wiele definicji jakości [12]. Norma ISO 8402: 1994 definiuje **jakość** jako ogół właściwości wyrobu lub usługi wiążących się z jego zdolnością do zaspokojenia potrzeb klienta stwierdzonych i oczekiwanych [4], natomiast norma ISO 9000:2000 jako stopień w jakim zestaw naturalnych właściwości spełnia wymagania [5]. Istotnym warunkiem osiągnięcia sukcesu na rynku jest umiejętność właściwego ustalenia wymagań jakie powinien spełniać dany wyrób.

Problematyka odpowiedniej jakości wyrobów (w tym usług świadczonych przez laboratoria) od wielu lat jest przedmiotem dyskusji wielu środowisk zarówno akademickich jak i przemysłowych. Efektem tego jest opracowanie narzędzi mających na celu zapewnienie jakości, zarządzanie jakością, zarządzanie informacją czy wreszcie zarządzanie wiedzą [12]. Takimi narzędziami (związanymi z zarządzaniem jakością) są normy ISO serii 9000. Wymagania norm serii ISO 9000 są uniwersalne i odnoszą się do wszystkich organizacji (w tym do laboratoriów, uczelni i instytutów naukowych) niezależnie od tego co jest ich wyrobem (wyrób materialny czy usługa). Spełnienie wymagań zawartych w normie ISO 9001:2000 potwierdzane jest certyfikatem wydawanym przez niezależną i cieszącą się renomą organizację.

Specjalnie dla laboratoriów badawczych i wzorcujących opracowano system ich *akredytacji* (norma ISO/IEC 17025 [9]) mający zapewnić wysoką jakość świadczonych przez nie usług.

Różnice semantyczne w odniesieniu do pojęć certyfikacji i akredytacji przedstawione są w Tabeli 1.

Pojęcie certyfikacji nie odnosi się oczywiście tylko do systemów zarządzania jakością. Tak samo akredytacja nie dotyczy tylko laboratoriów. Na przykład Number of firms that have already implemented and certified the quality management system consistent with the requirements of ISO 9000 standard is continuously increasing. Laboratories situated within such firms are given accreditation according to EN 45001 standard [3] and ISO guide No. 25 [11] or ISO/IEC 17025 standard (which replaced previous standards) [9]. Unfortunately, the majority of scientific laboratories are in a completely different position, as there are only a few of them, located mainly at branch institutes that have been officially recognised so far.

The aim of the paper is to draw attention to the issues related to laboratory accreditation, and to point out the necessity to take appropriate measures towards increasing number of accredited laboratories.

Quality, certification, accreditation

The quality, which becomes one of the key features of each product, may be defined in many different ways [12]. ISO 8402: 1994 standard defines the **quality** as totality of characteristics of an entity that bear on its ability to satisfy states and implied needs [4], while according to ISO 9000:2000 standard - it is an extent to which a set of natural features is able to meet the requirements [5]. A success on the market is significantly conditioned by a proper examination of the ability to determine requirements that should be met by a given product.

A discussion on the issues related to the product quality (including laboratory services) have been carried out for many years within academic and industrial environments and resulted in preparing tools, aim of which is to ensure quality, quality management, information management and knowledge management [12]. The examples of such tools (related to quality management) can be ISO 9000 standards. The requirements of ISO 9000 standards are universal and apply to all organisations (including laboratories, universities and scientific institutions) no matter what activity they are involved in (manufactured article or service). Meeting the requirements presented by ISO 9001:2000 standard is confirmed by a *certificate* issued by an independent and well-known organisation.

Testing and calibration laboratories have to comply with a certain system of *accreditation* (standard ISO/IEC 17025 [9]), prepared to ensure high quality of their services.

The semantic differences between certification and accreditation are presented in Table 1.

The idea of certification does not apply just to the systems of quality management, whereas accreditation does not refer only to laboratories. For example w środowisku akademickim coraz większego znaczenia nabiera akredytacja uczelni lub wydziałów uczelni [13]. within academic environment there is a significant need to accredit a whole university or its departments [13].

Tabela 1. Różnice w znaczeniu pojęć certyfikacja i akredytacja

Tabla 1	Difformance	hatwaan	antification	and	accuraditation
<i>Tuble</i> 1.	Differences	Derween	certification	ana	accreananon

Certification	is a procedure, as a result of which	third party	issues written statement	that	a product, process or service	comply	with given requirements
Accreditation		entitled unit	officially admits	ullat ·	organisational unit or person	are qualified	to carry out particular activities

Wyrób laboratorium

Warto w tym miejscu zastanowić się co jest wyrobem laboratorium. W większości laboratoriów można wyróżnić trzy podstawowe wyroby: badanie, wzorcowanie i doradztwo.

Ważne dla omawianej problematyki jest rozróżnienie pojęć badanie i wzorcowanie. Badanie jest to działanie techniczne, które polega na określeniu, zgodnie z ustaloną procedurą, jednej lub wielu właściwości albo możliwości danego wyrobu, materiału, sprzętu, organizmu, zjawiska fizycznego, procesu lub usługi [11]. Natomiast wzorcowanie (kalibracja) jest to zbiór operacji, za pomocą których ustala się, w określonych warunkach, zależności między wartościami wskazanymi przez przyrząd pomiarowy lub układ pomiarowy, albo wartościami reprezentowanymi przez wzorzec miary lub materiał odniesienia, a odpowiadającymi im wartościami wielkości, realizowanymi przez wzorzec odniesienia [11]. Dlatego w zależności od realizowanych wyrobów laboratoria można podzielić na badawcze i/lub wzorcujące.

