5. A beforrasztás egyéb hatásai a lámpa megbízhatóságára és fénytartására

5.1. A zománc és a fém között létrejött kémiai kötés

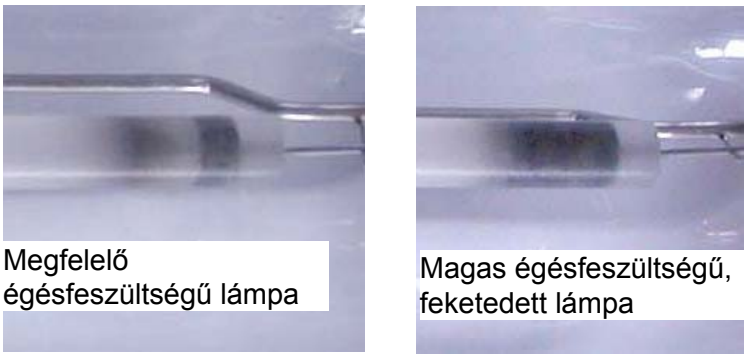
A beforrasztások csiszolatain láttuk, hogy a kerámia-zománc határfelületen – mivel az olvadt zománc oldja a kerámiacső anyagát – CA kristályok nőnek ki a kerámia felől a zománcba. Ugyanakkor a fém árambevezető mellett csak csekély számú kristálynövekedés látható, emiatt itt a kerámia oldalihoz hasonló erős 'kapcsolatot' nem várhatunk. A beforrasztások vizsgálatakor fel kell tehát térképezni a zománc és fém árambevezető között kialakuló kémiai kötéseket. Ezt egyfelől nagyfelületű sík modellminta olvasztmányon, illetve lámpacsiszolaton is elkészítettük. A nagyfelületű modellolvasztmány két sík Nb lap között olvasztott zománcanyag volt, az olvasztás után szétválasztva a két lapot lehetőség nyílt a kialakult zománc-Nb határfelület vizsgálatára. A kialakult kötéseket felületanalitikai módszerekkel, XPS és SIMS technikákkal vizsgáltuk. Előbbi információt szolgáltat a detektált elemek kémia kötésállapotáról, utóbbi nagyon jó érzékenységgel és mélységi feloldással rendelkezik. A pontos modellminta készítés leírása [Dobos 2008]-ben található, míg a valós lámpák csiszolat elemzési módszere [Dobos 2005]-ben olvasható.

A vizsgálatok kimutatták a kémiai reakciók létrejöttét a fém árambevezető és a zománc között. A Nióbium oxidált formában van jelen a zománcban, míg a zománc elemei a Nb-ba diffundálnak. Az alumínium a zománcban oxidált formában, míg a zománcban redukált formában van jelen [Dobos 2008].

5.2. A zománcanyag párolgása

A megbízhatóság mellett a lámpák másik fontos paramétere a fénytartás, azaz a fényáram csökkenésének mértéke a tartóségetés során. A fényáramcsökkenés egyik fő oka lehet a kerámiacső belső falára rakódott, fényelnyelő réteg, az úgynevezett feketedés (5.1. ábra). A feketedés nemcsak közvetlenül okoz fényáramcsökkenést a fal áteresztőképességének romlása révén, hanem megváltoztatja a lámpa égésfeszültségét, emiatt elektromos paramétereit, teljesítményfelvételét is. Ez utóbbi mechanizmus

részletezését a 6., a lámpa konstrukcióját bemutató fejezetben részletezzük. Érdemes megvizsgálni, hogy szerepet játszik-e a feketedés kialakulásában a beforrasztó zománc.



5.1. ábra. Megfelelő égésfeszültségű, illetve feketedett, magas égésfeszültségű lámpák monolit oldalának fényképe több ezer óra tartóségetés után

Az elvégzett kísérletek

A vizsgálat során a korai (tipikusan 100 órát égett) és több ezer órát égett lámpákon hasonlítottuk össze a feketedett részeket a mellettük lévő, nem feketedett részekkel. A mintákat levegőn törtük fel, nitrogén áramlásos kesztyűs boxban, és maximum 10 perc alatt a vákuumkamrába zsilipeltük. A levegővel történő érintkezés így minimális, de elkerülhetetlen volt.

