4. Beforrasztások szerkezete és mechanikai tulajdonságai nagyintenzitású kisülőlámpákban

A 2.2.4. fejezetben ismertettük a lámpa beforrasztásnak nevezett részét. Ez a rész rögzíti a fém árambevezetőt az égőtest anyagához vákuumzáróan a lámpa élettartama során. Amennyiben ez a rögzítés kilyukad, az előbb-utóbb a lámpa működésképtelenségéhez vezet.

Bemutattuk, hogy a beforrasztás művelete során a préselt oxidkarika megolvad, befolyik a fém árambevezető és a kerámia közé, majd lehűlés közben megszilárdulva létrehozza a kötés a két rész között. A megszilárdulás közben különböző fázisok alakulnak ki a zománcban. A 2.13.a.-e. ábrákhoz kapcsolódóan részletesen ismertettük a kialakuló kristályos fázisokat. Említettük, hogy a kristályos fázisokat az üveges fázisnak mondott mátrix fogja körül, melynek lehet homogén, illetve szételegyedett formája. A különböző fázisok különböző hőtágulási együtthatókkal rendelkeznek, így különböző hőfeszültségek alakulnak ki a gyártás, illetve a használat során. Ezen feszültségeknek a lámpa tartóségetése során is szerepük van, hiszen be-kikapcsolási ciklusok során, illetve az üzemi hőmérsékleten megváltozhatnak, relaxálódhatnak. Ez a folyamat hozzájárulhat a zománc kilyukadásához. Ugyancsak hozzájárulhat a kilyukadáshoz a zománcban lévő hibák, mikrorepedések szerkezetének megváltozása.

A lámpa megbízhatóságát befolyásoló tényezők feltárásához meg kell ismerni a lámpa élettartama eleji, a gyártás során kialakult feszültség-szerkezetét és repedékenységét, illetve tanulmányoznunk kell ezek élettartam, de különösen a kritikus első 4000 óra használat során fellépő változását. A beforrasztásban található fázisok méretéből adódóan jó síkbeli feloldással rendelkező, kis mintaterület mérésére alkalmas eljárást kell használnunk. A 3. fejezetben bemutatott, mikrokeménységmérővel végzett vizsgálatok éppen ilyenek. Mivel az üveges fázis hajlamos a repedésre, illetve a tartóségetés során átkristályosodása léphet fel, első lépésként kritikus volt megvizsgálni, hogy valóban egy amorf fázissal állunk-e szemben.

Célunk tehát: meghatározni a mátrix morfológiáját, feltárni a beforrasztásban fellépő kezdeti mechanikai tulajdonságokat (keménység és Young modulusz), feszültségeket és anizotrópiákat, majd megvizsgálni ezek használat közbeni változását.

4.1. Kísérleti vizsgálatok nagyintenzitású kisülőlámpák beforrasztásán

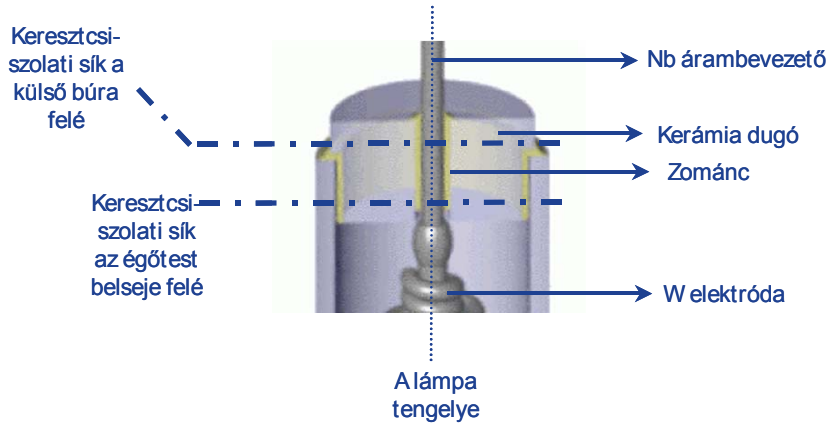
A mátrix morfológiájának vizsgálata: A mátrix morfológiájának a vizsgálathoz a TEM mikrodiffrakció mutatkozott a legcélravezetőbbnek. A vizsgálandó beforrasztásokat a GE kísérleti (Pilot) boxának ciklikus beforrasztó kályhájában állítottuk elő. A vizsgálandó típusnak az egyik kereskedelmi forgalomban kapható típusunkat választottuk. A mintát olyan beforrasztási hőmérséklet programmal állítottuk elő, ami megnöveli az üvegesnek hívott fázis keletkezésének a valószínűségét (hasonlóan a 2.13.b ábrán látott beforrasztás struktúrához). A vizsgálatokat három, azonos körülmények között készült mintán végeztük el. A vizsgálatot 2000 órás tartóségetett lámpa zománcán is elvégeztük. Megvizsgáltuk az ugyanilyen wattitású, normál gyártási körülmények között a GE ciklikus gyártóboxán készült lámpák mátrixát is.

A mintavékonyítás és mérés az MTA MFA-ban készült. Elkerülendő a nagykristályok esetleges vizsgálatát, amelyek a fém árambevezető mellett képződnek, a vizsgálat és a mintavékonyítás a beforrasztási zóna közepére, a fém árambevezető és a kerámiacső közötti középső részre koncentrált. A mikrodiffrakció mellett EDS-el a vizsgált fázisok összetételét is meghatároztuk, így a diffrakció és az elemanalízis közösen tette lehetővé a fázis-meghatározást. A mintavékonyítás és a mérés pontos leírása [Toth 2002-2005] – ben található.

A beforrasztás mechanikai tulajdonságainak vizsgálata a lámpa élettartamának az elején: A vizsgálatokat normál gyártási és speciális beforrasztási hőprofillal készült lámpákon végeztük. A lámpák a GE kísérleti (Pilot) és ciklikus gyártási boxán készültek, összeépítésük a kísérleti összeépítő üzemben készült. A lámpák 100 órás stabilizáló égetésen estek át a vizsgálat előtt.

A zománc vizsgálathoz az egyes lámpák esetében a lámpa beforrasztást tartalmazó részét a lámpa tengelyére merőleges irányban gyémánt vágótárcsával vágtuk el, majd gyantába ágyazás után gyémánt pasztával políroztuk. Ezeket hívjuk keresztmetszeti csiszolatoknak. Nagyobb wattitású lámpák esetében készíthetünk csiszolatot a beforrasztás égőtest felé eső, belső, és a külső búra felé eső végéről is. Mindenképp az égőtest belseje felé eső rész bír nagyobb jelentőséggel. Ennek magasabb

a hőmérséklete a külső búra felé eső részhez képest, és működés közben ez érintkezik az adalékrendszerrel. Más mintákat a lámpa hossztengelye mentén, a fém árambevezető tengelyét tartalmazó síkban metszettünk el hasonló módon. Ezeket hívjuk hosszmetszeti csiszolatoknak. A kétféle vágási síkot a 4.1. ábra szemlélteti.



4.1. ábra. Az ábra az égőtest hosszmetszeti vágását mutatja. A hosszmetszeti vágás tartalmazza a lámpa tengelyét. (A hosszmetszeti sík egybeesik a papír síkjával.) Az ábra feltüntet két keresztmetszeti vágási síkot is. A két sík az ábra szerint merőleges a lámpa tengelyére (és a papírlapra is). Egy tipikus hosszmetszeti csiszolat látható például a 2.9. ábrán, a keresztmetszeti csiszolatra példa a 4.5. ábra.

A vágás befolyással lehet a mintában lévő feszültségállapotra. A vágás elsődleges hatása, hogy szabad mintafelszínt hozok létre, így a felületen bekövetkezik a minta felületi relaxációja. A felületi relaxáció tipikusan néhány atomi rétegre terjed ki, hatása maximum körülbelül 10-50 atomi rétegig érezhető [Ibach 1997]. Az általunk alkalmazott terheléseknél a mikrokeménységmérő körülbelül néhány száz – néhány ezer atomi réteg mélyen hatolt az anyagba. A feszültség felületi relaxációjának hatását emiatt mind a keménység, mind a repedéshosszakból származtatott mennyiségek (kritikus törési szívósság, feszültség) elhanyagolhatjuk. Óvatos vágás esetén a csiszolat hőmérséklete nem melegszik föl 2-300 C^o fölé, így a feszültségek hőhatásból eredő relaxációját kizárhatjuk. A csiszolás – a mintában lévő feszültségek hatására – ritka esetekben makroszkópikus repedéseket indukál a beforrasztási zónában. Az ilyen helyek környékét vizsgálatainkból kihagytuk. A csiszolás kelthet azonban olyan mikrorepedéseket, amik bizonyos mértékig hozzájárulhatnak a mintában lévő feszültségek relaxációjához, illetve repedékenységéhez. Ezeket az óvatos csiszolással megpróbáljuk minimalizálni, teljesen kiküszöbölni nem tudjuk. Elképzelhető az anyag kipattogzása is, ez ugyancsak ritka

jelenség. Ha ilyet tapasztalunk, az azonban mindenképp jelzés a minta szokatlanul nagy feszültségi állapotára..

A mérésekhez itt is a 3. fejezetben már említett Shimadzu DUH 202 ultra-mikro keménységmérőt használtuk. A Vickers keménység, a Young modulusz, a repedési statisztika felvétele a 3. fejezetben leírtak szerint történt. A méréseket a rendelkezésre álló hely függvényében legalább 20 ponton végeztük, maximum 100 mN terheléssel. Az egyes indentációk elég messze voltak egymástól ahhoz, hogy ne zavarják egymás hatását.

Ugyancsak a 3. fejezetben leírtaknak megfelelően határoztuk meg a kritikus törési szívósság értékét is. A látszólagos törési szívósság ($K_{IC,}$ illetve egész pontosan a látszólagos törési szívósság, $K_{I,A}$), meghatározásához itt is a 3.7 formulát használtuk fel. Ezt megtehettük, mert a keménységmérő fej által okozott repedések itt is Palmquist típusúnak bizonyultak, amit az üvegekhez hasonló módon csiszolással és a nyomátló és a repedéshossz arányával is ellenőriztünk. A mintában lévő feszültség meghatározásához szintén a 3. fejezetben ismertetett 3.8 formulát használtuk fel:

$$\sigma_x=K_{IC}*(1-(c_o/c_{1,x})^{1.5})/(P*c_{1,x})^{0.5} \quad (3.8)$$

ahol K_{IC} a kritikus tőrési szívósság (egész pontosan a $K_{I,A}$ látszólagos törési szívósság), c_o a repedés hossza a feszültségmentes mintában, míg $c_{1,x}$ a repedés hossza a feszültséget tartalmazó esetben. Rá kell mutatnunk egy lényeges különbségre: míg a 3. fejezetben síkban homogén rendszerrel dolgoztunk és az üveg tárgylemez felületén nem volt kitüntetett irány, addig jelen szerkezet első közelítésben is legfeljebb csak tengelyszimmetrikusnak tekinthető a lámpa és a beforrasztás tengelye mentén. Esetünkben $c_{1,x}$ mindig egy adott irányra értendő, amely irányban a feszültséget vizsgálni szeretnénk (erre utal az $_x$ index). A szimmetria miatt keresztcsiszolaton két fő irányt kell vizsgálnunk: a sugár- és az érintő irányokat (látsd 4.5. ábra). A feszültség meghatározásához itt is szükség lenne a feszültségmentes állapotban mért repedéshosszra (c_o). A vizsgált rendszer jellegéből fakadóan a rendszerben nem lehet feszültségmentes állapotot létrehozni. Próbálkoztunk – a síküveg mintával történő analógia alapján – a beforrasztás méretéhez képest makroszkópikus, körülbelül 1 cm*1 cm területű, fémlapon történő olvasztmány létrehozásával. Ennek morfológiája azonban jelentősen eltért a

