

ICONISMUS XI



Fig. IV.

VAKUUMIST

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

50 let
DVTS

LJUBLJANA, DECEMBER 2009

ISSN 0351-9716

LETNIK 29, ŠT. 4 2009

UDK 533.5.62:539.2:669-982

NAVODILA AVTORJEM

NAVODILA AVTORJEM PRI PRIPRAVI PRISPEVKOV ZA STROKOVNI ČASOPIS VAKUUMIST

Vakuumist je časopis, ki objavlja originalne in pregledne članke s področja vakuumskih znanosti, tehnike in tehnologij, vakuumske metalurgije, tankih plasti, fizike površin trdnih snovi in nanostruktur, analitike površin, fizike plazme in zgodovine vakuumske znanosti in tehnologij. Znanstveni in strokovni prispevki so recenzirani. Prispevki morajo biti napisani v slovenskem jeziku, naslov članka in povzetek pa v slovenskem in angleškem jeziku. Če je članek sprejet (po recenzentovem in lektorjevem pregledu), avtor vrne popravljen članek uredniku Vakuumista.

PRIPRAVA ROKOPISA

Prispevek naj bo napisan v enem od bolj razširjenih urejevalnikov besedil (npr. Word for Windows) ali temu kompatibilnem programu (tekst, urejen s programom LaTeX, ni zaželen). Če avtor uporablja kakšen drug urejevalnik, naj ga konvertira v navaden format ASCII. Celoten rokopis članka obsega:

- naslov članka (v slovenskem in angleškem jeziku)
- podatke o avtorjih (ime in priimek, brez akademskega naziva, ime in naslov institucije)
- povzetek v slovenskem in angleškem jeziku (največ 250 besed)
- besedilo članka v skladu s shemo IMRAD (uvod, eksperimentalne metode, rezultati in diskusija, sklepi)
- slike (risbe, fotografije), ki naj bodo priložene posebej
- tabele, preglednice z nadnapisi
- podnapise k slikam
- pregled literature

Obvezna je raba merskih enot, ki jih določa Odredba o merskih enotah (Ur. l. RS št. 26/01), tj. enot mednarodnega sistema SI (glej prispevek: P. Glavič: Mednarodni standardi – Veličine in enote (ISO 31-0 do 31-13), Vakuumist, **22** (2002) 4, 17–22). Enačbe se označujejo ob desni strani besedila s tekočo številko v okroglih oklepajih.

ILUSTRACIJE

Črno-bele ilustracije (risbe, diagrami, fotografije) morajo biti oštevilčene, priložene posebej. Črkovne oznake na diagramu naj bodo take velikosti, da je po pomanjšavi na širino enega stolca (7,9 cm) velikost števil in (velikih) črk od 1,2 do 2,4 mm. Diagrami in slike naj bodo v formatih BMP, TIF ali JPG. Za risanje naj bo po možnosti uporabljen CorelDraw. Kvaliteta slikovnega gradiva mora biti dovolj visoka, da omogoča neposredno reprodukcijo.

LITERATURA

Literaturni viri so zbrani na koncu članka in so oštevilčeni po vrstnem redu, kakor se pojavijo v članku. Vsak vir, ki mora biti popoln (okrajšave *ibid.*, *idem.*, et al., etc. niso dovoljene), mora biti opremljen s podatki, ki omogočajo bralcu, da ga poišče. Knjige, periodične publikacije, deli knjig, članki v periodičnih publikacijah, patenti, članki in drugi prispevki v elektronski obliki morajo biti citirani kot npr.

- Monografije
Zgled: S. Južnič, Zgodovina raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Ljubljana, 2004, str. 203
- Članki v periodičnih publikacijah
Zgled: M. Čekada, P. Panjan, Vakuumist, **24** (2004) 4, 4–10
- Prispevki v zbornikih posvetovanj
Zgled: P. Panjan: Novejši razvoj PVD trdih zaščitnih prevlek za zaščito orodij in strojnih delov, Zbornik posvetovanja Orodjarstvo, Portorož, 2003, 121–124
- Članki in drugi prispevki v elektronski obliki
Zgled: P. Panjan, M. Čekada, B. Navinšek. Surface and Coatings Technology [online], 174–175, 2003, 55–62, dosegljivo na domači strani: <http://www.sciencedirect.com/>

AVTORSKE PRAVICE

Avtorji prispevka so v celoti odgovorni za vsebino objavljenega sestavka. Z objavo preidejo avtorske pravice na izdajatelja. Pri morebitnih kasnejših objavah mora biti periodična publikacija Vakuumist navedena kot vir.

Uredništvo periodične publikacije Vakuumist:

- odloča o sprejemu članka za objavo
- poskrbi za strokovne ocene in morebitne predloge za krajšanje ali izpopolnitev prispevka
- poskrbi za jezikovne popravke

Rokopise pošljite na naslov:

dr. Miha Čekada
glavni in odgovorni urednik Vakuumista
Institut "Jožef Stefan"
Jamova 39
1000 Ljubljana, Slovenija
elektronska pošta: miha.cekada@ijs.si
tel.: (01) 477 37 96
faks: (01) 251 93 85

ČLANKI

- * Inhibicijska učinkovitost benzotriazola in 1-hidroksi-benzotriazola proti koroziji bakra (Matjaž Finšgar, Ingrid Milošev) 4
- * Preizkušanje na vakuumsko tesnost – neporušitvena metoda z mehurčki (Branislav Arsenijevič, Jože Gasperič) 9
- * Prikaz spremembe lomnega količnika evakuiranega zraka z odmikom svetlobnega žarka v valjni geometriji (Robert Repnik, Ivan Gerlič, Milan Ambrožič) 21
- * Knjige o vakuumskih poskusih na slovenskem pred katodnimi elektronkami (Stanislav Južnič) 25

NOVICE

- * Šestnajsti mednarodni znanstveni sestanek "Vakuumaska znanost in tehnika" v Bohinju 4. in 5. junija 2009 (Janez Kovač, Miran Mozetič) 33
- * Proslava ob 50-letnici Društva za vakuumsko tehniko Slovenije (Janez Kovač) 35

Obvestilo

Člane DVTS prosimo,
da čim prej poravnate
naročnino za leto 2009
v višini 25,00 EUR

SPONZOR VAKUUMISTA:

– **Ministrstvo za visoko šolstvo, znanost in tehnologijo**

VAKUUMIST

Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije

Glavni in odgovorni urednik: dr. Peter Panjan

Uredniški odbor: dr. Miha Čekada, mag. Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumske tehnike in sistemov), dr. Bojan Jenko, dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumske metalurgije), dr. Stanislav Južnič, dr. Janez Kovač, dr. Ingrid Milošev, dr. Miran Mozetič, dr. Vinko Nemanič, dr. Boris Orel, mag. Andrej Pregelj, dr. Janez Šetina, dr. Alenka Vesel in dr. Anton Zalar†

Tehnični urednik: Miro Pečar

Lektor: dr. Jože Gasperič

Korektor: dr. Miha Čekada

Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 1000 Ljubljana, tel. (01) 477 66 00

Elektronska pošta: info@dvts.si

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

Številka transakcijskega računa pri NLB: 02083-0014712647

Oblikovanje naslovne strani: Ignac Kofol

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

Naklada: 400 izvodov

INHIBICIJSKA UČINKOVITOST BENZOTRIAZOLA IN 1-HIDROKSI-BENZOTRIAZOLA PROTI KOROZIJI BAKRA

Matjaž Finšgar, Ingrid Milošev

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

V tem delu je predstavljena študija inhibicije korozije bakra z uporabo znanega korozijskega inhibitorja benzotriazola (BTAH) in njegovega, ne tako raziskanega derivata 1-hidroksi-benzotriazola (BTAOH). Za raziskavo so bile uporabljene različne elektrokemijske metode in tehnika elektrokemijske kremenove mikrotehnice (EQCM). Eksperimentalni podatki so pokazali, da je BTAH bolj učinkovit inhibitor kot BTAOH za preprečevanje korozije v 3-odstotni raztopini NaCl.

Inhibition efficiency of benzotriazole and 1-hydroxy-benzotriazole against copper corrosion

ABSTRACT

The aim of this investigation was to study the inhibition of copper corrosion by using a well-known inhibitor benzotriazole (BTAH), and its not so extensively explored derivative, 1-hydroxy-benzotriazole (BTAOH). Different electrochemical techniques, together with electrochemical quartz crystal microbalance were employed. Experimental results showed that BTAH is a more effective inhibitor than BTAOH of the corrosion of copper in 3% NaCl solution.

1 UVOD

Korozija ima pomembno vlogo v različnih panogah industrije in posledično tudi v ekonomiji. Cilj korozijskih študij je razvoj postopkov za zmanjšanje korozijske hitrosti. Eden izmed teh načinov je uporaba korozijskih inhibitorjev. Mehanizem njihovega delovanja največkrat ni poznan. V večini primerov se učinkovitost inhibitorja za določeno kovino v preiskovanem mediju ugotavlja z empiričnimi preizkusi.

Od leta 1947 je znano, da je benzotriazol (BTAH) učinkovit korozijski inhibitor za baker in njegove zlitine⁽¹⁾. BTAH preprečuje neželene reakcije na površini kovine ali zlitine, npr. oksidacijo Cu. Primer uporabe BTAH je zaščita arheoloških znamenitosti⁽²⁻⁴⁾. V zadnjih letih se veliko pozornosti namenja ugotavljanju mehanizma vezave BTAH na Cu-površino ter strukture zaščitne plasti. Še posebej je zanimivo raziskovanje novih potencialnih inhibitorjev, ki bi prav

tako učinkovito delovali za baker kot BTAH. Namen te študije je primerjava znanega inhibitorja BTAH (slika 1a) in njegovega derivata 1-hidroksi-benzotriazola (BTAOH) (slika 1b), ki še ni bil podrobno raziskan.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

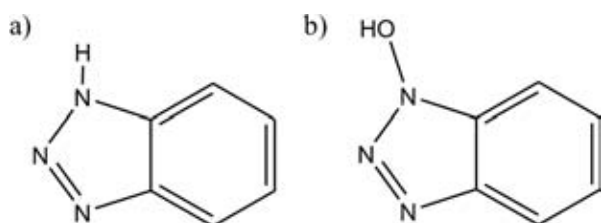
2.1 Priprava raztopin in elektrod

Vodno raztopino 3-odstotnega NaCl smo pripravili z raztapljanjem BTAH in BTAOH v koncentracijskem območju od 0,1 mM do 10 mM. Uporabljene kemikalije so bile naslednje: NaCl (čistost *pro analysis*, Carlo Erba), BTAH (p. s. kvalitete, Merck) in BTAOH (95-odstotna čistost, Acros Organics).

Elektrode za elektrokemijske meritve smo izrezali iz bakrene folije debeline 2 mm (99,9-odstotna čistost, Goodfellow, Cambridge) v obliki kroga s premerom 15 mm. Pred elektrokemijskimi eksperimenti smo elektrodo mehansko brusili na SiC-papirju različnih zrnatosti v zaporedju 800, 1000, 1200, 2400 in 4000. Zrnatost nam pove število zrn na enoto enega inča (2,54 cm). Brušenje smo izvedli na brusilni napravi proizvajalca Struers. Med vsako menjavo papirja smo elektrodo sprali z deionizirano vodo z namenom odstranitve delcev, ki so nastali med brušenjem. To je potekalo v določeni smeri, dokler ni bila površina kovine prekrita z enotnim vzorcem raz. Nato smo vzorec obrnili za 90° in proces brušenja ponovili. Ta način smo ponovili 4-krat. Brušenju je sledilo poliranje na napravi Stuers LaboPol-5 z 1,0- in 0,25-mikrometrsko diamantno pasto (Struers) v prisotnosti etanolnega maziva (DP-lubricant Blue, Struers) na polirni krpi MD-Nap Struers. Površino vzorca smo preverili na optičnem mikroskopu Olympus BX51, in če je bila vidna še kakšna raza, smo postopek brušenja in poliranja ponovili. Po poliranju smo vzorce potopili v čisti etanol in očistili v ultrazvočni kopeli ter nato temeljito sprali z deionizirano vodo.

2.2 Elektrokemijske meritve

Meritve smo izvajali v stekleni elektrokemijski celici volumna 0,25 L pod statičnimi pogoji v stiku z zrakom pri 25 °C (uravnavano s termostatom). Pripravljene vzorce smo vstavili v teflonski nosilec (PAR) z gumijastim tesnilom v obliki obroča (*angl.* O-ring). Tako pripravljena delovna elektroda je imela 0,95 cm² svoje kovinske površine izpostavljene razto-



Slika 1: a) benzotriazol (BTAH) in b) 1-hidroksi-benzotriazol (BTAOH)

pini. Grafitno palico smo uporabili kot pomožno elektrodo. Nasičeno kalomelovo elektrodo (NKE, $E = 0,2415$ V proti standardni vodikovi elektrodi) smo potopili v Lugginovo kapilaro in smo jo uporabili kot referenčno elektrodo (RE). Pri elektrokemijskih meritvah je bila fritna Lugginove kapilare za merjenje polarizacijske upornosti minimalno oddaljena od delovne elektrode, da bi se izognili prispevku ohmskega upora, medtem ko je bila fritna oddaljena približno 1 mm pri meritvah potenciodinamskih krivulj⁽⁵⁾. Meritve smo izvajali s potenciostatom/galvanostatom Autolab model PGSTAT12, nadzorovanim s programom GPES.

Za korozijske meritve so bile izvedene naslednje elektrokemijske meritve: krono-potenciometrična meritev pri potencialu odprtega kroga E_{ok} , meritve polarizacijske upornosti R_p in meritve potenciodinamskih krivulj. Krono-potenciometrična meritev je potekala vsaj eno uro oziroma dokler sprememba potenciala s časom ni bila manjša od 3 mV/min⁽⁶⁾. Slednji eksperiment se je rabil kot stabilizacijski proces pred meritvami R_p in potenciodinamskih krivulj ter kot tehnika za določevanje korozijskega potenciala E_{kor} . Tega se določi kot zadnji zabeleženi potencial na koncu krono-potenciometrične meritve, kjer površina elektrode doseže kvazistacionarno stanje. R_p -meritve so bile izvedene na potencialnem področju ± 10 mV glede na E_{kor} s hitrostjo preleta $v = 0,1$ mV/s. Naredili smo večje število ponovitev R_p -eksperimentov, dokler vsaj štiri meritve niso ustrezale Grubbsovemu statističnemu preizkusu (meritve ubežnikov so bile zavržene). Kot rezultat je podana povprečna vrednost R_p . Meritve potenciodinamskih krivulj so bile izvedene na potencialnem področju od $-0,25$ V glede na E_{kor} do 1,0 V glede na NKE s hitrostjo preleta $v = 1$ mV/s. Izvedli smo vsaj šest ponovitev in kot rezultat je podana reprezentativna krivulja.

2.3 Elektrokemijska kremenova mikrotehnica (EQCM)

Za EQCM-meritve smo uporabili zlate elektrode s ploščino 1,37 cm², dobavljene od proizvajalca Mextek. Zlato je bilo nanoseno na AT-rez kremenovega kristala z nominalno frekvenco 5 MHz in adhezivno plastjo TiO, ki se rabi za boljši oprijem zlata s kristalom. Kristali so bili vstavljeni v teflonski nosilec Mextek TPS 550, povezanim z merilnikom debeline z Mextek PM-710 (*angl.* thickness monitor), ki deluje tudi kot galvanostat. Elektronanos bakra na zlato elektrodo je potekal v raztopini 1,0 M H₂SO₄ in 0,5 M CuSO₄ pri katodnem toku 6 mA/cm² do debeline 1 μ m. Po nanosu bakra je povezava instrumentov Mextek PM-710 in PGSTAT12 s programom GPES skrbela za spremljanje spremembe mase s časom pri E_{ok} . Pri vsakem EQCM-eksperimentu je bil uporabljen nov kremenov kristal.

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

3.1 Rezultati elektrokemijskih meritev

3.1.1 Meritve polarizacijske upornosti

Meritve polarizacijske upornosti (imenovana tudi korozijska upornost) izvajamo na zelo majhnem potencialnem področju okrog E_{kor} , zato je ta metoda manj destruktivna ali nedestruktivna za kovino. Kot že samo ime pove, dobimo iz naklona krivulje E v odvisnosti od gostote toka j pri E_{kor} (oziroma pri $j = 0$) podatke o polarizacijski upornosti $R_p / (\Omega \text{ cm}^2)$. Vrednost R_p je merilo za upornost kovine, da odda elektron elektroaktivni vrsti v raztopini. Ta podatek nam pove, kako odporna je kovina proti enakomerni koroziji (*angl.* uniform/general corrosion), pri čemer višja vrednost pomeni večjo odpornost. Pri dodatku inhibitorja kovino na določen način zaščitimo in posledično dobimo višjo vrednost za R_p v primerjavi z neinhibirano raztopino. Učinkovitost inhibitorja UI se izračuna iz meritev R_p , relativno glede na čisto raztopino 3-odstotnega NaCl po enačbi (1):

$$UI = \frac{R_p(\text{prisoten inhibitor})}{R_p(\text{brez inhibitorja})} \quad (1)$$

Rezultati meritev R_p in izračunane UI pri različnih koncentracijah BTAH in BTAOH so podani na sliki 2. Dodatek BTAH in BTAOH 3-odstotni raztopini NaCl poveča R_p -vrednost zaradi tvorbe zaščitne plasti. R_p -vrednosti BTAH-inhibitorja so od 3- do 5-krat višje od izmerjenih v prisotnosti BTAOH-inhibitorja, kar kaže na večjo učinkovitost preprečevanja enakomerne korozije BTAH v primerjavi z BTAOH. V prisotnosti BTAH R_p -vrednosti naraščajo do koncentracije 5 mM, kjer doseže vrednost 95,68 k Ω cm² (slika 2a). Majhen padec R_p je opazen pri koncentraciji 10 mM. Primerjava BTAH z BTAOH pokaže, da dodatek koncentracije BTAH 0,1 mM poveča R_p -vrednost bolj kot dodatek koncentracije BTAOH 10 mM. V primeru dodatka BTAOH rast vrednosti R_p ni tako izrazita kot pri BTAH. R_p narašča do koncentracije 1 mM, kjer doseže maksimalno vrednost. Pri višjih koncentracijah R_p -vrednost pade. Ta pojav za primer BTAOH kot korozijskega inhibitorja za jeklo so opazili tudi Morales-Gil in sodelavci⁽⁷⁾. Predpostavili so, da se začne inhibitor desorbirati zaradi interakcij molekul adsorbiranega BTAOH na kovinski površini z molekulami BTAOH, raztopljenimi v raztopini do nastanka oligomerov. S povečevanjem koncentracije BTAOH te interakcije postanejo močnejše in vodijo do sekundarne desorpcije.

UI je mnogo večja pri dodatku BTAH v primerjavi z BTAOH. Maksimalno vrednost 89,3 % doseže pri dodatku koncentracije BTAH 5 mM. V primeru BTAOH je maksimalna vrednost pri koncentraciji 1 mM in je 41,9-odstotna.

V tem delu je način določevanja UI izveden iz meritev R_p -vrednosti po enačbi (1) in ne iz korozijskih

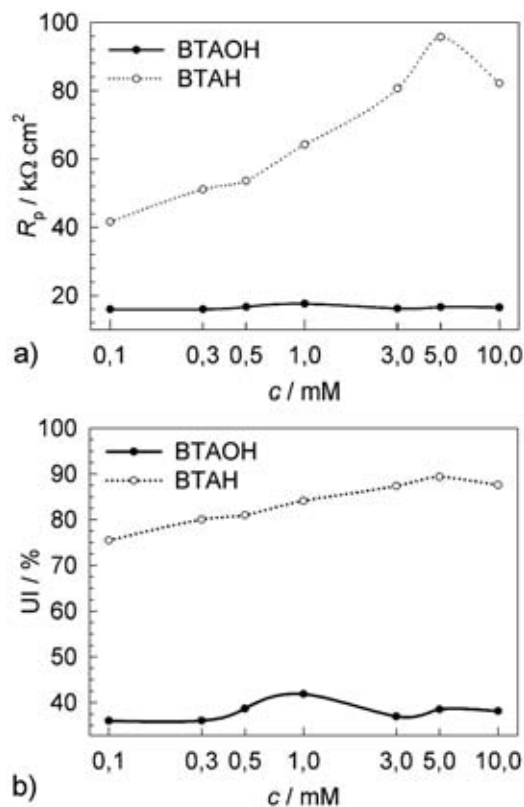
tokov j_{kor} po enačbi (2), kot je to mnogokrat uporabljeno in lahko tudi narobe prikazano. Korozijski tok se tradicionalno določa iz Taflovih premic, ki so izmerjene na potencialnem področju $\pm 0,25$ V glede na E_{kor} in $v = 0,1$ mV/s.

$$UI = \frac{j_{kor}(\text{brez inhibitorja})}{j_{kor}(\text{prisoten inhibitor})} \cdot \frac{j_{kor}(\text{prisoten inhibitor})}{j_{kor}(\text{brez inhibitorja})} \quad (2)$$

Potrebno je še poudariti, da pri potenciodinamskih meritvah, kjer je uporabljena višja hitrost ($v > 0,1$ mV/s), ne gre več za zahtevani kinetično kontroliran proces prenosa elektrona, temveč nastane še dodatni vpliv masnega transporta. Taflove premice se morajo prilagati na linearne dele meritev voltometrijskih krivulj. To linearno področje pa mora potekati pri absolutni prenapetosti $|\eta|$ večji od 118 mV ($|\eta| = E - E_{kor}$)⁽⁸⁾, torej vsaj 118 mV bolj pozitivno ali negativno od E_{kor} . Presečišče Taflovih premic se nato ekstrapolira na j -skalo pri E_{kor} in tako se pridobi podatek o j_{kor} .

Izpeljava elektrokemijske Butler–Volmerjeve enačbe predvideva reverzibilno elektrokemijsko reakcijo ene elektroaktivne vrste, npr. za proces $Fe^{3+} + e^- \rightleftharpoons Fe^{2+}$. Prilagojena oblika Butler–Volmerjeve enačbe⁽⁹⁾, ki se uporablja za korozijske reakcije v raztopinah, predvideva eno katodno reakcijo (npr. redukcijo raztopljenega kisika) in eno anodno reakcijo (npr. oksidacijo kovine $M \rightarrow M^+ + e^-$). Pri meritvah Taflovih premic pa lahko v katodnem delu poleg redukcije kisika naletimo na problem sproščanja vodika zaradi redukcije H^+ (predvsem v kisljih raztopinah). Tako gre v tem primeru za dve katodni reakciji. V anodnem delu pa pogosto nastane tvorba zaščitnih oksidnih plasti ali adsorpcija inhibitorja na kovinsko površino ter tvorba pasivne plasti, ki preprečujejo oksidacijo kovine (blokira predpostavljeno anodno reakcijo prilagojene Butler–Volmerjeve enačbe). V anodnem delu polarizacijske krivulje lahko prav tako nastane redukcija nastalega vodika, ki se kopiči v kovini.

