

P 0104640.

KIVONAT

72

KEZELÉSI FOLYAMAT SZABÁLYOZÁSI MÓDSZERE

A találmány tárgya, eljárás egy kezelési folyamat szabályozására, mely folyamat során a munkadarabot kémiai és/vagy fizikai eljárásoknak teszik ki, azzal jellemezve, hogy

- a. megállapítják a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak egy vagy több változó paramétere, valamint egy vagy több, a kezelés eredményességét jellemző jellegérték közti korrelációt; levonják a korrelációból származó azon szabályszerűségeket, melyek leírják a jellegértéknek vagy jellegértékeknek a változó paraméterektől való függőségét; az így nyert korrelációt és/vagy szabályszerűségeket a kezelési folyamat szabályozórendszerében tárolják;
- b. folyamatosan vagy megszakításokkal mérnek egy vagy több jellegértéket;
- c. ha a nevezett jellegérték eltér az előzetesen megállapított standard értéktartománytól, a változó paraméter(ek)e(t), mely(ek) a legszorosabb, az (a) pontban megállapított korrelációban van(nak) a nevezett jellegértékkel, olyan irányba ⁱⁿ módosítják, mely ellene hat a jellegérték vagy jellegértékek standard tartománytól való eltérésének.

2001. 11. 23.

Ds.

J. L. A. /

P0104640.

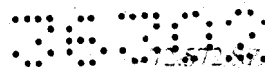
S.B.G. & K.

Nemzetközi

Szabadalmi Iroda

H-1062 Budapest, Andrássy út 113.

Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323



**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

Kezelési folyamat szabályozási módszere

A2

A jelen találmány tárgya eljárás egy kezelési folyamat szabályozására, mely folyamat során a munkadarabot kémiai és/vagy fizikai eljárásoknak tesszük ki. Főként olyan eljárásoknál alkalmazzuk, amelyeknél a munkadarab felületét kémiaailag kezeljük, és/vagy egy réteggel vonjuk be. Ilyen kezelési mód a foszfatálás és a fémek – különösen a gépkocsikarosszériák – lakkozása.

Nagyszámú technikai eljárás létezik, ahol a munkadarabot kémiai és/vagy fizikai eljárásnak vetik alá. Ezen kezelések célja lehet a munkadarab felületének kémiai úton való megváltoztatása, vagy ennek bevonása, például lakkozása. Az ilyen eljárások gyakori célja, hogy a munkadarab felülete megfelelő technikai vagy esztétikai tulajdonságokkal rendelkezzen, például amellyel a munkadarab felületét megvédhetjük a korróziótól, vagy amellyel a felületnek egy kívánt, esztétikailag megnyerő kinézést kölcsönzünk.

Minden ilyen esetben az a cél, hogy a munkadarab kémiai és/vagy fizikai kezelésével meghatározott technikai vagy esztétikai hatást nyújtsunk. Hogy a kívánt eredményt elérjük-e, az függ az anyagtól és a kémiai és/vagy fizikai eljárás választott paramétereitől. Minél pontosabban ismerjük, hogy egy adott választható paraméter a kívánt hatást miként befolyásolja, annál inkább tudjuk úgy beállítani a paramétereket, hogy a kívánt hatást biztosan elérjük, illetve, hogy a kezelés elérni kívánt technikai és/vagy esztétikai eredményei a lehető legjobbak legyenek. Emellett különböző, az elérni kívánt eredményeket jellemző jellegértékeket határozunk meg. Ezek a jellegértékek különböző módon korrelálnak

azon kémiai és/vagy fizikai eljárások egy vagy több paraméterével, amelyekkel a kívánt eredményt el kell érünk. Az arra vonatkozó ismereteink, hogy a kémiai és/vagy fizikai eljárás adott paramétere az eredményt milyen módon befolyásolja, főként empirikus természetűek, és kísérletek sorával juthatunk hozzá, illetve helyesbíthetjük. Egyáltalán nem biztos azonban, hogy a kémiai és/vagy fizikai eljárások paraméterei és a kezelés kitűzött eredményei közötti összes korrelációt már kielégítően ismerjük, és hogy ezeket a paramétereket úgy állítjuk össze, hogy a kívánt eredmény a lehető legkedvezőbb lesz. Emiatt állt elő az az igény, hogy az eddig megismert korrelációkat finomítsuk, valamint újakat ismerjünk meg. További igény, hogy felismerjük, a kapott és célul kitűzött eredmények közti eltérések milyen összefüggésben állnak a kémiai és/vagy fizikai eljárások paramétereivel, és ezeket úgy változtathassuk, hogy a kapott és a célul kitűzött eredmények közti eltérések lehetőleg biztosan korrigálhatók legyenek.