O ile obydwa powyższe wyroby nie budzą zwykle żadnych zastrzeżeń, o tyle usługa doradztwa klientowi jest często marginalizowana. A przecież dosyć często się zdarza, że do laboratorium trafiają klienci, którzy nie wiedzą dokładnie jakie badania/wzorcowania należy wykonać (choćby ze względu na różnorodność metod jakimi można uzyskać dany wynik). W takim przypadku pracownik laboratorium powinien dowiedzieć się jak najwięcej o celu wykonywania badań/wzorcowań i na tej podstawie zaproponować klientowi najkorzystniejsze dla niego rozwiązanie. Ostateczna decyzja należy do klienta, ale powinien on zdawać sobie sprawę z zalet i ograniczeń oraz kosztów związanych ze stosowanymi metodami.

Laboratory product

A product of the laboratory should be well recognised. The majority of laboratories are involved in one of the following activities: testing, calibration and advisory.

The problems under discussion will be probably better understood if explanations of *testing* and *calibration* are given. *Testing* is a technical activity that is based on evaluating, according to a certain procedure, one or more features or abilities of a product, article, equipment, organism, physical phenomenon, process or service [11]. On the other hand *calibration* is a set of operations, aimed at determining, under given conditions, the relations between values indicated by a measuring instrument or meter circuit, or values represented by a measurement standard or reference material, and corresponding values, accomplished by the reference standard [11]. Therefore laboratories can be divided into testing and/or calibration, as depending on the products they generate.

Both products mentioned above are usually beyond all questions, whereas attention paid to the advisory service is often unsatisfactory. The customers of the laboratory are not always fully acquainted with the kind of testing/calibration need to be done (for example with regard to a number of different methods that may be used to obtain a given result) and in such a case the laboratory worker should be obliged to find out as many details as possible about the aim of testing/calibration and suggest the most appropriate solution. The final decision is up to the customer, who must be, however, aware of all advantages, limits and costs of the methods to be applied.

System zapewnienia jakości (ISO 9001/2:1994) a akredytacja laboratorium

Jak wcześniej wspomniano akredytacja laboratoriów badawczych i wzorcujących opiera się o normę: ISO/IEC 17025: 1999. *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących [9]*. Norma ta zastąpiła dwa standardy: normę EN 45001: 1989 "Ogólne kryteria działania laboratoriów badawczych" [3] i Przewodnik ISO/IEC 25: 1990 "Wymagania ogólne dotyczące kompetencji laboratoriów pomiarowych i badawczych" [11]. Nadal natomiast przy wdrażaniu systemu należy brać pod uwagę normę ISO 10012-1: 1992 "Wymagania dotyczące zapewnienia jakości wyposażenia pomiarowego. System potwierdzenia metrologicznego wyposażenia pomiarowego" [8].

Norma ISO/IEC 17025 związana z akredytacją laboratoriów została tak skonstruowana aby spełnienie jej wymagań było automatycznie spełnieniem wymagań normy ISO 9001 lub ISO 9002 [6]. Niestety dotyczy to tylko edycji norm ISO 9000 z 1994, a więc nie ma odniesienia do normy ISO 9001 z 2000 roku [7]. Tak więc można uznać, że laboratorium, które zostało akredytowane zgodnie z normą ISO/IEC 17025 posiada certyfikat zgodności z ISO 9001/2:1994.

Z nieco odmienną sytuacją mamy do czynienia gdy laboratorium jest certyfikowane na zgodność z którąkolwiek normą ISO 9000 (niezależnie od edycji) natomiast nie posiada akredytacji. Certyfikat taki nie jest potwierdzeniem kompetencji w uzyskiwaniu merytorycznie istotnych danych i wyników [9].

Wymagania akredytacji

Wymagania dotyczące akredytacji laboratoriów zawarte w normie ISO/IEC 17025 mają charakter uniwersalny [9]. Oznacza że odnoszą się do wszystkich laboratoriów niezależnie od:

- rodzaju prowadzonych badań/wzorcowań,
- struktury organizacyjnej (czy laboratorium jest jednostką samodzielną czy też stanowi część większej struktury),
- wielkości laboratorium (ilości pracowników i liczby prowadzonych badań/wzorcowań),
- czy laboratorium stosuje znormalizowane badania/wzorcowania czy też metody nieznormalizowane (np. opracowane w danym laboratorium).

Norma nie zawiera natomiast wymagań dotyczących zgodności z wymaganiami prawnymi oraz zapewnieniem bezpieczeństwa.

Wymagania zawarte w normie można podzielić na dwie grupy (Tabela 2). Pierwszą z nich są wymagania dotyczące sposobu zarządzania laboratorium. Jest do-

Quality assurance system (ISO 9001/2:1994) and laboratory accreditation

As it has been mentioned above accreditation of testing/calibration laboratories is based on ISO/IEC 17025: 1999 standard. *General requirements for competence of testing and calibration laboratories* [9], which replaced two previous standards: EN 45001: 1989 "General criteria for the operation of testing laboratories" [3] and Guide ISO/IEC 25: 1990 "General requirements for the technical competence of testing laboratories" [11]. However, when implementing the system, ISO 10012-1: 1992 standard "Quality assurance requirements for measuring equipment. Metrological confirmation system for measuring equipment "[8] must be still taken into consideration.

The way ISO/IEC 17025 standard that is related to laboratory accreditation has been worked out allows to meet not only its requirements but also to fulfil the needs of the other standards: ISO 9001 or ISO 9002 [6]. Unfortunately applying only to the edition of ISO 9000 standard of 1994 this cannot be the case for ISO 9001 standard of 2000 [7]. It may be then assumed, that laboratory that has been accredited according to ISO/IEC 17025 standard holds also a certificate that is in compliance with ISO 9001/2:1994 standard.

There is a little bit more different situation when laboratory is certified to be consistent with one of ISO 9000 standards (no matter what its edition was) but it does not possess the accreditation. Such a certificate does not confirm the competency to obtain neither data nor results that are essentially significant [9].

Accreditation requirements

The requirements referring to laboratory accreditation contained in ISO/IEC 17025 standard are universal [9], what means they apply to all laboratories, with no regard to:

- kind of testing/calibration,
- organisational structure (whether laboratory is an independent unit or a part of a structure),
- laboratory size (number of staff workers and number of testing/calibration works),
- application of standardised testing/calibration or non-standardised methods (for example prepared in a given laboratory).