Mnogokrat potekajo še dodatne reakcije na površini elektrode zaradi prisotnosti analita in nečistoč v raztopini. Tako kombinacija vseh reakcij (pri izpeljavi Butler–Volmerjeve enačbe sta uporabljeni samo ena katodna in anodna) ne ustreza osnovni teoriji in zato je rezultat določevanja j_{kor} z ekstrapolacijo Taflovih premic le grobi približek. V praksi se najpogosteje srečamo s problemom nelinearnosti anodne polarizacijske krivulje, kar zelo otežuje prilaganje anodne Taflove premice in tako se lahko pri določevanju stori velika napaka. Približek teoriji in napaka pri določevanju Taflovih premic ne more zagotoviti zanesljivega rezultata izračuna UI . V tem primeru je boljše uporabiti metodo linearne polarizacije na zelo majhnem potencialnem področju okrog E_{kor} , kjer se kombinaciji reakcij in težavam pri določevanju linearnih premic izognemo. Problem pri meritvah polarizacijske upornosti pa je lahko nekom-

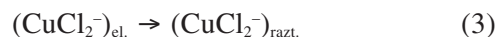


Slika 2: a) Meritve polarizacijske upornosti Cu-elektrode v 3-odstotni raztopini NaCl z dodatkom x mM koncentracije BTAH ali BTAOH ($x = 0,1, 0,3, 0,5, 1, 5, 10$). b) Izračunana učinkovitost inhibitorja po enačbi (1).

penzirana upornost raztopine, kar lahko posledično vodi do višjih vrednosti R_p , kot dejansko so.

3.1.2 Meritve potenciodinamskih krivulj

Meritve potenciodinamskih krivulj za Cu v 3-odstotni raztopini NaCl, izmerjene v prisotnosti in odsotnosti različnih koncentracij BTAH in BTAOH, so prikazane na slikah 3 in 4. Edini reducirajoči zvrsti v raztopini sta raztopljen kisik in vodikovi ioni. Pri bolj negativnih potencialih, okrog $-0,25$ V glede na E_{kor} , je vedenje katodne polarizacijske krivulje odvisno od izločanja vodika (redukcije H^+), medtem ko je pri bolj pozitivnih potencialih, bližje E_{kor} , potek katodne polarizacijske krivulje odvisen od masnokontroliranega transporta reakcije redukcije raztopljenega kisika. Pri potencialih bolj pozitivno od E_{kor} v aktivnem potencialnem področju sta Tromans in Sun⁽¹⁰⁾ predlagala, da anodno raztapljanje Cu-elektrode v kloridnem mediju ni povezano z nastankom bakrovih oksidov. Za to aktivno potencialno področje Bacarella in Griess⁽¹¹⁾ trdita, da hitrost celotne anodne reakcije raztapljanja Cu v kloridni raztopini uravnava difuzija $CuCl_2^-$ od elektrode v raztopino (enačba (3)).



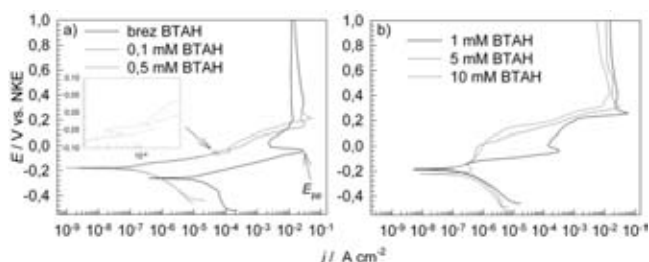
V tem območju opazimo na potenciodinamski krivulji v čisti 3-odstotni raztopini NaCl linearno odvisnost gostote toka od potenciala. Pri bolj

pozitivnih potencialih (okrog -35 mV vs. NKE, krivulja brez BTAH na slikah 3a in 4a) se zaradi presežene topnosti CuCl_2^- reakcija pomakne v levo do povečanega nastanka CuCl , ki delno zaščiti elektrodo, kar vodi do zmanjšanja gostote toka⁽¹⁰⁾. Ta potencial imenujemo primarni pasivacijski potencial E_{pp} (označen na sliki 3a). Potrebno je še poudariti, da potenciodinamska krivulja za Cu v kloridnem mediju ne kaže tipičnega potenciala preboja, kot je to značilno za jekla^(12,13).

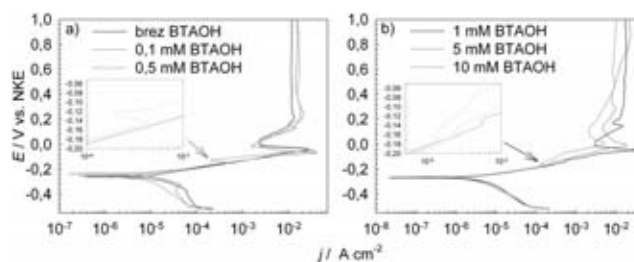


Primerjava krivulj potenciodinamskih meritev čiste 3-odstotne raztopine NaCl in krivulj, izmerjenih pri dodatku BTAH (slika 3), pokaže pomembno znižanje gostote katodnega toka v vseh inhibiranih raztopinah. Hkrati se E_{kor} premakne bolj proti pozitivnim potencialom za približno $+80$ mV. Tudi anodni del polarizacijske krivulje se v prisotnosti inhibitorja pomakne proti manjši gostoti toka. Ta premik je posebej izrazit pri koncentraciji inhibitorja višji od 1 mM. Majhen anodni vrh je opazen pri potencialu -60 mV za dodatek 0,1 mM BTAH (detajl na sliki 3a). Pri večjih koncentracijah BTAH ta vrh prehaja v anodni plato. Iz teh rezultatov lahko sklenemo, da je BTAH zelo učinkovit inhibitor mešanega tipa, ki primarno deluje kot anodni inhibitor.

Dodatek BTAOH 3-odstotni raztopini NaCl le malo zmanjša gostoto katodnega toka potenciodinamskih krivulj (slika 4). Padec gostote katodnega toka je opazen do koncentracije 1 mM, višanje koncentracije pa nima več pomembnega vpliva. Nasprotno od BTAH pa BTAOH ne vpliva na premik E_{kor} . Pri koncentraciji BTAOH 0,1 mM ne opazimo bistvene razlike anodne polarizacijske krivulje v primerjavi s čisto raztopino 3-odstotnega NaCl. Pri dodatku višjih koncentracij ($>0,5$ mM) nastane anodni vrh v potencialnem področju od $-0,16$ V do $-0,14$ V (detajla na slikah 4a in 4b), kar je posledica interakcije BTAOH s površino Cu. Iz teh rezultatov lahko BTAOH ovrednotimo kot šibki inhibitor mešanega tipa za Cu v 3-odstotni raztopini NaCl. Primerjava krivulj v prisotnosti BTAH in BTAOH pokaže, da BTAH prav tako mnogo bolj ščiti Cu proti lokalni koroziji, saj je gostota toka po potencialu preboja (predvsem vidno za dodatek 5 mM



Slika 3: Potenciodinamske krivulje za Cu v odsotnosti in prisotnosti x mM koncentracije BTAH v 3-odstotni raztopini NaCl ($x = 0,1, 0,3, 0,5, 1, 5, 10$), $v = 1$ mV/s



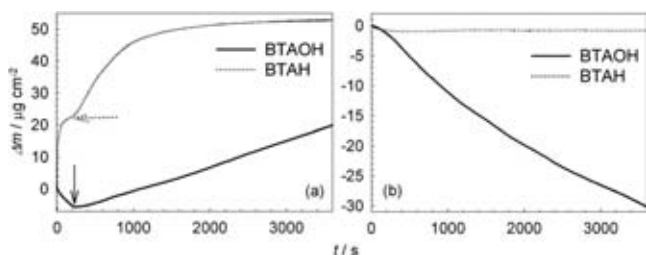
Slika 4: Potenciodinamske krivulje za Cu v odsotnosti in prisotnosti x mM koncentracije BTAOH v 3-odstotni raztopini NaCl ($x = 0,1, 0,3, 0,5, 1, 5, 10$), $v = 1$ mV/s

in 10 mM koncentracije BTAH) mnogo manjša v primeru BTAH.

3.2 Rezultati meritev EQCM

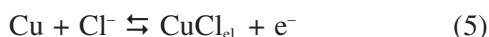
Slika 5a prikazuje časovno spremembo mase kremenovega kristala z zlato elektrodo in elektrolitsko naneseno plastjo Cu. Adsorpcija inhibitorjev je bila izvedena iz 3-odstotne raztopine NaCl z dodatkom 10 mM BTAH ali BTAOH. Adsorpcijski proces BTAH je hiter, saj masa na elektrodi nenehno narašča od trenutka izpostave elektrode raztopini. Nekateri avtorji so mislili, da gre za tvorbo bakrovih oksidov pod Cu-BTAH-plastjo⁽¹⁴⁻²¹⁾, vendar pa je v 3-odstotni raztopini NaCl to termodinamsko neugodno⁽²²⁾. Če se bakrovi oksidi tvorijo, prav tako prispevajo k povečanju mase. Po približno 180 s se adsorpcijska krivulja izravna in spremeni naklon (označeno s prekinjeno puščico na sliki 5). To je lahko posledica večplastne adsorpcije in tudi tvorbe strukturno različnih plasti na površini.

Odvisnost spremembe mase s časom je prvotno parabolna (slika 6a) in kasneje, po približno 180 s, logaritemska (slika 6b). Po približno 1200 s se adsorpcijski mehanizem spet spremeni (presečišče krivulj na sliki 6b). Sprememba mase s časom je v tem primeru manjša kot v prejšnjih dveh, ker je prenos Cu-ionov čez predhodno tvorjeno zaščitno plast otežen. Prav tako pa logaritemska odvisnost spremembe mase na elektrodi nakazuje, da je prenos Cu-ionov počasnejši kot v primeru parabolne rasti, kar lahko pripišemo tvorbi bolj zaščitne plasti in posledično bolj učinkoviti inhibiciji korozije. Po enurni izpostavitvi je sprememba mase na elektrodi $52,80 \mu\text{g cm}^{-2}$, kar pomeni skupek reakcij dveh tekmovalnih procesov: korozivnega napada kloridnih ionov in nastanka zaščitne plasti Cu-BTAH. Po tvorbi plasti smo elektrodo izpostavili čisti 3-odstotni raztopini NaCl za preverjanje zaščitnih lastnosti površinske plasti Cu-BTAH. Po enurni izpostavi je bila sprememba mase le $-0,05 \mu\text{g cm}^{-2}$, kar pomeni izgubo mase zaradi korozivnega napada, saj je znano, da se triazolne molekule močno vežejo na Cu-površino⁽²³⁾ in lahko desorpcijo teh molekul pri preverjanju zaščitne plasti zanemarimo.



Slika 5: (a) Sprememba mase s časom za adsorpcijo BTAOH (—) in BTAH (· · ·) na Cu-elektrodi iz 3-odstotne raztopine NaCl in (b) opazovanje lastnosti tvorjene zaščitne plasti. Sprememba mase po eni uri je v primeru BTAOH $30,08 \mu\text{g cm}^{-2}$ in v primeru BTAH $52,82 \mu\text{g cm}^{-2}$.

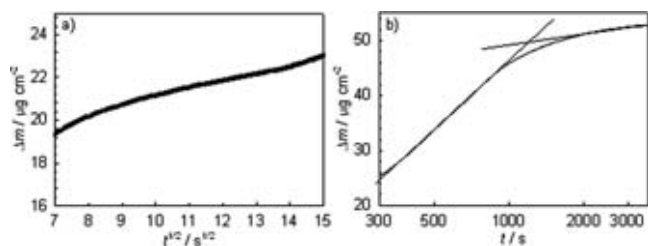
Adsorpcijski proces BTAOH je drugačen. Izrazito zmanjšanje mase s časom je opazno v prvih 262 s izpostave Cu-QCM-elektrode kloridnemu mediju, vsebujočemu BTAOH, kjer nastane sprememba mase $-5,68 \mu\text{g cm}^{-2}$ (slika 5a). To je posledica hitrega raztapljanja elektrolitsko nanesenega Cu po reakciji (5), ki vodi do tvorbe CuCl. Ta produkt pa reagira s Cl^- ioni v raztopini do nastanka topnega CuCl_2^- (enačba (4)) in posledično pride do zmanjšanja mase elektrode.



Po 262 s pa se raztapljanje ustavi in preide do povečevanja mase na QCM-elektrodi (označeno s puščico na sliki 5). To je posledica adsorpcije BTAOH in tvorbe zaščitne plasti, ki prevlada nad raztapljanjem Cu. Povečanje mase na elektrodi je jasen dokaz, da se molekule BTAOH adsorbirajo na Cu-površino. Povečevanje mase s časom je mogoče najboljšje opisati z linearno rastjo plasti. Naklon te krivulje je $27,59 \mu\text{g cm}^{-2} \text{ h}^{-1}$. Po enourni tvorbi smo lastnosti zaščitne plasti, prav tako kot v primeru BTAH, preverili v čisti 3-odstotni raztopini NaCl. Na sliki 5b je razvidno, da ta plast slabo ščiti Cu pred korozijo, saj masa na elektrodi konstantno pada. Po eni uri se masa zmanjša za $-30,08 \mu\text{g cm}^{-2}$. Razlika sprememb mas med plastema Cu-BTAH in Cu-BTAOH pri preizkusu preverjanja lastnosti je bila $30,03 \mu\text{g cm}^{-2}$. Ta eksperiment potrjuje predvidevanja elektrokemijskih meritvev, da je BTAH mnogo bolj učinkovit kot BTAOH.

4 SKLEP

V tem delu je predstavljena študija inhibicijskih lastnosti dveh inhibitorjev, benzotriazola (BTAH) in 1-hidroksi-benzotriazola (BTAOH), v 3-odstotni raztopini NaCl. V obeh primerih opazimo hitro interakcijo molekul z Cu-površino in tvorbo površinskih plasti. Zaščitna lastnost Cu-BTAH plasti je mnogo bolj učinkovita kot zaščitna plast Cu-BTAOH. Že koncentracija BTAH $0,1 \text{ mM}$ bolj učinkovito preprečuje enakomerno korozijo kot koncentracija BTAOH 10 mM , prav tako pa je BTAH bolj učinkovit



Slika 6: Kinetika tvorbe Cu-BTAH plasti v 3-odstotni raztopini NaCl v prisotnosti 10 mM koncentracije BTAH: (a) parabolna in (b) logaritemska časovna odvisnost rasti plasti

inhibitor proti nastanku lokalne korozije. Oba inhibitorja delujeta kot inhibitorja mešanega tipa, s tem da BTAH primarno inhibira anodno reakcijo korozijskega para. Spremljanje mehanizmov rasti plasti s tehniko elektrokemijske kremenove mikro-tehnice pokaže, da BTAOH sledi linearni rasti s časom, medtem ko BTAH najprej parabolni in kasneje logaritmski rasti površinske plasti s časom.

5 LITERATURA

- ¹Procter and Gamble, Ltd., Britanski Patent, 652339, december 1947.
- ²H. Brinch Madsen, *Stud. in Cons.*, **12** (1967), 163–167.
- ³H. Brinch Madsen, *Stud. in Cons.*, **16** (1971), 120–122.
- ⁴R. Walker, *J. Chem. Educ.*, **57** (1980), 789–791.
- ⁵ASTM G 61, Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys.
- ⁶ASTM F 2129–08, Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small Implant Devices.
- ⁷P. Morales-Gil, G. Negrón-Silva, M. Romero-Romo, C. Ángeles-Chávez, M. Palomar-Pardavé, *Electrochim. Acta.*, **49** (2004), 4733–4741.
- ⁸J. Wang, *Analytical Electrochemistry*, druga izdaja, VHC-Wiley, New York (2001) str. 14.
- ⁹J. O'M Bockris, A. K. N. Reddy, *Modern Electrochemistry 2B, Electrode Processes in Chemistry, Engineering, Biology, and Environmental Science*, druga izdaja, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York (2000) 1655.
- ¹⁰D. Tromans, R. Sun, *J. Electrochem. Soc.*, **138** (1991), 3235–3244.
- ¹¹A. L. Bacarella, J. C. Griess, *J. Electrochem. Soc.*, **120** (1973), 459–465.
- ¹²M. Finšgar, S. Fassbender, F. Nicolini, I. Milošev, *Corros. Sci.*, **51** (2009), 525–533.
- ¹³M. Finšgar, S. Fassbender, S. Hirth, I. Milošev, *Mater. Chem. Phys.*, **116** (2009), 198–206.
- ¹⁴J.-H. Chen, Z.-C. Lin, S. Chen, L.-H. Nie, S.-Z. Yao, *Electrochim. Acta*, **43** (1998), 265–274.
- ¹⁵V. Brusic, M. A. Frisch, B. N. Eldridge, F. P. Novak, F. B. Kaufman, B. M. Rush, G. S. Frankel, *J. Electrochem. Soc.*, **138** (1991), 2253–2259.
- ¹⁶G. W. Poling, *Corros. Sci.*, **10** (1970), 359–370.
- ¹⁷R. F. Roberts, *J. Electron. Spectrosc.*, **4** (1974), 273–291.
- ¹⁸P. G. Fox, G. Lewis, P. J. Boden, *Corros. Sci.*, **19** (1979), 457–467.
- ¹⁹D. Chadwick, T. Hashemi, *Corros. Sci.*, **18** (1978), 39–51.
- ²⁰J. O. Nilsson, C. Tornkvist, B. Liedberg, *Appl. Surf. Sci.*, **37** (1989), 306–326.
- ²¹K. Cho, J. Kishimoto, T. Hashizume, H. W. Pickering, T. Sakurai, *Appl. Surf. Sci.*, **87/88** (1995), 380–385.
- ²²D. Tromans, *J. Electrochem. Soc.*, **145** (1998), L42–L45.
- ²³M. Graff, J. Bukowska, K. Zawada, *J. Electroanal. Chem.*, **567** (2004), 297–303.

PREIZKUŠANJE NA VAKUUMSKO TESNOST – NEPORUŠITVENA METODA Z MEHURČKI

Branislav Arsenijević¹, Jože Gasperič²

¹Medivak, d. o. o., Šolska 21, Domžale

²Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, Ljubljana

POVZETEK

V prispevku je podrobno predstavljeno ugotavljanje tesnosti različnih posod, cevovodov, vakuumskih sestavnih delov in naprav z neporušitveno metodo z mehurčki. Poznamo tri glavne načine, in sicer: (1) način s potapljanjem preizkušanca, ki je pod nadtlakom, v preizkusno tekočino, (2) način z omočenjem površine preizkušanca ter (3) vakuumski način. Opisane so prednosti te metode pred drugimi, pa tudi omejitve, načini povečanja občutljivosti ter priprava preizkušancev. Zelo pomembna je tudi izbira tekočin in slednih plinov, ki se pri tem uporabljajo. V splošnem je s to metodo mogoče odkriti netesnosti, ki so večje od 10^{-4} mbar L/s, kar v vakuumski tehniki pomeni, da so vakuumске naprave primerne za uporabo v grobem, srednjem in deloma tudi v visokem vakuumu, tj. do 10^{-6} mbar. Na koncu prispevka je dodana tudi terminologija v slovenščini in angleščini, ki se uporablja pri preizkušanju tesnosti.

Leak testing – Non-destructive bubble test technique

ABSTRACT

In this article we present the leak testing of various vessels, tanks, pipe lines, vacuum components and systems etc. by the non-destructive bubble testing methods. Three main techniques are well known: (1) the liquid immersion technique, where the object is pressurized and submerged in the test liquid, (2) the liquid film application technique, where a thin layer of test liquid is flowed over the low pressure surface of the test object, and (3) the vacuum box technique. The advantages of bubble testing methods as well as their limitations, techniques for the enlargement of the sensitivity and preparation of testing objects are described. Very important role at this technique play the testing liquids and tracer fluids. Generally, by this testing method it is possible to detect and locate leaks greater than 10^{-4} mbar L/s, which means the vacuum systems are applicable for the use in rough, medium and high vacuum up to 10^{-6} mbar. At the end of this article the terminology in leak tightness testing in Slovene and English language is added.

1 SPLOŠNO O PREIZKUSU Z MEHURČKI

1.1 Princip preizkusa na tesnost z mehurčki

Neporušitveni preizkus z mehurčki je verjetno najbolj uporabljena tehnika za ugotavljanje netesnosti oz. netesnih mest različnih posod, cevovodov, rezervoarjev, sestavnih delov vakuumskih in drugih naprav (kratko: **preizkušanci**), ki so izpostavljeni nad- ali podtlaku (vakuumu). Zaradi njegove enostavnosti ga lahko izvajajo delavci z malo treninga. Zaradi majhnih stroškov in hitrih rezultatov je posebno zanimiv pri preizkušanju izdelkov za široko porabo, ker so druge metode predrage. Pri teh preizkusih je treba najprej ustvariti tlačno razliko skozi tlačno pregrado (steno posode in zunanostjo), ki jo preizkušamo. Preizkusna tekočina je vedno na nižji tlačni strani, tako da ji preprečimo vstop in zamašitev netesnega mesta. Opazu-

jemo mehurčke, ki prihajajo skozi netesno mesto. Takoj lahko ugotovimo netesno mesto pri jakosti uhajanja plina (zraka) 10^{-2} – 10^{-4} mbar L/s, pri jakosti 10^{-4} – 10^{-5} mbar L/s pa je čas opazovanja daljši, ker mehurčki nastajajo bolj počasi. Hitrost nastajanja mehurčkov, njihova velikost in hitrost rasti posameznih mehurčkov daje preizkuševalcu (operaterju) občutek o velikosti netesnosti.

1.2 Načini preizkušanja z mehurčki

Poznamo tri glavne načine preizkušanja, in sicer:

1. *Način s potapljanjem* preizkušanca. Preizkušane (posoda, sestavni del ...), ki je pod nadtlakom, potopimo v preizkusno tekočino. Iz netesnega mesta izhajajo mehurčki, ki se dvigajo proti gladini tekočine.
2. *Način z omočenjem* površine preizkušanca. Pri tem načinu prevlečemo površino, ki je pod nadtlakom, s tanko plastjo preizkusne tekočine oz. raztopine (npr. z milnico). Ta način uporabljamo pri preizkušancih, ki jih ne moremo (npr. zaradi velikosti) ali ne smemo potopiti v preizkusno tekočino.
3. *Vakuumski način* uporabljamo za preizkušance, ki jih ne moremo izpostaviti nadtlaku, bodisi zaradi svoje oblike (plošče, zvari) ali mehanske občutljivosti (enkapsulirani elektronski elementi).