A jelen találmány tárgya, eljárás egy kezelési folyamat szabályozására, mely folyamat során a munkadarabot kémiai és/vagy fizikai eljárásoknak tesszük ki, azzal jellemezve, hogy

- a) megállapítjuk a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak egy vagy több változó paramétere, valamint egy vagy több, a kezelés eredményességét jellemző jellegérték közti korrelációt; levonjuk a korrelációból származó azon szabályszerűségeket, melyek leírják a jellegértéknek vagy jellegértékeknek a változó paraméterektől való függőségét; az így nyert korrelációt és/vagy szabályszerűségeket a kezelési folyamat szabályozórendszerében tároljuk;
- b) folyamatosan vagy megszakításokkal mérünk egy vagy több jellegértéket;

- c) ha a nevezett jellegérték eltér az előzetesen megállapított standard értéktartománytól, a változó paraméter(eke)t, mely(ek) a legszorosabb, az (a) pontban megállapított korrelációban van(nak) a nevezett jellegértékkel, olyan irányba módosítjuk, mely ellene hat a jellegérték vagy jellegértékek standard tartománytól való eltérésének.

Emellett természetesen tanácsos a kémiai és/vagy fizikai folyamat eljárásainak csak azon paramétereit változtatni, melyek az eredményt jellemző többi jellegértéket nem befolyásolják negatívan. Így kiválasztjuk azokat a paramétereket, melyek változása a kívánttól eltérő jellegértékkel lehetőleg erősen korrelál, és amelyek változása más jellegértékekre nem hat negatívan. Ez történhet például egy számítógépes program segítségével.

A találmány szerinti eljárás előnyös kivitelezési módja az, ahol a kezelési folyamatban szereplő kémiai és/vagy fizikai eljárások változó paramétereinek a (c) pontban leírt változtatása emberi beavatkozás nélkül, automatikusan zajlik, vagy ahol a szabályozási rendszer a változtatható paraméter változtatására megfelelő javaslatot szolgáltat. Az első esetben a kezelési folyamat teljesen automatikusan működik, a második esetben a kezelő személy a találmány szerinti eljárás eredményeként konkrét utasításokat kap, melyik paramétert, milyen módon kell megváltoztatnia.

A találmány szerinti eljárás során a szabályozási rendszert előnyösen úgy állítjuk be, hogy az „tanulékony” legyen. Eszerint a kezelési folyamat működése során a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak változó paramétereit, és egy vagy több, a kezelés eredményességét jellemző jellegérték közötti korreláció, és/vagy az innen levezetett szabályszerűségek igazodnak egymáshoz. Egyrészt gondoskodnunk kell tehát arról, hogy a szabályozási rendszer a kezelési

folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak lehetőleg minél több paraméterértékéről folyamatosan, vagy meghatározott időszakonként információkat szerezzen. Ez történhet például úgy, hogy a kémiai eljárás során használt folyadékokat, amelyekkel a munkadarabokat kezeljük, automatikusan elemezzük, és ennek eredményét a találmány szerinti eljárásnak megfelelően a szabályozási rendszerbe visszük át. Ezt az adatbevitelt természetesen manuálisan is végezhetjük. Másrészt gondoskodunk arról, hogy a szabályozási rendszert a kémiai és/vagy fizikai eljárás eredményeiről lehetőleg minél átfogóbban informáljuk, tehát hogy az minél több információt tartalmazzon a kezelés eredményének szempontjából lényeges jellegértékek értékeiről. Amennyiben lehetséges, előnyös ezt is automatikusan végezni, egyébként pedig manuális adatbevitellel. Ezáltal a rendszert olyan állapotba hozzuk, hogy a jelentkező paraméterek és a kitűzött eredmények közti korrelációt folyamatosan helyesbíthetjük, és adott esetben új korrelációkat állapíthatunk meg.

Elvileg nincs jelentősége annak, hogy milyen módon tároljuk és értékeljük ki a szabályozási rendszerben a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak egyes változó paraméterei és a kezelés eredményességét jellemző jellegértékek közti korrelációt. Kifejezhetjük például a tapasztalati úton szerzett korrelációkból származó szabályszerűségeket matematikai egyenletek formájában, határozatlan összefüggéseként („fuzzy logic”), vagy minta nélküli algoritmusokként, mint például neurális hálózat. Matematikai egyenletként szóba jöhetnek például a multilineáris regressziós módszerek, vagy egy parciális legkisebb négyzetek elvét alkalmazó regresszió.

A találmány szerinti eljárás egyik speciális kivitelezési módja lehet a munkadarab felületének kémiai úton való megváltoztatása és/vagy arra rétegek