The standard does not define the requirements referring to the compatibility with law regulations or safety issues.

The requirements presented by the standard may be divided into two groups (Table 2): 1) requirements applying to the way of laboratory management; the stosowany do specyfiki laboratorium, system zapewnienia jakości zawarty w normach ISO serii 9000 z 1994 roku. Druga grupa dotyczy technicznej strony funkcjonowania laboratorium. Tak więc system zapewnienia jakości został uzupełniony o wymagania odnoszące się do konkretnego wyrobu jaki oferuje laboratorium. system of quality assurance contained in ISO 9000:1994 standards is adjusted to its specificity, and 2) requirements referring to technical activities of the laboratory. The quality assurance system has then been supplemented by the requirements concerning a particular product that the laboratory offers.

Tab. 2. Wymagania odnoszące się do akredytowanego laboratorium zawarte w normie ISO/IEC 17025:1999 [9]Tab. 2. Requirements referring to accredited laboratory as contained in ISO/IEC 17025:1999 standard

Standard requirements ISO/IEC 17025				
Management requirements	Technical requirements			
 organisation quality system document control review of orders, tenders, and contracts sub-contraction of testing and calibration works purchase of services and supplies customer's service complaints control of testing and/or calibration works not meeting the requirements corrective action preventive action control of records internal audits 	 personnel housing and environmental conditions methods of testing and calibration works and validation of the method equipment reference of the measures to the standard of measurement unit sampling handling with the objects to testing and calibration works ensuring the quality of testing and calibration results presentation of the results 			
- management review				

Jednostka akredytująca laboratorium udziela zwykle akredytacji na trzy lata. W tym okresie, w określonych odstępach czasu (zwykle co rok) odbywają się audity kontrolne. Po upływie trzech lat można wystąpić o ponowną akredytację.

Konieczność rynkowa

Dla każdego menedżera, a więc i dla kierownika laboratorium ważne jest pytanie o celowość i opłacalność inwestycji jaką jest wdrożenie systemu i wynikająca z tego akredytacja.

Biorąc pod uwagę dużą podaż badań i wzorcowań oferowanych przez różne laboratoria, trudno się dziwić, że firmy będące klientami tych laboratoriów jako jedno z głównych kryteriów wyboru przyjmują akredytację. Posiadanie akredytacji jest dla klientów dowodem, że niezależna i wyspecjalizowana w tej dziedzinie organizacja akredytująca potwierdziła kompetencje odnoszące się do wykonywanych analiz. Dosyć bliski wydaje się już dzień, kiedy laboratorium bez akredytacji stanie przed problemem braku zleceń na swoje usługi. The laboratory accreditation is usually valid for three years, and during that time the audits controlling the laboratory take place every now and again (usually every year). Once three-year period is over the institution is qualified to re-apply for accreditation.

Market necessity

Each manager, so also the head of the laboratory must answer the question about the aim and profitability of the investment, the example of which is implementation of the system and accreditation.

Taking into account a great number of testing and calibration works offered by various units, there is no wonder that customers (firms) will soon give priorities to those having accreditation, which is a proof issued by an independent and specialised accreditation organisation to confirm laboratory qualifications to carry out analyses. The day when non-accredited laboratory will face the lack of orders for its services seems to be very close. Z drugiej strony zarówno wdrażanie systemu jak też i akredytacja kosztuje. Koszty te można rozłożyć w czasie. Proces wdrożenia systemu zawartego w normie ISO/IEC 17025 zajmuje przeciętnie, w zależności od ilości akredytowanych badań/wzorcowań, od 6 do 18 miesięcy. W porównaniu z tym okresem sam audit akredytacyjny jest znacznie krótszy i zajmuje od 1 do 3 dni. Istnieje możliwość wdrożenia systemu (czyli spełnienia wymagań normy) bez akredytacji. Wdrożony system pozwala w takiej sytuacji na akredytację w dowolnym czasie. Dzięki temu kierownictwo laboratorium może podjąć decyzję w dogodnym dla siebie momencie, na przykład w perspektywie przewidywanego kontraktu. Na podjęcie działań wdrożeniowych może już wtedy nie być czasu.

Akredytacja laboratorium nie oznacza, że wszystkie badania i wzorcowania danego laboratorium są nią objęte. Samo laboratorium decyduje jaką część swojej działalności chce zgłosić do akredytacji. Podstawą do podjęcia takiej decyzji są zwykle możliwości uzyskania zleceń na dane badania/wzorcowania.

Wymóg nauki

Konieczność akredytacji wynikająca z praw rynku nie jest obecnie podważana. Rzadko natomiast można usłyszeć argumentację o konieczności akredytacji wynikającej z faktu prowadzenia prac naukowych.

Przeglądając prace metodyczne, praktycznie w każdej dziedzinie, można zauważyć duży wysiłek różnych zespołów poświęcony rozwojowi nowych i doskonaleniu obecnie używanych metod pomiarowych. Proces ten zawiera w sobie pewne niebezpieczeństwo. Czasami, ze względu na różnorodność stosowanych metod lub ich modyfikacji trudno jest (lub wręcz nie można) porównywać wyniki uzyskane w różnych laboratoriach. Stąd w różnych naukach pojawia się tendencja do standaryzacji metod pomiarowych [np. 2, 14].

Spełnienie wymagań związanych z akredytacją jest rozwiązaniem tego problemu ponieważ, jeśli to możliwe system "wymusza" odniesienie się do standardów, natomiast w przypadku metod nie uznanych za standardowe, wymaga szczegółowego udokumentowania wszystkich czynności związanych z danym badaniem/wzorcowaniem, tworząc tym samym pewien standard postępowania [1].