Pri vseh teh načinih pa obstajajo tudi različice. Tako lahko med preizkušanjem povečujemo nadtlak oz. podtlak, torej *tlačno razliko*, in s tem tudi *jakost uhajanja plina* in hitrost nastajanja mehurčkov. Seveda pa moramo pri tem paziti, da ne pretiravamo. V tlačnih posodah (grelnikih za vodo, jeklenkah za komprimirane pline, posodah za tekoči dušik ali helij) sme biti nadtlak le nekoliko večji od delovnega (do 25 %). Tlak v notranjosti zatesnjene preizkušance lahko povečamo z gretjem, vendar obstaja nevarnost, da nastane v njegovi notranjosti prevelik tlak, ki povzroči eksplozijo. Tlačno razliko lahko povečamo tudi s tem, da preizkusno tekočino (potopno tekočino, raztopinsko tanko plast) postavimo v vakuum.

1.3 Prednosti preizkusa z mehurčki

Kot smo že uvodoma omenili, je preizkus z mehurčki enostaven in poceni. Zelo natančno je mogoče ugotoviti *netesno mesto*. Pri pregledu zvarov in ulitkov je treba vedeti, da mesto izhajanja me-

hurčkov ni vedno natančno nasproti mestu vpuščanja na nadtladni strani. Prednost je tudi, da velike netesnosti odkrijemo takoj in da jih je treba najprej odpraviti, šele nato lahko nadaljujemo preizkus in iščemo manjše netesnosti, lahko tudi z drugimi metodami (npr. s helijevim detektorjem netesnosti). Vedno pa iščemo le *resnične (realne) netesnosti*, ne pa *navideznih (virtualnih)*, tj. odplinjevanje (desorpcija) s površin notranjih sten preizkušanca (posode) ali absorbiranih plinov iz njih. Zahtevano znanje in izkušnje operaterja sta minimalni v primerjavi z drugimi, bolj kompleksnimi tehnikami iskanja netesnih mest, kjer se za iskanje uporabljajo sonde, ki jih je treba vleči od točke do točke po površini preizkušanca.

1.4 Omejitve preizkusa z mehurčki

Tako kot ima vsaka metoda svoje omejitve, obstajajo tudi pri preizkusih z mehurčki. Te so:

1. onesnaženje (kontaminacija) površine preizkušanca,
2. neprimerna temperatura površine preizkušanca,
3. onesnaženost ali penjenje preizkusne tekočine,
4. neprimerna viskoznost preizkusne tekočine,
5. majhna površinska napetost preizkusne tekočine, ki je vzrok za manjšo omočljivost površine preizkušanca; težnja take tekočine je, da zaleze v pore, kar lahko vodi do zamašitve netesnega mesta;
6. prevelik vakuum nad površino preizkusne tekočine, ki povzroči njeno vretje, torej nastajanje mehurčkov, ki motijo preizkuševalca (operaterja);
7. predhodno čiščenje površine preizkušanca z uporabo čistilnih tekočin lahko zamaši netesnost. Zato je treba po čiščenju površino dobro sprati, da popolnoma odstranimo čistilno sredstvo, nato pa osušiti, posebno še, če bomo nadaljevali preizkušanje z bolj občutljivimi tehnikami s slednimi plini (npr. s halogeni ali helijem).
8. Zrak, ki je raztopljen v preizkusni tekočini, ali odplinjevanje s korodirane površine preizkušanca lahko povzročita nastanek nepravil ("lažnih") mehurčkov, ki lahko zavedejo operaterja;
9. poroznostne netesnosti s preizkusom z mehurčki ne moremo odkriti zaradi premajhne občutljivosti te metode;
10. predhodni preizkus z mehurčki ali onesnaženje, ki lahko zatesni netesnosti in zmanjša občutljivost drugih, nadaljnjih preizkusnih metod, ki so bolj občutljive.

Učinek onesnažene površine je t. i. "lažno" nakažovanje netesnih mest, ki ga povzročajo: rja, mast, olja, varilna žilindra, oksidna plast, poroznost zvara na zunanji strani stene preizkušanca.

Tudi mehansko lahko povzročimo podobne učinke z brušenjem, tolčenjem, kar lahko začasno zapre netesnosti na kovinski površini. Preizkus na tesnost mora biti opravljen pred barvanjem, galvanizacijo, naparevanjem ali platiniranjem površine, ki lahko prav tako začasno zatesnijo netesnosti.

Onesnažena preizkusna tekočina se navadno tudi peni, nastajajo torej nepravilni ("lažni") mehurčki, ki niso v zvezi z netesnostjo oz. uhajanjem plina skozenjo.

Zamašitev majhnih netesnosti, pri katerih je jakost uhajanja plina manjša od 10^{-4} mbar L/s, lahko nastane zaradi prezgodnje potopitve ali premazovanja preizkušanca, preden je bil izpostavljen nadtlaku oz. preden je bila ustvarjena primerna tlačna razlika (npr. 1000 mbar).

Večina komercialno dosegljivih preizkusnih tekočin ali raztopin ima majhno površinsko napetost, lahko pa jih pripravimo tudi sami.

1.5 Občutljivost različnih načinov preizkusa z mehurčki

Dejavniki, ki vplivajo na občutljivost preizkusa z mehurčki:

1. tlačna razlika,
2. viskoznost slednega plina,
3. preizkusna tekočina, v kateri nastajajo mehurčki,
4. površinsko onesnaženje (barva, umazanija, olja, masti ...) na zunanji ali notranji strani preizkušanca),
5. vremenske razmere (dež, temperatura, vlaga, veter) pri preizkušanju na prostem, ki vplivajo na hitrost izparevanja preizkusne tekočine,
6. osvetlitev preizkušane področja,
7. preizkusna naprava,
8. tehnika in pozornost preizkuševalca.

Lastnosti preizkusne tekočine (raztopine), ki vplivajo na občutljivost:

1. Površinska napetost vpliva na hitrost nastajanja mehurčkov in na njihovo velikost. Če je *majhna*, nastane veliko majhnih mehurčkov, ki se tudi radi delijo. Če pa je *velika*, mehurčki nastajajo počasi in so večji ter se le počasi odlepajo od površine z netesnega mesta; tudi selijo se ne na manjše. Za zmanjšanje površinske napetosti vode se uporabljajo mehčala (detergenti).
2. Dobra omočljivost, ki je naznačena z velikim stičnim kotom med površino preizkušanca in kapljico tekočine na njej. Pri večji površinski napetosti je omočljivost slaba, stični kot je majhen.
3. Viskoznost slednega plina vpliva na velikost rasti mehurčka. Majhna viskoznost, manjši mehurčki, velika viskoznost, večji mehurčki. Za povečanje

viskoznosti preizkusne tekočine (vode) lahko kot dodatek uporabljamo glicerin.

4. Hitrost odparevanja. Tekočina (raztopina) naj ima počasno hitrost odparevanja, da ima preizkuševalca možnost, da prekrije (omoti) čim večjo površino preizkušanca. Hitrost odparevanja je odvisna od temperature. Čim višja je, tem hitrejša je odparevanje in nasprotno.

1.5.1 Povečanje občutljivosti

V splošnem lahko povečamo občutljivost preizkusa z mehurčki s podaljšanjem časa opazovanja njihovega nastajanja, z izboljšanjem razmer pri tem in s povečanjem količine plina, ki uhaja skozi netesnost.

Povečanje možnosti za opazovanje zagotovimo na naslednje načine:

1. položaj preizkušane površine naj bo čim bolj ugoden za opazovanje;
2. osvetlitev mora biti taka, da se jasno vidijo mehurčki;
3. potopna tekočina mora biti čista in presevana;
4. podaljšanje časa za tvorbo mehurčkov in časa opazovanja;
5. odstranitev nepravilnih ("lažnih") mehurčkov, ki nastanejo zaradi vretja, vnesenega zraka ali onesnaženja preizkusne tekočine;
6. zmanjšanje površinske napetosti, da se lahko pojavijo manjši mehurčki;
7. zmanjšanje tlaka nad opazovano površino, ki poveča posamezne mehurčke;
8. izbira primerne časa za preizkuse na terenu, da bi bile okoliške razmere ugodne (svetloba, temperatura, veter ...);
9. uporaba primernih preizkusnih raztopin, tudi fluorescenčnih ali barvnih, če je treba.

Ne smemo pa pri tem pozabiti na dobro razpoloženje preizkuševalca (operaterja), ki vpliva na njegovo zbranost pri delu.

1.5.2 Povečanje hitrosti uhajanja slednega plina

Občutljivost lahko povečamo tudi tako, da uporabimo drug sledni plin, ki ima manjšo viskoznost in maso. Hitrost uhajanja pa lahko najbolj povečamo s povečanjem tlačne razlike (npr. s povečanjem tlaka v preizkušancu), temperature ali z zmanjšanjem tlaka na nizkotlačni strani.

S primerno kombinacijo slednega plina in potopne tekočine lahko ugotovimo jakost uhajanja tudi 10^{-7} mbar L/s, ki je sicer 10^{-4} – 10^{-5} mbar L/s, pri načinu z omočenjem pa 10^{-4} mbar L/s (navadno 10^{-1} – 10^{-3} mbar L/s).

Pri kapilarnih netesnostih se lahko zgodi, da se mehurčki v preizkusni tekočini raztopijo tako hitro, da jih ni mogoče videti.

V splošnem pa je težko definirati občutljivost načina oz. metode preizkusa z mehurčki, ki je odvisna tudi od sposobnosti preizkuševalca (operaterja) in njegove motivacije. V ugodnih okoliščinah ne bi smelo biti težav pri odkrivanju netesnih mest pri načinu s potapljanjem z jakostjo uhajanja plina 10^{-5} mbar L/s.

1.6 Priprava preizkušancev

Pred preizkusom je treba s preizkušanca odstraniti vse nečistoče, zaščitne prevleke, skratka vse, kar bi povzročilo zaprtje netesnih mest ali izvir plinov. Treba je zatesniti vse odprtine, razen tistih, ki so potrebne za uvajanje preizkusnega (slednega) plina za ustvarjanje nadtlaka. Pri delu s preizkušanci, ki so izpostavljeni nadtlakom, pa je treba zagotoviti varnost in upoštevati predpise, ki so povezani s tem.

1.6.1 Čiščenje pred preizkusom

Preiskovane površine ne smejo biti mastne, naoljene, pobarvane ali drugače onesnažene, kar bi lahko prekrilo (maskiralo) netesno mesto, ne smejo biti rjaste ali imeti ostanke varilne žilindre in kemikalij, kar lahko povzroča nastanek "lažnih" mehurčkov.

Odstraniti je treba vse možnosti predhodne zamašitve netesnih mest zaradi poprejšnjih hidrostatskih preizkusov, čiščenja s tekočinskimi čistilnimi sredstvi. Preizkušanca ne smemo hraniti v vlažnih prostorih, kjer se nabira kondenzat. S sušenjem se da odstraniti vlaga, ki bi lahko prodrla v porozna mesta.

1.6.2 Zatesnitev odprtin preizkušanca

Zatesniti je treba vse odprtine s slepimi prirobnicami, pokrovi, čepi, tesnilnimi voski itd., razen tistih, ki jih bomo priključili na sistem za komprimiranje. Preizkušanca moramo opremiti z ventilom in umerjenim (!) mehanskim merilnikom tlaka.

1.6.3 Predhodni pregled

Predhodni pregled in preizkus preizkušanca ter priprav oz. naprav, ki jih bomo uporabili pri preizkusu na tesnost, je tudi pomembno opravilo. Preizkušanc moramo pred potopitvijo v preizkusno tekočino oz. omočenjem njegove površine napolniti s preizkusnim (slednim) plinom do dovoljenega nadtlaka, da bi preprečili dostop preizkusne tekočine (raztopine) v netesna mesta. Če bi se to zgodilo, bi lahko netesnost odmašili le z zelo velikim nadtlakom, kar pa že lahko ogrozi varnost pri delu.

1.7 Izpostavitev preizkušancev nadtlaku

Tlak preizkusnega plina, ki je lahko zrak, dušik, helij, argon, hladilniški plini, amonijak ali drugi sledni plini glede na posebne zahteve, moramo v preizku-

šancu počasi povečevati od polovice do polne obremenitve. Najmanjši (minimalni) nadtlak je 1000 mbar, največji (maksimalni) pa je dovoljeni delovni tlak v preizkušancu. Pri uporabi zraka kot slednega plina smemo uporabiti le tistega iz brezoljnih kompresorjev. Ni priporočljiva uporaba zraka iz kompresorskih linijskih vodov, ker je zrak naoljen in navlažen.

Čas polnjenja je 15 min, pri zelo velikih preizkušancih pa je hitrost polnjenja največ 3 s/m^3 . Temperatura preizkušanca sme biti 15 % višja ali nižja od tiste pri normalni uporabi.

Izjema od vsega navedenega je preizkušanje manjših delov, ki se uporabljajo v zamrzovalni (kriogenski) tehniki. Te preizkušance je treba v celoti zatesniti, nato pa potopiti v tekoči dušik, ki zaide skozi netesna mesta v notranjost. Nato potopimo tak del v alkoholno kopel pri sobni temperaturi. Tekoči dušik v notranjosti preizkušanca se ogreje, uplani in poveča tlak. Plinasti dušik uhaja skozi netesna mesta in tako nastajajo mehurčki.

1.8 Pogoji za vidno (vizualno) opazovanje izhajanja mehurčkov

Opazovana površina preizkušanca naj bo oddaljena 60 cm od oči opazovalca, kót pa ne manjši od 30° glede na ravnino opazovanja. Lahko se uporablja tudi leče (za majhne mehurčke) in zrcala (za težko dostopna mesta). Osvetlitev naj bo najmanj 1000 lx, preiskovana površina preizkušanca pa naj bo vodoravna in zgoraj. Pri načinu s potapljanjem naj bo opazovana površina najmanj 25 mm pod gladino preizkusne tekočine.

Pri načinu z omočenjem naj tekočina leži na površini brez odkapanja, presežek lahko odteče, na opazovani površini pa mora vedno ostati kontinuirna plast. Pri velikih posodah, ki jih ni mogoče premikati, pa to ne velja.

Hitrost pregledovanja zvarov naj bo 12 mm/s, manjših valjastih preizkušancev 35 min za kvadratni meter površine, sicer pa $0,1 \text{ m}^2/\text{min}$.

1.9 Vakuumski način preizkusa z mehurčki s potapljanjem

Tlačna razlika, ki je značilna za preizkuse z mehurčki, je 1000 mbar, kar velja tudi za hermetično zatesnjene manjše izdelke, ki imajo znotraj atmosferski tlak. Da bi ustvarili tlačno razliko, jih najprej potopimo v preizkusno tekočino, nato pa posodo s tekočino in potopljenimi izdelki postavimo v vakuumsko komoro (steklen zvon ali kovinsko posodo z oknom), ki jo izčrpamo do tlaka malo nižjega od 1000 mbar, pri katerem preizkusna tekočina še ne zavre.

Opazujemo izhajanje toka mehurčkov ali le posamezne.

1.10 Način z omočenjem preizkušanca brez potapljanja

Pri tem izvajamo postopek preizkušanja v treh fazah:

1. preizkušanec napolnimo s plinom (zrakom) do nadtlaka najmanj 1000 mbar;
2. naneseemo (nalijemo ali obrizgamo s pršilom) preizkusno tekočino (raztopino) v tanki neprekinjeni plasti na preizkušanec;
3. opazujemo mehurčke, ki pokažejo na netesno mesto.

Obstajajo komercialno dosegljive preizkusne raztopine. Lahko pa si jo pripravimo sami, tako da zmešamo 1 del detergenta, 1 del glicerina in 4,5 dela vode prej kot v 24 h pred preizkusom. Po preizkusu je treba površino oprati.

Ta način preizkušanja na tesnost se uporablja pri plinovodih pod nadtlakom, pri velikih posodah, cisternah, kompresorjih, črpalkah in posodah tam, kjer potapljanje ni priporočljivo ali mogoče.

1.11 Preizkus z mehurčki majhnih preizkušancev s potapljanjem v tople kopeli

Pri preizkušanju majhnih elektronskih sestavnih delov (npr. polprevodnikov, uporov, integriranih vezij ...), ki so hermetično zaprti v ohišjih pri normalnem tlaku (1 bar), potopimo v toplo kopel vode pri 95°C ali mineralnega olja pri 125°C oz. silikonskega olja pri 150°C . Ko se ogrejejo, v njih naraste tlak. Nastane tlačna razlika od 100 (pri $T = 50^\circ\text{C}$) do 440 (pri $T = 150^\circ\text{C}$) mbar.

Zveza med temperaturo in tlakom plina oz. zraka (Charlesov zakon) je podana z enačbo:

$$\frac{p_1}{T_1} = \frac{p_{20}}{T_{20}} = \frac{1000}{293} = \frac{p_2}{T_2} \quad \text{oz.}$$

$$p_2 = \frac{1000 \cdot T_2}{293} = 3,413 T_2 \quad (p/\text{mbar}; T/\text{K})$$

pri tem je p_1 začetni tlak, ki je navadno enak p_{20} pri sobni temperaturi T_{20} , p_2 pa tlak pri višji temperaturi T_2 .

Če pa tak preizkus izvedemo pod vakuumom, je tlačna razlika sicer občutno večja, sam postopek pa ni več tako enostaven.

2 NAČIN S POTAPLJANJEM – TEORIJA

2.1 Princip

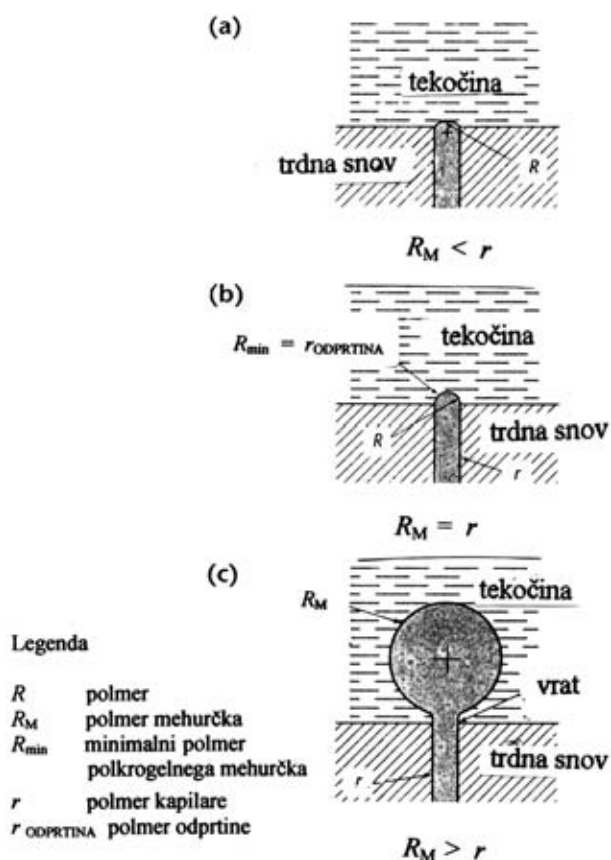
Način preizkušanja na tesnost z mehurčki s potapljanjem uporabljamo v primerih, kjer objekt (posode), ki ga pred preizkusom tesno zapremo ali je sam hermetično zaprt, lahko potopimo v posodo s preizkusno tekočino. Ta način zahteva, da objekt (preizkušavec) pred preizkusom izpostavimo nadtlaku. Mehurčki, ki nastajajo pri potopitvi so indikacija, da obstaja netesnost, skozi katero uhaja plin. Ugotavljamo torej obstoj netesnosti in njeno mesto. Čeprav je postopek enostaven, pa ni primeren za velike preizkušance. Nastanek mehurčkov ni odvisen samo od tlačne razlike, ampak tudi od fizikalnih lastnosti preizkusne tekočine, v kateri se tvorijo. Odvisen je tudi od slednega plina, ki uhaja skozi netesnost in oblikuje mehurčke.

Velika površinska napetost preizkusne tekočine zmanjša nastajanje mehurčkov. Čim hitreje se tvorijo mehurčki, tem lažje so vidni.

Občutljivost metode z mehurčki lahko spreminjamo s spremembo slednega plina ali potopne tekočine.

2.1.1 Velikost mehurčkov

Večji mehurji nastajajo, če so na površini preizkušanca mastni madeži, ki preprečujejo omočenje



Slika 1: Nastanek mehurčka nad netesnim mestom v preizkusni tekočini: (a) mehurček s polmerom, manjšim od polmera kapilare, (b) polkrogla, (c) kroglasti mehurček ⁽¹⁾

površine, zmanjša se pogostost (frekvenca) nastajanja, tj. število mehurčkov v časovni enoti, ki je obratno sorazmerno z njegovo prostornino, in sicer s tretjo potenco polmera mehurčka. Pogostost mehurčkov je lahko v organskih tekočinah do 100-krat večja kot v vodi. Metilni in etilni alkohol imata težnjo, da omočita večino trdnih snovi bolj kot voda, mehurčki pa so zato manjši. Pri vodi je treba zmanjšati površinsko napetost npr. z detergenti, pri čemer se zmanjša tudi velikost mehurčkov in njihova težnja, da se zadržujejo na površini preizkušanca.

Pogoj, da nastane mehurček in da se odlepi od površine, je, da je tlak uhajajočega plina večji od vsote hidrostatičnega tlaka tekočine (ki je odvisen od globine potopitve) in sile zadrževanja zaradi površinske napetosti tekočine. Za kapilarno netesnost velja naslednja enačba:

$$p = p_a + \rho gh + 2\sigma/r \quad (1)$$

pri čemer je p/Pa tlak plina v kapilari in tvori mehurček, p_a/Pa tlak nad preizkusno površino (navadno atmosferski tlak ali vakuum), $\rho/(kg/m^3)$ gostota preizkusne tekočine, $g/(m/s^2)$ zemeljski pospešek, h/m globina potopitve pri netesnem mestu, r/m polmer kapilarne netesnosti, $\sigma/(N/m)$ pa površinska napetost tekočine.

2.1.2 Mehanizem nastajanja mehurčka v preizkusni tekočini

Ko plin uhaja iz netesnosti, se začne tvoriti mehurček, ki se stalno veča. Predstavljamo si ga lahko kot del krogle (krogelni odsek). Tik preden se odtrga, ima obliko krogle, ki je pripeta z vratom na rob netesnega mesta (slika 1c). V začetku je polmer mehurčka manjši od polmera kapilarne netesnosti (slika 1a). Najmanjši mehurček, ki bi se odtrgal z roba kapilare, bi imel polmer enak kapilarnemu: $R_M = r$. Tedaj doseže izraz $2\sigma/r$ v enačbi (1) svoj maksimum. To pa se ujema z največjo vrednostjo prekoračenja tlaka. Nato se polmer R_M veča in tvori kroglo s prostornino $V = 4\pi/3 \cdot R_M^3$ (slika 1c). Ko je sila vzgona F (ki je enaka teži izpodrinjene tekočine), ki jo izpodrine mehurček, večja od zadrževalne sile površinske napetosti ($2\pi r\sigma$) pri vratu mehurčka, se le-ta odtrga in splava na površje tekočine. Za kapilarno netesnost lahko zapišemo kot teoretični približek enačbo:

$$F = 4\pi/3 \cdot R^3\rho g - 2\pi r\sigma = 0 \quad (2)$$

pri čemer je R polmer mehurčka pri odtrganju, r pa polmer krožne luknje kapilare. Pri bolj natančni opredelitvi bi morali upoštevati še dejstvo, da viskoznost preizkusne tekočine vpliva na velikost mehurčka pri drugih enakih preskusnih razmerah. Za večino netes-

nosti pa je ta vpliv zanemarljiv. Z naraščanjem viskoznosti se le malo poveča velikost mehurčkov.