lámpabelitől. Hasonlóképp nem volt összevethető a tömbi rúdolvasztmány szerkezete sem a lámpabeli beforrasztáséval. A feszültségmentes állapothoz tartozó repedéshosszat ezért a sugárirány és a gyűrűirány közötti szögfelező irányába futó repedések hosszával közelítettük. (Ez természetesen csak közelítés). A mintában tapasztalható feszültség értékeket a Vickers keménységmérő által keltett repedésekből határoztuk meg, szintén a 3. fejezetben ismertetett módon. (A feltett hengerszimmetria szintén csak közelítés, a lámpa tengelye csak jó közelítéssel egyezik meg a fém árambevezető közepével. Gyakorlatilag az árambevezető mindig ferdén áll a kerámiadugó üregében. Ennek szintén technológiai okai vannak. Ez azt is jelenti, hogy az árambevezető mindig találhatunk olyan síkot, amelyben készült metszeten az árambevezető közelebb áll az egyik oldalhoz, mint a másikhoz. Gyakorlatilag a beforrasztó zománc vastagsága kisebb az egyik oldalon, mint a másikon (4.5.a ábra). Ez természetesen hatással lehet a beforrasztás morfológiájára. Elképzelhető olyan extrém eset is, amikor a vékony zománc oldalon gyakorlatilag csak nagykristályos fázis van a fém és a kerámia dugó között, a mikrokristályos fázis teljességgel hiányzik. Ennek az extrém esetnek a vizsgálatára jelen munkában nem térünk ki.) A lámpa tengelyétől kiindulva erős inhomogenitás várható, illetve inhomogenitás várható a sugárirányban, ezért a mechanikai paraméterek helyfüggését is vizsgáltuk.

A beforrasztás mechanikai tulajdonságainak vizsgálata a lámpa tartóségetésének folyamán:. Az élettartam eleji vizsgálatokhoz hasonló módon készített lámpákat tartóségetésnek vetettünk alá a GE égetőkeretein. A lámpák elektromagnetikus ballaszton égtek. A használati ciklus a standard 11 óra bekapcsolás – 1 óra kikapcsolás volt. A tartóségetés során bekövetkező változások vizsgálata minden tekintetben megegyezett a lámpa élettartama eleji vizsgálatokkal.

4.2. Eredmények: A mátrix szerkezete

A speciális, szinte csak mátrixot tartalmazó zománcstruktúrájú lámpák esetében a TEM képek esetén mind a hagyományos világos látóterű képek, illetve atomi felbontású felvételek **kristályos fázisok jelenlétét mutatták ki az üvegesnek hívott fázisban**,

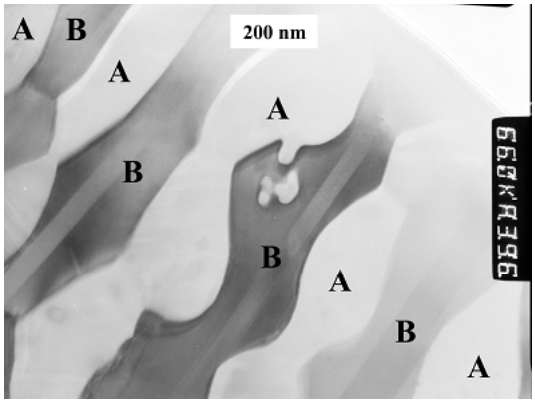
amorf fázist gyakorlatilag nem sikerült a vizsgált mintákon kimutatni. Célszerű ezt a fázist a továbbiakban *mikrokristályos fázisnak* hívni. A 4.2.a-d. ábrán látható, hogy a mikrokristályos fázis lamellás szerkezetet mutat, az egyes lamellák pedig esetenként több krisztallitból épülnek fel. A két azonosított fázis megegyezik a két fő kristályos fázissal: az A jelű fázis az ittriumot is tartalmazó $(C,S)_3A$ fázis, míg a B jelű rész az esetünkben ittriumot nem tartalmazó (C,S)A monoklin fázis. A fázisok kristályos voltát legszebben a 4.2.d. ábrán látható atomi feloldású kép igazolja. Fontos ismét hangsúlyozni, hogy lényeges mennyiségű valóban amorf anyagot nem találtunk sem a kiindulási, sem pedig a 2000 órás tartóségetést követő vizsgálataink során.

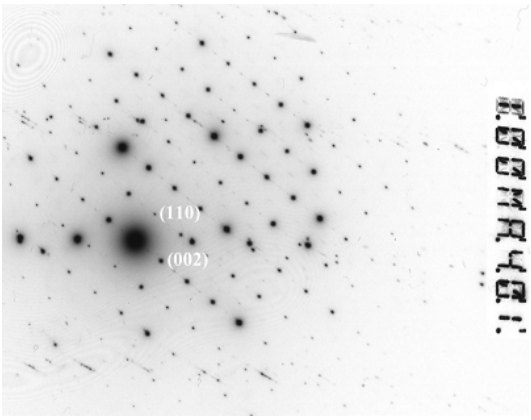
Nem találtunk amorf anyagot az olyan mintákban sem, amelyek jellemzőnek tekinthetőek a gyártásunkra. Ebben a mintában vizsgálatunk a tipikusan ittriumban gazdag, C_2A-szerű, $(Ca_{1-x}Sr_x)_2(Al_{1-y}Y_y)_2O_5$ fázist is talált. Ennek az az oka, hogy a beforrasztás végső fázisában, az olvadék hűlésekor az olvadék Yttriumban feldúsul, ezért a kristályos fázisokhoz képest a mátrix Yttriumban gazdagabb lesz. Ezekben a mintákban sikerült kimutatni a $(Ca_{1-x}Sr_x)Al_2O_5$ fázist is.

Amorf fázist semelyik beforrasztási profillal készült mintasorozat esetében sem találtunk. Ez természetesen nem jelenti azt, hogy akár ugyanezen a kiinduló zománcösszetétellel más beforrasztási hőprofilt alkalmazva, esetleg más geometriában ne keletkezhetne csakugyan üveges fázis. Különösen a beforrasztáskor alkalmazott hőprofil lehet befolyással az üveges fázis keletkezésére. A gyors hűlés eredményeképp például az olvadék túlhűlhet, és ilyenkor az olvadék hirtelen megdermed, ami valóban amorf fázist eredményezhet. [Nagy 1989] szerint ilyenkor is elképzelhető szételegyedés, ami viszont az általunk tapasztalt mikrokristályos fázisok kialakulásához vezet. Ezek lemezszerű elrendeződését tapasztaltuk mi a lamellás szerkezetben. A túlhűtéssel, illetve annak az üveges fázis elkerülésére irányuló hiányával kapcsolatban két fontos dologra kell felhívni a figyelmet. Az egyik az olvadék tisztasága: a túlhűtés feltétele az, hogy ne legyenek az olvadékban véletlen vagy szándékos gócképző anyagok. A másik a kályha konstrukciója: amennyiben a kályha természetes hűlése nem túl gyors, úgy az olvadék hűlése sem gyors és túlhűtés nem jöhet létre, amorf fázis helyett inkább többé-kevésbé szételegyedett mikrokristályos mátrixot kapunk. Természetesen elképzelhető a kályha hűtése is a hűlés felgyorsítása érdekében. Ennek például akkor van jelentősége, ha rövidíteni akarjuk a

gyártás ciklusidejét. Ilyen esetekben azonban mindenképpen meg kell vizsgálni - például a fent említett TEM mikrodiffrakció segítségével - a keletkezett mátrix szerkezetét és figyelembe kell venni annak következményeit a lámpa megbízhatóságára vonatkozóan. Ezt a mérési technika megfelelő választásával kell megtennünk, hiszen a fenti példa mutatta, hogy a pásztázó elektronmikroszkópos képen hasonlóan kinéző, üvegesnek hitt mátrixok is lehetnek kristályosak, eltérő mikroszerkezettel.

A tapasztalt lamellás szerkezet nem egyedülálló az irodalomban. A kerámiaolvadékok zömének nagy viszkozitása van. Emiatt a diffúzió is lassú az olvadékban. Sayir Al_2O_3/ZrO_2 eutektikus megszilárdulását vizsgálta, és hozzánk hasonlóan ő is lamellás szerkezetet tapasztalt mintegy 200 nm lamellavastagsággal [Sayir 1999]. Ezt azzal magyarázta, hogy a hűlés során nem következett be elegendő túlhűtés, a koncentrációgradienst vékony lemezek formájában oldotta föl a rendszer. A lamellás szerkezet tehát a nagy viszkozitásnak köszönhető. Ugyanakkor, amikor Y_2O_3-t adalékolt a rendszerhez, akkor az adalék hatására bekövetkezett a túlhűtés és cellás-szigetes morfológiát kapott. Ezt azzal magyarázta, hogy az ittrium lehetővé tette az összetételi túlhűtést. Nagy hőgradiensnél ugyanakkor ismét a lamellás szerkezet képződését figyelte meg. Esetünkben a nagy hőgradiens nem valószínű, a lamellás szerkezet kialakulását inkább a túlhűtés nem elegendő volta okozza.



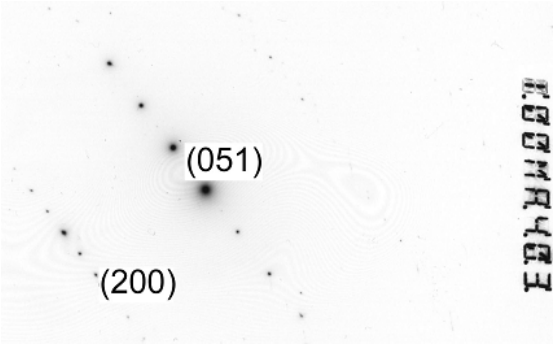


4.2.a. ábra. 4.2.b. ábra

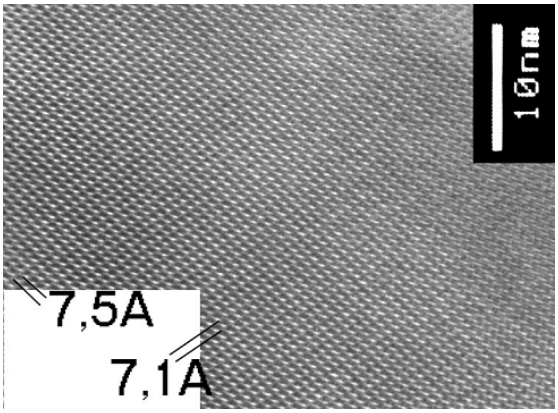
4.2.a ábra: Homogénnek tűnő mátrix világos látóterű (BF) TEM képe. A szerkezet váltakozó összetételű lamellákból épül fel, az egyes lamellák is esetenként több krisztallitból épülnek fel.