A feketedés vizsgálatához SSX-10 (Surface Science Laboratories) XPS berendezést használtunk, melynek foltátmérője 600 μm [Toth 2003]. Az analizálandó felületet a berendezésre telepített optikai mikroszkóppal jelöltük ki. A spektrométert konstans 150 eV átmenő energiával üzemeltettük, a fotoelektronok kilépési szöge 35°. A mélységi profilírozáshoz 4 keV Argon ionágyút használtunk, a raszterezett felület 2*2 mm volt. Az alkalmazott mérési körülmények között a tipikusan néhány mm belső átmérőjű henger alakú minta már jó közelítéssel síknak tekinthető. A porlasztási sebességet szilícium hordozón lévő SiO_2 réteggel állapítottuk meg, mértéke 200 A/perc-nek adódott. A tényleges mintánkon mért porlasztási sebesség függ az anyagtól, a felület geometriájától (például a fent említett görbülettől) és érdességétől, így a későbbiekben mutatott mélységi profilok csak közelítőleg értendők.

Eredmények

A korai lámpák igen csekély mértékű elszíneződéssel rendelkeznek, a feketedés a tartóségetés során válik jelentékennyé. Az 5.2. ábrán látható a fekete réteg és az ugyanabból az égőtestből származó, feketedést nem mutató kontroll réteg mélységi analízise egy 100 órát égett lámpa esetében. A felületen lévő szén, oxigén és higany összetevőket levontam az analízis során.

A nem feketedett felület jelentős mértékű nátriumot tartalmazott, ez természetes, hiszen ez az adalék egyik fő összetevője. A porlasztás csökkentette a nátrium mennyiségét, ugyanakkor erősödött a Ba fedettség (körülbelül 1000 Angströmig). A porlasztás folytatásával megjelent a Sr és a Ca jel, ugyanakkor a Ba fedettség csökkenni kezdett. A porlasztás további folytatásával a Ba, Ca és Sr csökkenni kezdett (2000-2500 A), az alumínium mennyisége viszont nőtt. Az alumínium származhat mind a zománcból, mind pedig az emissziós anyagból, de ez a kerámia fal összetevője is. Az alumínium fedettség növekedése leginkább annak tulajdonítható, hogy a feketedett réteg fokozatos eltávolításával egyre inkább előtűnik a hordozó kerámiacső felszíne, azaz a porlasztás folytatásával megjelenik majd az oxidos formában jelenlévő kerámiacső anyag is. Némi nátriumot tudtunk detektálni még körülbelül 3000 A eltávolítása után is. A detektált rétegeket az 5.2. ábra mutatja. A rétegeket célszerű fordított sorrendben: nem a detektálás, hanem időbeli létrejöttük szerint taglalni.

A kerámiacső falán egy, a zománc elemeit (Ca és Sr) tartalmazó réteg foglalt helyet. A Sr és a Ca forrása egyértelműen a beforrasztó zománc, a falon történő megjelenését a zománc párolgása okozza. Ez a réteg minden bizonnyal a beforrasztás magas hőmérséklete során került a kerámiacső falára. A zománcban szintén meglévő ittriumot nem tudtuk detektálni. Ez egyezésben van korábbi $Ba_{0.25}Sr_{0.75}Y_{2.08}O_4$ összetételű emissziós anyag Knudsen cellás vizsgálatával, ahol az ittrium párolgása szintén nem volt detektálható [Bencze 1996].

A beforrasztás művelete után, a lámpa működése során a beforrasztáskor a felületre párolgott Ca-Sr a réteget elkezdte befedni az emissziós anyag párolgásából származó bárium.

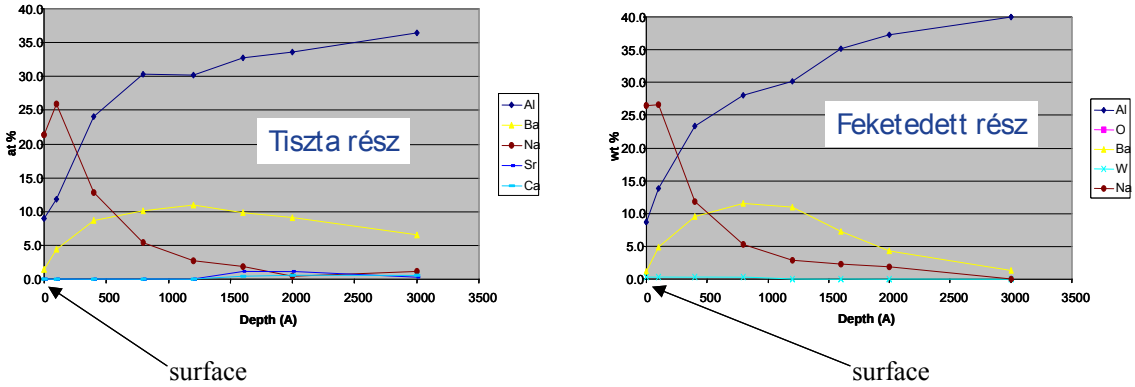
A legfelső réteg egy vékony Na tartalmú réteg. Ez a lámpa kikapcsolása után kondenzálódik ki a plazma fázisból. Na minden rétegben található, ami azt jelenti, hogy

bediffundált a beforrasztás során lerakódott zománc rétegbe is (a nátrium adalékolása a beforrasztási művelet után történik). A Na diffúzió részletes taglalása található [Lovas2007a] és [Lovas2008]-ban. Természetesen a rétegek között nincs éles határ.