Navadno sta tlaka p_a (atmosferski tlak) in ρgh (hidrostatični tlak) konstantna. Vpliv hidrostatičnega tlaka je navadno majhen zaradi majhne potopne globine h . Zato je najvišji tlak v nastajajočem mehurčku, ki mora biti dosežen, da bi se lahko raztegnil (ekspanziral) preko svoje polkrogelne oblike, pri najmanjšem polmeru mehurčka R_{\min} , ki je enak polmeru odprtine kapilare oz. luknjice (slika 1b). Ta pogoj je omejitvev za preizkuse z mehurčki.

Zgled:

Atmosferski tlak $p_a = 1000$ mbar, tlak v notranjosti 2000 mbar, kar je dvakrat več od atmosferskega. Če je površinska napetost vode $\sigma = 0,073$ N/m in je tlačna razlika ($p - p_a$) enaka atmosferskemu tlaku (pri tem zanemarimo hidrostatični tlak ρgh) je polmer kapilare oz. luknjice, izračunan po enačbi (1):

$$r = 2 \sigma / \Delta p = 2 \cdot 0,073 / 10^5 = 1,46 \mu\text{m} \quad (3)$$

Ta polmer r je najmanjši polmer luknjice kapilare, ki jo še lahko odkrijemo s preizkusom z mehurčki in potopnim načinom pri tlačni razliki 1000 mbar ter z navadno ("trdo") vodo (tj. brez dodatkov za zmanjšanje površinske napetosti σ).

2.2 Prednosti majhne površinske napetosti preizkusne tekočine

Iz enačbe (1) in zgleda iz prejšnjega podpoglavja 2.1.2 se da sklepati, da je mogoče odkriti tudi manjše luknjice, če uporabimo drugo preizkusno tekočino z manjšo površinsko napetostjo. V poštev prideta npr. metilni in etilni alkohol s $\sigma = 0,023$ N/m, kjer je najmanjši polmer luknjice, da se lahko tvorijo mehurčki pri tlačni razliki 1000 mbar, enak $r = 0,46 \mu\text{m}$, kar je 3-krat manj kot pri navadni trdi vodi. Teoretično bi pri navadni vodi in teh pogojih lahko odkrili jakosti uhajanja plina 0,2–0,1 mbar L/s. Skratka, majhna površinska napetost in majhna viskoznost sta pri tem načinu preizkušanja zelo želeni.

Da bi lahko odkrili čim manjše kapilarne netesnosti, lahko (razumno) povečamo tudi tlak v preizkušancu. Tudi majhna viskoznost in majhna masa preizkusnega plina povečata pretok skozi kapilarno netesnost in s tem tudi občutljivost te metode.

Velikost mehurčkov narašča z naraščanjem površinske napetosti preizkusne (potopne) tekočine. Ker laže opazujemo več manjših mehurčkov, katerih čas nastanka je kratek (velika frekvenca izhajanja), kot "počasno" nastajajoče velike mehurje, bomo izbrali preizkusno tekočino z majhno površinsko napetostjo. Dodatno pa lahko z vibracijo pospešimo "odlepljanje" mehurčkov z netesnega mesta. Če nadtlaka v preizkušancu ni mogoče ali ni priporočljivo uporabiti, potem

izberemo druge načine, ki smo jih že obravnavali (vakuumski, z gretjem, z vbrizgavanjem hladilne tekočine).

2.3 Izbira preizkusnih tekočin in slednih plinov

Pri načinu s potapljanjem lahko uporabljamo kot preizkusno tekočino poleg vode tudi mineralna in silikonska olja. Ugotovili smo že, da zmanjšanje površinske napetosti teh tekočin ugodno deluje na občutljivost, ki jo povečuje. Ker je voda najbolj primerna (tudi poceni) preizkusna tekočina, lahko z dodatki zmanjšamo njeno površinsko napetost. Ti dodatki pa ne smejo povzročiti penjenja, rast mikroorganizmov (bakterij), ne smejo korozivno delovati na preizkušane in posodo s preizkusno tekočino. Zato nekateri dodatki vsebujejo kromate kot inhibitorje (zadrževalce), da preprečijo rjavenje železa in ogljikovih jekel. Priporočljiva je uporaba *deionizirane vode* z 1 % do 25 % dodatka (pri uporabi so obvezne gumijaste rokavice!).

Minimalne jakosti uhajanja plina, ki jih lahko detektiramo pri 25 °C in preizkusnem plinu dušiku pri nadtlaku 1200 mbar, so v vodi *brez dodatka* $1 \cdot 10^{-3}$ mbar L/s, s 5-odstotnim dodatkom $1 \cdot 10^{-5}$ mbar L/s in s 25-odstotnim dodatkom kar $1 \cdot 10^{-6}$ mbar L/s.

Pri uporabi olj kot potopnih tekočin je slaba stran razoljenje preizkušanca po preizkusu, kar je drago. Olja pa se dobro izkažejo pri vakuumski metodi (vakuum nad gladino olja!).

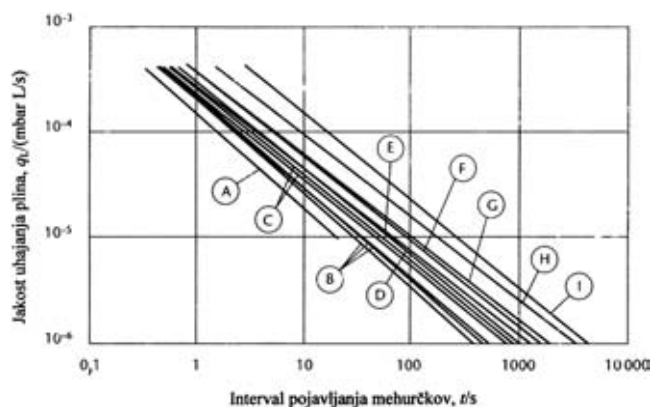
Metilni, etilni in izopropilni alkohol so sicer zelo primerni za uporabo, saj s potapljanjem čistijo preizkušancevo površino, po preizkusu pa ni potrebno sušenje. Slaba stran pa je hitro izhlapevanje, vnetljivost in toksičnost metilnega alkohola.

V industriji se za preizkuse s potapljanjem največ uporablja voda z omočilnimi dodatki ter še: nerazredčeni etilen glikol, mineralna olja s kinematično viskoznostjo od $3,77 \cdot 10^{-5}$ do $4,11 \cdot 10^{-5}$ m²/s pri 25 °C (Ni za dele, ki bi jih kasneje barvali!).

Sledni plini, ki jih največ uporabljamo pri načinu s potapljanjem in tudi na splošno pri preizkusih z mehurčki, so: zrak, dušik, argon in helij. Od teh ima najmanjšo viskoznost helij, s tem pa povečamo občutljivost načina s potapljanjem, kar lahko storimo še s povečanjem tlačne razlike in z uporabo potopne tekočine z majhno površinsko napetostjo, kar smo že podrobneje obravnavali.

V diagramu (slika 2) je prikazana občutljivost preizkusnih tekočin pri preizkusih s potapljanjem pri nadtlaku zraka 3100 mbar.

V diagramu (slika 3) je prikazan učinek površinske napetosti na čas med pojavljanjem mehurčkov pri različnih površinskih napetostih preizkusnih tekočin pri nadtlaku helija 2000 mbar.

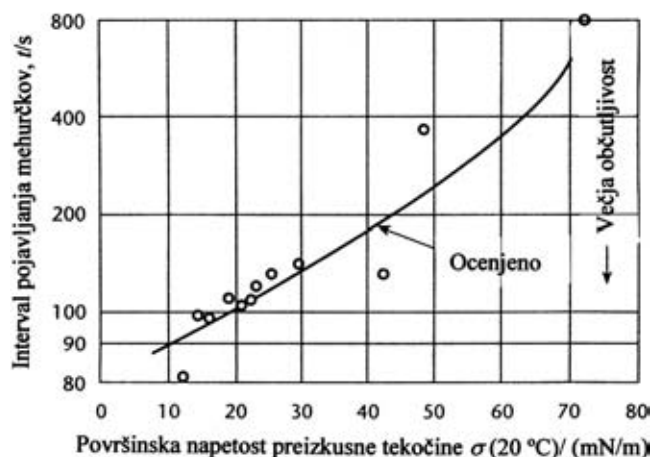


Slika 2: Občutljivost preizkusnih tekočin pri preizkusih s potapljanjem pri nadtlaku zraka 3000 mbar. Jakost uhajanja zraka q_L /(mbar L/s) v odvisnosti od časa t /s (intervala) med pojavljanjem mehurčkov ⁽¹⁾.

- A – deionizirana voda z 20 % omočilnega sredstva pri 80 °C
- B – mineralno olje 1 pri 120 °C, deionizirana voda z 1 % do 2 % omočilnega sredstva pri 25 °C, fluorovodik pri 25 °C
- C – silikonsko olje pri 25 °C
- D – mineralno olje 2 pri 25 °C
- E – mineralno olje 1 pri 25 °C
- F – glikol pri 120 °C
- G – glikol pri 25 °C
- H – glicerol pri 25 °C in 120 °C, deionizirana voda pri 80 °C
- I – deionizirana voda pri 25 °C

Iz diagrama je razvidno, da je večja občutljivost izražena z najmanjšim časovnim intervalom pojavljanja mehurčkov. V splošnem pa velja, da največja občutljivost načina s potapljanjem preizkušancev ustreza visoki frekvenci (pogostnosti) oz. kratkim časovnim presledkom pojavljanja mehurčkov.

Pri vodi z omočilnimi dodatki je za velikostni red večja frekvenca pojavljanja mehurčkov kot pri t. i. "trdi" vodi, ki je brez teh dodatkov (mehčal). Pri heliju kot slednem plinu in nadtlaku (tlačni razliki) 2000 mbar je frekvenca pojavljanja mehurčkov od 3- do 5-krat večja v primeri s 1000 mbar ter 5- do 10-krat večja pri 3000 mbar.



Slika 3: Časovni interval pojavljanja mehurčkov v odvisnosti od površinske napetosti preizkusnih tekočin. Sledni plin je helij, 2000 mbar ⁽¹⁾.

Tabela 1: Interval pojavljanja mehurčkov (t /s) pri nadtlaku helija ⁽¹⁾

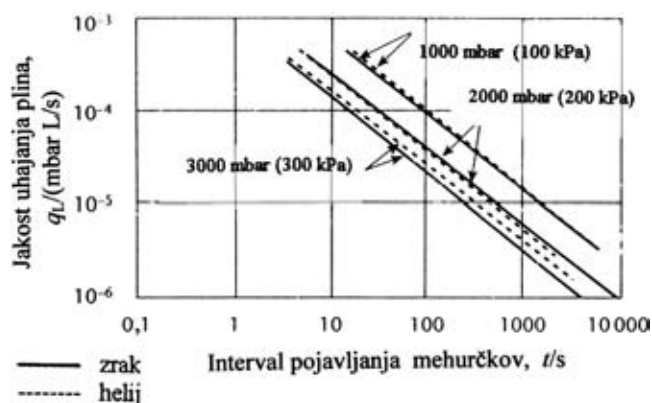
Nadtlak helija p_{He} /mbar	3000	2000	1000
- deionizirana voda	800	3210	10960
- deionizirana voda z mehčalom	180	265	675

Helij kot sledni plin najbolj poveča občutljivost načina preizkusa z mehurčki, ker je njegov pretok skozi večino netesnosti *molekularen*. Pri jakosti uhajanja helija $q_L = 10^{-5}$ – 10^{-6} mbar L/s je občutljivost večja kot pri zraku ali dušiku zaradi kombinacije molekularnega in laminarnega pretoka v tem območju.

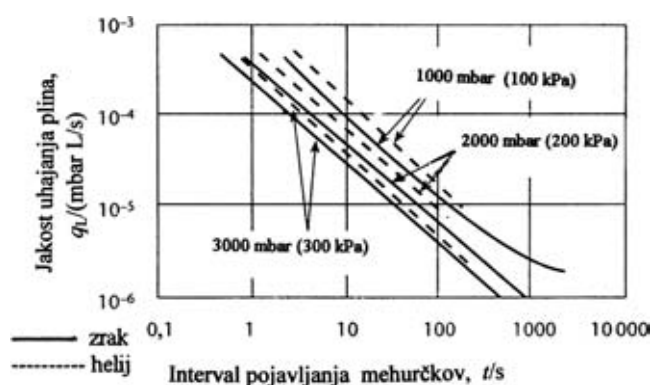
V diagramu na sliki 4 je prikazan učinek nadtlaka helija in zraka na jakost uhajanja v odvisnosti od intervala pojavljanja mehurčkov v deionizirani vodi *brez mehčala* pri 25 °C, v naslednjem diagramu (slika 5) pa z 1–2 % *mehčala*.

2.4 Omejitve pri načinu s potapljanjem preizkušancev

Način s potapljanjem preizkušancev v tekočine je omejen na odkrivanje in ugotavljanje mest posameznih (individualnih) netesnosti. Veliko spojenih (spajkanih ali varjenih) elementov ima dolge, fine



Slika 4: Jakost uhajanja helija in zraka v odvisnosti od intervala izhajanja mehurčkov pri različnih nadtlakih oz. tlačnih razlikah v deionizirani vodi ⁽¹⁾



Slika 5: Jakost uhajanja helija in zraka v odvisnosti od intervala izhajanja mehurčkov pri različnih nadtlakih oz. tlačnih razlikah v deionizirani vodi z 1–2 % mehčala ⁽¹⁾

razpoke in številne posamezne netesnosti, ki v celoti povzročajo veliko uhajanje slednega plina, vendar mehurčkov skoraj ni videti. Zato je ugotavljanje netesnosti odločilno odvisno od časa, ki ga ima preizkuševalec (operater) na razpolago (ali si ga vzame za to), in njegove pozornosti ter natančnosti pri opazovanju. Poleg tega mora biti samo delo (preizkušanje) varno za preizkuševalca, posebej še, če uporablja sledne pline, kot so: vodik, amonijak, acetilen, kisik ali gorilni plin (butan, propan), in preizkusne tekočine, kot so npr. metilni, etilni ali izopropilni alkohol, eter, aceton in olja.

2.5 Tesnjenje in izpostavitve preizkušanca nadtlaku ter pogoji za vidni (vizualni) pregled pojavljanja mehurčkov

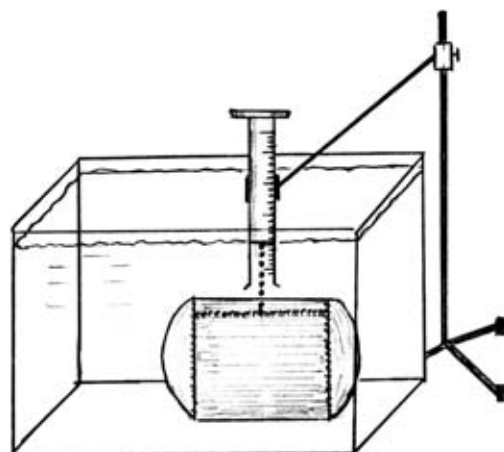
Vse preizkušance, ki jih pripravljamo za preizkus na tesnost, moramo najprej dobro očistiti in zatesniti vse odprtine ter jih opremiti s priključki, ventili in umerjenim merilnikom tlaka. Pri velikih preizkušancih morata biti priključena dva umerjena kazalčna merilnika nadtlaka, od teh mora biti eden postavljen tako, da je stalno "na očeh" operaterja. Pri vakuumskem preizkusu je dovolj le en merilnik.

Če ni drugače zahtevano, je minimalna tlačna razlika med preizkušancem in zunanjim tlakom pri najgloblji potopitvi 1000 mbar. Pri vodi se tlak izračuna s formulo: $\Delta p/\text{mbar} = 1000 + 100 D$, pri čemer je D/m največja globina preizkušanelega dela v potopni tekočini. V splošnem pa preizkusni tlak ne sme biti več kot 25 % večji od maksimalno dovoljenega delovnega tlaka pri preizkusni temperaturi, če predhodna analiza pokaže, da tak tlak ne poškoduje preizkušanca. Preiskovana površina mora biti potopljena najmanj 30 mm globoko, od opazovalca pa oddaljena 60 cm, ki naj jo opazuje pod kotom ne manj kot 30°. Predmet (preizkušanec), ki ga potopimo, moramo zavarovati, da med pregledom nenadzorovano ne splava na gladino.

Kdaj menimo, da preizkušanec pušča? Če se naredi eden ali več mehurčkov, že lahko sklepamo, da obstaja puščanje. Vsako ugotovljeno netesno mesto je treba zatesniti (popraviti), šele nato lahko nadaljujemo preizkušanje.

2.6 Meritev jakosti uhajanja plinov

Kvantitativna meritev uhajanja plina skozi netesnost vsebuje zbiranje dvigajočih se mehurčkov v poveznjeno (obrnjeno) merilno epruveto (menzuro), ki jo postavimo nad netesno mesto. Pri zelo velikem uhajanju plina pa nastale mehurčke speljemo skozi precizni merilnik pretoka (rotameter), kjer lahko neposredno odčitamo velikost pretoka*. Merilna naprava je prikazana na sliki 6.



Slika 6: Naprava za kvantitativno merjenje jakosti uhajanja plina

3 NAČIN Z OMOČENJEM

3.1 Uporaba

Način z omočenjem lahko uporabljamo povsod tam, kjer obstaja tlačna razlika med notranjo in zunanjo steno preizkušanca. Tako lahko preizkušamo razne cevovode pod tlakom, posode, kompresorje, črpalke, velike naprave, bazene ..., kjer je način s potapljanjem neprimeren. S tekočino (raztopino), ki lahko dela mehurčke, omočimo zunanjo površino preizkušanca (tj. na nizkotlačni strani). Če se le da, naj tekočina leži na površini brez odkapanja. Lahko sicer odteka, vendar mora biti preiskovana površina omočena s kontinuirno plastjo tekočine. Pri velikih preizkušancih so dovoljene vse lege. Tanka plast tekočine se ne sme pretrgati zaradi hitre osušitve ali neprimerne površinske napetosti.

3.2 Izbira preizkusnih raztopin (milnica) in omejitve

Za zahtevne preizkuse ne smemo uporabiti navadne milnice ali detergenta za pomivanje posode, ampak posebne, komercialno dosegljive raztopine. Za nezahtevne preizkuse pa je priporočljivo uporabiti naslednji recept: 1 del tekočega detergenta ali mila, 1 del glicerina in 4,5 dela vode. Pripravimo majhno količino (npr. 1 L ali manj) tik pred uporabo. Če moramo poskuse opravljati zunaj na mrazu, dodamo še antifriz (alkohol ali etilen glikol), in sicer 1 del

* OPIS MERITVE

1. Tri četrtine posode (banje) napolnimo s tekočino (npr. z deionizirano vodo z mehčalom).
 2. Merilno epruveto napolnimo z isto tekočino in jo v banji obrnemo ter pritrdimo na stojalo.
 3. Preizkušanec, napolnjen z zrakom pri nadtlaku 1 bar, potopimo v tekočino ter poiščemo mesto izhajanja mehurčkov in ga obrnemo navzgor.
 4. Merilno epruveto pomaknemo nad mesto izhajanja mehurčkov, tako da jo le-ti počasi polnijo.
 5. Vključimo štoparico. Ko je plin napolnil določen volumen (npr. 0,002 L), izklopimo štoparico in odčitamo čas v sekundah.
 6. Jakost izhajanja plinov izračunamo po enačbi: $q_L = p \cdot V/t$.
- Zgled: $p_{\text{ZRAKA}} = 1013 \text{ mbar}$, $V = 0,002 \text{ L}$, $t = 126 \text{ s}$
 $q_L = 1013 \cdot 0,002 / 126 = 1,6 \cdot 10^{-2} \text{ mbar L/s}$

antifrizna na 10 delov raztopine. Za iskanje zelo številnih velikih netesnosti raztopino (samo 1 del milnice in 1–2 dela vode) spenimo tik pred preizkusom. Prednost tako pripravljene raztopine je nizka cena.

Slabe strani uporabe navedenih raztopin so:

1. Milnica navadno oblikuje lepljive (gumaste) strdke z minerali trde vode, ki lahko zaprejo majhne netesnosti.
2. Milnica je alkalna (pH od 10,5 do 11,5), ki povzroča korozijo aluminija, če ostane dalj časa na njegovi površini. Navadno milo vsebuje dodatke proti penjenju in stabilnosti pene.
3. Milo vsebuje soli, ki prevajajo elektriko. To je lahko pomembno pri preizkušanju električnih in elektronskih naprav, kajti ostanki na površini lahko povzročijo električne prevodne poti.
4. Milo lahko vsebuje kloride kot nečistoče, nekatere tudi boraks (za večjo čistilno moč). Le-ti so neželeni pri preizkušanju izdelkov iz nerjavnega jekla in titanovih zlitin zaradi povzročanja napestostnih korozijskih razpok. Tako lahko korodirajo zvari. Uporaba je zato prepovedana pri preizkušanju nuklearnih in drugih kritičnih naprav.
5. Mila se ne sme uporabljati pri preizkušanju kisikovih cevovodov, razen če je kemijsko pregledano, da ne vsebuje nenasičenih spojin.

3.3 Prednosti in značilnosti komercialnih preizkusnih raztopin

Te raztopine se same ne smejo peniti, lahko pa se penijo nad netesnim mestom.

Lastnosti:

1. pH od 6 do 8;
2. ne delajo strdkov, tudi če so pomešane s trdo vodo;
3. njihova viskoznost je taka, da ostanejo dalj časa na preizkušancu;
4. imunost proti bakterijam pri dolgem hranjenju pred uporabo;
5. ko se posušijo, površine preizkušanca ni treba čistiti.

Izbrati pa moramo pripravke tudi glede na posebne zahteve. Npr. v letalski industriji sme biti za preizkus cevovodov za kisik in zrak ter gorivo pH 6,0–7,5 pri 21 °C. Taki pripravki ne smejo vsebovati olj, drugih maščob, amonijaka ali drugih snovi, ki bi se lahko pri stiku s čistim kisikom vnele. V splošnem morajo biti ti pripravki nekorozivni, netoksični, nevnetljivi in neškodljivi za kožo in oči, za plastiko, gumo in opremo (npr. pohištvo).