4.2.b. ábra. Az „A”-val jelölt lamella mikrodiffrakciós és SAED felvétele. A $(Ca_{1-x}Sr_x)_3(Al_{1-y}Y_y)_2O_6$ képletű ortorhombos fázis (a=10,87Å, b=10,85 Å, c=15,12 Å; JCPDS 33-0251, ill. 33-0150) reflexióival indexelhető

.



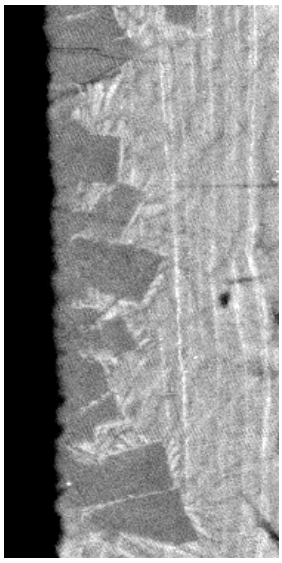
4.2.c ábra



4.2.d ábra

4.2.c. ábra: A „B”-vel jelölt lamella SAED felvétele. A $(Ca_{1-x}Sr_x)Al_2O_4$ képletű monoklin fázis (a=8,69Å, b=8,09Å, c=15,21, β=90,14° Å; JCPDS 23-1036) reflexióival indexelhető.

4.1.d. ábra: Nagyfeloldású elektronmikroszkópos kép (HRTEM). Az atomi síkok képen mért távolságai (7,1 Å és 7,6 Å) jól leírhatóak a $(Ca_{1-x}Sr_x)Al_2O_4$ képletű monoklin fázis (a=8,69Å, b=8,09Å, c=15,21, β=90,14° Å; JCPDS 23-1036) (011) és (10-1) síkseregeivel, amelyek által bezárt szög (103,4°) szintén jól egyezik a mérttel. A 4.1.a.-d. ábrák *Lábár János* felvételei



4.2.e ábra. Makroszkópikus, hosszú, vékony, lamináris nak tűnő Y dús rétegek pásztázó elektronmikroszkópos megfigyelése a beforrasztásban.

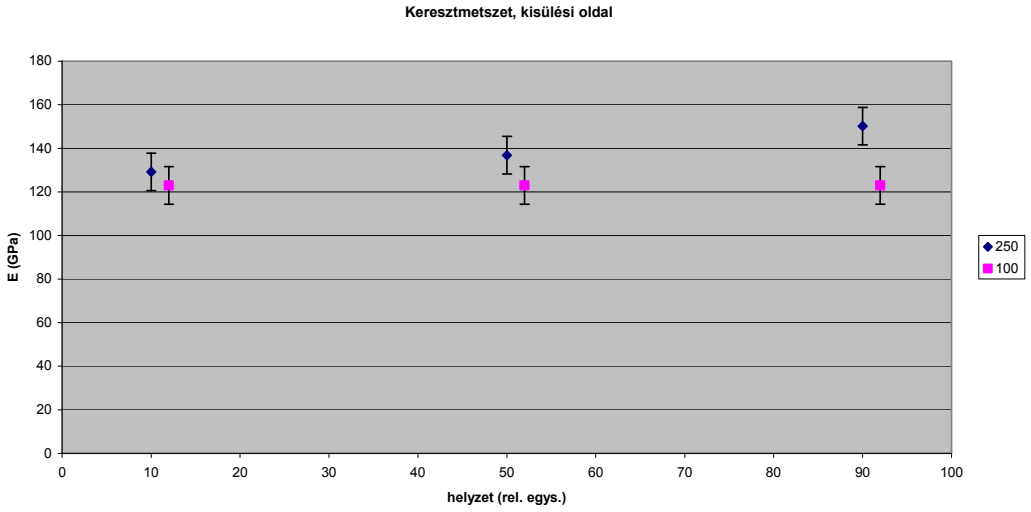
Érdekességképp a 4.2.e. ábrán bemutatunk egy pásztázó elektronmikroszkópos felvételt, amelyen vékony, lamináris nak tűnő rétegek figyelhetők meg. Mindössze egyetlen alkalommal sikerült megfigyelnünk. Ritkasága miatt kapcsolata a lamináris mikrokristályos szerkezettel ismeretlen.

4.3. Eredmények: a beforrasztásban fellépő anizotrópiák

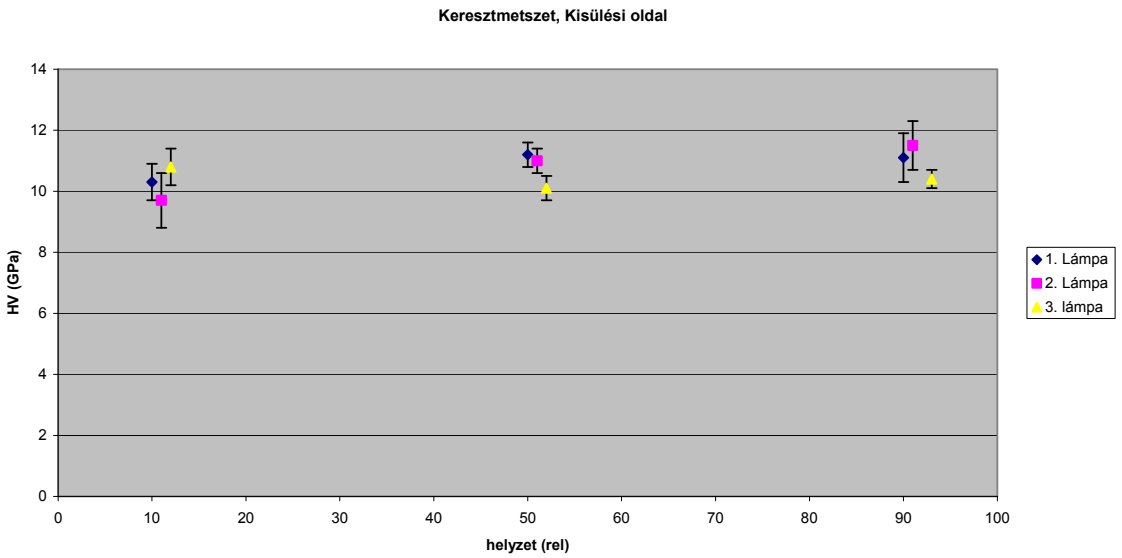
4.3.1. A zománc mechanikai tulajdonságai

A következő lépésként meg kell vizsgálni a beforrasztásban fellépő mechanikai anizotrópiákat. Az általunk alkalmazott beforrasztási körülmények miatt elég két fő komponest kell külön kezelnünk, illetve összehasonlítanunk: a nagykristályos fázist és a mikrokristályos mátrixot.

Tekintsük először az égőtest belseje felé eső keresztcsiszolatokat! A vizsgálatokat a fém árambevezető mellett, a kerámiához közel eső részen, illetve a kettő között elterülő sávban is elvégeztük. Előbbiben főként a mikrokristályos fázis, a kerámiacső mellett viszont inkább a kristályos fázis dominál. A 4.3. ábrán egy keresztcsiszolaton készült mérések eredményei láthatóak. 2 db 250W-os lámpát és 2 darab 100 W-os átlagának HV és E értékeit mutatják a grafikonok. A vízszintes tengely értékei relatívak, a 10-es érték jelzi az árambevezető melletti, az 50 körüli érték a középső, míg a 90 körüli értékek a kerámia dugóhoz közel eső részeket. A 3 lámpa eltolása csak a grafikon áttekinthetőségét szolgálja (hogy ne essenek a pontok és a bizonytalanságot mutató szakaszok egymásra), gyakorlati jelentőségük nincs.



4.3.a. ábra. Kezdeti (100 óra stabilizáló égetés utáni) Young modulusz értékek a beforrasztásban kisülés oldali keresztmetszeti csiszolaton, 100W és 250W lámpán.



4.3.b. ábra. Kezdeti (100 óra stabilizáló égetés utáni) keménység a kisülés oldali keresztmetszeti csiszolaton. 1. és 2. lámpa: 250W, 3. lámpa: 100 W típus

Az ábrákból nem lehet egyértelmű következtetést levonni a mechanikai tulajdonságok helyfüggésére vonatkozóan. Az 250 W-os lámpák esetében a HV értéke a fém árambevezetőtől kifelé haladva nő, azonban a változás csak a 2. lámpa esetében statisztikusan szignifikáns. A 100 W os lámpa esetében gyakorlatilag semmilyen függést nem tapasztalunk. A Young modulusz értéke hasonló módon viselkedik. A 100 W típus esetén függést a fázisoktól nem tapasztalunk. A 250W típus estén E enyhe emelkedését tapasztaljuk a mátrix felől a nagykristály felé haladva. Az különbség statisztikusan szignifikáns, mértéke azonban itt is csekély. A különbség mértékét a két különböző réteg rugalmas különbségét jellemző úgynevezett Dundurs paraméterrel tudjuk becsülni:

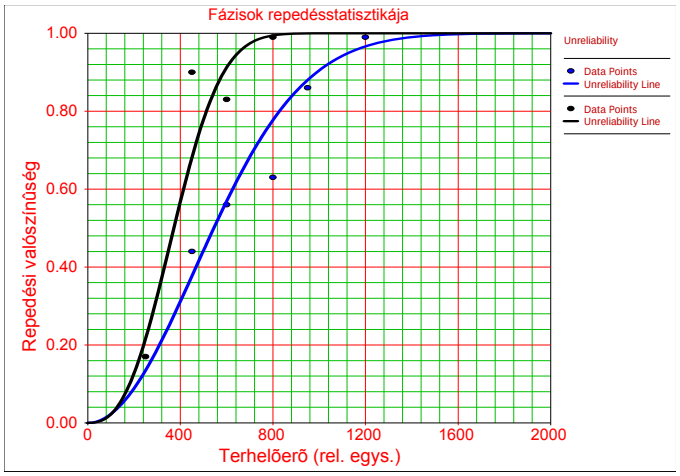
$$\alpha=(E_2-E_1)/(E_2+E_1),$$

ahol E_1 és E_2 a két határfelület két oldalán lévő Young modulusz értékek. Esetünkben a mátrix és a nagykristály (pozícióból becsült) határfelületére ez mindössze 0.075. Érdekességképp a mátrix és Nb árambevezetőre ez 0.12, míg az alumínium-oxid dugó és a zománc között 0.42. A Young modulusz helyfüggése gyakorlati szempontból elhanyagolható. Hasonlóan csekély, mechanikai szempontból nem jelentős függést tapasztalunk a lámpa hossztengelye mentén is.