felhordása. A rétegfelhordás állhat például egy- vagy többretegű lakkozásból. A munkadarab kémiai természetének ezek után nincs jelentősége, így lehet természetes anyagból – például fából –, műanyagból, kerámiából, vagy fémből. Szó lehet például egy olyan műanyagfelületről, ahol a kémiai és/vagy fizikai kezeléssel a lakkozhatóságot javítjuk. A műanyagfelület ilyen kémiai kezelését jelentheti például annak oxidatív előkészítése. Kémiai-fizikai eljárásként szóba jöhet például a plazmakezelés. Fém munkadarabok esetében különösen olyan eljárások jöhetnek szóba, ahol a fémfelületet kémiai eljárás során változtatjuk meg. Ezáltal javíthatunk a korrózióvédelmen, és/vagy a felület kívánt megjelenésére is törekedhetünk. Ilyen eljárások például az eloxálás, krómozás, fluorid-komplexekkel történő kezelés, adott esetben szerves polimerekkel, alkalikus passziválás, vagy réteggépző, illetve nem-réteggépző foszfatálás. Ezen kémiai eljárásokat követően a fémfelületet kiegészítőleg réteggel vonhatjuk be, például lakkozzuk vagy zománcozzuk. A fém természetétől és a kémiai kezeléstől függően, ez a további rétegfelvitel el is maradhat. A találmány szerinti eljárás egyik példaszerű kivitelezési módjánál, a kezelési folyamatban egy, a fémfelület lakkozás előtti foszfatálására szolgáló foszfatáló berendezést alkalmazunk. Ekkor a foszfatálást előnyösen úgynevezett réteggépző foszfatálásként végezzük, cinkfoszfatálás formájában. Ennek során a fémfelületre csak néhány μm vastag réteget viszünk fel kristályos cink-foszfátból vagy foszfátokból, melyekben a cinken kívül kationként egyéb fémek is szerepelnek (vas, nikkel, mangán,...). Ilyen foszfatálási eljárást alkalmaznak például a fémiparban, a járműiparban és a háztartási eszközök gyártása során.

A nagyiparban, például a gépkocsigyártásnál alkalmazott foszfatáló berendezések egy vagy több foszfatáló részlegen kívül magukban foglalnak

rendszerint még egy vagy több tisztító részleget, valamint egy, a foszfatálás előtti aktiváló részleget és – gyakran - a foszfatálás utáni utópasszíváló részleget is. Az egyes kezelési lépések között a különböző kezelési részlegekben rendszerint vizes öblítést végeznek. Az utópasszíválási részlegben történő utópasszíválást – kedvező esetben azonban erről le is lehet mondani – rendszerint lakkozás követi. A gépkocsigyártásnál a jelenleg szokásos első lakkozási lépés egy katódos bemártó elektrolakkozás, de végezhetünk anódos bemártó elektrolakkozást is, vagy felvihetjük az első lakkréteget elektromos áram felhasználása nélkül, a munkadarab lakkozókádba merítésével, illetve a lakk porlasztásos felvitelével.

A foszfatáló részlegben végezhetünk például rétegeképző foszfatálást, ahol a fémfelületet 0,3 – 3,0 g/l cinkiont és 3,0 – 30,0 g/l foszfátiont tartalmazó, savas vizes foszfatáló oldattal kezeljük. Ekkor a savas foszfatáló oldat kémhatása körülbelül pH 2,8 – 3,8, ahol foszfátionok nagyobb részt szabad foszforsavak és dihidrogén-foszfát-ionok alakjában szerepelnek.

A foszfatáló oldat cinktartalma előnyösen 0,4 – 2,0 g/l, különösen előnyösen 0,5 – 1,5 g/l, ahogy az az alacsony cinktartalmú eljárásoknál szokásos. A foszfatáló fürdőkben a foszfátionok és cinkionok tömegaránya tágabb határok között mozoghat, így 3,7 – 30,0 lehet. Különösen előnyös a 10,0 – 20,0 tömegarány.

Emellett a foszfatáló fürdő a cink- és foszfátionokon kívül további szokásos komponenseket is tartalmazhat.

Előnyösek azok a foszfatáló oldatok, amelyek további egy- vagy kétértékű fémeket tartalmaznak, melyek a tapasztalat szerint kedvezően hatnak a lakk megtapadása és az ekként előállított foszfátréteg korrózióvédelme szempontjából.

Ennek megfelelően a foszfatáló oldat előnyösen tartalmaz még egy – vagy több kationt az alábbiak közül:

0,1 – 4,0g/l mangán(II),

0,1 – 2,5g/l nikkel(II),

0,2 – 2,5g/l magnézium(II),

0,2 – 2,5g/l kalcium(II),

0,002 – 0,2g/l réz(II),

0,1 – 2,0g/l kobalt(II).

A foszfatáló oldat a cinkionon kívül kationként tartalmazhat még például 0,1 – 4,0g/l mangániont és 0,002 – 0,2g/l réziont és nem több mint 0,05g/l, különösen nem több mint 0,001g/l nikkeliont. Ha azonban a hagyományos három-kationos technológiához ragaszkodunk, a foszfatáló fürdőben a cinkionon kívül használhatunk 0,1 – 4,0g/l mangániont és 0,1 – 2,5g/l nikkeliont.

A foszfatáló fürdő a szabad savak beállítására a rétegeképző kétértékű kationokon kívül rendszerint nátrium-, kálium- és/vagy ammóniumiont tartalmaz.