Problematyka jakości i związanej z nią certyfikacji i akredytacji została dostrzeżona przez Komitet Badań Naukowych. Świadczą o tym chociażby "Zasady szczegółowe oceny parametrycznej jednostek naukowych i badawczo-rozwojowych Zespołu Nauk Rolniczych i Leśnych (P06)" [10]

From the other hand both system implementation and accreditation needs bearing considerable costs, which, however, may be spread over a period of time. The process of system implementation contained in ISO/IEC 17025 standard takes, on the average, from 6 to 18 months, as depending on the number of accredited testing/calibration works. The accreditation audit is much shorter and lasts for just 1 - 3 days. There is a possibility to implement the system (i.e. meet the standard requirements) without having been accredited. Once the system has been implemented it allows to run accreditation process at any time chosen by the manager, for example when having in view a perspective of entering into a contract. However, in such a situation there is no time to carry out implementation activities.

Accreditation does not comprise all testing and calibration works offered by a given laboratory. It is up to the laboratory head to decide what part of its activity should be covered, and such a decision must be based on the possibilities the unit has to obtain orders for given testing/calibration works.

Science requirements

The necessity to gain accreditation is not likely to cause any controversy from the market point of view, while the arguments issued from the fact of carrying out testing works can be rarely heard.

When reviewing methodological papers it may be noticed that a great effort has being made by various disciplined-teams to develop new and improve presently used methods of testing. Such a process, however, requires taking some kind of risk. Sometimes with regard to diversity of applied methods or their modification it is difficult (or even impossible) to compare the results obtained in different laboratories. A tendency to standardise measurement methods [for example. 2, 14] becomes widely spread in different branches of science.

Meeting the accreditation requirements seems to be a solution as the system, if possible, "obliges" its users to necessarily refer to the standards, whereas in the case of non-standardised methods, requires detailed documentation of all activities carried out, creating at the same time some kind of standard procedures [1].

Problems related to the issue of both quality and certification and accreditation has been recognised by the State Committee for Scientific Testing in Poland and confirmed by "Detailed rules for parametric evaluation of scientific and scientific-development institutions of the Group of Agricultural and Forestry Sciences (P06)" [10]

- 6. Systemy jakości, akredytacja laboratoriów, udział w programach ramowych Unii Europejskiej
 - 6a. Wdrożenie międzynarodowego systemu jakości, przyjętegow Unii Europejskiej

od 2 do 36 pkt.

6b. Uzyskanie i utrzymanie akredytacji laboratorium za spełnienie wymagań normy międzynarodowej lub europejskiej

od 2 do 36 pkt.

Definicje i objaśnienia

...

W pkt. 6b brana będzie pod uwagę akredytacja Polskiego Centrum Badań i Certyfikacji lub równorzędnej instytucji zagranicznej. Liczba przyznanych punktów za akredytację laboratorium będzie zależna od zakresu akredytacji. Punkty przyznawane będą w drodze porównania między sobą akredytowanych laboratoriów w jednostkach ocenianych przez Zespół.

Podsumowanie

- 1. Wymagań związane z akredytacją laboratorium są sprawdzonym narzędziem doskonalenia zarządzania laboratorium i wiarygodności uzyskiwanych wyników.
- Pakt akredytowania laboratorium jest jednoznaczną informacją dla zlecających badania/wzorcowania, że jest ono kompetentne w zakresie akredytowanych usług i dzięki temu ma szansę na zwiększenie ilości zleceń.
- 3. Standaryzacja badań/wzorcowań wynikająca z akredytacji podnosi rzetelność rezultatów prac naukowych i umożliwia porównywanie uzyskanych wyników pomiędzy różnymi laboratoriami.

- 6. Quality systems, laboratory accreditation and participation in the framework programmes of the European Union
 - 6a. Implementation of the international quality system, accepted in the European Union from 2 to 36 points.
 - 6b. Obtaining and maintaining the accreditation by the laboratory as the result of meeting the requirements of the international or European standard

from 2 to 36 points.

Definitions and explanations

The point 6b explains that accreditation issued by Polish Centre for Testing and Certification or corresponding international institution will be taken into consideration. The number of points will depend on the accreditation range. Points will be awarded as a result of comparison between accredited laboratories in the institutions evaluated by the Group.

Conclusions

- 1. Requirements referring to the laboratory accreditation are a verified tool for improving laboratory management and reliability of the results.
- 2. Accreditation is a clear and fully recognised confirmation that the laboratory is qualified to carry out accredited services. Owing to that fact it has a great chance to increase the number of orders.
- 3. Standarisation of testing/calibration resulting from the accreditation increases the reliability of the results of scientific papers and allows to compare the results between various laboratories.

References

- [1] Bieganowski A., Persona A. Walidacja w metrologii agrofizycznej. Acta Agrophysica, 2000, 38, 15-27.
- [2] Bieganowski A., Walczak. R.T. *Standaryzacja badań agrofizycznych i znaczenie akredytacji laboratoriów*. Wydawnictwo Naukowe FRNA, 2001, 3, 31-32.
- [3] EN 45001:1989. Ogólne kryteria działania laboratoriów badawczych.
- [4] ISO 8402:1994. Zarządzanie jakością i zapewnienie jakości. Terminologia.
- [5] ISO 9000:2000. Systemy zarządzania jakością Podstawy i słownictwo.
- [6] ISO 9001:1994. Systemy jakości. Model zapewnienia jakości w projektowaniu, pracach rozwojowych, produkcji, instalowaniu i serwisie.
- [7] ISO 9001:2000. Systemy zarządzania jakością wymagania.
- [8] ISO 10012-1:1992. Wymagania dotyczące zapewnienia jakości wyposażenia pomiarowego. System potwierdzenia metrologicznego wyposażenia pomiarowego.
- [9] ISO/IEC 17025:1999. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- $[10]\ http://www.kbn.gov.pl/finauki98/system/zasady_zespoly/p06_w97.doc$

- [11] Przewodnik ISO/IEC nr 25:1990. Wymagania ogólne dotyczące kompetencji laboratoriów pomiarowych i badawczych.
- [12] Skrzypek E. Jakość i efektywność. Wydawnictwo UMCS, Lublin 2000.
- [13] Skrzypek E. Uwarunkowania akredytacji systemu zapewnienia jakości. Inżynieria Rolnicza 1 (21) Warszawa 2001, s.9 - 18.
- [14] Ślipek Z., Frączek J., Horabik J., Kaczorowski J., Molenda M. Standaryzacja w badaniach właściwości fizycznych materiałów roślinnych. Wydawnictwo Naukowe FRNA, 2001, 3, 119-120.