Posebno so zahtevni preizkusi za sisteme, ki so namenjeni za shranjevanje klora. Te je treba preizkusiti s plinastim klorom pod tlakom, kjer je treba upoštevati tudi fizikalno dejstvo, da je plinasti klor težji od zraka in zato pada, kar lahko zavede preizkuševalca, da je mesto puščanja nižje.

3.4 Raztopine za preizkušanje tesnosti hladilnih in klimatskih naprav, vakuumskih sistemov in elektronskih sestavnih delov

Raztopina ne sme biti milnica, ampak posebna kemična raztopina, ki ne vsebuje olja ali drugih maščob, ne sme biti toksična, niti vnetljiva. Na preizkusne površine jo nanašamo s čopičem ali pršilom. Majhne netesnosti povzročijo belo peno, ki postane bolj vidna po desetih sekundah oz. eni minuti, odvisno od jakosti uhajanja slednega plina. Velike netesnosti pa tvorijo grozde (klastre) velikih mehurčkov. Netesnost, ki povzroča izgubo hladilne tekočine 0,5 kg v 100 letih, se lepo vidi z uporabo primerne raztopine v manj kot 60 s.

Pri preizkušanju elektronskih sestavnih delov (komponent) smemo uporabljati le nepolarne in neprevodne tekočine, ki so nekorozivne, netoksične in nevnetljive. Komponente namočimo v raztopini, nato pa jih prenesemo pod stekleni zvon in evakuiramo. Na mestih puščanja se pojavijo mehurčki ali pena, še preden raztopina v vakuumu zavre.

Uporabljamo lahko tudi fluorescenčno raztopino za razstavljljive spoje oz. sisteme, ki jih predhodno evakuiramo. Z njo premažemo zunanost, počakamo, da tekočina prodre skozi netesnosti v notranost, jih nato razstavimo in z UV-svetlobo (bližnje UV-sevanje) raziščemo. Ta preizkus je posebno uspešen v primerih nepravilno vstavljenih ali poškodovanih tesnilk, vratnih tesnil itd.

Na sliki 7 je shematsko prikazan način z omočenjem preizkušanca pod nadtlakom.



Slika 7: Preizkušavec pod nadtlakom slednega plina pri načinu preizkušanja z omočenjem površine ⁽¹⁾

Za preizkušance, ki niso pod tlakom, uporabljamo vakuumski način, ki bo opisan v poglavju 4.

V splošnem nanašamo preizkusno tekočino na očiščene preizkušance s pršilko ali pleskarskim čopičem, širokim od 25 mm do 75 mm. Ne smemo nanašati sunkovito. Dopustiti je treba, da raztopina

lepo steče po preiskovani površini. Za dober kontrast uporabimo svetilko (žarki naj bodo vzporedni s površino), pomagamo pa si lahko tudi z lupo. Ne smemo uporabljati kisika, acetilena in drugih toksičnih ali vnetljivih slednih plinov.

3.5 Občutljivost načina z omočenjem

V splošnem lahko s tem načinom odkrijemo netesnosti, pri katerih je jakost uhajanja slednega plina od 10^{-2} do 10^{-3} mbar L/s pri tlačni razliki 1000 mbar, v laboratoriju, kjer so bolj primerne razmere kot na prostem, pa do 10^{-5} mbar L/s, razen zelo fine poroznosti na velikih varjenih površinah.

Dejavniki, ki vplivajo na občutljivost načina z omočenjem:

1. tlačna razlika med zunanjo in notranjo steno preizkušanca;
2. viskoznost iztekajočega plina; občutljivost je približno obratno sorazmerna z viskoznostjo;
3. površinska napetost raztopine, ki tvori tanko plast, naj bo čim manjša, da se občutljivost poveča;
4. zagotovljena mora biti čistoča zunanje in notranje površine preizkušanca; potreben je predhodni pregled površin;
5. usposobljenost in prizadevnost preizkuševalcev;
6. primerna osvetlitev preiskovane površine;
7. čas opazovanja mora biti primerno dolg, da se lahko naredijo dovolj vidni mehurčki;
8. okoljske in vremenske razmere (hitro sušenje raztopine na soncu, precipitacija teži k izpiranju ali razredčenju preizkusne vodne raztopine).

3.6 Ugotavljanje približne jakosti uhajanja preizkusnega plina

Predpostavimo, da je tlačna razlika 1000 mbar in da se pojavi nad netesnim mestom mehurček. Preizkuševalec pri tem meri čas nastajanja in debeljenja mehurčka. Jakost uhajanja se izračuna po enačbi za viskozni pretok:

$$q_L = \pi \cdot d^3 / 6000 t$$

pri čemer je d /mm premer mehurčka in t /s čas nastajanja mehurčka.

Zgled: Čas nastajanja enega mehurčka je 7 s, da je njegov končni premer 6 mm. Kakšna je jakost uhajanja plina?

$$q_L = \pi \cdot 6^3 / 6000 \cdot 7 = 1,6 \cdot 10^{-2} \text{ mbar L/s}$$

Če pa nastane več manjših mehurčkov in ni mogoče ugotavljati njihove prostornine, potem uporabimo tehniko s potopitvijo in meritev z obrnjeno merilno epruveto (menzuro), kot je že bilo opisano v poglavju 2.6.

4 VAKUUMSKI NAČIN PREIZKUŠANJA Z MEHURČKI

4.1 Uporaba

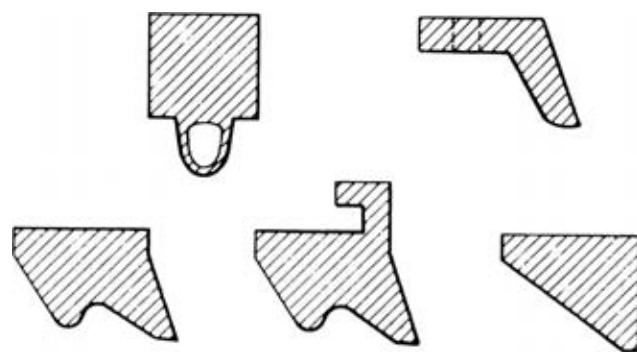
Vakuumski način za ugotavljanje netesnosti uporabljamo za sisteme (preizkušance), ki jih ne izpostavljamo nadtlakom zaradi različnih praktičnih razlogov, npr. če se preizkušavec ne da zatesniti ali da obstaja nevarnost, da ga poškodujemo ipd. Za to delo uporabljamo posebej oblikovane vakuumske *poveznike*.

Površino preizkušanca premažemo s preizkusno raztopino, nato pa jo vakuumsko tesno prekrijemo s primerno oblikovanim poveznikom s steklenim oknom za opazovanje in nato evakuiramo. Na netesnih mestih se pojavijo mehurčki oz. bela pena. Ta način je zelo primeren za zware. Vakuumske poveznike uporabljamo tudi za pregledovanje tesnosti velikih bazenov, v katerih je tekočina (voda), npr. bazeni v jedrskih elektrarnah za shranjevanje izrabljenega goriva (palic).

4.2 Oblikovanje vakuumskih poveznikov in tesnil

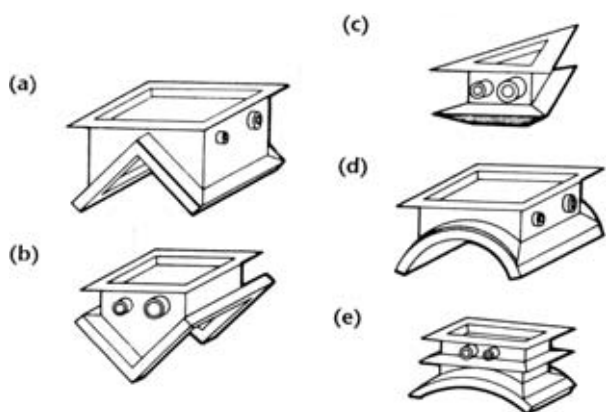
Povezniki so kovinski in imajo različne velikosti: do 750 mm po dolžini in do 150 mm po širini, po višini pa čim manj. Na zgornji strani morajo imeti vgrajeno okno (steklo ali prosojni plastični material), na spodnji strani pa je rob prevlečen s fleksibilnim tesnilom. Tesnila so različnih oblik (slika 8). Nekaj primerov različno oblikovanih vakuumskih poveznikov prikazuje slika 9.

Vakuumski povezniki morajo biti opremljeni z manjšo zmogljivo, predvsem pa lahko vakuumsko črpalko, z umerjenim mehanskim kazalčnim vakuummetrom z območjem od 1000 do 0 mbar* ter z dvopotnim ventilom (vakuum – vpust atmosfere).



Slika 8: Prerezi različnih tesnil, ki se uporabljajo za tesnjenje vakuumskih poveznikov

* Pozor! Mehanski instrumenti, ki imajo svojo ničlo na skali pri atmosferskem tlaku, niso primerni (so v nasprotju s predpisi), ker je treba za ugotavljanje absolutne tlačne razlike odčitek instrumenta v milibarih odšteti od 1000. Zgled: Odčitek takega instrumenta je 200 mbar. Dejanski absolutni tlak je $1000 - 200 = 800$ mbar.



Slika 9: Vakuumski povezniki, oblikovani po preizkušancih (a) s pravokotnim zunanjim robom, (b) s pravokotnim notranjim robom, (c) z notranjim ostrim robom, (d, e) za krožne oblike (npr. cevi)

4.3 Priprava preiskovanih površin

Površino preizkušanca je treba dobro očistiti (razmastiti, razoljiti, eventualno odstraniti barvo), da ne bi nečistoče maskirale netesna mesta. Pri tem uporabljamo kovinsko krtačo, detergente, organska topila, topila za barve in odstranjevanje lusk. Kadar uporabljamo čistila v tekoči obliki, je treba po čiščenju površino dobro osušiti. Preizkušance ne izpostavimo nadtlaku, ker npr. tega ne smemo storiti zaradi možnosti poškodovanja, predvsem pa zaradi njegove oblike, konstrukcije, ki se je ne da zatesniti. Tlačno razliko zato ustvarimo z vakuumom. Še večjo tlačno razliko (za povečanje občutljivosti!) pa dosežemo, če je dovoljeno oz. izvedljivo, da preizkušanec izpostavimo dovoljenemu nadtlaku zraka, dušika ali helija.

Vakuumsko napravo je priporočljivo pred uporabo preizkusiti na delovanje. Pri tem lahko uporabimo "umetno" pripravljene netesne površine.

4.4 Izbira tekočin za vakuumski način

Uporabljamo le komercialno dosegljive preizkusne tekočine, ki imajo naslednje lastnosti:

1. dobro omočljivost, posebno zvarov, ne glede na to, ali jih nanašamo s čopičem ali pršilom, ker vsebujejo sufraktante;
2. nad netesnim mestom naredijo stabilno peno;
3. vsebujejo le sledi halogenov in žvepla;
4. lahko jih uporabljamo tudi za pregled vertikalnih površin (zvarov);
5. se počasi sušijo;
6. ne zavrejo pod vakuumom;
7. ne zmrznejo v normalnih delovnih in vremenskih razmerah.

Po nanosu preizkusne tekočine del površine preizkušanca takoj pokrijemo s poveznikom in začnemo evakuirati. Netesnosti se lahko pokažejo v obliki me-

hurčkov ali pene. Če bi nastal dvom, lahko preizkus ponovimo, s tem da površino ponovno premažemo s preizkusno tekočino.

4.5 Praktična izvedba preizkusa

1. Preizkusimo delovanje vakuumске naprave z uporabo "umetne" netesnosti.
2. Okno poveznika mora biti čisto, da je dobro prosojno.
3. Pri preizkusih velikih naprav na prostem, in če zmrzuje, je treba preizkusno površino ogreti, da jo odtalimo in odstranimo vlago.
4. Ko preizkusno površino pokrijemo z vakuumskim poveznikom, takoj odpremo ventil in začnemo evakuirati, pri tem pa poveznik z rokami pritiskamo na površino, dokler se ne "prime", kar ugotovimo s prigradenim umerjenim kazalčnim vakuummetrom.
5. Netesnost ugotovimo s tvorbo mehurčkov oz. pene nad netesnim mestom.
6. Najmanjša tlačna razlika za vakuumski način je 550 mbar.
7. Pri pregledu sosednjega dela površine, npr. zvara, moramo vsaj za 50 mm prekrito že preizkušeno površino.

Po vsakem preizkusu je treba napisati poročilo, ki mora vsebovati vsaj:

- datum preizkusa
- ime preizkuševalca
- opis preizkusne naprave
- preizkusni tlak
- rezultate preizkusa
- skico, ki prikazuje netesna mesta

Bolj zahtevni predpisi za neporušitvene preizkuse posebno zahtevnih delov (npr. v letalski industriji) zahtevajo mnogo več podatkov o preizkusu.

5 PRILOGA – POJMI

Angleško	Slovensko
back pressurizing test; bombing test	preizkus s prejšnjim nadtlakom, nadtlačno-vakuumski preizkus
bombing, pressurizing	izpostavitvev nadtlaku
bubble test technique	način (tehnika) preizkusa z mehurčki
bubble testing	preizkus z mehurčki
bubble testing by liquid immersion technique	preizkus z mehurčki s potapljanjem
capillary leak	kapilarna netesnost
conductance leak	prevodnostna netesnost
detection limit of leakage test	meja odkrivanja uhajanja
foam application technique	način (tehnika) s peno
gauge pressure	efektivni tlak (tlak, ki ga pokaže manometer glede na atmosferski tlak)

heated bath	topla kopel
hood test	preizkus z ogrinjanjem
immersion bubble technique	preizkus z mehurčki s potapljanjem, potopni preizkus z mehurčki
immersion liquid	potopna tekočina
inspection	pregledovanje
leak	netesnost
leakage rate	jakost uhajanja (enota Pa m ³ s ⁻¹ ; mbar L/s)
leaktight	tesen
limitation of bubble technique of leak testing	omejitve (meje) preizkusa z mehurčki
liquid film application technique	način (tehnika) z omočenjem (preizkus z milnico)
liquid immersion technique	način (tehnika) s potapljanjem
minimum detectable leakage rate	najmanjša zaznavna jakost uhajanja
molecular leak	molekularna netesnost
object	preizkušane
permeation leak	permeacijska netesnost
pressure change test	preizkus s spremembo tlaka
pressure dye test	tlačni barvni preizkus
pV-throughput	pretok "pV" (simbol q _G ; enota Pa m ³ s ⁻¹ ; mbar L/s)
response time	odzivni čas

sensitivity of bubble testing	občutljivost preizkusa z mehurčki
solution film technique	način z omočenjem s preizkusno raztopino
surface tension	površinska napetost
test liquid	preizkusna tekočina
test seal	preizkusna tesnitev
test solution	preizkusna raztopina
testing by immersion	vakuumski preizkus z mehurčki s potapljanjem
total (integral) leakage rate	totalno (integralno) uhajanje (= pretok pV)
tracer fluid	sledna tekočina (plin, kapljevina)
vacuum box	vakuumski zvon, vakuumski poveznik
virtual leak	navidezna netesnost
viscosity coefficient	viskoznostni koeficient (simbol η ; enota Pa s)
viscous leak	viskozna netesnost

6 LITERATURA

- ¹Patric O. Moore (ed.), Nondestructive testing handbook, 3rd. ed., Vol. 1, Leak testing, ASNT, 1998
- ²J. M. Lafferty (ed.), Foundation of Vacuum Science and Technology, John Wiley & Sons, Inc., N. York, 1998
- ³M. Wutz, H. Adam, W. Walcher, Theory and Practice of Vacuum Technology, Fried. Vieweg & Sons, Braunschweig/Wiesbaden, 1989

PRIKAZ SPREMEMBE LOMNEGA KOLIČNIKA EVAKUIRANEGA ZRAKA Z ODMIKOM SVETLOBNEGA ŽARKA V VALJNI GEOMETRIJI

Robert Repnik, Ivan Gerlič, Milan Ambrožič

Fakulteta za naravoslovje in matematiko, Univerza v Mariboru, Koroška 160, 2000 Maribor

POVZETEK

Lomni količnik zraka se zelo malo razlikuje od vrednosti 1 v vakuumu, ta razlika pa je premo sorazmerna z zračnim tlakom v širokem območju tlakov. Vzporedni premik lomljenega svetlobnega žarka z znižanjem tlaka je premajhen, da bi ga lahko opazili s planparalelno celico in navadno šolsko opremo. Uporaba valjaste steklene posode pa omogoča opazovanje premika laserskega žarka na oddaljenem zaslonu, potem ko evakuiramo posodo. Za primerjavo opisujemo tudi uporabo interferometra in uklonske mrežice za zaznavanje in merjenje spremembe lomnega količnika zraka s tlakom.

Demonstration of the change in the refractive index of evacuated air by the deflection of the light beam in cylindrical geometry

ABSTRACT

The refractive index of air differs very little from the vacuum value 1, and this difference is proportional to the air pressure for a wide range of pressures. The parallel light beam deflection due to the lowered pressure is too small to be detected by the plan-parallel cell with usual school equipment. However, the use of cylindrical vessel enables the detection of the displacement on distant screen of the laser beam when the entrapped air is evacuated. The use of interferometers and gratings for the detection and measurement of the change of refractive index of air with pressure is described for comparison.

1 UVOD

Lomni količnik zraka n_0 pri normalnih pogojih (tlak $p_0 \approx 1$ bar, sobna temperatura) je skoraj enak vrednosti 1 v vakuumu: $n_0 \approx 1,0003$. Ta vrednost se nekoliko spreminja s temperaturo, tlakom, z vlažnostjo, vsebnostjo drugih komponent, kot je CO_2 , in valovno dolžino⁽¹⁻⁷⁾. Lomni količnik idealnih plinov, kot je zrak, je približno linearno odvisen od tlaka p v širokem območju tlakov. Sprememba lomnega količnika zraka vpliva na pot žarkov v poskusih in v naravi. Zgled za to je *fata morgana*: včasih so zjutraj po hladni noči oddaljeni predmeti videti dvignjeni. To se zgodi zaradi loma svetlobe: ko potuje svetloba od predmeta do opazovalca, gre najprej skozi hladnejše in gostejše nižje zračne plasti, potem pa skozi toplejše in redkejšje višje plasti⁽⁸⁾. Pogostejši pojav, povezan z lomom svetlobe v različnih plasteh zraka, je navidezno bleščanje dela ceste v vročem poletju in iluzija vode na njih. Sončni žarki se namreč v segreti plasti zraka nad cesto lomijo navzgor, nasprotno kot pri fati morgani.

Namizni poskusi za neposredno meritev svetlobne hitrosti v odvisnosti od zračnega tlaka so neustrezni, ker so natančni le na nekaj odstotkov⁽⁹⁾. To spremembo pa lahko kvalitativno zaznamo in ocenimo s

preprosto šolsko opremo z opazovanjem odmika lomljenega laserskega žarka⁽¹⁰⁾, čeprav se za to navadno uporabljajo zahtevnejše meritve z interferometri ali uklonskimi mrežicami^(6,10). Navadna planparalelna celica za ta namen ni praktična, ker se v njej laserski žarek samo vzporedno premakne. Za značilne vpadne kote žarka ($\approx 45^\circ$) je pri debelini celice 1 dm premik žarka samo 0,1 mm po evakuaciji zraka. Uporaba večjih vpadnih kotov pa bi zahtevala večje vzdolžne dimenzije celice.

Zato potrebujemo geometrijo celice, ki žarek ne le vzporedno premakne, temveč spremeni tudi njegovo smer. Že odklon žarka za samo $0,1^\circ$ v tem primeru povzroči premik svetlobne pege na 10 m oddaljenem zaslonu za 1,5 cm. Preprost način spremembe smeri laserskega žarka je s stekleno valjasto posodo⁽¹⁰⁾. Vseeno pa je treba precej truda za uspešen poskus. Fakhruddin je predložil nekaj zanimivih dopolnitev poskusa z valjasto posodo, da bi povečal odklon žarka: 1) uporabo steklene prizme v posodi, 2) ogledalo zunaj posode, ki bi odbilo žarek na drug zaslon, 3) par polpropustnih zrcal, med katerima bi se žarek večkrat odbil⁽¹⁰⁾. Opozoril je tudi na težave v zvezi s popačenjem žarka zaradi (predebele) stene posode pri velikih vpadnih kotih.

V članku opisujemo možnosti in omejitve pri uporabi steklene valjaste posode za kvalitativni eksperimentalni prikaz spremembe lomnega količnika zraka s tlakom. Za primerjavo bomo razložili tudi uporabo interferometra in uklonske mrežice za ta namen.

2 EKSPERIMENT

Uporabili smo stekleno valjasto posodo z zunanjim premerom $2R_z = 186$ mm, višino nekoničnega cilindričnega dela 150 mm in debelino stene $d = 6,4$ mm (slika 1). Posodo smo povezali z manometrom in rotacijsko vakuumsko črpalko (Gambhe Physik, končni tlak 0,03 mbar, črpalna hitrost $3,7$ m³/h pri tlaku 1 bar), s katero smo lahko hitro evakuirali posodo do tlaka $p \approx 0,01$ bar. Razdalja med posodo in tablo – zaslonom je bila okrog 9 m. Položaj in smer šolskega He-Ne laserja (valovna dolžina $\lambda = 632,8$ nm, moč 5 mW) smo spreminjali ročno, tako da smo lahko spreminjali vpadni kot žarka glede na radialno smer posode. Pomagali smo si z natisnjenim kotnim merilom. Smeri vseh žarkov so ležale v vodoravni ravnini. Poleg žarka, ki nas je zanimal in je shematsko prikazan na sliki 2, smo pri velikih vpadnih kotih



Slika 1: Nastavitev poskusa

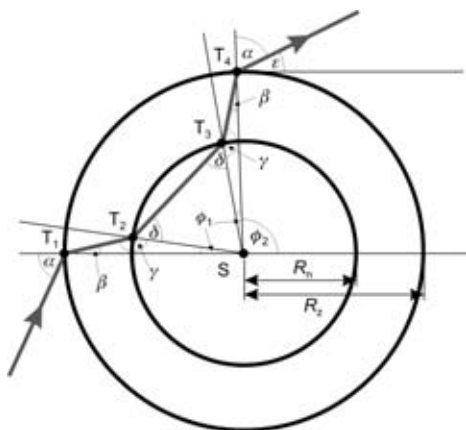
opazili še več drugih zaradi večkratnih odbojev v steklu. Za to, da smo lahko označili majhen premik svetlobne točke na papirju na tabli, smo potrebovali še svinčnik, zatemnjeno sobo, dober vid in nekaj potrpežljivosti.