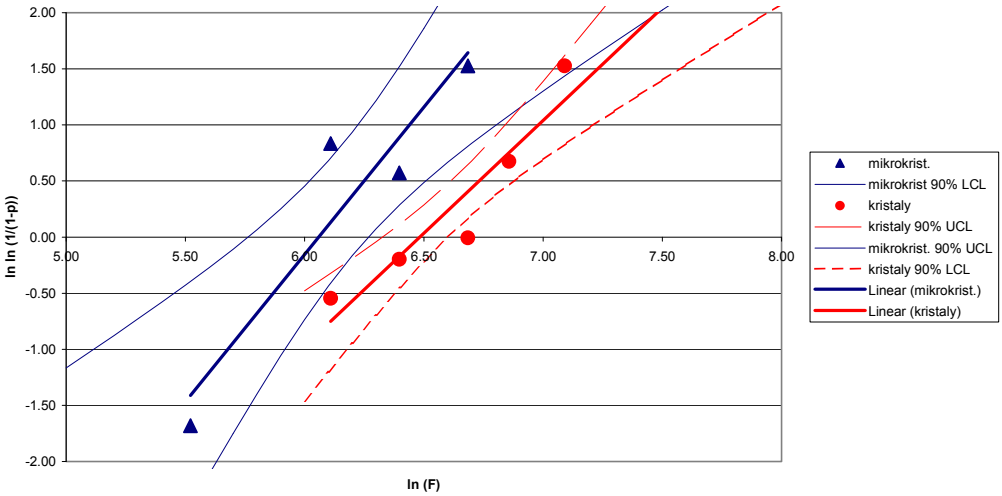
Megállapíthatjuk, hogy a mintában a mechanikai tulajdonságok csak kismértékben függenek a helytől. Ez két dologra utal. Egyfelől a minta különböző fázisainak mechanikai tulajdonságai nem térhetnek el lényegesen egymástól. Amennyiben kialakulnak feszültségek a zománcban, azok – a rugalmas tulajdonságok csekély mértékű különbsége miatt – egyértelműen a hőfeszültségek számlájára írhatóak. Másfelől a mintában a mechanikai tulajdonságokat inkább a lokális viszonyok, a fázis- a hozzájuk kapcsolódó feszültségeltérések, esetleges nagyobb mértékű inhomogenitások határozzák meg. Ez utóbbi megállapítás jelenti a munka igazi nehézségét. Egy adott minta, azaz egy adott lámpa adott időpontbeli vizsgálata a minta roncsolásával jár. Az időbeli vizsgálatokat tekintve tehát nem tudunk egy adott mintára vonatkozó megállapításokat tenni, hanem különböző, egymástól adott esetben már a kezdetektől fogva jelentősen eltérő minták vizsgálatából kell a következtetéseket levonnunk.

4.3.2. Repedések keltése a beforrasztásban: a beforrasztások repedékenységi statisztikája

Érdekes megvizsgálni, hogy a beforrasztás két fő fázisa: a nagykristályos fázis és a mikrokristályos fázis különbözik-e a repedésstatisztika szempontjából. Mivel itt utólagosan szét kell válogatni az adott fázisba történő indentációk eredményét, ezt legkönnyebben a nagyobb wattitású, nagyobb méretű beforrasztások esetében tehetjük meg [Toth 2004b]. A 4.4. ábra mutatja a fázisok szerinti válogatás repedésstatisztikai eredményét. **Megállapíthatjuk, hogy a két fázis repedékenysége különböző: a mikrokristályos fázis repedékenysége nagyobb**. A két fázis repedékenysége ugyanakkor nem nagyon tér el egymástól. A Weibull moduluszok értéke hasonló, 2.0 a kristályos, és 2.6 a mikrokristályos fázis esetében. Ez hasonló repedéskeltési mechanizmust indikál. A repedési ellenállás (F_0) értéke a mikrokristályos fázis estében 430, a kristályos esetében 650 egység. Statisztikusan szignifikánsan csak 90%-os konfidenciával tudjuk kijelenteni, hogy a mikrokristályos fázis repedékenyebb, mint a kristályos. (Más megfogalmazásban: annak a valószínűsége, hogy a kristályos fázisban a repedéskeltés szükséges terhelőerő kisebb, mint a mátrixban, körülbelül 73%).



4.4.a. ábra. Kristályos és mikrokristályos fázis repedési statisztikája

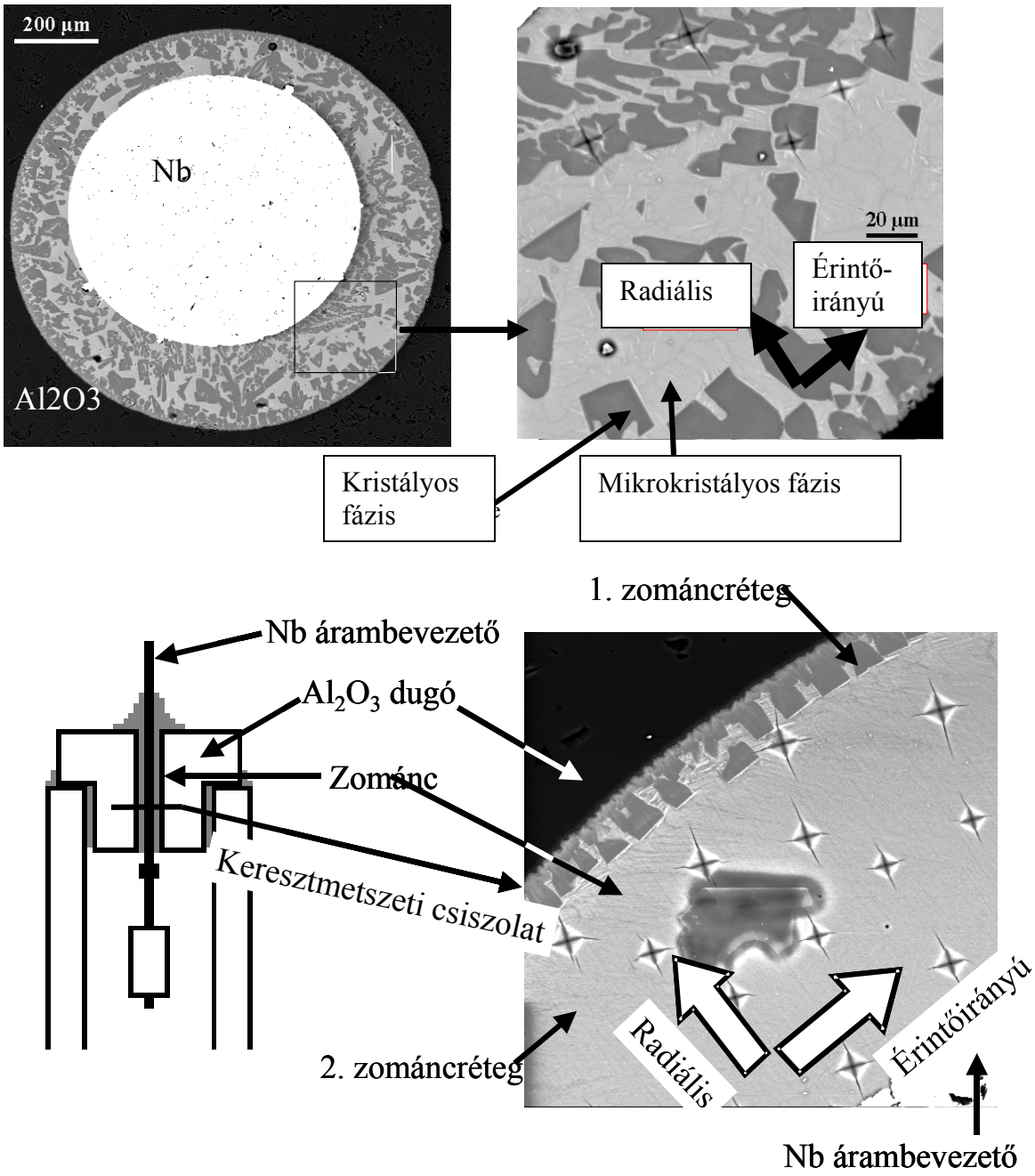


4.4.b. ábra. A fázisok repedésstatisztikájának linearizált Weibull ábrája. Az ábra az illesztett egyenesek mellett azok 90%-os konfidencia hiperboláit is mutatja.

4.3.3. A beforrasztásban fellépő feszültségek anizotrópiájának kísérleti meghatározása

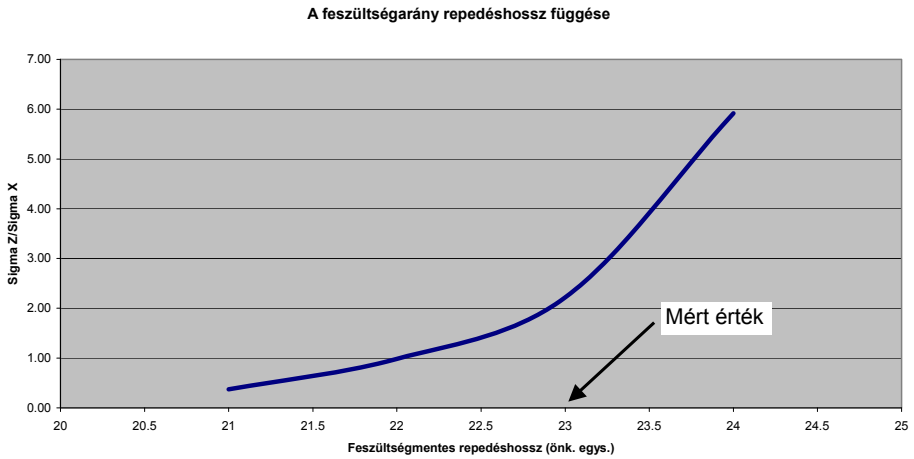
A mintában uralkodó feszültségviszonyokat a Vickers nyom körüli repedéshosszakból állapíthatjuk meg. A 4.5. ábra két, szignifikánsan különböző morfológiájú beforrasztás keresztmetszeti csiszolatán mutatja a kialakult repedéshosszakat. Látható, hogy a sugárirányú repedések jóval hosszabbak, mint az érintőirányúak. Ez arra utal, hogy a mintában érintőirányú húzófeszültség uralkodik (szemléletes képpel élve ez széthúzza a sugárirányú repedést), míg sugárirányban

nyomófeszültség tapasztalható (emiatt a radiális repedés terjedése kisebb mértékű, mint a feszültségmentes közegben lenne).



4.5.a (felül) és b. (alul) ábra. Vickers indentáció keltette repedések anizotrópiája két, különböző morfológiájú beforrasztás esetén a minta keresztcsiszolatán

Hosszmetszeti csiszolaton mérve is hasonló helyzetet tapasztalunk. Itt is a zománc sugárirányú repedései a hosszabbak, mint a lámpa hossztengelyével (azaz a fém árambevezetővel) párhuzamos irányúak. Ez sugárirányú nyomófeszültséget és tengelyirányú húzófeszültséget jelent. A keresztmetszeti feszültségarányokat a repedéshosszakból meghatározva 100 W mintán σ_x=100 egységnek véve sugárirányú nyomófeszültség értékét a rá merőleges érintőirányú húzó gyűrűfeszültség értéke körülbelül σ_z=45 egységnek adódik. Azaz bebizonyítottuk, hogy jelentős húzó gyűrűfeszültség, és több, mint kétszer ekkora sugárirányú nyomófeszültség van befagyva a mintánkba. A vizsgálatot hosszirányú csiszolaton végeztük el a 250W-os típus esetében. Itt is σ_x=100 egységnek véve a sugárirányú nyomófeszültség értékét tengelyirányú húzófeszültséget tapasztalunk, melynek értéke σ_y=518 egységnek, azaz több, mint a nyomófeszültség ötszörösének adódik. (Megjegyzés: A feszültség értékeket relatív egységben adtuk meg. Ennek oka az, hogy a konkrét termékünkre vonatkozó mechanikai adatokat, különösen a beforrasztásban ébredő feszültségeket nem közölhetjük. Ez ugyanis – adott esetben – nem kívánatos összehasonlítást tenne lehetővé versenytárs termékekkel, függetlenül az adott összehasonlítás tényleges eredményétől, vagy annak értelmezésétől. Így végig a 4. fejezetben relatív egységekben mutatjuk be az eredményeket).