Azoknál a foszfatáló fürdőknél, melyek különféle szubsztrátoknak kell megfeleljenek, szokás a fürdőhöz maximum 2,5g/l összfluorid mennyiségben szabad és/vagy komplexkötésben lévő fluoridot hozzátenni, melyben maximum 800mg/l a szabad fluorid. Fluorid hiányában a fürdő alumíniumtartama maximum 3,0mg/l lehet. Fluorid jelenlétében a komplexkötések kialakulása következtében, magasabb alumíniumszint is megengedhető, addig, míg a komplexkötésben részt nem vevő alumínium koncentrációja a 3,0mg/l értéket nem haladja meg. A fluoridtartalmú fürdők alkalmazása akkor előnyös, ha a foszfatálandó felület legalább részben alumíniumból áll, vagy alumíniumot tartalmaz. Ebben az esetben

előnyös, ha a fürdőben nincs komplex kötésben lévő fluorid, csak szabad fluorid, előnyösen 0,5 – 1,0g/l koncentrációban.

A cinkfelületek foszfatálásánál nem feltétlen szükséges, hogy a foszfatáló fürdők úgynevezett gyorsítókat tartalmazzanak. Az acél felületek foszfatálása esetén azonban szükséges, hogy a foszfatáló folyadék egy vagy több gyorsítót is tartalmazzon. A technika mai állása szerint ezek a gyorsítószerke a cink-foszfatáló fürdők szokásos komponensei. Ez alatt olyan anyagokat értünk, amelyek a sav hatására a fémfelületen keletkező hidrogént kémiaiag azáltal kötik meg, hogy önmaguk redukálódnak. Az oxidáló hatású gyorsítók további hatása, hogy a fémfelület kezelésekor szabaddá váló vas(II)ionokat háromértékűvé oxidálják úgy, hogy azok vas(III)-foszfát alakjában kicsapódnak. Ilyen gyorsítók lehetnek:

0,2 – 2,0g/l m-nitro-benzolszulfonát-ion,

0,1 – 10,0g/l hidroxil-amin, szabad vagy kötött alakban,

0,05 – 2,0g/l m-nitro-benzoát-ion,

0,05 – 2,0g/l p-nitro-fenol,

1,0 – 70,0mg/l hidrogén-peroxid, szabad vagy kötött alakban,

0,01 – 0,2g/l nitrition,

0,05 – 4,0g/l szerves N-oxid,

0,1 – 3,0g/l nitro-guanidin.

Segédgyorsítóként hozzáadhatunk még maximum 10,0g/l mennyiségben nitrátiont, amely főleg az acélfelületek foszfatálásánál hat előnyösen. A horganyzott acél foszfatálása esetében előnyben részesített, ha a foszfatáló oldat lehetőleg kevés nitrátiont tartalmaz. Előnyös, ha a 0,5g/l nitrátion koncentrációt nem lépjük át, mivel magasabb nitrátion koncentrációnál fennáll az úgynevezett

„Stippenbildung” képződés veszélye. Ekkor a foszfátfelületen fehér, krétaszerű hibás helyek jelentkeznek.

Környezetkímélő szempontok miatt a hidrogén-peroxid, technikai okok miatt – mivel az utánadagolási oldatok egyszerűbben formulálhatók – a hidroxil-amin különösen előnyös gyorsítószer. Ezen két gyorsítószer együttes alkalmazása azonban nem tanácsos, mivel a hidrogén-peroxid a hidroxil-amint elbontja. Különösen előnyös, ha a szabad vagy kötött alakban levő hidrogén-peroxidot 0,005 – 0,02g/l koncentrációban alkalmazzuk. A foszfatáló oldathoz adhatunk közvetlenül hidrogén-peroxidot, azonban az is lehetséges, hogy a hidrogén-peroxidot olyan vegyületek formájában visszük be, melyekből a foszfatáló fürdőben hidrolizációs reakcióval hidrogén-peroxid szabadul fel. Ilyen vegyületek például a persók, mint a perborát, perkarbonát, peroxo-szulfát vagy peroxo-diszulfát. A hidrogén-peroxid további forrásaként az ionos peroxidok, mint például az alkálifém-peroxidok is számításba jöhetnek.

A hidroxil-amint felhasználhatjuk szabad bázisként, hidroxil-amin-komplekként vagy hidroxil-ammónium-sók alakjában. Ha a foszfatáló fürdőben vagy a foszfatáló fürdő koncentrátumban szabad hidroxil-amint alkalmazunk, az oldatok savas jellege miatt, az főként hidroxil-ammónium-kationként jelenik majd meg. Hidroxil-ammónium-sóként a szulfátok és a foszfátok különösen alkalmasak. Foszfátok alkalmazása esetében a jobb oldhatóságuk miatt a savanyú sók az előnyösek. A foszfatáló fürdőben a hidroxil-amint vagy vegyületeit olyan mennyiségben alkalmazzuk, hogy a szabad hidroxil-amin számított koncentrációja 0,1 és 10,0g/l, előnyösen 0,2 – 6,0g/l és különösen előnyösen 0,3 – 2,0g/l között legyen.

A gyorsítószerként alkalmazott hidroxil-amin hatását kiegészítőleg adott kloráttal fokozhatjuk.