3 TEORETIČNI MODEL

Lomni količnik zunanjega zraka, zraka v posodi in stekla označimo z n_0 , n in n_s . Predpostavili smo linearno odvisnost n od tlaka p zraka v posodi:

$$n(p) = 1 + (n_0 - 1) \cdot \frac{p}{p_0} \quad (1)$$

kjer je p_0 normalni zračni tlak in $n_0 = 1,0003$. Za naše račune so spremembe lomnega količnika z valovno dolžino v vidnem območju od 400 nm do 700 nm, z majhnimi temperaturnimi spremembami in vlažnostjo povsem zanemarljive⁽¹⁻⁵⁾. Vodravni vpadni žarek zadene zunanjo površino posode pod kotom α glede na radialno smer. Geometrija problema in pot žarka sta prikazana na sliki 2. Notranji in zunanji polmer stene posode označimo z R_n and R_z , debelina stene pa je $d = R_z - R_n$. Zaradi nazornosti je debelina stene na sliki



Slika 2: Pot laserskega žarka skozi stekleno valjasto posodo

večja kot v resnici. Žarek gre skozi točke od T_1 do T_4 . Para točk $T_1 - T_4$ in $T_2 - T_3$ ležita simetrično glede na središče krogov S .

Iz vpadnega kota α in geometrije problema lahko izračunamo vse vmesne kote na sliki, na primer kot β po Snellovem zakonu:

$$\sin \beta = \frac{n_0}{n_s} \sin \alpha \quad (2)$$

Podobno izračunamo vse druge kote in končni kot ϵ , ki zaradi simetrije problema ni odvisen od lomnega količnika stekla. Ko se pri nespremenjenem vpadnem kotu spremeni lomni količnik zraka v posodi, se spremeni tudi kot ϵ in ravno spremembo $\Delta\epsilon$ merimo pri poskusu. Ta sprememba je pri določenem začetnem in končnem tlaku v posodi monotono naraščajoča funkcija vpadnega kota α . Za posodo z zelo tanko steno in pri majhnih vpadnih kotih dobro velja približna enačba:

$$|\Delta\epsilon| \approx 2\Delta n \cdot \tan \alpha \quad (3)$$

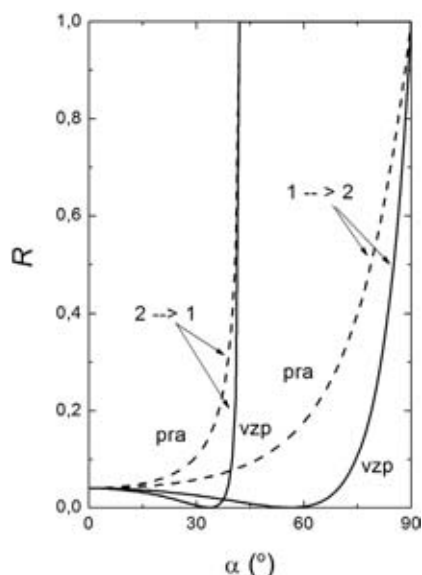
kjer je Δn absolutna vrednost spremembe lomnega količnika zraka v posodi.

Kritični vpadni kot za popolni odboj v točki T_2 (meja steklo – notranji zrak) je:

$$\alpha_c = \arcsin\left(\frac{R_n}{R_z} \cdot \frac{n}{n_0}\right) \quad (4)$$

Ta kot je praktično neodvisen od lomnega količnika n , ki se zelo malo spremeni v poskusu in je skoraj enak n_0 . Tudi lomni količnik stekla se ne pojavi v enačbi (4). Razmerje polmerov pa lahko zelo spremeni kritični vpadni kot. Pri tem kotu je značilni odmik žarka $\Delta\epsilon$ pri spremembi tlaka 1 bar reda velikosti ene stopinje, pri manjših vpadnih kotih pa je precej manjši.

Intenziteta žarka, ki nadaljuje pot skozi medij s spremenjenim lomnim količnikom, se zelo zmanjša, če je vpadni ali pa lomni kot blizu pravega kota^(11,12). Označimo vpadni kot α , lomni kot pa β . Slika 3 prikazuje odvisnost refleksijskega koeficienta R (delež odbite svetlobe) za vrednosti lomnih količnikov $n_1 = 1$ in $n_2 = 1,5$ in obe smeri žarka: $1 \rightarrow 2$ in nasprotno. Refleksijski koeficient doseže vrednost 1 v dveh primerih: 1) pri prehodu v optično gostejše sredstvo, $1 \rightarrow 2$, za $\alpha = 90^\circ$ ($\beta = 41,8^\circ$), 2) pri prehodu v optično redkejšo sredstvo, $2 \rightarrow 1$, za $\alpha = 41,8^\circ$ ($\beta = 90^\circ$, totalni odboj). Seveda gre v obeh primerih za isto pot žarka, saj je refleksijski koeficient neodvisen od smeri žarka, edino kota zamenjata vlogi. Tudi polarizacija svetlobe je pomembna: refleksijski koeficient je lahko precej manjši pri polarizaciji svetlobe, ki leži v isti ravnini kot vpadni, prepuščeni in odbiti žarek (oznaka "vzp" v nasprotju z oznako "pra" za pravokotno polarizacijo).

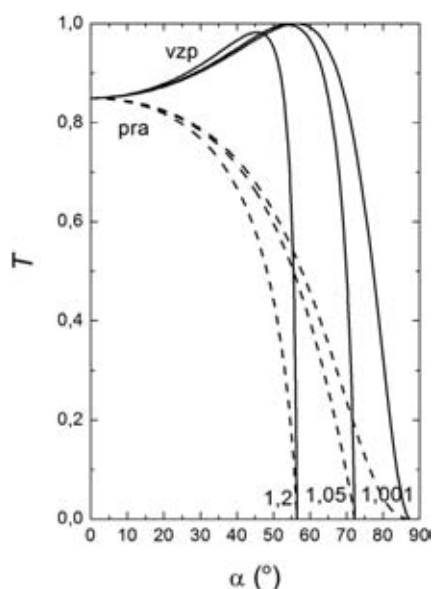


Slika 3: Odvisnost refleksijskega koeficienta od vpadnega kota: R_{vzp} (polni črti) in R_{pra} (črtkani črti). Refleksijski koeficient je mišljen že kot delež ustreznih intenzitet svetlobe ($I \propto E^2$) in ne kot razmerje amplitud električnega polja E .

Celotni transmisijski koeficient pri prehodu laserskega žarka skozi posodo opredelimo kot razmerje intenzitet prepuščene in vpadne svetlobe. Odšteti moramo del odbite svetlobe v vsaki od štirih točk $T_1 - T_4$:

$$T = (1 - R_{T_1})^2 (1 - R_{T_2})^2 \quad (5a)$$

V enačbi (5a) smo zaradi simetrije pri poti žarka skozi posodo upoštevali $R_{T_4} = R_{T_1}$ in $R_{T_3} = R_{T_2}$. Refleksijski koeficienta za obe polarizaciji, npr. v točki T_1 , izračunamo takole:



Slika 4: Odvisnost celotnega transmisijskega koeficienta od α za obe polarizaciji: T_{vzp} (polne črte) and T_{pra} (črtkane črte). Primerjali smo izračune za tri razmerja zunanega in notranjega polmera stene posode: $R_2/R_1 = 1,001$ (zelo tanka stena), 1,05 (srednje debela stena, podobno kot 1,07 pri posodi v našem poskusu) in 1,2 (zelo debela stena).

$$R_{vzp} = \frac{\tan^2(\alpha - \beta)}{\tan^2(\alpha + \beta)} \quad (5b)$$

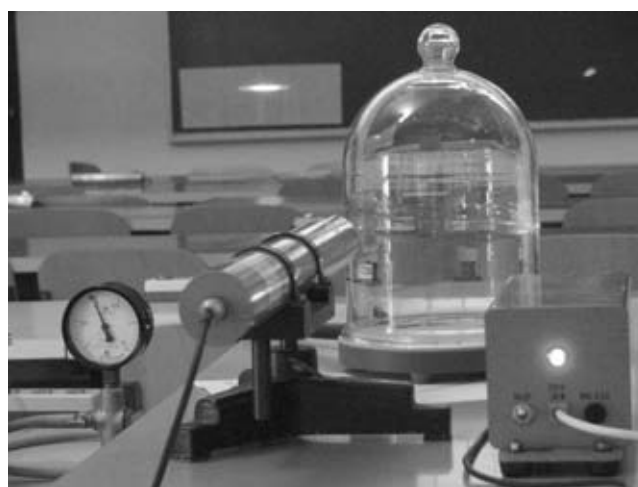
$$R_{pra} = \frac{\sin^2(\alpha - \beta)}{\sin^2(\alpha + \beta)} \quad (5c)$$

Slika 4 prikazuje celoten transmisijski koeficient kot funkcijo kota α za obe polarizaciji in tri različne debeline stene posode. Vzeli smo notranji tlak nič, vendar so razlike v transmisijskih koeficientih za različne tlake od nič do 1 bar zanemarljive. Jasno je, da je vzporedna polarizacija laserskega žarka primernejša od pravokotne, posebno v bližini kritičnega vpadnega kota, ko intenziteta prepuščenega žarka zelo pade. Upoštevali smo značilni lomni količnik stekla $n_s = 1,5$.

4 REZULTATI IN RAZPRAVA

Premike laserske pege na papirju pri spremembi zračnega tlaka ≈ 1 bar v posodi bi lahko v osnovi zaznali tudi pri srednjih kotih ($\alpha \approx 45^\circ$), saj da račun v tem primeru premike velikostnega reda nekaj milimetrov. Vendar pa je preveč motila vodoravna raztegnjenost in neostrost roba svetlobne pege (slika 5). Očitno smo imeli posodo s predebelo stekleno steno. Račun za to posodo da kritični vpadni kot okrog 69° . Šele ko smo se pri poskusu približali temu kotu na nekaj stopinj, smo zaznali premik lise na papirju po evakuaciji posode. Ta premik se je glede reda velikosti ujemal z izračunano vrednostjo, kake večje natančnosti pa nismo mogli doseči, ker je bilo z očesom pretežko ugotoviti premik bolj natančno.

Pred poskusom je priporočljivo preveriti polarizacijo laserja. Komercialni šolski He-Ne laserji imajo navadno navpično polarizacijo, zato jih pri poskusu zasukamo za 90° , da dobimo vodoravno polarizacijo, če se odločimo za opazovanje odmika žarka pri velikih vpadnih kotih. Lomni količnik stekla ne vpliva na



Slika 5: Oblika laserske lise na papirju pri velikem vpadnem kotu

smer prepuščenega žarka, temveč le na njegovo intenziteto. Naredili smo tudi račune intenzitete za različne lomne količnike, $1,45 < n_s < 1,9$, ker so lomni količniki večine stekel v tem območju⁽¹³⁾. Vendar pa se koeficienti T_{vzp} in T_{pra} ne razlikujejo bistveno od tistih na sliki 4.

Razširitev svetlobne pege na zaslonu v vodoravni smeri smo ocenili tudi računsko. Pomagali smo si z divergenco laserskega žarka: ta je bila okrog $0,08^\circ$, kar smo izmerili s projiciranjem žarka na več deset metrov oddaljeno steno v dolgem hodniku. Račun se pri vseh vpadnih kotih dobro ujema z eksperimentalnimi vrednostmi (npr. širino, kot je prikazana na sliki 5). To širino pege zelo poveča debelo steklo.

5 INTERFEROMETER IN UKLONSKA MREŽICA

5.1 Interferometer

Pri poskusu z interferometrom gre za večkratne odboje laserskega žarka med dvema polprepustnima zrcaloma, preden izstopi skozi drugo zrcalo in nadaljuje pot proti zaslonu. Debelina tanke plasti zraka med zrcaloma je d . Kadar gre za konstruktivno interferenco dveh žarkov, kjer se drugi žarek enkrat več odbije na drugem zrcalu kot prvi, je njuna razlika poti enaka valovni dolžini svetlobe med zrcaloma $\lambda(n)$, ki je odvisna od lomnega količnika:

$$2d = \lambda(n) = \frac{\lambda_0}{n} \quad (6a)$$

λ_0 pa je valovna dolžina v vakuumu. Enačbo (6a) lahko razumemo tudi nekoliko drugače:

$$2nd = \lambda_0 \quad (6b)$$

to je, razlika optičnih poti med zrcaloma ustreza valovni dolžini svetlobe v vakuumu. Na zaslonu vidimo interferenčne prstane (krožnice). Če se spremeni optična pot zaradi spremembe lomnega količnika, razdalje d ali pa zaradi razlik v številu odbojev med zrcaloma, pomeni to pojavljanje ali pa izginevanje določenega števila interferenčnih krožnic na zaslonu. Ko izsesamo zrak, izgine proti centru m prstanov, tako da velja enačba:

$$2(n-1)d = m\lambda_0 \quad (6c)$$

Iz prešteti izginulih krožnic (število m) lahko izračunamo lomni količnik zraka n . Takšna meritev lomnega količnika zraka je zanesljiva, vendar pa so interferometri dragi.

5.2 Uklonska mrežica

Tudi v tem primeru gre za pojav interference. Mrežica je postavljena v središče osnega prereza zato,

da ni loma žarka na meji steklo/zrak (pravokotni vpad žarka na mejo). Osnova poskusa je enačba za kot ojačitve valovanja:

$$d \sin \theta_m = m\lambda(n) = m \frac{\lambda_0}{n} \quad (7)$$

kjer je d razdalja med sosednjima režama mrežice, m red ojačitve, θ_m ustrezeni kot žarka glede na vpadno smer. Če se spremeni lomni količnik n , se ustrezno spremeni tudi ojačitveni kot θ_m . Pri večjem redu m je ta sprememba večja. Na primer, pri omenjeni He-Ne laserski svetlobi, redu $m = 3$ in značilni uklonski mrežici z $d = 2 \mu\text{m}$ je sprememba kota $\Delta\theta_3$ po evakuaciji zraka v posodi okrog $0,05^\circ$.

6 SKLEP

Majhno spremembo lomnega količnika zraka pri zmanjšanem tlaku se da kvalitativno prikazati tudi s preprosto eksperimentalno opremo, in sicer na osnovi spremembe smeri prepuščenega laserskega žarka, ki gre skozi stekleno valjasto posodo z zrakom. Odklon žarka lahko opazujemo na zaslonu, ki je oddaljen več metrov. Pri velikih vpadnih kotih žarka je sicer odmik precej večji kot pri srednjih kotih, vendar ga je vseeno težko zaznati zaradi močne popačenosti svetlobne lise in zaradi zmanjšane intenzitete prepuščene svetlobe. Najbolj moteče pri tem je lahko predebilo steklo posode. Za natančnejše meritve odvisnosti lomnega količnika zraka od tlaka pa potrebujemo dražje pripomočke, na primer interferometer.

7 LITERATURA

- ¹Bengt Edlén, *Metrologia* **2** (2), (1966), 71–79
- ²James C. Owens, *Appl. Opt.* **6** (1), (1967), 51–59
- ³Raymond Serway, Jerry S. Faughn, *The Law of Refraction, College Physics* (6th edition, Pacific Grove, CA: Brooks/Cole-Thomson Learning), (2003), 692
- ⁴David R. Lide, *Index of Refraction of Air. Handbook of Chemistry and Physics, 75th edition* Boca Raton, FL, CRC Press Inc., (1994), 10–302
- ⁵K. P. Birch, M. J. Downs, *Metrologia* **30** (3), (1993), 155–162
- ⁶Philip E. Ciddor, *Appl. Opt.* **41** (12), (2002), 2292–2298
- ⁷Refractive index of gases, dostopno na: http://www.kayelaby.npl.co.uk/general_physics/2_5/2_5_7.html
- ⁸Fata morgana, dostopno na: [http://en.wikipedia.org/wiki/Fata_Morgana_\(mirage\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Fata_Morgana_(mirage))
- ⁹Kenichiro Aoki, Takahisa Mitsui, *Am. J. Phys.* **76** (9), (2008), 812–815
- ¹⁰Hasan Fakhruddin, *Measuring the refractive index of air using a vacuum chamber*, 1998 American Vacuum Society International Symposium, November 1998, Baltimore, Maryland, USA; dostopno na: <http://www.avso.org/pdf/vossenwinner98.pdf>
- ¹¹Edward R. van Keuren, *Am. J. Phys.* **73** (7), (2005), 611–614
- ¹²Yizhuang You, Xiaohan Wang, Sihui Wang, Yonghua Pan, Jin Zhou, *Am. J. Phys.* **76** (3), (2008), 224–228
- ¹³Frederics Wooten, *Optical properties of solids*, Academic Press, New York, (1972)

KNJIGE O VAKUUMSKIH POSKUSIH NA SLOVENSKEM PRED KATODNIMI ELEKTRONKAMI

Stanislav Južnič

AMNIM, d. o. o., Gorazdova 3, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Zgodnji vakuumski poskusi in knjige o njih so se iz prve roke ljubljanskega kneza Janeza Vajkarda Turjaškega uveljavili med petičneži v slovenskih deželah. Brali in kupovali so jih tako plemiči kot meščani ali raznovrstni redovniki, vedoč za Turjačano udeležbo pri prvih poskusih z Guerickejevo črpalko. Le stežka je mogoče pričakovati tako uren poznejši pretok odkritij med Evropo in Ljubljano; zato kaže uspehe tistih davnih let obeležiti v javni podobi *Društva za vakuumsko tehniko Slovenije*.

Books Dealing With Vacuum Experiments in Slovenian Lands Before Cathode Tubes

ABSTRACT

The early vacuum experiments and books about them spread among the well-to-do Slovenian land people with the little help of the first Ljubljana prince Janez Vajkard Auersperg. The nobles, wealthy bourgeois, and monks bought and read them because they were aware of Auersperg's collaboration with Guericke on the early experiments with vacuum pump. It is hard to believe that any later exchange of the new inventions between Europe and Ljubljana was that quick. Therefore we had to memorize the success of those days in public symbols of the *Slovenian Society of Vacuum Techniques*.

1 UVOD

Sodobna vakuumaska tehnika se je začela razvijati ob iznajdbi živosrebrnega barometra in vakuumskih črpalk pred tremi stoletji in pol. Osnovne ideje so bile bržkone Galileijeve, njihova izvedba pa se je razvejila vsaj med sedem močnejših raziskovalnih skupin, ki so si bile pogosto dodobra v laseh:

- Galileijev krog okoli *Accademia dei Lincei* v Rimu in nato s Torricelijem in Vivianijem ob florentinski (*Accademia del Cimento*);
- Athanasius Kircherjev (* 1602; SJ; † 1680) krog v Rimu, ki se je začel kotiti ob Gasparu Bertiju (* okoli 1600; † 1643) leta 1640 v družbi s Torricelijem, Nicoló Zucchijem (* 1586; SJ; † 1670) in Gasparom Schottom (* 1608; SJ; † 1666);
- Valeriano Magni na dvoru poljskega kralja in v Regensburgu (1654);
- Robert Boyle v Oxfordu in Londonu s pomočniki: z Robertom Hookom, Denisom Papinom in Francsom Hauksbeejem (Hawksbee, * okoli 1666; † 1713) v povezavi s Kraljevo družbo in poskusi Henryja Powerja (* 1623; † 1668) 6. 5. 1653 v Halifaxu;
- Otto Guericke v Magdeburgu v navezi z ljubljanskim knezom Janezom Vajkardom Turjaškim v

Regensburgu (1654), nato s knezoškofom Johannom Philippom von Schönbornom (* 1605; † 1673) in jezuitom Gasparom Schottom v Würzburgu;

- Blaise Pascalov krog v Rouenu in Parizu s svakom Florinom Périerom (* 1605; † 1672) pri Clermont-Ferrandu v pokrajini Auvergne (1647) ob pariških sopotnikih Mersennom, Etienne Noëlom (* 1581; † 1659) ali celo Descartesom, nato skupina Henrija Louisa Haberta de Montmorja (* okoli 1600; † 1679) v Parizu s Huygensom v Haagu kot predhodnica Kraljeve akademije znanosti;
- Londončan Franciscus Linus (Hall, * 1595; SJ; † 1675) v belgijskem Liègeu leta 1661.

Vakuumske eksperimentalne ideje so se nadvse urno širile po Evropi, razdejani v vihrav tridesetletne vojne. Bela Ljubljana nikakor ni bila izvzeta: naši vakuumski tehnologiji lahko sledimo tako po poteh pglavitnih protagonistov vakuumskih raziskav sorodnih Janezu Vajkardu Turjaškemu kot po nabavah pglavitnih knjig o vakuumu ali preizkušanju vakuumskih naprav. Za nameček je bilo še domala vse živo srebro zgodnjih vakuumistov skopano v naši Idriji.

Med našimi rojaki se je najbolj izkazal ljubljanski knez Janez Vajkard Turjačan, ki je izposloval cesarjevo vabilo za Guerickejev dunajski obisk; Janez je tesno sodeloval pri snovanju Guerickejevih vakuumskih poskusov že v Regensburgu leta 1654. Znameniti poskus z iskrimi konji, ki vneto, a zama ločujejo polovici vakuumske posode, je Guericke ponovil na dunajskem dvoru kmalu po smrti cesarja Ferdinanda III. leta 1657.

Naš knez je bil domala najmočnejši v cesarskem mestu Dunaju, kjer so vsi manj petični morali puščati "trebuh zunaj". Cesar Leopold I. in Janez sta leta 1658 obiskala Schönborna, Schotta in jezuitski kolegij v Würzburgu.¹ Cesar je v prijetni družbi presvetle cesarice prešel Ljubelj in 13. 9. 1660 prijahal pred ljubljanski dvorec Janezovega brata Volfa Engelberta Turjaškega na dedno poklonitev Kranjcem. Ljubljanski cesarski obisk so pripravili trije bratje Turjačani: Janez Vajkard je bil tisti čas prvi minister na Dunaju, starejši brat grof Volf Engelbert pa kranjski deželni glavar; tudi srednji brat ni bil od muh, saj je kot poveljnik karlovske vojne krajine general Herbard s Šrajbarskega turna pri Krškem pripeljal 150 vitezov iz

¹ Hellyer, 1998, 100

Karlovca v narodnih nošah ob spremstvu dveh piskačev in dveh bobnarjev.² Nenavadna vzhodnjaško obarvana glasba turških paš je bila prava paša za oči. Volf je za svojega cesarja v domači palači uprizoril eno prvih ljubljanskih predstav tedaj modne italijanske opere; o tedanji Commedia Italiana in musica na Volfovem vrtu je poročal cesarski glasnik Lovrenc Kurelič (Churelichz), pozneje pa še Valvasor v Slavi.³ Najstnik Valvasor je seveda navdušeno opazoval in pozneje narisal vragolije konjenikov v čast cesarskemu obisku; žal pa ne zvemo, ali so ob tej priložnosti tudi v Ljubljano zanesli znameniti Guerickejev "konjski" vakuumski poskus.