Dr inż. Andrzej Bieganowski

Instytut Agrofizyki PAN ul. Doświadczalna 4 20-290 Lublin e-mail: biegan@demeter.ipan.lublin.pl **Dr inż. Grzegorz Bartnik** Instytut Podstaw Techniki Akademia Rolnicza ul. Doświadczalna 50a 20-290 Lublin

e-mail: gbart@kaptar.ar.lublin.pl

AKTUALNOŚCI PAN ODDZIAŁ W LUBLINIE

Andrzej Bieganowski

POSIEDZENIE KOMISJI FIZYKI STOSOWANEJ I TECHNIKI POWOŁANEJ PRZY ODDZIALE PAN W LUBLINIE

W dniu 11 maja 2001 roku w Wyższej Szkole Oficerskiej Sił Powietrznych w Dęblinie odbyło się kolejne posiedzenie Komisji Fizyki Stosowanej i Techniki powołanej przy Oddziałe PAN w Lublinie. Gospodarzami spotkania byli płk pil. dr Janusz Ziółkowski - Dziekan Wydziału Lotnictwa oraz płk prof. dr hab. inż Marek Orkisz - Kierownik Katedry Techniki Lotniczej. W sesji uczestniczyli członkowie lubelskiego Oddziału PAN: prof. Zbigniew Lorkiewicz - prezes, prof. Jan Gliński - v-ce prezes, oraz prof. Leszek Malicki i prof. Ryszard Walczak - przewodniczący Komisji.

Pierwszym punktem programu było wręczenie przez prof. Zbigniewa Lorkiewicza nominacji nowoprzyjętym członkom Komisji. Nominacje otrzymali:

- prof. dr hab. inż. Jan Dąbrowski (Politechnika Białostocka)
- prof. dr hab. inż. Zygmunt Drzymała (Akademia Górniczo Hutnicza - Kraków)
- prof. dr hab. Władysław Rudziński (UMCS Lublin)
- prof. dr hab. Tomasz Trojanowski (Akademia Medyczna - Lublin)
- prof. dr hab. Karol Wysokiński (UMCS Lublin)
- dr hab. inż. Józef Kuczmaszewski, prof. PL (Politechnika Lubelska)
- dr hab. inż. Jerzy Lipski, prof. PL (Politechnika Lubelska)

- dr hab. inż. Marek Opielak, prof. PL (Politechnika Lubelska)
- dr hab. inż. Jóżef Sawa (Akademia Rolnicza Lublin)
- dr inż. Grzegorza Bartnik (Akademia Rolnicza -Lublin)
- dr inż. Tomasz Klepka (Politechnika Lubelska)
- dr inż. Dariusz Mazurkiewicz (Politechnika Lubelska)

W trakcie spotkania zebrani członkowie Komisji mieli możliwość wysłuchania referatu przedstawiającego historię i stan obecny Wyższej Szkoły Oficerskiej Sił Powietrznych w Dęblinie. Referat wygłosił płk pil. dr Janusz Ziółkowski. Ponadto mjr dr inż. Andrzej Rypulak zapoznał słuchaczy z problemami systemów optoelektronicznych współczesnych statków powietrznych. Po części seminaryjnej gospodarze spotkania zaprezentowali członkom Komisji posiadane zaplecze dydaktyczne.

Uczestnicy spotkania bardzo wysoko ocenili zarówno poziom prezentacji seminaryjnej, organizację i wyposażenie bazy dydaktycznej jak również gościnność władz uczelni.

Wspólny obiad w kasynie zakończył posiedzenie Komisji.

Dr inż. Andrzej Bieganowski Instytut Agrofizyki PAN ul. Doświadczalna 4 20-290 Lublin e-mail: biegan@demeter.ipan.lublin.pl

Andrzej Bieganowski

III SESJA NAUKOWA "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH"

W dniu 7 czerwca 2001 odbyła się III Sesja Naukowa "FIZYKA W ZASTOSOWANIACH". Organizatorem sesji była Komisja Fizyki Stosowanej i Techniki oraz Lubelski Oddział Polskiego Towarzystwa Fizycznego. Obradom sesji przewodniczyli:

- z ramienia Komisji prof. Ryszard Walczak czł. koresp. PAN - przewodniczący
- z ramienia Polskiego Towarzystwa Fizycznego prof. Stanisław Hałas - przewodniczący Oddziału Lubelskiego.
- gospodarz spotkania prof. Andrzej Niewczas dziekan Wydziału Mechanicznego Politechniki Lubelskiej.

W sesji, w której uczestniczyło kilkadziesiąt osób reprezentujących wyższe uczelnie i instytuty naukowe stanowiła forum wymiany informacji i nawiązywania współpracy pomiędzy, czasami bardzo interdyscyplinarnymi, zespołami naukowców.

Podczas sesji wygłoszono następujące referaty:

prof. Bogdan Adamczyk (UMCS Lublin) - Echotelefoniczny system korekcji mowy z perspektywy 40 lat,

prof. Józef Kuczmaszewski (Politechnika Lubelska) - Badania właściwości energetycznych warstwy wierzchniej materiałów konstrukcyjnych prof. Jan Ryszard Dąbrowski (Politechnika Białostocka) - Rozwój biomateriałów endoprotezoplastyki stawów człowieka

dr Elżbieta Jartych (Politechnika Lubelska) - Zastosowanie spektroskopii efektu Mössbauera w badaniu materiałów

dr Zdzisław Wroński (UMCS Lublin) - Oddziaływania plazma-powierzchnia ciała stałego

Referaty wygłoszone na sesji zostaną opublikowane w poświęconym Sesji numerze kwartalnika "Eksploatacja i Niezawodność".