Gyorsítószerként szóba jöhetnek továbbá a szerves N-oxidok is, mint azok a DE-A-197 33 978.6 számú német szabadalmi bejelentésben leírtak. Szerves N-oxidként a nitrogén-metil-morfolin-N-oxid különösen előnyös. A N-oxidokat előnyösen társgyorsítószerekkel együtt alkalmazzuk, ilyenek a klorát, a hidrogén-peroxid, az m-nitro-benzolszulfonát vagy a nitro-guanidin. A nitro-guanidint önmagában is használhatjuk gyorsítószerként, amint például azt a DE-A-196 34 685 számú szabadalmi bejelentésben leírták.

A foszfatáló fürdő szabályozását befolyásoló további paraméterként ismert a szakemberek előtt a pH érték és/vagy a szabad sav-, illetve az összes savtartalom, rendszerint pontszámokban kifejezve. A szabad sav pontszáma alatt értjük a 0,1 normál nátronlúgnak ml-ben kifejezett azon mennyiségét, mellyel 10ml fürdőoldat kémhatását pH 3,6 értékre állítjuk be. Ugyanígy az összes sav pontszáma azonos a lúg ml-ben kifejezett azon mennyiségével, mely pH 8,2 érték eléréséhez szükséges. A technikailag szokásos tartományban a szabad savak értéke 0 – 1,5 pont, az összes savak értéke körülbelül 15 – 30 pont között fekszik.

A foszfatálás permetezéssel, bemerítéssel, illetve permetezéssel és bemerítéssel történhet. A hatásidő szokásosan körülbelül 1 – 4 percig tart. A foszfatáló oldat hőmérséklete körülbelül 40 – 60°C.

A foszfatálás eredményességét és a végül felvitt lakkréteg védőhatását eszerint egy sor fizikai és kémiai paraméter befolyásolja. Ilyen fizikai paraméterek főként a foszfatáló fürdő hőmérséklete és a foszfatálás ideje. Fontos továbbá, hogy a foszfatálandó darabot a foszfatáló oldatba merítjük, vagy a foszfatáló oldattal bepermetezzük, illetve a két eljárást különböző sorrendben egymás után

hajtjuk-e végre. A beállítható kémiai paraméterek a foszfatáló oldat összetételéből, valamint annak szabad és össz-savtartalmából állnak. Eszerint a változtatható paraméter(ek)e)t az alábbiak közül választjuk ki: a foszfatáló oldat hőmérséklete, a foszfatáló oldat cinkkoncentrációja, a foszfatáló oldat szabad- vagy össz-savtartalma, a foszfatáló oldat egy vagy több gyorsítószerének koncentrációja, a cinken kívül egyéb többértékű fémionok koncentrációja a foszfatáló oldatban, a fémfelület és a foszfatáló oldat érintkezésének időtartama és a foszfatáló oldat viszonylagos mozgása a fémfelülethez képest (a fürdő mozgása, permetezési vagy merítési eljárások, a permetezés nyomása).

A foszfatálás jellegértékkel kifejezett eredményessége azonban nem csak a foszfatáló fürdő összetételéből és a foszfatálás fizikai paramétereitől függ, hanem az elő- és utókezelés lépéseitől is. A foszfatálás eredményességében jelentősége lehet például a foszfatálást megelőző tisztító fürdő összetételének is. Ez érvényes az aktiváló fürdőre is, mely alkalmazása egyébként a foszfatálást közvetlenül megelőzi. A jellegértékek, mint például a lakktapadás és a korrózió-ellenállás szempontjából ugyanígy jelentőséggel bírhat a foszfatálás utáni és a lakkozást megelőző utópasszíváló fürdővel való kezelés is.

A foszfatálás előtti tisztító fürdők a szokásos módon anionos és/vagy nem-ionos tenzideket és alkalikus builderanyagokat tartalmaznak vizes oldatban. Az aktiváló fürdők rendszerint titán-foszfát kolloidot tartalmaznak, dinátrium-hidrogén-foszfát pH 8-9 kémhatású vizes oldatában. Ismert utópasszíváló fürdők alapját képezhetik kromátok, illetve krómsavak, reaktív polimerek, mint például az aminoszubsztituált poli(vinil-fenol)-származékok és komplex titán- és/vagy cirkónium-fluoridok. Emellett réztartalmú utópasszíváló fürdők is ismertek. Ezen fürdők hatása, összefüggésben a foszfatálással, függ az összetételüktől, a

hőmérséklettől, a kezelés idejétől és a kezelés módjától (permetezés vagy merítés). A közbeiktatott öblítéseknel, különösen a katódos mártólakkozást megelőző utolsó öblítésnél, jelentősége lehet az utolsó öblítővíz elektromos vezetőképességgel kifejezett tisztaságának is. A jelen találmány szerinti eljárás során, ezen paraméter és a kezelés eredményességére karakterisztikus jellegérték közti korrelációt megállapíthatjuk és ezen kezelési lépés szabályozásánál alkalmazhatjuk. Eszerint a jelen találmány szerinti eljárás kivitelezési módja abból áll, hogy az alábbiak közül kiválasztunk egy vagy több változtatható paramétert: hőmérséklet és/vagy a foszfatálás előtti egy vagy több tisztítófürdő, a foszfatálás előtti aktiváló fürdő és/vagy a foszfatálás utáni utópasszíváló fürdő összetétele, és/vagy az időtartam, mialatt a fémfelület a fürdőkkel érintkezésben áll.