Sreča je opoteča in kmalu nato se je Janezova začela opotekati na vse mile viže. Dne 10. 12. 1669 so mu ukazali zapustiti Dunaj v treh dneh; dvorne spletke so ga z nebesnih višav skozi izpraznjen prostor grobo pritisnile ob trdna tla! Odit je moral na svojo posest v

Wels, pozneje pa je smel na domače Kranjsko.⁴ Aprila 1670 je tajnik akademije *del Cimento*, toskanski grof Lorenzo Magalotti (* 1637; † 1712), poročal v Firence o neprestanih neuspešnih poskusih predsednika dvorne kamere grofa Johanna Quentina I. Jörgerja za Turjačanovo vrnitev na dvor;⁵ objavo Magalotijevih pisem so pozneje kupili ljubljanski jezuiti. Ljubljancani so kar čez noč ostali brez knezove prevladujoče besede na Dunaju: v kolikšni meri pa so si medtem prisvojili poznanje novodobnih vakuumskih poskusov, vodilne zabavnosti tedanjih dni?

2 VAKUUMSKE KNJIGE NA SLOVENSKIH TLEH

Odgovor bomo poiskali v knjigah z opisi tedanjih vakuumskih tehnik, manj pa bomo znali povedati o vakuumskih napravah v tedanji baročni Ljubljani.

Tabela 1: Vodilna znanilca nove znanosti v kranjskih knjižnicah njunih dni⁶

Galilei	Kepler
Volf Turjaški <i>Opere; De proportionum</i>	Volf Turjaški <i>Ad Vitellionem</i>
Sošolec Janeza Vajkarda kneza Turjaškega grof Janez Ambrož Thurn - Valsassina <i>Discorsi</i> ⁷	Več del dr. Janeza pl. Pučarja 1650 ⁸ je podedoval dr. Franc Krištof Ott (Otto)
Baronica Marija Terezija Oršič v začetku 18. stoletja <i>Discorsi</i> ⁹	Ljubljanska maloprodaja (Mayr, 1678, 79, 91) <i>Tychonis Hyperaspistes; Tabulae Rudolphinae</i>
Ljubljanski jezuiti <i>Le operazioni</i>	Ljubljanski jezuiti <i>Mysterium Cosmographicum</i> 1621; <i>Tabulae Rudolphinae</i> 1627
	Valvasor <i>Ad Vitellionem, Dioptrice</i>
	Stiški cistercijani <i>Tabulae Rudolphinae</i> 1627

Tabela 2: Turjaške in Valvasorjeve knjige iz Galileijevega rimskega (*Academia dei Lincei*) oziroma florentinskega (*Academia del Cimento*) kroga, Keplerjevega dvora Rudolfa II. in Baconovih logov poznejše *Royal Society*

Pisec	Leto	Naslov pri Turjačanu	Pri Valvasorju
Bacon, Francis	1654	Stubenbergovo posvetilo prevoda knezu Janezu in grofu Volfu Turjaškemu	/
Markiz Guidobaldo Monte	1577	<i>Mecanicorum liber</i>	Nemško 1629
Galilei	1612; 1655-56	<i>Le operazioni del compasso; Opere</i>	Samo pisma v Keplerjevi knjigi
Porta, Giovanni Batista	1650	<i>Magiae naturalis</i> (tudi KSSKL-24; KSSKL-Kranj V 61)	Nemško 1612, italijansko 1650, latinsko 1680
Porta	1650, 1652	<i>Physiognomoniae coelestis libri sex</i>	Italijansko 1616
Schall, Adam	1665	<i>Historia de missionem ad Chineses</i>	Isto
Ferrante Imperato	1599	<i>Dell'istoria naturale</i>	/
Hernández & Cesi	1651	<i>Nova plantarum, animalium</i>	/
Kepler	1604	<i>Ad Vitellionem</i>	Isto
Kepler	/	/	Dioptrica 1611
Redi, Francesco	1670	<i>Miscellanea curiosa medico-physica</i>	4 knjige Redijevih florentinskih polemik s Kircherjem

² Steklasa, 1881, 741.

³ Höfler, 1978, 126; Radics, 1912.

⁴ Sienell, 2001, 87–91, 96, 103; Mecenseffy, 1955, 71–74.

⁵ Seifert, 1988, 56.

⁶ Štuhec, 1995, 80, 89–90.

⁷ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 46, tehnična enota 112, litera T, št. 1–11, tu št. 7, str. 61; Štuhec, 1995, 90.

⁸ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 34, Tehnična enota 81, litera P, št. 32, str. 68; ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 39, tehnična enota 77, litera O, št. 1–8, tu št. 2, str. 64; Štuhec, 1995, 90.

⁹ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 39, tehnična enota 78, litera O, št. 10, str. 68; Štuhec, 1995, 90.

Tabela 3: Boyleve vakuumske knjige pri Valvasorju in drugod po Kranjskem

1665	.. <i>Experimenta et considerationes de coloribus</i> Londini: Herrigman (M). Vstavljeno: Boyle, Robert. 1664. <i>Brevi enarratio</i>
1670	<i>Paradoxa hydrostatica novi experimentis</i> Roterodami: Leers (M).
1680	<i>Opera Varia</i>1. <i>Nova experimenta physico-mechanica</i> ... 2. <i>Defensio... gravitare aeris</i> ... 3. <i>Tractatus</i> <i>Mira aeris</i> <i>Experimentum nova de condensatione aeris</i> 4. <i>Tentamina quaedam physiologica ... fluiditatis et firmitatis</i>5. <i>Chymista scepticus</i> ... 6. <i>Paradoxa hydrostatica</i> ... Genevae: Tournes (M).
1682	<i>Die luftige Noctiluca</i> Hamburg: Kosten (M).
1696	<i>Opera omnia</i> . Venetiis: Hertz (FSNM)

Tabela 4: Druge Valvasorjeve revije (prvi štirje zapisi) in knjige o vakuumskih tehnikah med njegovimi 79 fizikalnimi deli na Bogenšpergu; pozneje so romale v Zagreb

Pisec	Leto	Naslov
	1671	<i>Le Journal des scavants = Ephemerides eruditorum anni 1666</i> . Lipsiae/Francoforti
	1690	<i>Acta Eruditorum anno 1680</i> Lipsiae: Gunther
Oldenburg, Henry	1674	<i>Acta Philosophica Societatis Regiae in Anglia anni 1665</i> ... Amsterlodami: Boom
Oldenburg, Henry	1675	<i>Acta Philosophica Societatis Regiae in Anglia anni 1665-1669</i> ... Amsterlodami: Boom
Cabeus, Nicolaus	1629	<i>Philosophia magnetica</i> ... Coloniae: Franciscus Sucus
Descartes, René	1690	<i>Grundliche Beschreibung von Scharbock</i> . Leipzig, V: Blanckaart, Steven
Harsdörffer, Georg Philipp; Schwenter, Daniel	1651–1653	<i>Deliciae</i> ... Nürnberg: Endter/ Dümmler (ST, S; pri Janezu Ambrožu grofu Thurn-Valsassina; FSNM pa v nemškem prevodu).
Jungenickel, Andreas	1661	<i>Schlüssel zur Mechanica... Instrumenten der machination</i> Nürnberg: Fürst

Tabela 5: Drugo vakuumsko tehnično branje v ljubljanski zbirki Volfa Engelberta Turjaškega

Pisec	Leto	Naslov	Stran Schönlebnovega zapisa
Magni, Valeriano	1654	<i>Lux in tenebris lucens</i>	56, polemična teologija
Marci à Kronland, Joannis	1635	<i>Idearum operatricum Idea</i> . Praga. 4. Perg: Belo	317; 239
Marci	1662	<i>Philosophia vetus restituta</i> . Praga. 4 perg: Belo	342
Jakob Joannes Wenceslaus Dobrzensky de Nigro Ponte (Jakub Jan Vaclav (Venčeslav) iz Cerneho Mostu (Schwartzbrug), * 1623; † 1697)	1657	<i>Fontes</i> . Ferrara	325; 283

Janezov brat Volf je eno od svojih ljubljanskih soban napolnil z nenavadnimi rečmi kot »prostor čudes« podoben Kircherjevemu v Rimu, vendar ni dovolj podatkov o morebitnih vakuumskih napravah v njej. Tako imamo prva izrecna dokazila o ljubljanskih šolskih vakuumskih poskusih šele z dne 17. 9. 1755 in iz leta 1811, dobro stoletje po Turjačanovem sodelovanju z Guerickejem v Regensburgu.

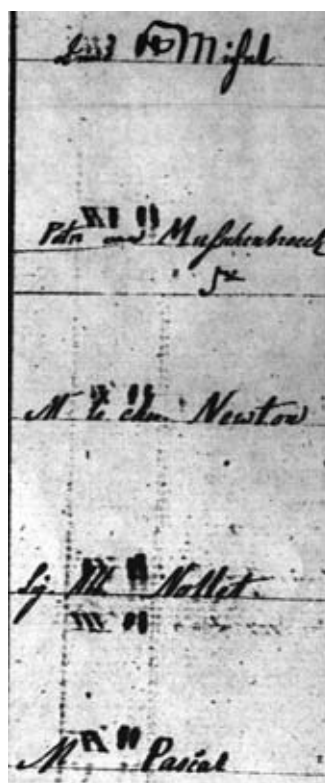
**Slika 1:** Zapis o Erbergovi ljubljanski izdaji Musschenbroeka in vakuumski Pascalovi razpravi v katalogu dolskega graščaka Jožefa Kalasanca Erberga (*Verzeichnis der Bücher in der freiherrlichen/ Erbergischen Bibliothek am d. J. 1798*. AS 730, GrA, I Gospostvo Dol, (Lustthaler Archiv) knjigi 17 in 18, stran 90).

Tabela 6: Devetnajst Kircherjevih knjig v Volfovi knjižnici (šestnajst različnih in po dva izvoda *Musurgia*, *Oedipisa* ter *Iter Extaticum I*), štiri pri Valvasorju in ena pri kapucinih v Kranju

Leto ekslibrisa	Izid	Naslov, kraj; posvetilo	Stran Schönlebnovega popisa
1655	1641	<i>Artis Magnetica</i> . Roma; cesar Ferdinand III. (Merill, 1989, 6)	327, matematika; 209; -
1658	1646	<i>Ars Magna lucis</i> . Roma; Ferdinand IV.	-; -: -
	1650	<i>Musurgia Universalis</i> . 1-2, Roma, perg. Com.; nadvojvoda Leopold Wilhelm	397, glasba; 211, 2: 314
	1650	<i>Musurgia Universalis</i> . 1. del, Roma, fol. Perg. Belo.	397, glasba; 212
	1650	<i>Musurgia Universalis</i> . 2. del, Roma, fol. Perg. Belo.	397, glasba; 212
	1652, 1654	<i>Oedipus Aegyptiacus</i> . Roma	
1658	1656	<i>Itinerarium</i> . Roma (DAR PISCA= <i>Donum Auctoris</i> (Sotheby's, 1982, 58))	329, matematika; 204; 1030
	1656	<i>Structura globis Coelestis (Iter Extaticum I)</i> . Roma (2 izvoda)	327, matematika; 204, 205; 1032
1658	1657	<i>Structura globis terrestres (Iter Extaticum II; Mundus Subterranei)</i> . 1-3, Roma	327, matematika
	1658	<i>Scrutinum physico medicum</i> . Roma. 4 perg: Belo	315, medicina; 218; 1033
1663	1661	<i>Diatribes di prodigiosis</i> . Roma 8 cart, turkizno; nadvojvoda Leopold Wilhelm (DAR PISCA= <i>ex dono Auctoris</i> (Sotheby's, 1982, 58; Merill, 1989, 36, 38))	233, cerkvena zgod.; 203
1664	1663	<i>Polygraphia</i> . Roma, DAR PISCA v Rimu 3. 3. 1664 (Sotheby's, 1982, 60)	-; 217
	1667	<i>Historia Chinensis</i> . Amstelodami, fol. Perg. Belo	244, posvetna zgod.; 202
	1667	<i>Regnum natura magneticum</i> . Roma. 4 perg: Staro	337, filozofija; 210
	1669	<i>Ars Magna sciendi seu combinatorica</i> . Amstelodami, fol. Perg. Belo.	369, jezikoslovje; 201
	1671	<i>Descriptio Latium veteris et nova</i> . Amstelodami, fol. Perg. Belo.	244, posvetna zgod.; 208
	1654	<i>... magnes sive de arte magnetica...</i> Romae: Masotti	M
	1667	<i>... Magneticum naturae regnum...</i> Amsterlodami: Jansson	M
	1671	<i>... Ars magna lucis et umbrae...</i> Amsterlodami: Jansson	M
	1678	<i>... Musaeum celeberrimum.. Georgius de Sepibus Valesius auctoris in machinis...</i> Amsterlodami: Jansson	M
	1739	<i>De venenis liber physico-medicus publico commodo recusis ...</i> Gradec: Widmanstad	(KSSKL-Kranj V 72, Loka Y 16)

Tabela 7: Vakuumske tehnike v knjižnici barona Jožefa Kalasanca Erberga v Ljubljani (1798) in nato v Dolu

M. Pascal	1690	<i>Traité de l'équilibre des liqueres, et de la pesanteur de lumela' de l'air</i> . Paris. 8o.
Laurent Gobart S.J.	1716	<i>Tractatus de barometro</i> . Viennae. 12°.
Laurent Gobart S.J.	1746	<i>Tractatus de barometro</i> . Graecii. 12°. ¹⁰
Guil. Jac. S'Gravesande	1725	<i>Introductio ad philosophiam Newtonianam</i> . Lugd. Batav. 4o. ¹¹
P. Rog. Jo. Boscovich	1763	<i>Theoria philosophia naturalis</i> . Venetis. 4°. ¹²
Io. Beccaria	1768	<i>Commentarii duo de phosphoris naturalis, et artificialis</i> . Graecii. 8o. ¹³

Tabela 8: Vakuumski spisi, ki jih je prebirala Marija Terezija baronica Wintershoffen poročena Oršić (Wintershofen, * okoli 1655; † po 1700),¹⁴ dokler je nadebudni mož ni obdolžil čarovništva

Številka v popisu	Pisec	Naslov in format
68	Galileo Galilei	<i>Galileo Gallilei linceo discorsi et demonstratione methematische...</i> in 4to
79	Peter Gautruche	<i>Philosophia institution...</i> Petri Gautruchio... in 8to
79	Peter Gautruche, aureliano	<i>Pilosophica ac Mathematicae totius institutes, cum ...</i> Authore P. Petro Galtruchio, aureliano... in 12to
88	Valleriis Maximi	<i>dictarum Mamorabillium exempla</i> in 8to

Med francoskimi fiziki v Turjaški knjižnici sta bila tudi dva izvoda Filozofska matematike oziroma Filozofske fizike plodovitega pisca jezuita Gautrucha iz Orléansa; podobne knjige je brala tudi nadebudna

baronica Oršić. Gautruche je po vstopu med jezuite študiral v Rennesu. Leta 1642 in 1643 je poučeval filozofijo na kolegiju *Mont à Caen*, nato pa je verjetno prešel na kolegij *La Flèche*, ki ga je nekoč obiskoval

¹⁰ Izdaja ljubljanskega rektorja Dillherra.¹¹ Poznejšo izdajo S'Gravesandove knjige o Newtonovi fiziki so ljubljanski jezuiti nabavili leta 1769, devet let po natisu na Dunaju.¹² W-1418.¹³ W-1474; NUK-8227.¹⁴ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 39, tehnična enota 78, litera O, št. 10, str. 68; Štuhec, 1995, 90.

Tabela 9: Keplerjeve knjige, ki jih je hranil Janez pl. Pučar ob smrti leta 1650;¹⁷ podedoval jih je pravnik dr. Franc pl. Ott (Otto), lastnik dolenjskih graščin Svibno ter Maténa in Roženbah pri Velikih Lipljenih južno od Škofljice.¹⁸ Ottove knjige so popisane na str. 62–75, skupno 189 oštevilčenih

Stran/številka v popisu	Pisec	Naslov
103 (Pučar) 67/80 (Ott)	Johannes Kepler	Nova Stereometria Solidorum Vinnariorum Joannis Kepleri in folio (pri Pučarju: Joannis Keppleris in weisen Pergament in folio Buch I)
111 (Pučar) 67/86 (Ott)	(Kepler)	No 86 tabula Rudolphina in fol (brez omembe pisca Keplerja, pri Pučarju: Joannis Keppleri Buech so noch mit eingebenden Buch I)

Tabela 10: Projektant vakuumskega balona Francesco Lana Terzi (* 1631; SJ; † 1687) v kranjskih knjižnicah

Naslov Lanovega dela	Lastniki knjige
1670. <i>Prodromo ovvero saggio di alcune invenzioni nuove premesso dell'Arte Maestra</i> . Brescia	S; Jurij Andrej Triller grof Trilek v ribniškem gradu ¹⁹
1684, 1686, 1692. <i>Magisterium Naturae et Artis. Opus Physico-Mathematicum</i> . I-III. Brescia, Parma: Ricciardi (NUK-8461).	Ljubljanski jezuiti; Valvasorjevi izdaji 1684, 1686
1724. <i>Placita Physica de sympathia et antipathia depromta ex Franc. De Lanis S.J. Honoribus. - dicata</i> . Viennae: Wolfgang Schwendimann (W-1531; NUK-8297; FSLJ-20 f 53).	Škerpinova nabava za FSLJ

Tabela 11: Kaspar Schottove (Gaspar, * 1608 Königshofen pri Würzburgu; SJ 1627 Würzburg; † 1666 Würzburg) vakuumske knjige na Kranjskem

1671	<i>Ihr Gesellschaft Japu I</i> (Schott, Gaspar) <i>magia optica...</i> 4 (I. del <i>Magia Universalis Naturae et Artis</i> . 1671 Bamberg: Joh. Martin Schönwetter)	21/83 98 ^o ST
1662	<i>Physica curiosa</i> , 1-2, Herbipoli, 4 perg. Belo. (vsak del zapišan posebej)	276, posvetna zgod.; 369; S
1667	... <i>Physica curiosa...</i> Herbipoli: Endter	M
1664	<i>Technica curiosa sive mirabilia artis</i> , Herbipoli, 4 perg. Belo.	376, jezikoslovje; 370; S
1657? 54?	<i>Magia universalis naturae et artis</i> , Herbipoli. 4 perg. Belo. (2 izvoda)	377, jezikoslovje; 367; S
1659- 1677	... <i>Magia universalis naturae et artis...</i> Bambergae: Schönwetter	M
1661	<i>Cursus mathematicus</i> . Herbipoli (Würzburg)	-; 366; S
1657- 1658	<i>Mechanica hidraulico pneumatica</i> . 4 perg: Belo Herbipoli: Pigrin (vključeni Guerickejevi: <i>Experimentum novum Magdenburgicum</i>)	388; 368, 2: 360 S; M
1661	<i>Cursus mathematicus, sive absoluta omnium mathematicarum</i> . Herbipoli: Schönwetter (S). Ponatisa: 1674. Francoforti: Cholin; 1699. <i>Cursus mathematicus, sive absoluta omnium mathematicarum</i> . Francoforti: Moen (NUK-4217 jezuitski ekslibris; KSSKL-Loka T 1). ²⁰	1699 KSSKL
1663	<i>Arithmetica practica generalis ac specialis; ex cursu mathematico ejusdem Auctoris extracta, atque correcta, et haec secunda editione in usum Iuventutis mathematicum studiosa proposita</i> . Herbipoli (Würzburg): Hertz. 8 ^o . (NUK-4111).	Erberg, št. 56
1663	... <i>Anatomia physico-hydrostatica...</i> Herbipoli: Schönwetter	M
1677	... <i>Magia optica...</i> Franckfurt: Schönwetter	M

Descartes. Leta 1653 se je Gautruche vrnil na *Mont à Caen* kot prefekt študijev in profesor teologije; obe dolžnosti je opravljal do globoke starosti leta 1679. Od leta 1668 je predaval tudi matematiko, ki ga je še posebej zanimala in je zanjo leta 1645 navdušil tudi Pierra-Daniela Hueta, nadškofa v Avranchesu, 100 km jugozahodno od Caena v Normandiji. Volf ni nabavil Gautruchove Filozofske fizike v prvi izdaji iz leta 1656, temveč si je raje privoščil pet let poznejši

ponatis. Gautruche je zavrnil obstoj vakuuma v naravi, čeprav je skupaj z drugimi jezuiti zagotavljal, da Bog seveda zna ustvariti prazen prostor s čudežem. Na kratko je povzel Torricellijeve in Pascalove poskuse, vendar je vztrajal pri Aristotelovem strahu pred praznim.¹⁵ Astrologijo je zavrnil po papeškem odloku in v isti sapi z njo še alkimijo. Sprejel pa je slabih trideset let staro Harveyevo teorijo kroženja krvi v telesu.¹⁶

¹⁵ Gautruche, 1656, 1: 127-150; Brockliss, 1995, 187, 202, 212.

¹⁶ Gautruche, 1656, 2: 19-22, 150-155, 206; Thorndike, 1958, 7: 642-543; Brockliss, 1995, 193.

¹⁷ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 34, tehnična enota 81, litera P, št. 29-42, tu št. 32, str. 68.

¹⁸ ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 39, tehnična enota 77, litera O, št. 1-8, tu št. 2, str. 64; Štuhec, 1995, 90.

¹⁹ Inventarium uber wailandae vollgeboren Herr Herr Graf Georg Andrej Triller von Trilleck (ARS, AS 309, Zapuščinski arhiv, fascikel 46, Tehnična enota 114, litera T, št. 25a/Ribnica, str. 155-206), stran 158, številka knjige 16 (*L'arte Maestra del padre Francesco Lana Jesuita*); Štuhec, 1995, 90.

²⁰ Benedik, 2008, 190.