W trakcie obrad sesji do uczestników dotarła smutna informacja o śmierci Prezesa Oddziału PAN w Lublinie, prof. dr hab. Zbigniewa Lorkiewicza czł. rzecz. PAN. Zebrani chwilą ciszy oddali hołd zmarłemu.

Obecna sesja FIZYKA W ZASTOSOWANIACH była trzecią z kolei. Organizatorzy już teraz zapraszają na następną, która odbędzie się tradycyjnie, w pierwszy czwartek czerwca 2002 roku.

Dr inż. Andrzej Bieganowski

Instytut Agrofizyki PAN ul. Doświadczalna 4 20-290 Lublin e-mail: biegan@demeter.ipan.lublin.pl

INFORMACJE O PROGRAMACH UNII EUROPEJSKIEJ

Andrzej Stępniewski

EUROPEJSKIE STYPENDIA INDYWIDUALNE MARII CURIE

Komisja Europejska stwarzając system stypendiów Marii Curie miała na celu promowanie mobilności naukowców europejskich poprzez finansowanie ich wyjazdów do europejskich laboratoriów i uniwersytetów o uznanej renomie. System ten jest bardzo rozbudowany, wyróżnionych jest wiele typów stypendiów skierowanych do poszczególnych grup naukowców i instytucji działających we wszystkich dziedzinach nauki. Tak więc indywidualni badacze mają dwojakie możliwości: albo skorzystać z oferty instytucji, która otrzymała od Komisji Europejskiej pulę stypendiów (oferty umieszczone są pod adresem internetowym http://www.cordis.lu/improving), bądź osobiście nawiązać kontakt z konkretnym laboratorium i składać wniosek do Komisji. Naukowcy, których tematyka badawcza zawiera się w którymś z Programów Tematycznych mogą składać formularze do tych Programów, natomiast wnioski z zakresu innych dziedzin (nauki społeczne, ekonomia i inne) powinny być kierowane do 3 Programu Horyzontalnego.

Podstawową zasadą jest, że osoby z krajów stowarzyszonych mogą ubiegać się o stypendium tylko w instytucjach krajów członkowskich Unii Europejskiej i *vice versa*. Jest to program dla osób zajmujących się badaniami naukowymi, a więc nie mogą z niego korzystać studenci studiów magisterskich.

Stypendium dla młodych badaczy (tzw. *ca-tegory 30*)

- młodzi badacze to w rozumieniu KE naukowcy do ukończenia 35 roku życia (w momencie składania wniosku)
 - osoby posiadające dyplom uczelni wyższej uprawniający do ubiegania się o stopień doktora (postgraduate researchers);
 - doktoranci (postgraduates pursuing doctoral studies);
 - młodzi naukowcy posiadający niezbędne doświadczenie badawcze, tj. osoby ze stopniem doktora lub osoby z co najmniej 4-letnim do-

świadczeniem badawczym uzyskanym podczas prowadzenia prac naukowych innych niż studia doktoranckie (*post-doctoral researchers*);

- czas trwania stypendium 12-24 miesiące
- stypendysta proponuje tematykę badań po uzgodnieniu jej z osobą przyjmującą. Przy ocenie bierze się pod uwagę, między innymi, doświadczenie badawcze i uzdolnienia, korzyści jakie pobyt przyniesie osobie ubiegającej się o stypendium, poziom naukowy instytucji przyjmującej oraz czy oferowane przez nią możliwości badawcze są zgodne z potrzebami kandydata.
- wypłaty comiesięcznych rat odbywają się za pośrednictwem instytucji przyjmującej, z którą stypendysta podpisuje umowę o pracę.
- stypendium składa się z części wypłacanej stypendyście (pokrycie kosztów podróży i utrzymania, dofinansowanie składek ubezpieczeniowych i innych kosztów pobytu poza krajem zamieszkania) oraz z części wypłacanej instytucji przyjmującej (pokrycie kosztów administracyjnych i badań prowadzonych przez stypendystę)
- wysokość stypendium zależy od kraju, w którym prowadzi się badania. Najwyższe stawki obowiązują dla Szwajcarii (2650 Euro), a najniższe dla Irlandii i Grecji (1700 Euro). Stypendyści w Polsce mogą otrzymywać do 1500 Euro. Do tych sum należy doliczyć 400 Euro dopłaty i koszty podróży. Instytucja przyjmująca otrzymuje 900 – 1200 Euro na jednego stypendystę.

Stypendium dla doświadczonych badaczy (tzw *category 40*)

 doświadczeni badacze w rozumieniu KE to osoby ze stopniem doktora i z co najmniej 10-letnim doświadczeniem lub osoby bez stopnia doktora posiadające 14-letnie doświadczenie w prowadzeniu prac naukowych (*experienced researchers*). Również naukowcy będący na emeryturze. Oso-

128

by te muszą mieć status stałego pracownika (*Established Staff Member*) lub być na emeryturze. Stały pracownik oznacza osobę zatrudnioną przez ostatnie 3 lat w tej samej instytucji lub osobę, która ma co najmniej 3 letni kontrakt. W obu przypadkach instytucja musi być aktywna na polu naukowym. Stypendia mogą być przyznawane:

- badaczom pracującym w instytucjach przemysłowych lub handlowych, zamierzających przekazać wiedzę/technologię uczelni lub ośrodkowi badawczemu;
- badaczom pracującym na uczelni lub w ośrodku badawczym, zamierzającym przekazać wiedzę/ technologię instytucji przemysłowej lub handlowej;
- badaczom na wyjazdy do instytucji naukowych, znajdujących się w tzw. regionach mniej uprzywilejowanych (*less-favoured regions - LFR*). Lista regionów znajduje się w *Guide for Proposers*. Patrz Dokumenty
- czas trwania stypendium 3 12 miesięcy (może być dzielone na krótsze okresy)
- instytucję i tematykę projektu proponują sami stypendyści. Selekcji wniosków dokonuje Komisja Europejska; przy ocenie bierze się pod uwagę, mię-

dzy innymi, doświadczenie, korzyści jakie stypendium przyniesie zarówno osobie ubiegającej się o stypendium, jak i instytucji przyjmującej.