A példaként kiválasztott foszfatálás esetében egy sor olyan jellegérték létezik, mely a kezelés eredményességére jellemző. Ilyen választható jellegérték lehet például a foszfátréteg tömege, a foszfátréteg kémiai összetétele, a foszfátrétegen áthaladó áramfolyás katódos polarizációnál, az elektromos eljárásnál alkalmazott mártólakk foszfatálás után felvitt vastagsága, a foszfatálás után felvitt lakk tapadása, a foszfatálás után felvitt lakk felületi struktúrája (a felület érdessége, hullámossága, fénye, stb.) és a munkadarab foszfatálás és lakkozás utáni korrózióállósága.

Ezen jellegértékek mérésére különböző eljárások állnak rendelkezésünkre. A rétegtömeget legegyszerűbben úgy állapíthatjuk meg, ha a mintadarab foszfátrétegét leoldjuk és a tömegkülönbözetet megmérjük. A rétegtömeg roncsolásmentes mérését például infravörös spektroszkópiával végezhetjük (a foszfátcsoport jellemző elnyelési sávjának felhasználásával). A foszfátréteg kémiai

összetételét annak leoldásával és szokásos elemzésével, például atomabszorpciós spektroszkópiával határozhatjuk meg. A megfelelő kalibrálás után a foszfátrétegben kiválasztott elemek részarányát röntgenfluoreszcenciás méréssel is megállapíthatjuk. A foszfátréteg korróziós ellenállásának gyors felbecsülése történhet a foszfátrétegen áthaladó áramfolyás mérésével katódos polarizációnál. A foszfatálás után felvitt lakk felületi kötődése standard eljárásokkal mérhető, például Erich-próbával, T-bend teszttel vagy a zúzókö teszttel. A korróziós állóképesség vizsgálatára különböző teszteljárások állnak rendelkezésünkre, így például a sópermet teszt, a váltakozó klíma teszt vagy a légköri korróziós próba; a vizsgálatokat rendszerint bemetszésekkel szándékosan megrongált mintadarabon végezve.

Ha a jellegértékeket a vizsgálat során nem tudjuk folyamatosan és automatikusan megállapítani, illetve az eljárás ellenőrző rendszerébe átültetni, úgy azokat külön-külön szükséges meghatározni, és az adatokat manuálisan (helyileg vagy egy távolabbi helyen) az ellenőrző rendszerbe bevenni.

Természetesen a találmány szerinti eljárás megkezdéséhez szükséges, hogy a kémiai és/vagy fizikai eljárás paramétereinek indítási értékeit előre adjuk meg. Ezek az indítási értékek származhatnak a már korábban megállapított korrelációkból. Lehetnek azonban olyan indítási értékek is, melyek a mindenkori kezelési eljárások technikai állásából ismertek, vagy melyek tapasztalatból származnak. A találmány szerinti eljárás szolgál majd arra, hogy ezeket a kezdő értékeket az eljárás során úgy finomítsuk, hogy a meghatározó jellegértékek optimális értékeit kapjuk. Ekkor ismét előadódhat, hogy meghatározott paramétereket csak előre megadott határok között változtathatunk.

Előnyösen a találmány szerinti eljárás folyamatában egy vagy több jellegérték (b) pontban végrehajtott mérésének eredményét, és/vagy a (c) pontban elvégzett intézkedéseket adatrögzítőre visszük fel. Így ezek rendelkezésre állnak a minőségbiztosítás céljára és adott esetben a találmány szerinti folyamattól eltérő eljárások alkalmazásakor, a korrelációk ellenőrzésére. Az adatrögzítőre való felvitelt végezhetjük a helyszínen, azaz ott, ahol a találmány szerinti eljárást végrehajtjuk. Az adatokat – folyamatosan, megszakításokkal, vagy utasításra – egy távolabbi, a kémiai és/vagy fizikai eljárások végrehajtási területén kívül fekvő helyre is továbbíthatjuk, vagy akár közvetlen ott is beadhatjuk. Ez a távolabbi hely lehet például a találmány szerinti eljárásban alkalmazott kezelőoldatok előállítójánál. Ezáltal az előállítási folyamat részleteiről – például a kémiai és/vagy fizikai eljárások paramétereinek értékeiről – folyamatosan tudomást szerezhethet anélkül, hogy neki személyesen a kezelési folyamat helyén kéne tartózkodnia. Emellett előnyösen azt is számításba vehetjük, hogy a paraméterek határértékei a találmány szerinti eljárás folyamatában automatikusan változhatnak, vagy az (a) pont szerinti korrelációból származó előirányzott értékeket a helyszínen vagy egy távolabbi helyről újból megszabhatjuk.