4.6. ábra. A sugárirányú és az érintőirányú feszültségek (előjel nélküli) hányadosának függése a feszültségmentes állapothoz tartozó repedéshossztól.

Egy adott síkban a két (húzó- és nyomó-) feszültség aránya azonban nem egyértelmű. Egyfelől figyelembe kell venni, hogy a feszültségmentes állapothoz tartozó repedéshosszat csak közelíteni tudtuk a sugárirány és a gyűrűirány közötti szögfelező irányába futó repedések hosszával. A 4.6. ábra modellezi ennek a közelítésnek a hatását a hányados átlagértékére. Látható, hogy ha bármelyik irányba eltérünk a mért értéktől (azaz az ábrán jelölt, közelítéssel meghatározott érték tér el a valós feszültségmentes értéktől az ábra vízszintes tengelyén bármelyik irányba), a két feszültségérték hányadosának jelentős változása következhet be.

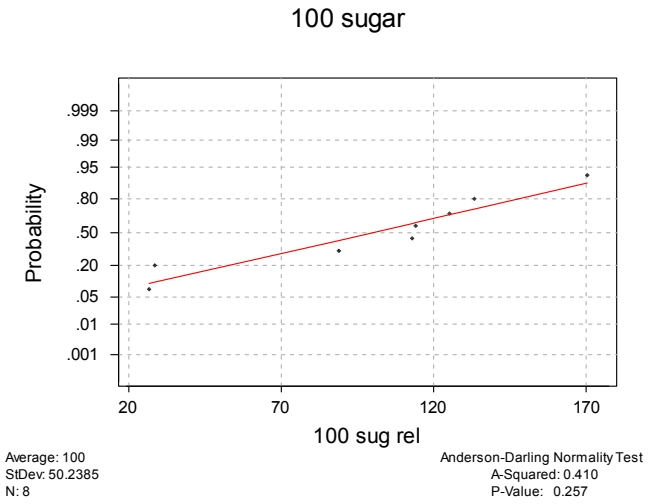
A mért feszültségértékek jelentős szórással rendelkeznek. A 4.7.a ábra mutatja a sugárirányú, a 4.7.b. ábra a tengelyirányú feszültségek normalitásvizsgálatát. Bár egyik eloszlás esetében sem lehet normálistól való eltérést kijelenteni (a p érték 0.05 fölött van), van két kiugrónak tűnő érték, ami a populáció többi tagjához képest kisebb értékekkel rendelkezik, azaz kisebb feszültséget mutat. Ez a két mérési hely a két feszültség hányadosában is eltérést mutat a populáció többi tagjától. A kisebb feszültségű értékek esetében a radiális és a tengelyirányú feszültségek hányadosa is eltérni látszik a nagyobb feszültségű helyeken mért hányadosokhoz képest, bár a populáció nem normális eloszlását itt sem tudjuk bizonyítani (4.7.c. ábra). Ennek oka szintén a mintában lévő inhomogenitásokban keresendő. Az adott helyen mért repedéshosszak és az őket okozó lokális feszültségek jelentős mértékben függnek a mérési helyen lévő morfológiától, az ott lévő fázisoktól, az esetleges szennyezőktől, el nem reagált adalékszemcséktől, buborékoktól.

	100 sug rel	100 teng rel	100 tengely/sugar	9000 tengely	9000 sugar	9000 teng/sug
Átlag	**100**	**518**	**4.5**	**77.9**	**69.5**	**4.0**
Szórás	50	326	2.1	33.0	49.8	2.5
Alacsony átlag	**28**	**38**	**1.4**	**30.7**	**7.8**	**1.3**
Alacsony szórás	1.1	0.4	0.04	11.1	3.4	0.1
Magas átlag	**124**	**678**	**5.5**	**96.8**	**94.2**	**5.1**
Magas szórás	27	160	0.9	6.83	32.45	1.99

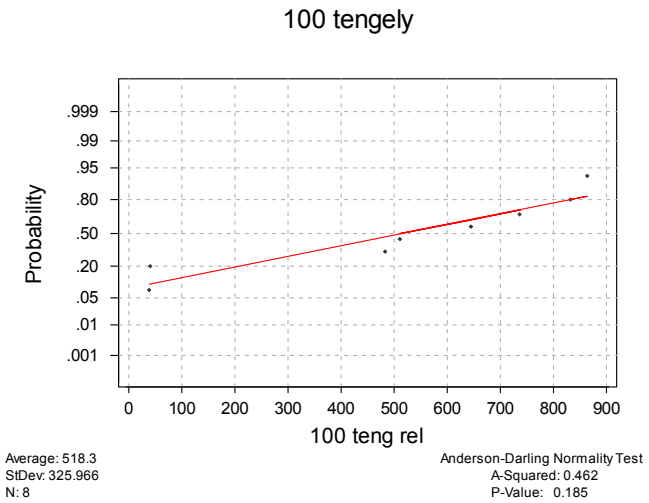
4.1. táblázat. 250W minta hosszmetszetén mért sugár- és tengelyirányú feszültségek, illetve ezek hányadosai 100, illetve 9000 óra tartóségetés után. Az értékek relatív értékek, 100 egységnek vettük a teljes populáció 100 órás átlagának értékét. Az Átlag sor a teljes populáció átlagát mutatja. Az Alacsony átlagot a kis feszültségértékű csoport (két érték mindkét időpontnál), míg a Magas átlag a magasabb feszültségértékű csoport adataiból számoltuk.

Érdemes megvizsgálni, hogy az alacsonyabb értékeket mutató két mérési érték vajon statisztikusan különbözik-e a populáció többi tagjától. Ezt mutatja a 4.1. táblázat, ahol a teljes populáció átlaga és szórása mellett az Alacsony átlagot a kis feszültségértékű két érték), míg a Magas átlag a magasabb feszültségértékű csoport adataiból számoltuk. t-próbával ellenőrizve a két csoport közti különbséget, mindkét feszültségi irányt tekintve az alacsony feszültségű minták statisztikailag különbözőek a magas feszültségű csoporttól. Ez mindenképpen azt jelzi, hogy azok a helyek, ahol ezek a feszültségértékek mérődtek, különböznek a magas értéket mutató helyektől. Ezt a különbséget azonban a mintát vizsgálva nem tudtuk azonosítani. Elképzelhető, hogy a minta felszíne alatt volt az elváltozás. Legvalószínűbbnek mikrobuborékok jelenlétét tartom, de mint említettem, ezt kimutatni nem tudtuk, mindenképp egy érdekes irány a további vizsgálatokat tekintve. (Előre jelezzük, hogy a 9000 órás mérések esetében is hasonló eredményt tapasztaltunk: megjelent a kisebb feszültséget mutató csoport. Erre a 4.4.5. fejezetben fogunk kitérni.)

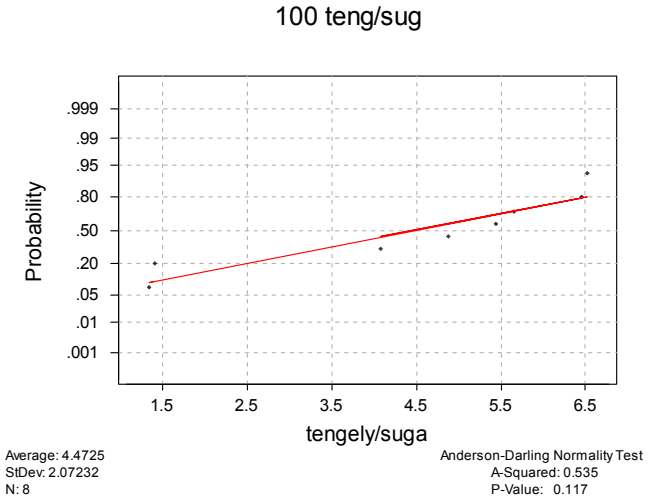
Mindenképp megállapíthatjuk azonban, hogy a beforrasztásban sugárirányú nyomófeszültség és erre merőlegesen, a lámpa tengelyével egytengelyű hengerpaláston jelentős húzófeszültség uralkodik.



4.7.a. ábra. 250W lámpa hosszmetszeti csiszolatán mért sugárirányú nyomófeszültségek normalitás ábrája.



4.7.a. ábra. 250W lámpa hosszmetszeti csiszolatán mért sugárirányú nyomófeszültségek normalitás ábrája.



4.7.c. ábra. A beforrasztásban uralkodó feszültséghányados normalitásvizsgálata

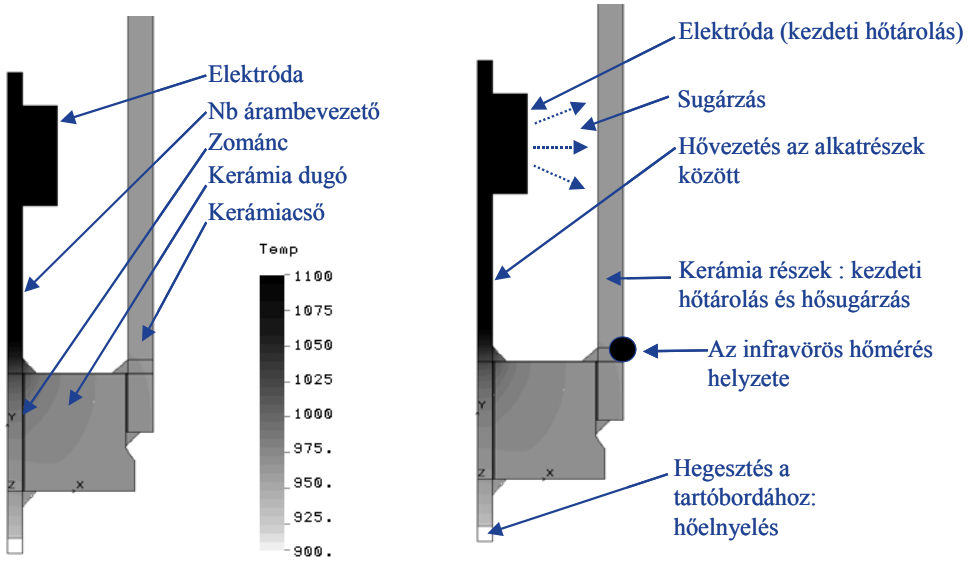
4.3.4. Az anizotrópia modellezése végeselemes modellezéses módszerrel

A beforrasztásban uralkodó átlagos feszültségviszonyokat az imént említett inhomogenitások ellenére is érdemes végeselem módszeres számításokkal modellezni. A modell célja kettős. Egyfelől meg szeretnénk érteni a Vickers indentáció által mutatott feszültség anizotrópiát, másfelől pedig információt kívánunk nyerni arról, hogy hogyan függnek a mintában uralkodó feszültségviszonyok a beforrasztásban lévő alkotóelemek tulajdonságaitól. Ehhez a beforrasztás tengelyszimmetrikus modelljét építettük fel. A