- środki finansowe otrzymuje zarówno stypendysta (wysokość stypendium określona jest przez Komisję indywidualnie dla każdego badacza na podstawie przygotowanej przez niego propozycji), jak i instytucja przyjmująca
- wysokość stypendium zależy (tak jak w przypadku młodych naukowców) od kraju, w którym prowadzone są badania. Doświadczeni badacze mogą liczyć na co najmniej 150% stawek przysługującym młodym naukowcom.

Więcej informacji można uzyskać zaglądając na stronę internetową programu stypendialnego Marii Curie: *www.cordis.lu/improving/fellowships/home.htm*. Tam też obok szczegółowych zasad udziału można znaleźć formularze wymagane przy składaniu wniosku oraz wskazówki dotyczące ich wypełniania. Pod tym adresem znajduje się również baza ofert europejskich instytucji chcących przyjąć stypendystów.

Andrzej Stępniewski

NOWA PROPOZYCJA UDZIAŁU W GRANTACH EUROPEJSKICH

Na początku września oczekiwane jest otwarcie konkursów (dedicated calls) na dołączanie nowych partnerów do projektów będących w fazie realizacji w I, III i IV Programie Tematycznym 5 PR (II PT ogłosił taki konkurs już 27.01.2001). Konkursy te zapowiadane od wiosny są wynikiem starań przedstawicieli nauki z krajów przedakcesyjnych przy "DG Research". Kraje te nie mogą odzyskać składki jaką wpłaciły do budżetu 5 PR, a propozycja dołączania ma polepszyć wyniki finansowe nowych uczestników programów europejskich. Obecnie konkursy znajdują się na etapie przygotowania i konsultacji, a ich ogłoszenie nastąpi prawdopodobnie we wrześniu b.r. Znane są już nieoficjalne zasady udziału, które pomogą w przygotowaniu się do akcji dołączania.

Pryncypia

Przede wszystkim o dołączenie mogą ubiegać się naukowcy tylko z krajów stowarzyszonych tj.: Bułgarii, Cypru, Czech, Estonii, Węgier, Litwy, Łotwy, Malty, Polski, Rumunii, Słowacji i Słowenii. Do jednego projektu może być dołączona dowolna liczba partnerów z jednego lub różnych krajów. Trzeba więc tu zaznaczyć, że przy z góry przecież ograniczonej liczbie projektów konkurencja może być duża. Tym bardziej, że sposób ubiegania się o dołączenie jest stosunkowo prosty, a ilość wymaganych dokumentów mniejsza niż w przypadku "normalnego trybu". Najprawdopodobniej będzie można dołączać się do projektów typu: badawczego (RTD), wdrożeniowego (Demonstration), łączonych (Combined) oraz do tzw. Akcji zharmonizowania (Concerted actions) i sieci tematycznych (Thematic networks). Należy szczególnie polecić ten ostatni typ współpracy, który może nie przyniesie obecnie "wielkich funduszy", jednak w perspektywie 6 Programu Ramowego może dać duże korzyści. Z zapowiedzi wynika bowiem, że w 6 PR realizowana będzie mała ilość "megaprojektów". Do ich realizacji angażowana będzie duża liczba wykonawców. Przewiduje się, że konsorcja pracujące na rzecz "megaprojektów" będą wyłonione z obecnie tworzonych sieci tematycznych. Co więcej koordynatorzy sieci tematycznych nie powinni robić większych trudności przy dołączaniu nowych uczestników.

Przy wyborze projektu, do którego chcemy się dołączyć należy brać pod uwagę również czas pozostały do jego zakończenia. Zaleca się aby wynosił on co najmniej 18 miesięcy. Jest oczywiste, że aby zostać dołączonym trzeba zaproponować wniesienie oryginalnego wkładu w realizację projektu oraz, że należy mieć czas aby te zadania wykonać.

Fundusze

Jest oczywiste, że Komisja Europejska przeznaczyła na akcję dołączania do projektów określony budżet. Zakłada się, że nowi partnerzy otrzymają ok. 100 tys. Euro, ponadto koordynatorzy mogą również liczyć na dodatkowe środki. W naszym przypadku, tzn. w przypadku uczestników z Polski, trzeba również pamiętać o pomocy finansowej z KBN w postaci projektów SPUB-M. Jest realna szansa na otrzymanie dalszych 60 - 70 tys. Euro z tego źródła. Co więcej KBN premiuje jednostki realizujące granty 5 PR dodatkowymi sumami na działalność statutową (wysokość dotacji zależy od liczby realizowanych w placówce projektów 5 PR).

Co należy zrobić?

Podstawową sprawą jest znalezienie odpowiedniego projektu. Jest to zadanie dość trudne ze względu na konieczność jego oceny na podstawie tytułu, bądź w najlepszym wypadku krótkiego streszczenia. Nie ma też możliwości "przyjrzenia" się poszczególnym partnerom, gdyż zwykle podawane są dane jedynie koordynatora. Listy projektów realizowanych w każdym z Programów Tematycznych są umieszczone odpowiednio na stronach internetowych tych Programów, do których to stron można "dojść" ze strony Krajowego Punktu Kontaktowego *www.npk.gov.pl*. Listy podane są w formacie plików Excel'a, które po ściągnięciu można przeglądać np. pod kątem słów kluczowych. Kolejnym krokiem po wyszukaniu odpowiedniego projektu jest nawiązanie kontaktu z koordynatorem. Należy pamiętać, że to od koordynatora zależy, czy projekt będzie rozszerzony i o kogo. Stąd też wysyłając e-mail trzeba się zaprezentować z dobrej strony przesyłając syntezę swoich osiągnięć i możliwości w danej dziedzinie. Należy też podkreślić zgodność własnych zainteresowań z tematem projektu. Z uwagi na jednostkowy charakter konkursu na dołączanie nowych partnerów należy również o takiej możliwości wspomnieć w liście (koordynatorzy mogą o tym nie wiedzieć).