A találmány szerinti eljárás előnye, hogy a kezelési sor kémiai és/vagy fizikai paramétereinek értékei a figyelembe vett jellegértékek változásaihoz automatikusan hozzáigazodnak, mint ami megtörténhet például szubsztrátcsere esetén. A találmány szerinti eljárással a paraméterek értékeit úgy szabályozzuk, hogy azok a mindenkori szubsztrátnak feleljenek meg optimálisan. Manuális beavatkozás ezért vagy egyáltalán nem szükséges, vagy arra korlátozódhat, hogy az egyes paraméterek megengedett értéktartományainak olyan új határait szabja

meg, amelyeken belül a találmánynak megfelelő eljárás szerint előírt értékeket beállíthatjuk.

Kivitelezési példák

A találmány szerinti eljárást a gépkocsigyártásban is szokásos foszfatálási folyamat során próbáljuk ki, ahol a gépkocsikarosszériákat először három fürdőben megtisztítjuk, majd aktiváljuk, foszfatáljuk, utópasszíváljuk, katódosan leválasztható elektromos mártólakkal alapozzuk és végül töltő- és fedőlakkréteggel bevonjuk.

Ezen kezelési folyamat eredményességét jelző jellegértékeket az alábbiak szerint választjuk meg:

1) zúzókö-jellegérték a VW vizsgálati előírása szerint (a legjobb K-jellegérték: 1, a legrosszabb jellegérték: 10),

2) lakkáthatolás (Lackunterwanderung) a DIN 53167 szabvány szerint vizsgálva komplett lakkszerkezettel, 10 egyhetes vizsgálati ciklusonként,

3) a teljes lakkszerkezet vastagsága,

4) KML vastagság: a katódos elektromártólakk (KML) előre megadott elektromos leválasztási paraméterek mellett képződő vastagsága.

Változó paraméterek (zárójelben az előírt érték):

Tisztító fürdők és aktiváló fürdő („előkezelés” a foszfatálás előtt):

1.fürdő: az első tisztító fürdő lúgossága (előírányzott érték: 80-100 mólegyenérték);

2.fürdő: a második tisztító fürdő lúgossága (előírányzott érték: 80-100 mólegyenérték);

3.fürdő: a harmadik tisztító fürdő lúgossága (előírányzott érték: 175-185 mólegyenérték;

aktiváló: az aktiváló fürdő vezetőképessége $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ értékben megadva (mint a bevitt tisztító oldat mértéke).

A foszfatálás paraméterei (beleértve az utópasszíválást is):

Ö.S.: összes sav (23 – 28 pont);

Sz.S.: szabad sav (0,7 – 1,1 pont);

Zn: a foszfatáló fürdő cinkkoncentrációja (3,0 – 3,7 pont, megfelel 1,0-1,2g/l koncentrációnak);

HAS: a foszfatáló fürdő hidroxil-ammonium-szulfát gyorsító koncentrációja (2,0 – 3,5g/l);

Cr(VI): az utópasszíváló fürdő koncentrációja (5,0 – 7,0g/l).

A katódos mártólakkozás paraméterei:

pH: pH érték;

VK: a katódos mártólakkozó fürdő vezetőképessége, $\mu\text{S}/\text{cm}^2$ értékben megadva;

SzT: össz-szilárdtest hányad, tömeg%-ban (19 – 20);

SzKA: színezék/kötőanyag arány (0,57);

ME: milliekvivalens sav(45 – 55).

Korrelációs táblázat

Paraméter/ Célértékek	Előkezelés				Foszfátálás					Katódos mártólakkozás				
	1. fürdő	2. fürdő	3. fürdő	aktívá- ló	Ö. S.	Sz. S.	Zn	HAS	Cr(VI)	pH	VK	SzT	SzKA	ME
K-érték							-6,4							
Lakkáthatolás					0,2			0,7						
Vastagság			0,6	0,03			59,0							
KML vastagsága							-5,3			-9,5			27,9	

A korrelációs táblázat a kémiai paraméterek és a vizsgált jellegértékek közti korrelációs mátrixot mutatja a kémiai paraméterek értékeinek az ipari gépkocsigyártás foszfatálási folyamata során fellépő szórásai mellett. A korrelációt multilineáris regresszióval és átlagos „Anova” (variancia analízis) szignifikancia kiértékelésével határozzuk meg. A szignifikáns regressziós együtthatókat a táblázatban feltüntettük.