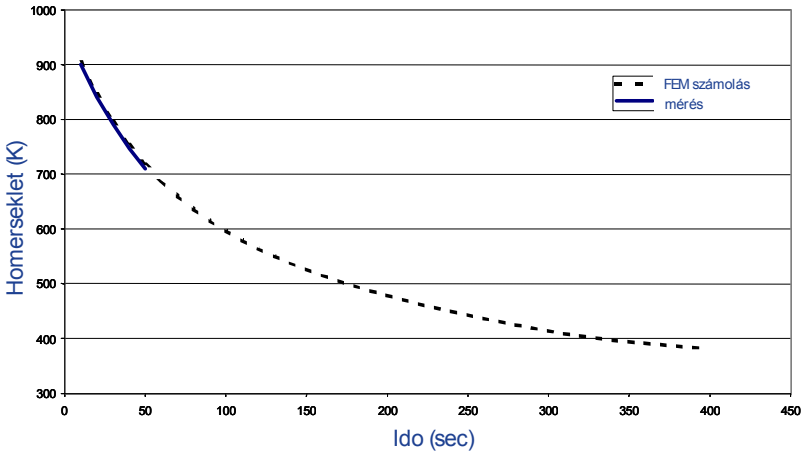
modell tartalmazza a kerámia dugót, a kerámiacsövet, a fém árambevezetőt és természetesen a beforrasztó zománcot mind a fém és a kerámia dugó, mind pedig a két kerámia alkatrész között. A modellt mutatja be a 4.8. ábra. Ez utóbbi két rész az, ahol a feszültségviszonyok a legkritikusabbak. Mindazonáltal az őket körülvevő alkatrészek sem hanyagolhatóak el, mivel a hőmérsékleti viszonyokat ők, illetve az egész lámpa határozza meg. Mivel a feszültség a mintában termikus eredetű, ezért kritikus a lámpa jó termikus modelljének felépítése. Mivel az említett hőfeszültségek a lámpa kikapcsolása után, lehűlés közben alakulnak ki, ezért a modellnek ezt a folyamatot is magába kell foglalni. Ez azt is jelenti, hogy az anyagállandók hőmérsékletfüggését is figyelembe kell vennünk a modell felépítése során. Erre példa a 2.11. ábrán mutatott hőtágulási együtthatók hőmérséklet függése.

A modell két csatolt numerikus számításból tevődik össze. Az első rész a hőáramlást modellezi a kihűlés folyamata során, eredménye a beforrasztási zóna hőmérséklet-eloszlása az idő függvényében. A modell másik része egy nemlineáris termikus feszültségmodellezés. A két rész között a kapcsolat egyirányú: a hőmérséklet eloszlás (illetve annak változása) bemeneti paramétere a feszültségmodellezésnek, de a kiszámított feszültségeloszlás nincs hatással a hőmérséklet-eloszlás modellezésére. A modell részletes leírása [Toth2005b]-ben található.

A modell első részének, a hőmérséklet-eloszlásnak a helyességét közvetlen méréssel is ellenőrizhetjük. Ehhez elég megmérnünk a lámpa bizonyos pontjainak kihűlését az idő függvényében, és összevetni ezt a modellel. Ezt mutatja be a 4.9. ábra, ahol igen kiváló egyezés található a mért és a modellezéssel számított eredmények között. A feszültség modellezése során feszültségmentes állapotnak a zománc névleges olvadáspontját tekintettük. Határfeltételnek szabtuk, hogy az égőtest alja tengelyirányba nem mozdulhat el, illetve nem engedtünk meg sugárirányú elmozdulást sem a beforrasztási zónában. A minta terhelése termikus eredetű, mely az imént említett időfüggő hőmérsékletszámolásból adódik. Mivel a beforrasztásban található elemek különböző hőtágulási együtthatókkal rendelkeznek, deformáció is bekövetkezik a kihűlés során. A minta homogén részeiben is keletkezhet deformáció a kihűlés során, mivel a szomszédos elemek hőmérséklete nem föltétlen egyezik meg a különböző hővezetési és hősugárzási tulajdonságok miatt. Ezek együttes hatása okozza a feszültséget.



4.8. ábra. A végeselem modell és a különböző hőmérsékleti folyamatok.

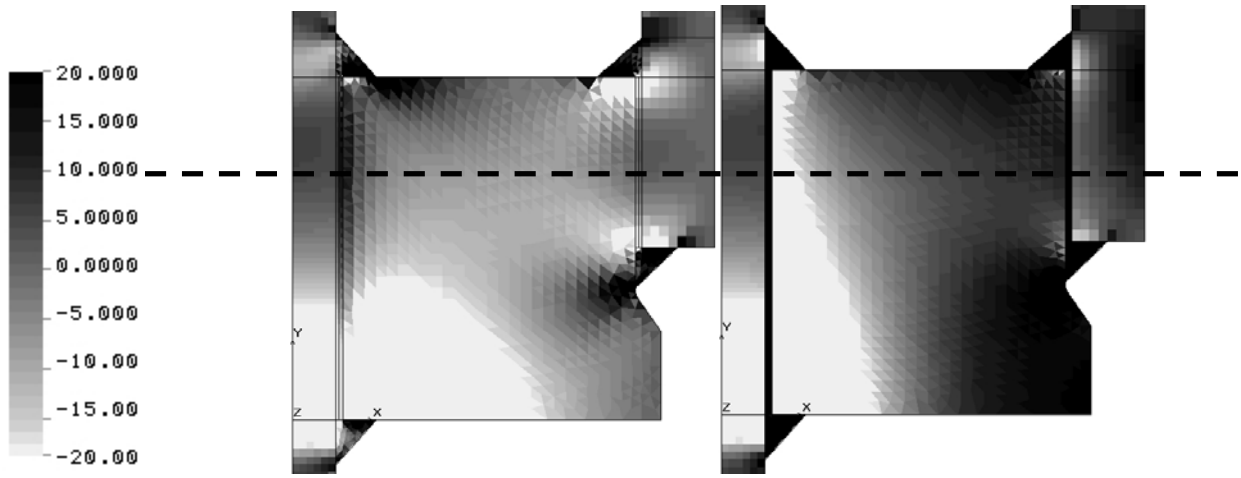


4.9. ábra. A lámpa hidegpontjának hőmérséklete a kikapcsolás után. A folyamatos vonal a mért érték, a szaggatott a végeselem modellezéssel kapott érték

A vizsgálat során két modellt is felépítettünk. Az első modell mindössze egyetlen, homogén zománcréteget tartalmaz egy adott hőtágulási együtthatóval. A másik modell két tengelyszimmetrikus réteget tartalmazott: egy réteget a fém árambevezető mellett (2. zománc réteg), és mellette agy másik réteget közötte és a kerámia dugó között (1. zománc réteg). Ez utóbbi modell a 4.5.b. ábrán tapasztalható morfológiát modellezi. A második zománcréteg a homogénnak tekintett mikrokristályos mátrix, ezt öleli körül a nagykristályokból álló 1. réteg a kerámiacső felé. Mindkét rétegnek eltérő hőtágulási

együttható értéket tudunk adni a számítások során. Jelen dolgozatban bemutatott modell esetében a 2. réteg a teljes zománcvastagság 75%-át, míg az 1. réteg 25%-át tette ki.

A homogén, $10*10^{-6}$ K^{-1} hőtágulási együtthatóval rendelkező zománcréteg esetére a végeselem modellel végzett számítás eredménye a 4.10.a. ábrán látható. Az ábrán látható vonal mentén, a beforrasztás keresztmetszetében mutatja a sugár mentén a sugárirányú és az érintőirányú feszültségeket a 4.16.b. ábra. Utóbbi ábrán külön kiemeltük a két zomácréteget. Látható, hogy a leginkább érdekes zománcrétegben, amely az árambevezetőt rögzíti a kerámiához, radiális irányban (x) nyomó, míg érintőirányban (z) húzófeszültség tapasztalható. **Egyszerű végeselem modellünk is képes kvalitatíve igazolni a repedéshosszak által mutatott nyomó- és húzófeszültségeket**.

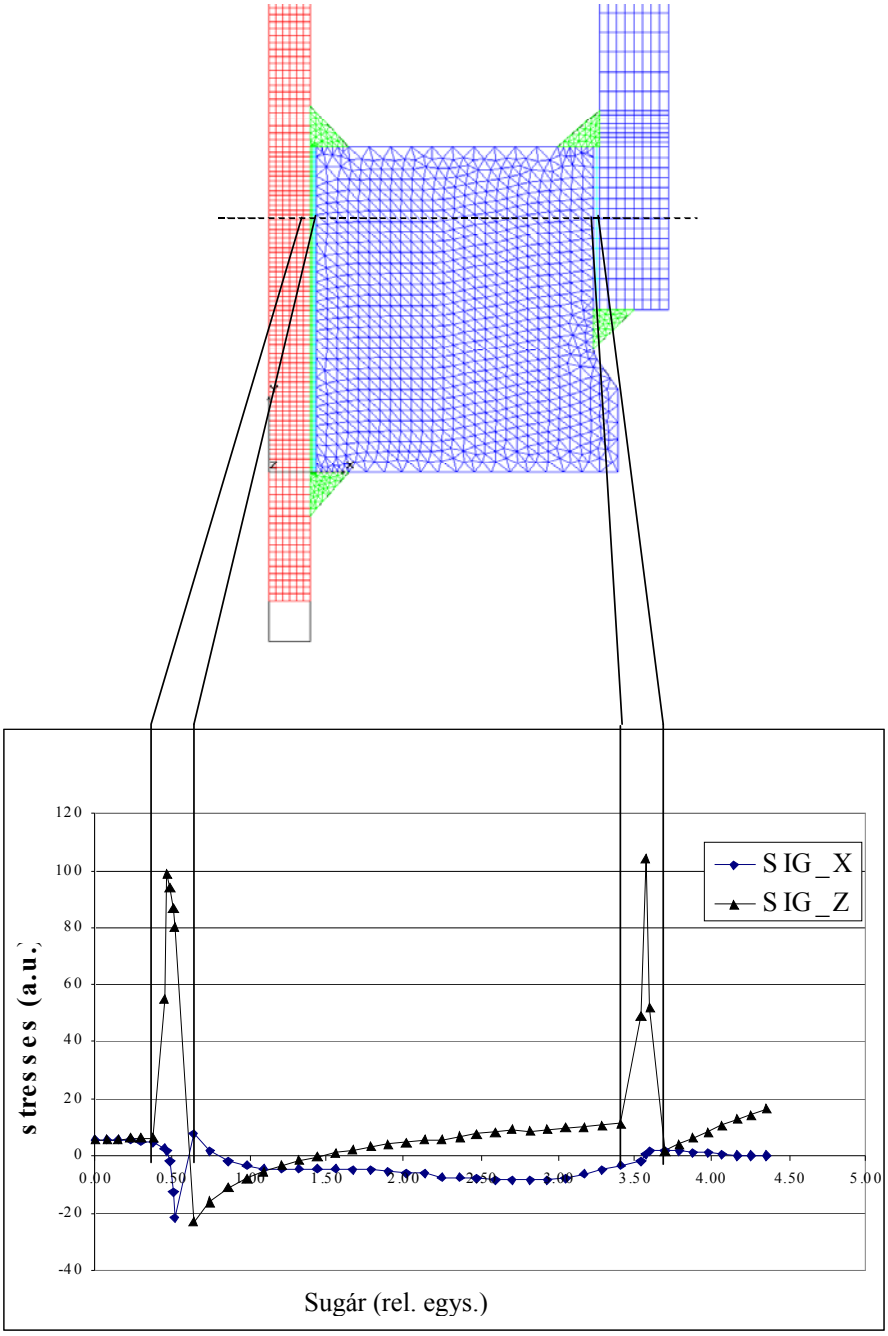


a) b)

4.10. ábra. Feszültségeloszlás a lámpában lehűlés után egy képzeletbeli homogén, $10*10^{-6}$ $1/K^{o}$ hőtágulási együtthatóval rendelkező zománcréteg esetén: a) sugárirányú feszültségeloszlás, b) érintőirányú feszültség eloszlás. A szaggatott vonal mentén mért feszültségértékeket a 4.11. ábra mutatja.