A feketedett réteg analízise során viszont nem találtuk meg a zománcból származó elemeket. Ennek magyarázata az lehet, hogy a feketedett mintarész az elektróda mellett, a monolit saroktól és így a zománctól távolabb helyezkedik el. Itt is jellemző az emissziós anyagból érkező Ba, amely csökken a porlasztás során, ahogy haladunk egyre inkább a kerámiacső felé, ugyanakkor az elektródáról származó wolframot is detektáltunk a felületen, még 800 A eltávolítása után is. A zománc elemeitől és a volfrámtól eltekintve a rétegszerkezet hasonló a tiszta rétegéhez, mint azt az 5.2. ábra mutatja.

Hasonló helyzetet tapasztaltunk zománc szempontjából a tartóségetett lámpák analízise során is: nevezetesen nem sikerült a zománc alkotóelemeinek nyomára bukkannunk (5.3. ábra). Elmondhatjuk tehát, hogy bár történik némi zománcpárolgás a beforrasztás művelete során, ennek mennyisége nem befolyásolja a feketedés mértékét. Működés közbeni zománcpárolgást nem tudtunk kimutatni, amit magyaráz az, hogy míg a beforrasztás művelete körülbelül 1500 K^o-on történik, addig a zománc működési hőmérséklete jóval alacsonyabb, bár a beforrasztás pár perces időtartamához képest jóval hosszabb ideig tart. Sajnos gőznyomás-hőmérséklet adatok nem állnak rendelkezésünkre, hogy a párolgás mértékét a két tartományban meg tudjuk becsülni. A párolgást visszaszorítja a magasabb üzemi nyomás az égőtestben is. Ha van is zománcpárolgás, mértéke oly csekély, hogy a réteg egyéb összetevői mellett a módszer detektálási határa alá esik. Mivel a kezdeti, beforrasztási réteg már 100 óra alatt fedésbe kerül, a nedvesítési tulajdonságok esetleges megváltozásában sem játszik szerepet. Ezzel szöges ellentétben, a tartóségetett lámpa fekete rétege is jelentős mértékű wolfram összetevőt tartalmazott, ami még 4000 A eltávolítása után is kimutatható volt.

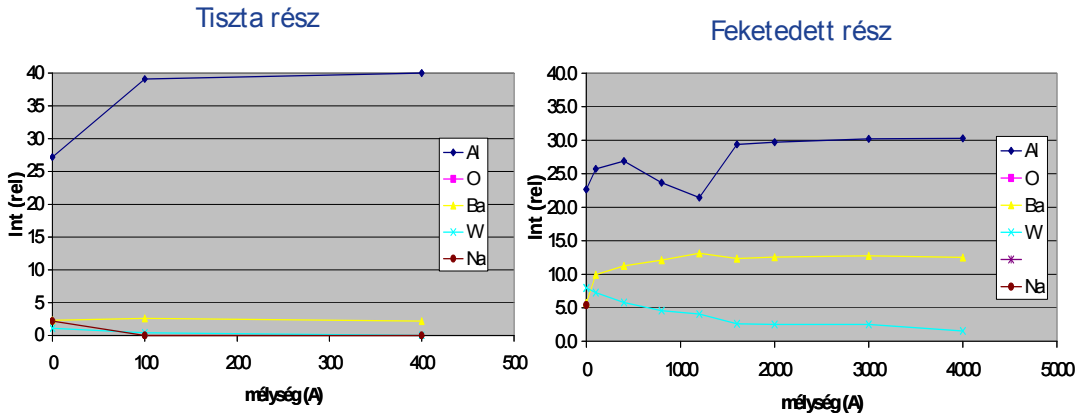
Összefoglalás: Összefoglalásképp megállapíthatjuk tehát, hogy a zománc párolgása a lámpa fénytartására nincs hatással. A feketedésben mind a wolfram, mind pedig a bárium játszik meghatározó szerepet.



Na – a kisülésből
Ba – Az elektródáról
Ca-Sr – A zománcról
Al – a kerámia

Na – A kisülésből
Ba-W vegyes – Az elektródáról
Ca-Sr – A zománcról
Al – A kerámia

5.2. ábra. Tiszta és feketedett részek mélységi profilja 100 órás kezdeti égetés során, és a kialakult rétegszerkezet



5.3. ábra. Mélységi profil tartóségetett lámpák esetében