Ezek szerint a K-érték a cinkkoncentrációval negatívan korrelál, azaz a foszfatáló fürdő megemelkedett cinkkoncentrációja a K-érték kívánt csökkenését eredményezi. Ezzel szemben a lakkáthatolás különösen az összes sav értékeivel és a foszfatáló fürdő hidroxil-amin gyorsító koncentrációjával korrelál. A lakk összvastagsága a foszfatáló fürdő cinkkoncentrációjával áll összefüggésben, és máskülönben a 3. fürdő és az aktiváló fürdő paramétereivel korrelál. A teljes lakkréteg vastagságával szemben, a KML réteg vastagsága negatív korrelációban áll a foszfatáló fürdő cinkkoncentrációjával, és máskülönben a KML-fürdő SzKA és pH értékével.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás egy kezelési folyamat szabályozására, mely folyamat során a munkadarabot kémiai és/vagy fizikai eljárásoknak tesszük ki, azzal jellemezve, hogy

- a. megállapítjuk a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak egy vagy több változó paramétere, valamint egy vagy több, a kezelés eredményességét jellemző jellegérték közti korrelációt; levonjuk a korrelációból származó azon szabályszerűségeket, melyek leírják a jellegértéknek vagy jellegértékeknek a változó paraméterektől való függőségét; az így nyert korrelációt és/vagy szabályszerűségeket a kezelési folyamat szabályozórendszerében tároljuk;
- b. folyamatosan vagy megszakításokkal mérünk egy vagy több jellegértéket;
- c. ha a nevezett jellegérték eltér az előzetesen megállapított standard értéktartománytól, a változó paraméter(eke)t, mely(ek) a legszorosabb, az (a) pontban megállapított korrelációban van(nak) a nevezett jellegértékkel, olyan irányba módosítjuk, mely ellene hat a jellegérték vagy jellegértékek standard tartománytól való eltérésének.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kezelési folyamat működése során a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak változó paraméterei, és egy vagy több, a kezelés eredményességét jellemző jellegérték közötti korreláció, és/vagy az innen levezetett szabályszerűségek igazodnak egymáshoz.

4. Az 1.-3. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kezelési folyamat kémiai és/vagy fizikai eljárásainak változó paraméterei és egy vagy több jellegérték közötti korrelációból levezetett szabályszerűségeket kifejezhetjük matematikai egyenletek alakjában, mint határozatlan összefüggések, vagy minta nélküli algoritmusokként.

5. Az 1.-4. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kezelési folyamatnál egy berendezést használunk, amelyben a munkadarab felületének kémiai módosítása és/vagy réteggel való bevonása történik.

6. Az 5. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kezelési folyamat során a fémfelületek lakkozása előtti foszfatálására egy foszfatáló berendezés szolgál.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a foszfatáló berendezés egy vagy több foszfatáló részlegből, valamint egy vagy több alábbi kezelési részlegből áll: tisztító részleg, aktiváló részleg, utópasszíválási részleg.

8. A 6. és 7. igénypontok szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a foszfatáló részlegben réteggépző foszfatálás zajlik, mely során a fémfelületet 0,3 – 3,0g/l cinkiont és 3,0 – 30,0g/l foszfátiont tartalmazó, savas, vizes foszfatáló oldattal hozzuk érintkezésbe.

9. A 6.-8. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a változtatható paraméter(eke)t az alábbiak közül választjuk ki: a foszfatáló oldat hőmérséklete, a foszfatáló oldat cinkkoncentrációja, a pH érték, a foszfatáló oldat szabad vagy össz-savtartalma, a foszfatáló oldat egy vagy több gyorsítószerének koncentrációja, a cinken kívül egyéb többértékű fémionok koncentrációja a foszfatáló oldatban, a fémfelület és a foszfatáló oldat

érintkezésének időtartama és a foszfatáló oldat viszonylagos mozgása a fémfelülethez képest.

10. A 6.-8. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a változtatható paraméter(ek)e)t az alábbiak közül választjuk ki: hőmérséklet és/vagy a foszfatálás előtti egy vagy több tisztító fürdő, a foszfatálás előtti aktiváló fürdő és/vagy a foszfatálás utáni utópasszíváló fürdő összetétele, és/vagy az időtartam, mialatt a fémfelület a fürdőkkel érintkezésben áll.

11. A 6.-10. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a kezelés eredményességére jellemző egy vagy több jellegértéket az alábbiak közül választjuk ki: foszfátréteg tömege, a foszfátréteg kémiai összetétele, a foszfátrétegen áthaladó áramfolyás katódos polarizációnál, az elektromos eljárásnál alkalmazott mártólakk foszfatálás után felvitt vastagsága, a foszfatálás után felvitt lakk tapadása, a foszfatálás után felvitt lakk felületi struktúrája és a munkadarab foszfatálás és lakkozás utáni korrózióállósága.

12. Az 1.-11. igénypontok szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy vagy több jellegérték (b) pontban végrehajtott mérésének eredményét és/vagy a (c) pontban elvégzett intézkedéseket adathordozóra visszük fel.

13. Az 1.-12. igénypontok egyike vagy többje szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a paraméterek határértékei a találmány szerinti eljárás folyamán automatikusan változhatnak, vagy az (a) pont szerinti korrelációból származó előírányzott értékeket a helyszínen vagy egy távolabbi helyről újból megszabhatjuk.

Lán. M.23

DS

A meghatalmazott

ifj. Szentpéteri Ádám

Szabadalmi Ügyvivő
az S.B.G. & K. Szabadalmi Ügyvivői Iroda tagja

H-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 461-1000 Fax: 461-1099