Mint a rideg anyagok többsége, a zománc anyaga is jobban ellenáll a nyomó-, mint a húzófeszültségnek. Egyfelől tehát célszerű lenne a húzófeszültség minimálisra csökkentése a zománcban. Ugyanakkor nem szabad megfeledkezni a radiális nyomófeszültség jelentőségéről sem. Láttuk, hogy az árambevető nióbiumból csak kis mértékben nőnek ki kristályok a zománc belseje felé. Azt várhatjuk tehát, hogy itt jóval gyengébb a kötés, mint a zománc és a kerámiadugó között, ahol végig nagykristályok nőnek a fal anyagának az olvadt zománc által történő beoldása következtében. A korábban említett héliumos lyukkereséses vizsgálat nem képes megmondani, hogy a lyukadás az árambevezetőnél, vagy a kerámia felőli részen történt. Az a tapasztalat

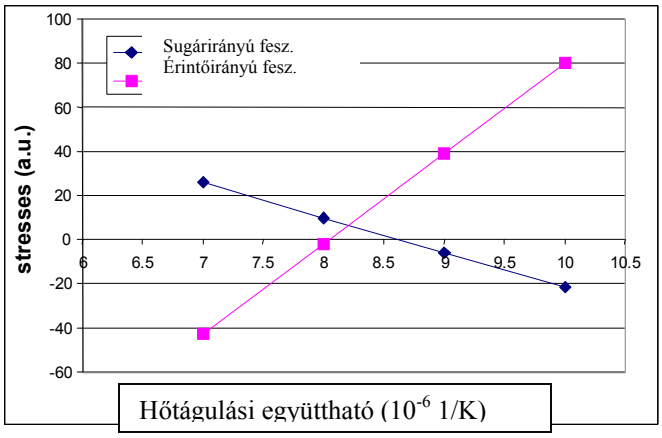
viszont, hogy a kerámia dugó és a kerámiacső közötti beforrasztásrészen - ahol a zománc mindkét oldalán nagykristályok találhatók – sosem találtunk kilyukadást arra utal, hogy ez a kötés erős, így az árambevezetőt a kerámiadugóhoz rögzítő beforrasztás esetében sem várunk itt meghibásodásokat. Ez viszont azt jelenti, hogy a radiális nyomófeszültség mintegy rászorítja a zománcot a fém árambevezetőre. Ennek csökkentése, vagy megszüntetése nem föltétlen járna jó eredménnyel. Célszerű tehát megvizsgálni, hogy a homogén zománcréteg esetében a réteg hőtágulási együtthatójának a megváltozása hogyan befolyásolja a rétegben, például a beforrasztási réteg közepén kialakuló feszültséget. Ezt mutatja a 4.12. ábra. A képzeletbeli homogén réteg hőtágulási együtthatóját a beforrasztást alkotó két fő fázis hőtágulási értékei között, $7*10^{-6}$ K^{-1} és $10*10^{-6}$ K^{-1} értékek között változtattuk. (Az első érték egy gyakorlatilag nagykristályokból állú textúrát jelentene, mint például a 2.13.e. ábra. Utóbbi egy majdnem teljesen C_3A-szerű fázist.) Ahogy csökkentjük a képzeletbeli homogén réteg hőtágulási együtthatóját (azaz haladunk a mátrixtól az egyre nagyobb nagykristályos fedettség felé), úgy csökken mind a sugárirányú nyomó, mind az érintőirányú húzófeszültség értéke. Ez érthető, hiszen egyre inkább közelítünk az alumínium-oxid és a Nb árambevezető $(8\text{-}9)*10^{-6}$ 1/K hőtágulási együtthatójához. Tovább csökkentve a homogén réteg hőtágulási együtthatóját, a tapasztalt feszültségarányok megváltoznak: $7*10^{-6}$ 1/K értéknél már érintőirányú nyomófeszültség és több, mint feleakkora sugárirányú húzófeszültség lép fel a zománcban (az ábra a zománc közepén számított értékeket mutatja). Ez egyfelől akár kedvezőbb is lehetne, mint a 10*10-6 1/K-es hőtágulás, hiszen a maximális húzófeszültség értéke kisebb. Ugyanakkor nem szabad arról sem megfeledkeznünk, hogy ekkor csökken a zománcot a fém árambevezetőre nyomó hatás is. Megállapíthatjuk azonban, hogy homogén zománcréteg esetén a nagykristályok számának növekedtével meredeken csökken az érintőirányú húzófeszültség, kevésbé meredeken a sugárirányú nyomófeszültség, és egy adott – extrém nagy - nagykristályos tartalom fölött a tendencia akár meg is fordulhat.



4.11 ábra. A sugárirányú (SIG_X) és az érintőirányú (SIG_Z) feszültségek a 4.10. ábrán mutatott szaggatott vonal mentén, sugárirányban haladva a beforrasztás keresztmetszetében egy képzeletbeli $10*10^{-6}$ $1/K^{o}$ hőtágulási együtthatóval rendelkező zománcréteg esetében. Mindkét zománcréteg jelentős érintőirányú húzó és sugárirányú nyomófeszültséggel van terhelve A kerámiában uralkodó feszültség ehhez képest elhanyagolható.

A tényleges lámpacsiszolathoz való közvetlen összehasonlítás végett forduljunk a két zománcréteget tartalmazó, 4.5.b. ábrán látható morfológiát közelítő modellhez. A feszültségek helyfüggését a 4.10. ábra szerinti vonal mentén a 4.13. ábra mutatja. (Az ábra irányítottsága megfelel a 2.13.c. ábrán látható beforrasztásnak, de tükörképe a 4.5.b

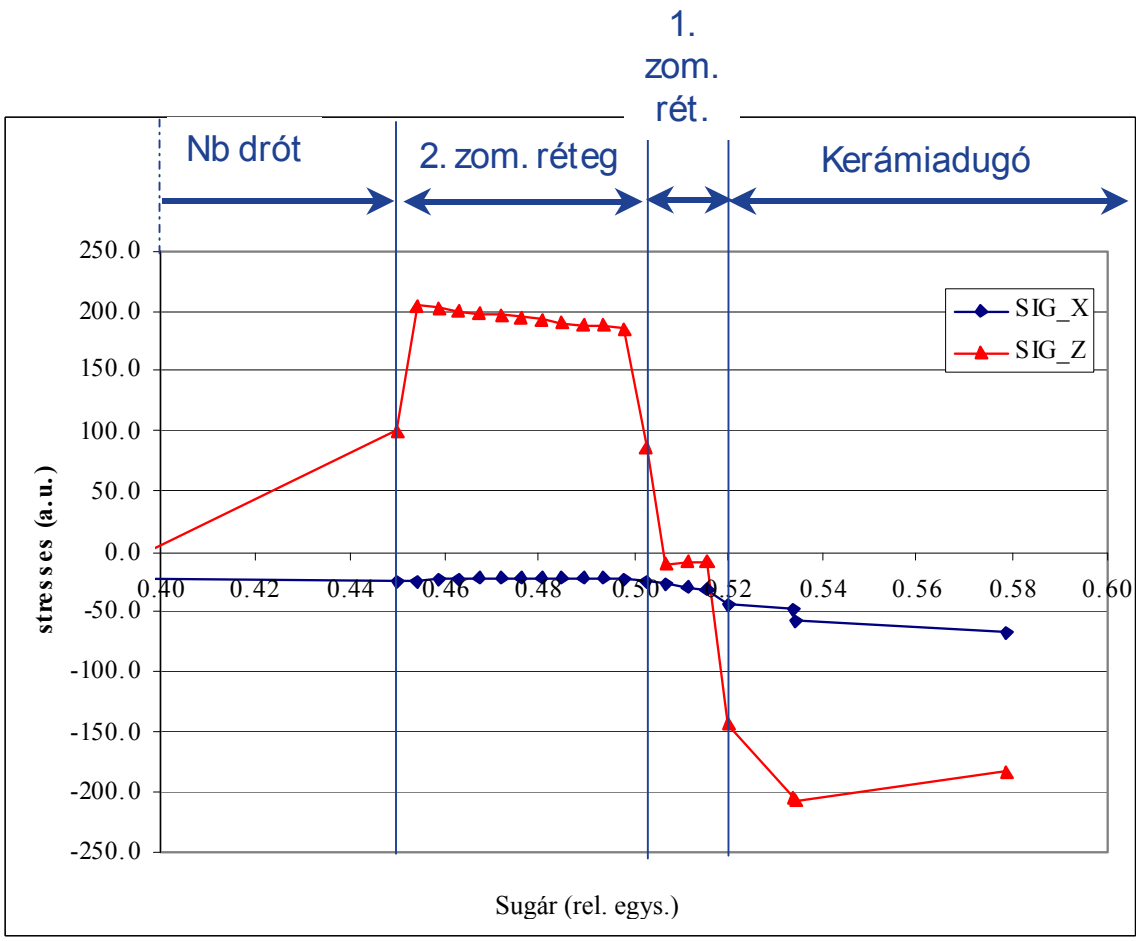
ábrán szerinti elrendezésnek: a 2.13.c. ábrához hasonlóan a grafikon bal oldala a fém árambevezető.) Látható, hogy a **modell eredményei szerint a mátrix rétegében jelentős mértékű érintőirányú húzófeszültség ébred. A rá merőleges sugárirányban pedig modellünk ismét mutatja a mérés során is tapasztalt nyomófeszültséget**. A két feszültség aránya azonban jelentősen eltér a mért (körülbelül több, mint kétszer akkora sugárirányú nyomófeszültség, mint érintőirányú) és a modellezett (épp ellenkezőleg: jóval nagyobb érintőirányú feszültség, mint radiális irányú). Ennek lehetséges okait, illetve a két feszültséghányados kísérleti meghatározásában rejlő hibákat az anizotrópiák kísérleti meghatározását bemutató részében a fejezetnek részletesen taglaltuk.



4.12. ábra. A homogén zománcrétegben ébredő feszültségek függése a homogén réteg hőtágulási együtthatójától a réteg közepén

A nagykristályokat tartalmazó részben a modell minimális mértékű érintőirányú nyomófeszültséget jósol. Lényeges pont – miként korábban utaltunk rá – hogy a két fázis határán igen jelentős ugrása van az érintőirányú feszültségnek. A radiális feszültség, miképp az várható, nem mutat ugrást.

Megjegyzendő még, hogy a kerámiában ébredő nyomófeszültség értéke jóval kisebb annál, semhogy az a kerámiában törést okozzon. Ilyen meghibásodást soha nem is tapasztaltunk.