Tabela 12: Mariborske in kranjske kapucinske knjige naravoslovnega značaja, razporejene po letu natisa²¹

Pisec	Naslov	Leto, jezik
Gervais Brisacensis	<i>Cursus Philosophicae</i>	1699 L (NUK-4615; leto 1711 NUK-4956) (KSMA)
Hübner, Johann (* 1668; † 1731)	<i>Curieuses und Reales Natur-Kunst-Berg-Gewerck-und Handlungs-Lexicon, Darinnen nicht nur Die in der Philosophie, Physic, Medizin, Botanic, Chymie, Anatomie, Chirurgie und Apothecer-Kunst, wie auch in der Mathematic, Astronomie, Mechanic, burglschen und Kriegs-Baukunst, Schifffahrten... sondern auch alle in Handel und Wandel, ingleichen im Jure und vor Gerichten vorfallende und aus allerhand Sprachen genommene, unentbehrliche Wörter, der gelehrten und ungelehrten zu sonderbaren nutzen gründlich und deutlich erkläret; als einen anderen Theil des Realen Staats-Conversations- und Zeitungs-Lexici mit großen Vortheile gebrauchen/nebst einer ausführlichen Vorrede Johann Hübners.</i> Hamburg	1714 N (NUK-6592 Leipzig 1734-Peerov ekslibris; NUK-2487 leto 1711; NUK-2493 leto 1709; NUK-2485 leto 1732) (KSMA)
O'Kelly de Aghrim, Sir Wil- liam	D: O Kelly Guilelmi philos doct. J.u. Licentiati Philosophia Aulica Juxta veterum ac recentiorum philosophorum placita. Compendiose, ac methodo parisiensi pertractata, et illustrioribus superioris aevi inventis, et experimentis illustrata, et quatour in partes, amputata prolixitate, divisa. In gratiam studiosae nobilitatis, aut vulgarem philosophiam fastidientis, aut scholarum taedium non ferentis, aut denique rerum curiosarum avidae. Pars I. Ex praenotionibus, & logica. 2. Ex ethica. III. Ex physica. IV. Ex metaphysica, & interprete. Neo-Pragae: Hampoelan, Joan Georg Hofeaker	1701 (KSSKL-Kranj V 45, Loka S 12)

Tabela 13: Vakuumske knjige novomeških frančiškanov

Pisec	Naslov, kraj; izdajatelj	Leto
Schwenter, Daniel	<i>Mathematik und Physik.</i> Nürnberg	1651
Boyle	<i>Opera omnia.</i> Venetiis: Hertz	1696
Descartes	<i>Physica et metaphysica.</i> Amstelodami: Blaeu	1704
Wolff, Christian	<i>Mathematischen Wissenschaften.</i> Frankfurt: Renger	1701
Wolff, Christian	<i>Wirkungen der Natur = Physica.</i> Halle: Renger	1746
Tarvisini (Giacomo Placentini, * 1672; † 1762)	<i>De barometro dissertationes duae Jacobi Placentini d. Tarvisini: quarum prima continet examen hypothesis D.G. Christoph: Schelhameri, altera interpretatione Leibintian(a)e: adiectis aliis circa motus barometri coniecturis.</i> Patavii: Conzatti.	1711
Newton, Isaac	<i>Principia Mathematica.</i> Genevae: Barrillot	1739
Keill, John	<i>Physica et astronomia Vol I.</i> Mediolani: Aonelli	1742
Musschenbroek	<i>Elementa physicae. Vol I.</i> Venetiis: Recurti	1745
Brixianus, Fortunatus OFM	<i>Philosophia... Mechanica III. Vol 3.</i> Brixiae: Rizzardi	1745–1747
Brixianus, Fortunatus	<i>Philosophia... Mechanica II dela. Vol I.</i> Brixiae: Rizzardi	1751–1752

Tabela 14: Drugi vakuumski spisi ljubljanskih jezuitov

Leto nabave	Leta starosti ob nabavi	Pisec	Jezik (ali prevod iz)	Signatura v NUK-u
1750–1758	29	Hire	Nem. (Lat.)	4086
1756	6	Wolff	Nem.	4136 (2)
1750–1758	11	Wolff	Lat.	4049 (2)
1754	31	Ozanam	Fr.	4384
1751	13	Brixianus	Lat.	12070
1754	25	Musschenbroek	Lat. (Niz.)	8458
1731	23	<i>Academia del Cimento v Musschenbroekovem prevodu</i>		4283
1754	5	Pariški akademiki	Nem. (Fr.)	8361 (2)
1696	40	Gassendi	Lat.	4284
1754	14	Magalotti	It.	2303

Gautruche je med francoskimi jezuiti prvi priobčil Priročnik filozofije; naslednjega je jezuit Gaspard Buhon objavil šele leta 1723. Prva izdaja Gautruchevega priročnika je brez matematičnega dela izšla leta 1653 v njegovem domačem Caenu. Tri leta pozneje je delo dopolnil s Priročnikom filozofije z mate-

matiko kot učbenikom logike, moralne filozofije, metafizike, splošne in eksperimentalne fizike ter matematike s privezanimi izpitnimi tezami, ki so bile branjene v Caenu v Franciji leta 1656. Leta 1661 je Priročnik filozofije s fiziko in z matematiko dal ponatisniti na Dunaju. Volf je nabavil dva izvoda

²¹ Škafar, 1993, 87–91.

Tabela 15: Škofijske gornjegrajske knjige z razpravami o vakuumu na strani 21^v Terpinovega popisa iz leta 1655

Pisec	Naslov in format	Leto in kraj natisa
Jordan, Gregor	<i>Theatr. Coeli et Terra</i>	1591. Coloniae (duplikat)
Bordini, Fran	<i>Quas et respo. Mathematica</i>	1573. Bononiae: Benacci
Padovani, Giovanni	<i>Viridarium Mathematicorum. 4</i>	1563. Venetiis (Benetke): Bologni Zalter
Ziegler, Jakob	<i>Ziegleri comment. In lib. 2 Plinii de Astronomia</i>	1531. Basileae: Henric Petri
(Zwinger, Theodor)	<i>Theatri vitae humanae toms 1- 2. 3 anno in fol. Tab.</i>	1565, 1571. Basileae: Froben

dunajske izdaje iz leta 1661, saj mu je bilo cesarsko mesto seveda najbolj pri roki. Obe knjigi je pod nekoliko različnima naslovoma dal katalogizirati pod filozofijo in tudi pod matematiko. Naslov s fiziko je uvrstil k filozofskim knjigam, drugega z matematiko pa k matematičnim. Prvi zvezek Priročnika filozofske fizike je bila *Physica universalis*, drugi *Physica particularis*, tretji *Mathematica* in četrti *Metaphysica*. Isto izdajo je nabavila tudi baronica Oršič.

Novomeški frančiškani so kupili vsa Boylova dela, podobno kot Valvasor na bližnjem Bogenšperku. Nabavili so tudi domneve eksperimentalnega fizika in Boylovega dopisovalca Placentinija, imenovanega Tarvisini, prav tako pa spis Boylovega dopisovalca z univerze v Kielu in Altdorfu, Günterja Christopha Schelhammerja. Placentini je zavrnil Schelhammerjeve domneve o vakuumu v barometru in se je raje priklonil Leibnizovim idejam. Tudi sicer so novomeški frančiškani v poznem baroku poučevali po Leibnizovih smernicah, saj so v ta namen kupili številna Wolffova in Sturmova dela s priredbami avguština Desinga vred.

Ob koncu oddelka za posvetno zgodovino je škofijski vikar Gorenjec Filip Terpin (Trpin, * 1603 ali 1604 Selca nad Škofjo Loko; † 23. 6. 1683 Šmartno pri Kranju) le leto dni po Turjačanovem sodelovanju pri Guerickejevih vakuumskih poskusih v Regensburgu popisal tudi tehniške, vojaške in naravoslovno-

matematične knjige; takšna razporeditev je bila tisti čas pač v navadi.

3 SKLEP

Revolucijo vakuumskih tehnik ob izumu barometra in črpalke lahko primerjamo le še s stoletje poznejšimi obrati po prelomnih poskusih z vakuumskimi elektronkami, potem ko je Geissler z večkratnim ponavljanjem Torricellijevega živossrebrnega poskusa v stekleni cevi leta 1855 dosegel 0,1 mbar po Plückerjevem bonskem naročilu. Pol stoletja pozneje je sledil novi prevrat, ko so tovrstno zabavno igračkanje nenadoma uporabili v vrhunski znanosti nastajajoče kvantne mehanike; dandanašnja presenečenja so plod tehnološke uporabe le-teh. Kljub poznejšemu sosledju mogočnih dosežkov pa se zdi, da smo Slovenci najdejavneje pripomogli k napredku ravno ob njegovih začetkih s Turjačanovo pomočjo Guerickejevimi poskusom in posledično rastjo zanimanja za vakuum med Kranjci, ki ga izpričujejo nepričakovano številne zgodnje razprave o vakuumu v knjižnicah na tedanjih slovenskih tleh. Zato bi si pisec teh vrstic domišljjal, da mora Ljubljčan Janez Vajkard Turjaški kot Guerickejev pomočnik vendarle postati del javne podobe *Društva za vakuumsko tehniko Slovenije*, saj je Guericke v svoji knjigi priznal Turjačanov delež pri eksperimentalnem uspehu,²² in ni verjetno, da bi iz slovenskih logov kmalu znova zrasel tolikšen uspeh. V ta namen predlagamo naslednjo inačico znamenja *Društva za vakuumsko tehniko Slovenije*, ki zna dodatno izpostaviti ljubljanski delež pri napredku vakuumskih tehnik v svetovnem merilu:

OKRAJŠAVE

- ARS = Arhiv Republike Slovenije v Ljubljani
 FSLJ = Knjige iz knjižnice frančiškanskega samostana v Ljubljani
 FSNM = Knjige novomeške frančiškanske knjižnice
 KSMA = Knjige iz knjižnice Kapucinskega samostana v Mariboru
 KSSKL = Knjige iz knjižnice Kapucinskega samostana v Škofji Loki
 M = Magić, Vladimir; Valvasor, Janez Vajkard; Kukulja, Božena (ur.); Gostiša, Lojze; Šikić, Žana; Gaberščik, Boris (fotograf). 1995. *Bibliotheca Valvasoriana katalog knjižnice Janeza Vajkarda Valvasorja*. Ljubljana: Valvasorjev odbor pri SAZU; Zagreb: Nacionalna i sveučilišna knjižnica.
 NUK = Signature knjig Narodne in univerzitetne knjižnice v Ljubljani



Slika 2: Predlog novega simbola društva

²² Guericke, 1672, 109 poglavje 27: ponatis 1986.

S = Schönlebnov katalog knjig deželnega glavarja Volfa Engelberta Turjaškega v Ljubljani (1668/1762)
 W = Wilde, Franz. 1803. *Catalogi Librorum Bibliothecae Publicae Lycei Labacensis in Ducatu Carnioliae* (NUK. Rokopisni oddelek)

4 LITERATURA

- Benedik, Metod. 2008. *Kapucinski samostan s cerkvijo sv. Ane, Škofja Loka*. Celje: Celjska Mohorjeva družba.
- Brockliss, Laurence W. B. 1995. Pierre Gautruche et l'enseignement de la philosophie de la nature dans les collèges jésuites français vers 1650. *Les Jésuites à la Renaissance. Système éducatif et production du savoir* (ur. Luce Giard). Paris. 187–219.
- Gautruche, Pierre (Peter). 1656. *Philosophiae et mathematicae totius institutio, cum assertionibus disputatis, & vario genere problematum. Ad usum studiosae juventutis* (Prvi del *Physica universalis*, drugi del *Physica particularis*, tretji *Mathematica*, četrti *Meta-physica*). Cadomi (Caen): Adam Cavelier, Joan Cavelier.
- Guericke, Otto von. 1672. Amsterdam. Predvod: 1986. Neue "Magdeburgische" Versuche uber den leeren Raum. Leipzig
- Hellyer, Marcus. 1998. The last of the Aristotelians: The transformation of Jesuit Physics in Germany 1690–1773. Disertacija. University of California, San Diego
- Höfler, Janez. 1978. Glasbena umetnost pozne renesanse in baroka na Slovenskem. Ljubljana: Partizanska knjiga.
- Mecenseffy, Grete. 1955. Habsburger im 17. Jahrhundert. Die Beziehungen der Höff von Wien und Madrid während des dreissigjährigen Krieges. *Archiv für Österreichische Geschichte*. 121/1: 1-91.
- Von Radics, Peter Pavel. 1912. Die Entwicklung des deutschen Bühnenwesens in Laibach. Ljubljana.
- Seifert, Herbert. 1988. Der Sig-prangende Hochzeit-Gott. Hochzeitsfeste am Wiener Hof der Habsburger und ihre Allegorik 1622–1699. Wien: Musikwissenschaftliche Verein.
- Shapin, Steven Schaffer, Simon. 1985. *Leviathan and the Air Pump. Hobbes, Boyle, and the Experimental Life*. New Jersey: Princeton University Press. Francoski prevod. 1993. Paris: Éditions de Découverte
- Sienell, Stefan. 2001. Die geheime Konferenz unter Kaiser Leopold I. Personelle Strukturen und Methoden zur politischen Entscheidungsfindung am Wiener Hoff. Frankfurt am Main: Peter Lang.
- Steklasa, Ivan. 1881. Herbart X. Turjaški (1613-1669). *Ljubljanski Zvon* (Ljubljana). 16: 612–616, 673–676, 739–741.
- Škafar, Vinko. 1993. Knjige in knjižnice v nekdanjem kapucinskem samostanu v Mariboru (1613–1784). *Časopis za zgodovino in narodopisje*. 64/1: 62–92.
- Štuhec, Marko. 1995. Rdeča postelja, ščurki in solze vdove Prešeren. Ljubljana: ŠKUC.

DRUŠTVENE NOVICE

ŠESTNAJSTI MEDNARODNI ZNANSTVENI SESTANEK "VAKUUMSKA ZNANOST IN TEHNIKA" V BOHINJU 4. IN 5. JUNIJA 2009

Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije je v sodelovanju s Hrvaškim vakuumskim društvom 4. in 5. junija 2009 organiziralo 16. mednarodni znanstveni sestanek "Vakuumska znanost in tehnika". Gre za tradicionalne znanstvene sestanke, ki jih vsako leto organizirata slovensko in hrvaško društvo za vakuumsko znanost in tehniko. Tokratno srečanje je potekalo dva dni v prijetnem in sproščujočem okolju Triglavskega narodnega parka. Srečanja so se udeležili pretežno znanstveniki in mladi raziskovalci, ki delujejo na interdisciplinarnem področju vakuumske znanosti in tehnike.

Programski odbor srečanja je za letošnje srečanje izbral vabljen predavatelje, tako da so bila zastopana najbolj aktualna področja vakuumske znanosti. Uvodno vabljen predavanje je imel dr. B. Kaulich, ki je vodja vakuumske žarkovne linije Twinmic na sinhrotronu Elettra v Bazovici pri Trstu. Sledila so predavanja s področja nanosa in karakterizacije vakuumskih tankih plasti za uporabo v sončnih celicah, mikroelektroniki, trdih zaščitnih prevlekah in kompozitnih materialih.

V naslednjem tematskem sklopu so predavatelji predstavili dosežke na področju karakterizacije materialov z vakuumskimi metodami. Sledilo je predavanje zastopnika vodilnega svetovnega proizvajalca vakuumskih črpalk, sistemov in opreme. Drugi dan srečanja so vabljeni predavatelji predstavili vroče tematike vakuumske sinteze in modifikacije novih

materialov, kamor spadajo večplastne nanostrukture, grafenske plasti in biokompatibilni materiali. V zadnjem sklopu so bila na vrsti predavanja s področja modernih tehnologij za sintezo in modifikacijo nanomaterialov, pa tudi vakuumska metrologija.

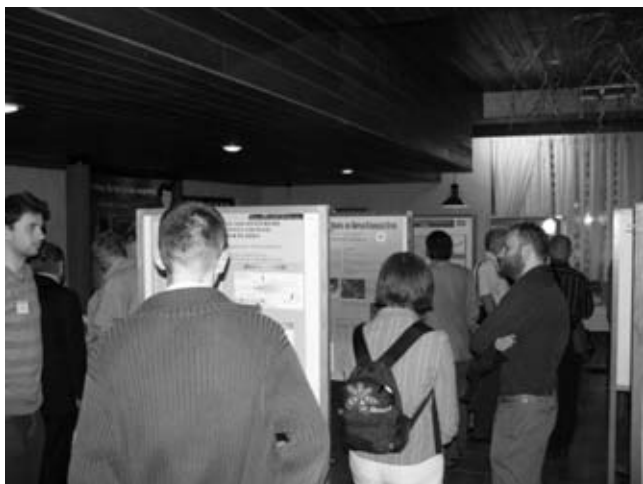
Poleg predavanj smo prvi dan pozno popoldne organizirali tudi posterski sklop. Udeleženci so predstavili rezultate lastnih raziskav s področja vakuumske znanosti in tehnike. Predstavljena so bila dela s področja vakuumske metrologije, vakuumske metalurgije, vakuumskih tankih plasti, modifikacij bioloških in biokompatibilnih materialov in s področja karakterizacije materialov s poudarkom na uporabi vakuumskih tehnik. Strokovna komisija v sestavi B. Kaulich (Italija), J. Kovač (Slovenija) in P. Pervan (Hrvaška) je podelila nagrado za najboljši poster. To je prejel mladi raziskovalec z Instituta za fiziko v Zagrebu Nikša Krstulović za predstavitev rezultatov, ki so nastali v tesnem sodelovanju med slovenskimi in hrvaškimi znanstveniki: N. Krstulović, D. Vujošević, Z. Vratnica, S. Milošević, U. Cvelbar, K. Eleršič, I. Junkar, A. Drenik, T. Vrlinič, M. Mozetič: *Optical emission spectroscopy characterization of oxygen plasma during degradation of bacteria*. Komisija je v utemeljitvi navedla, da so avtorji razvili originalno metodo za spremljanje stopnje sterilizacije med obdelavo z bakterijami kontaminiranih biokompatibilnih materialov v nizkotlačni plinski plazmi, ki bistveno prispeva k svetovnemu znanju na področju vakuumske plazemske sterilizacije.



Predsednik programskega odbora doc. dr. Miran Mozetič med nagovorom udeležencem 16. mednarodnega znanstvenega sestanka "Vakuumska znanost in tehnika"



Udeleženci srečanja med spremljanjem predavanj



V sklopu srečanja je bila organizirana posterska sekcija s številnimi prispevki

Srečanja se je udeležilo 43 raziskovalcev iz 6 evropskih držav in predstavilo svoja dela v obliki predavanj ali posterjev. Od tega je bilo 20 udeležencev, ki so zaposleni na raziskovalnih inštitutih ali v podjetjih s sedežem v Sloveniji, 23 pa je bilo tujih udeležencev. Poleg udeležencev, ki so predstavili svoja znanstvena dela, je bilo registriranih tudi 8 sodelavcev brez prispevkov, skupaj torej 51 udeležencev.

Srečanje je bilo vzorno organizirano in je potekalo v prijetnem, delovnem, a sproščenem ozračju. Raziskovalci z različnih institucij so izkoristili priložnost za diskusijo o aktualnih znanstvenih problemih na področju vakuumske znanosti in tehnike. Nekateri raziskovalci so srečanje izkoristili tudi za izmenjavo



Člani mednarodne komisije (dr. Kaulich, dr. Pervan in dr. Kovač) so izbrali najboljši poster in predsednik programskega odbora srečanja, dr. Miran Mozetič, je podelil nagrado zanj raziskovalcu Nikši Krstuloviću z Instituta za fiziko v Zagrebu. Predstavljena raziskava je skupno delo hrvaških in slovenskih raziskovalcev.

mnenj pri prijavi na aktualne razpise 7. okvirnega programa EU in pripravi za prijavo projektov čezmejnega sodelovanja, katerega razpis pričakujemo šele v letu 2010.

Organizacijo so finančno podprli naši pokrovitelji, to so podjetja: Scan, Pfeifer Vacuum in Merel, in glavni pokrovitelj Javna agencija Republike Slovenije za raziskovalno dejavnost. Brez finančne podpore pokroviteljev ne bi mogli izvesti znanstvenega srečanja v takšnem obsegu.

doc. dr. Janez Kovač
doc. dr. Miran Mozetič

PROSLAVA OB 50-LETNICI DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

V petek, 5. junija 2009, je Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije organiziralo proslavo 50-letnice delovanja društva. O tem visokem jubileju, ki ga letos slavi naše društvo, smo poročali že v prvi številki Vakuumista letošnjega letnika. Proslave, ki je potekala v hotelu Zlatorog v Bohinju, se je udeležilo 50 naših članov. Začela se je ob 13. uri. Pred proslavo je potekal 16. mednarodni sestanek Vakuumska znanost in tehnika, ki sta ga organizirala naše in hrvaško vakuumsko društvo, tako da so udeleženci sestanka lahko prisostvovali tudi proslavi. Prihod drugih članov



Člani Društva za vakuumsko tehniko Slovenije in nekateri gostje iz Hrvaške med pogovorom ob slavnostnem kosilu na proslavi 50-letnice našega društva

društva na proslavo v Bohinju je bil organiziran z avtobusnim prevozom iz Ljubljane.

Na začetku proslave je predsednik Društva za vakuumsko tehniko Slovenije doc. dr. Miran Mozetič v slavnostnem nagovoru predstavil delovanje našega društva v preteklosti, strokovno, izobraževalno in založniško dejavnost, mednarodno aktivnost članov, društvene uspehe, vlogo našega društva v slovenskem prostoru in drugo. Spregovoril je tudi o novih izzivih in načrtih, ki jih ima društvo pred seboj. Proslavo je popestrila glasbena skupina PhD-research band s klasično priredbo znanih melodij. Sledilo je slovesno kosilo. Na proslavi so bile podeljene spominske jubilejne plakete. Navzoči člani društva so prejeli tudi praktična darila sponzorja proslave Scan, d. o. o., in sicer priročno majhno vakuumsko črpalko za izčrpanje steklenic.

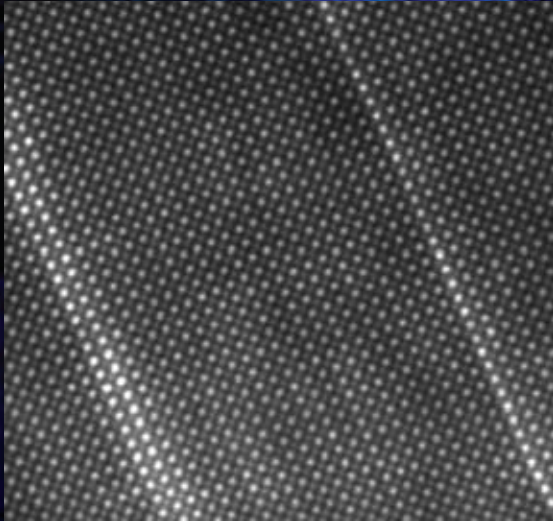
Po kosilu se je razvil prijeten razgovor. Ob tej priložnosti so se srečali številni mlajši in starejši člani našega društva. Številni se niso videli že dolga leta. Mnogi med njimi so obujali spomine na nekdanje dni, še posebej na nekdanji inštitut IEVT, s katerim je bila v preteklosti dolgo povezana vakuumsko tehnika. Po proslavi je bil organiziran avtobusni izlet do Doma pri Savici in ogled slapa Savica. Žal je nekoliko deževno vreme zmanjšalo število članov, ki so si ogledali slap. Sledil je sklep proslave in odhod avtobusa s povabljenici, člani DVTS, v Ljubljano.

doc. dr. Janez Kovač



Udeleženci proslave ob 50-letnici Društva za vakuumsko tehniko Slovenije v hotelu Zlatorog v Bohinju 5. junija 2009

JEOL Ultra-high point-to-point resolution TEM



HAADF STEM showing bright La columns



Individual Sb atoms in Si matrix

Photos courtesy of David Muller,
Lucent Technologies

Extreme Imaging



Model JEM-2100F

scan

SCAN d.o.o. Preddvor

Breg ob Kokri 7 · SI-4205 Preddvor · Phone +386-4-2750200

Fax +386-4-2750420 · scan@siol.net