Skąd pomoc?

Koordynator 3 Programu Tematycznego (Growth) - Konkurencyjny i zrównoważony wzrost podjął działania mające na celu ułatwienie akcji dołączania partnerów z Polski. We wrześniu w Warszawie odbędzie się spotkanie brokerskie, na które zaproszeni będą koordynatorzy obecnie realizowanych projektów z zakresu 3 PT. Spotkanie będzie zatem doskonałą okazją do nawiązania kontaktu i bezpośredniej dyskusji z osobami odpowiedzialnymi za poszczególne granty. Aby wziąć udział w tym spotkaniu należy zgłosić się wypełniając "Formularz dołączania do biegnących projektów", który dostępny jest w internecie pod adresem: www.npk.gov.pl/prog tem 3. Ponadto wszystkie osoby zainteresowane jakimkolwiek udziałem w 5 i 6 PR oraz osoby już realizujące, czy przygotowujące granty mogą zgłosić się do tworzonej właśnie w KPK "Sieci Doskonałości Growth". Uczestnicy sieci będą mieli możliwość otrzymania refundacji wydatków poniesionych np. na wyjazd roboczy do koordynatora projektu. Ankieta przystąpienia do sieci dostępna jest również na stronie www.npk.gov.pl\prog_tem_3.

Pomocą i radą służą oczywiście regionalne i branżowe punkty kontaktowe, czyli tzw. sieć KPK. Adresy poszczególnych punktów można uzyskać zaglądając pod adres: *www.npk.gov.pl/adresy/index.html*.

Dr inż. Andrzej Stępniewski

Regionalny Punkt Kontaktowy 5 PR Instytut Agrofizyki PAN ul. Doświadczalna 4 20-290 Lublin tel. 744-50-61 fax. 744-50-61 e-mail: astep@demeter.ipan.lublin.pl

OŚRODKI NAUKOWE I PRZEMYSŁOWE

Charlotte Andersdotter

UMINOWA CENTER

Every Swedish university has three tasks, required by the government. These are to provide education, to do research and to distribute and inform about the know-how from the university to the surrounding society. At Umea University, Uminova Center AB is responsible for this third task.

Creating the opportunities of tomorrow

For many years, Uminova Center has successfully worked to enhance the co-operation and contacts between academia and business. The aim is to strengthen the long-term competitiveness of the companies of our region through increased collaboration with the Umea Universities. A good co-operation between university and industry is necessary particularly in Northern Sweden in order to promote regional growth.

Uminova Center's target groups are small and medium-sized companies in Sweden's four northernmost counties, as well as students, researchers and employees at the five research organisations of Umea: Umea University, SLU (Swedish University of Agricultural Sciences), Umea University Hospital, The Swedish National Institute for Working Life and FOA (Swedish Defence Research Establishment). Being a non-profit commercial business, Uminova Center AB is purely a service company with a staff of 25 professionals.

Uminova Center is part of the Uminova Group together with the three companies Uminova Företagsutveckling (Business Development, a Venture Capital company), Uminova Science Park and Uminova Holding.

The activities of Uminova Center are divided into three main areas:

Academics in companies, which provides an opportunity for newly graduated students and researchers to co-operate with companies in development projects. On the students' part this may take the shape of graduation work or an initial project assignment after graduation, a so-called "JobbEtt" (First Job) program. The projects are suited to the individual companies' needs (*www.examensjobb.nu*). In a similar way, small and medium-sized companies can make



Uminova Center staff members

use of researchers' qualified competence in the development and management of their company ideas to improve business competitiveness.

Innovation development deals with the refinement of university and research-connected ideas into commercial products or services. The aim is to develop research results and students' ideas into successful business projects in order to achieve increased cooperation between university and industry. Since 1986, Uminova Center has developed a method which has attracted much attention involving assistance and support of product and business ideas resulting from university research. Our way of working builds on process thinking through which project ideas are evaluated from a technical, financial and market-oriented view.

The area of Innovation development also contains the following special activities:

Biomedical engineering innovation development is a special field that aims to develop medicine and technological research results/inventions into medical products with a commercial potential. Seed financing in co-operation with NUTEK forms part of our concentration on the enhancement of regional industrial growth, which is effected through providing venture capital to technically innovative projects in their early stages. We work with commercially viable business ideas stemming both from university and business. This work is often carried out in collaboration with the originator of the idea. International innovation development primarily builds on the work within the Innovation Relay Centres network. The IRC is an extensive European co-operation for technology transfer where international development co-operation is a prioritised field of activity. Uminova Center is a part of the IRC consortium Northern Sweden, which we have been co-ordinating since 1997. As far as we can see, Uminova Center has been the single most successful actor in the production of success stories within the IRC network. This is something we are very proud of, since nothing exceeds the power of a good example.

Since 1993, Uminova Center also collaborates with a group of independent business consultants, the socalled Unipilots, stationed in seven European countries.

Communication is responsible for Uminova Center as a meeting place where new ideas are generated through the contacts between our various target groups. The main activity of this area is to establish and develop contacts between the Umea Universities and the regional industry. It also bears the main responsibility for the marketing of Uminova Center and deals with visiting activities and the arrangement of conferences and seminars.

You can read more about our activities at *www.uminovacenter.se*.

If you would like to get in contact with us, you are most welcome to call +46 90 786 71 00 or write an e-mail to *contact@uminovacenter.se*.

Charlotte Andersdotter

Uminova Center, Umea Universitysity 901 87 UMEA, Sweden