4.13. ábra. A radiális (SIG_X) és az érintőirányú (SIG_Z) csomóponti feszültségek alakulása a 4.10. ábrán mutatott szaggatott vonal mentén két homogén zománcréteg esetébe a fém árambevezető és a kerámiadugó között. A 2. réteg (a mátrix) ismét nagy érintőirányú húzófeszültséggel terhelt, míg a két zománcréteg határán a feszültség drasztikus gradiense figyelhető meg

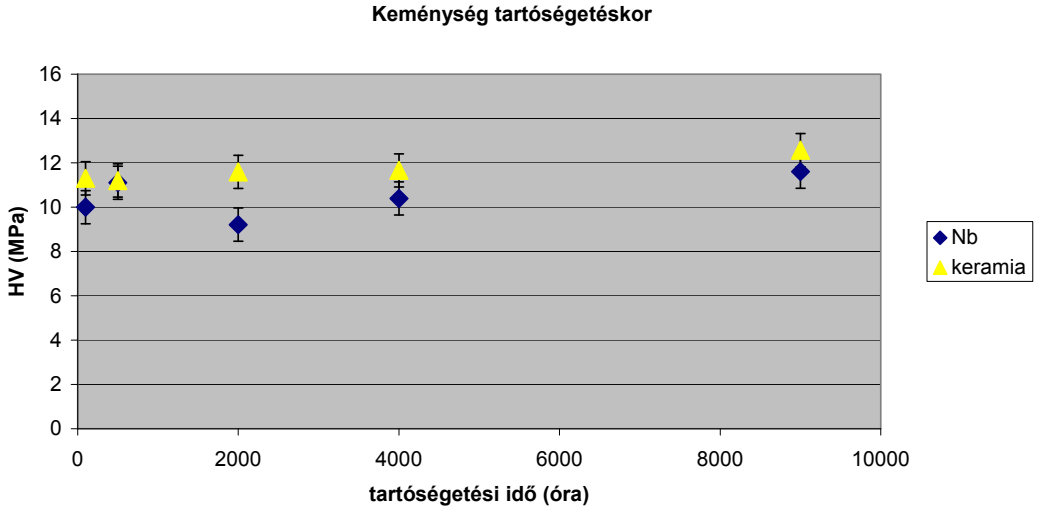
4.4. A beforrasztásban ébredő maradékfeszültségek változása a tartóségetés során

A fejezet előző részeiben kimutattuk, hogy milyen húzó- és nyomófeszültségek ébredhetnek a beforrasztásban. A lámpa megbízhatósága szempontjából az egyik legizgalmasabb kérdés az, hogy megváltoznak-e ezek a maradékfeszültségek a lámpa tartóségetése során, és ha igen, hogyan befolyásolják ezek a meghibásodás valószínűségét. Erre sajnos a végeselem modellezés nem tud választ adni. Két kísérleti

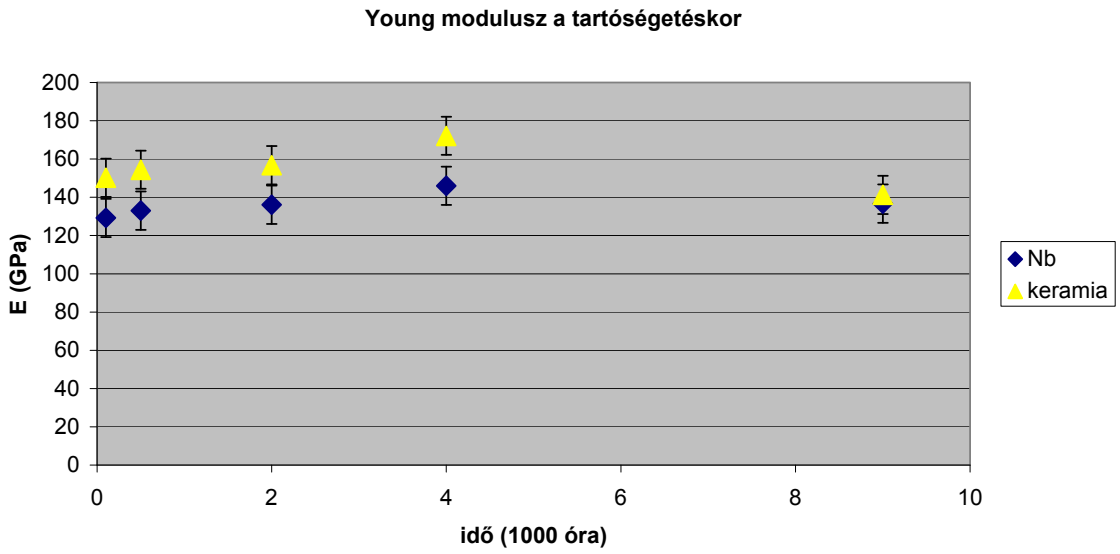
módon is vizsgálhatjuk azonban a használat során bekövetkező változásokat: a feszültségek repedéshosszakból történő meghatározása útján, illetve a repedésstatisztika módszerével. Első lépésként a mechanikai paraméterek változását kell megvizsgálnunk.

4.4.1. A mechanikai tulajdonságok változása a tartóségetés során

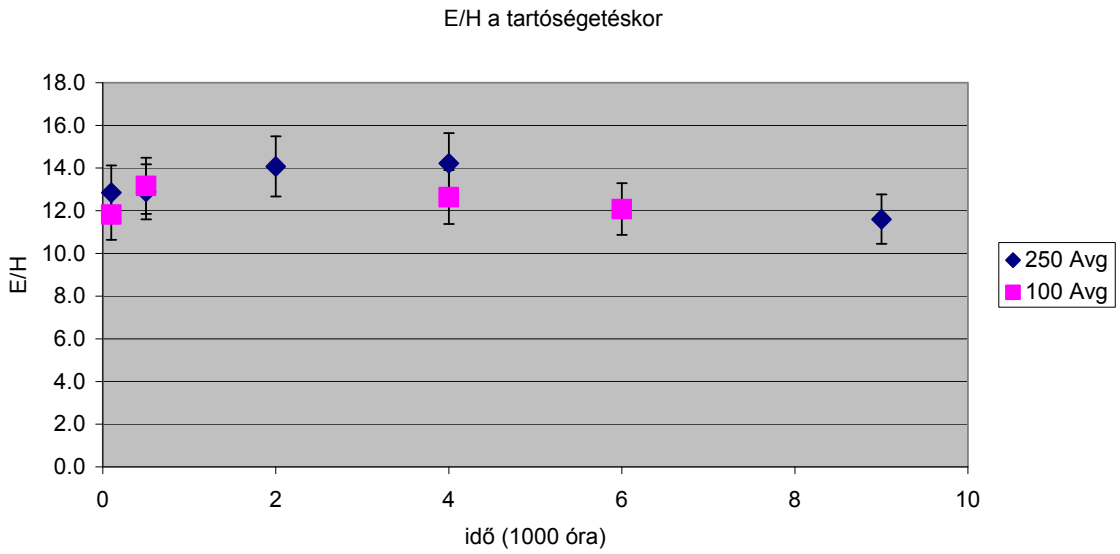
A 4.14.a.-c. ábrák mutatják a mechanikai paraméterek (Vickers keménység és Young modulusz, illetve a kettő hányadosának) változását a tartóségetés során.
A Vickers keménység értéke csekély, statisztikusan nem szignifikáns emelkedést mutat a tartóségetés során. Az emelkedés mértéke a vizsgált tartományban a 0.15 GPa/1000 óra nagyságrendbe esik. Látható, hogy a zömmel nagykristályokból álló rész (a kerámia dugó mellett) és a zömmel mátrixból álló fázis (a fém árambevezető mellett) hasonló módon viselkedik. A Young modulusz értéke enyhe emelkedést mutatott 4000 óráig a különbség statisztikusan szignifikáns, értéke azonban csekély, körülbelül 10%). A 9000 órás érték csökkenést mutatott a 4000 órás értékhez képest, az eltérés szignifikáns. Az érték gyakorlatilag a 100 órás szintre tért vissza. A repedések szempontjából fontos az E/H paraméter értéke. Változását az idő függvényében a 4.14.c. ábra mutatja. Természetesen itt is megmutatkozik a 250W típus esetében a 9000 órás csökkenés. A 100 W típus is hasonló viselkedést mutatott.



4.14.a. ábra. Vickers keménység változása a tartóségetés során 250W típusnál a beforrasztás árambevezető felőli oldalán (Nb) és a kerámia dugó felőli oldalán.



4.14.b. ábra. Young modulusz változása a tartóségetés során 250W típusnál a beforrasztás árambevezető felőli oldalán (Nb) és a kerámia dugó felőli oldalán.



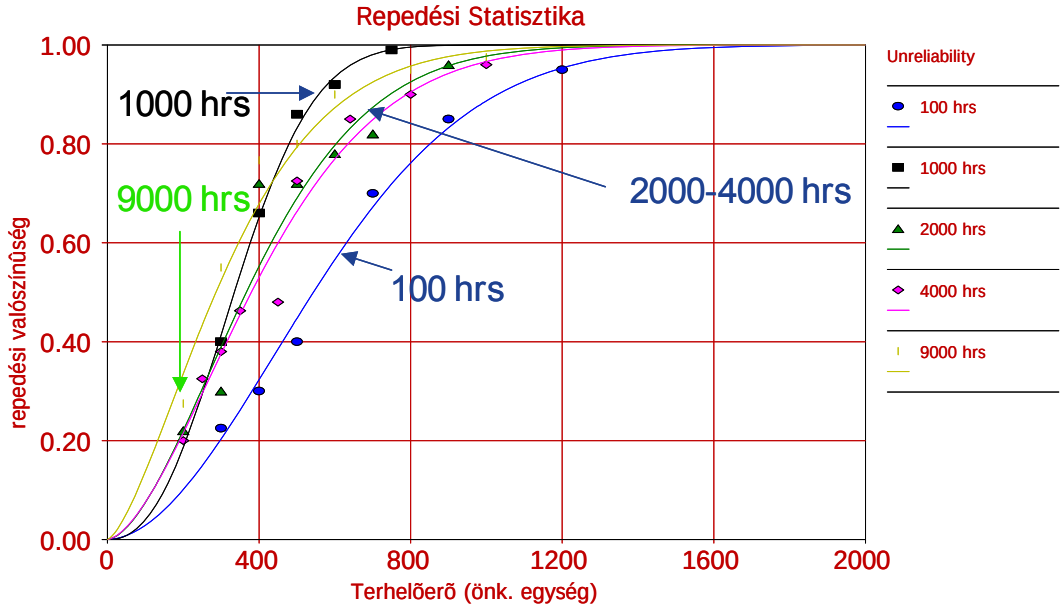
4.14.c. ábra. E/H érték változása a tartóségetés során 250W típusnál és 100W típusnál a beforrasztás átlagát (az árambevezető felőli oldalának és a kerámia dugó felőli oldalának átlagát számolva).

A két típus időbeli változását összevetve és megvizsgálva kijelenthetjük, hogy a mechanikai paraméterek tapasztalt csekély mértékű változása a lámpa megbízhatóságának leglényegesebb szakaszában, az első 4000 órában, a korai meghibásodások periódusában nem valószínű, hogy befolyással a zománcon belül lezajló folyamatokra. A Young modulusz csekély mértékű emelkedése ugyan növeli a Nb Young

moduluszától való eltérést, de a Dundurs paraméter értéke csekély mértékben változik (0.12-ről 0.16-ra). **A zománc mechanikai paramétereinek változása tehát minimális hatással van a lámpa megbízhatóságára.**

4.4.2. A repedésstatisztika változása a tartóségetés során

Mivel repedésstatisztikailag a teljes beforrasztás tulajdonságaira vagyunk kíváncsiak, az időfüggés vizsgálata során fázis szerinti szeparálást nem végzünk. A repedésstatisztika változását az idő függvényében 250 W típus esetére a 4.15. ábra mutatja.

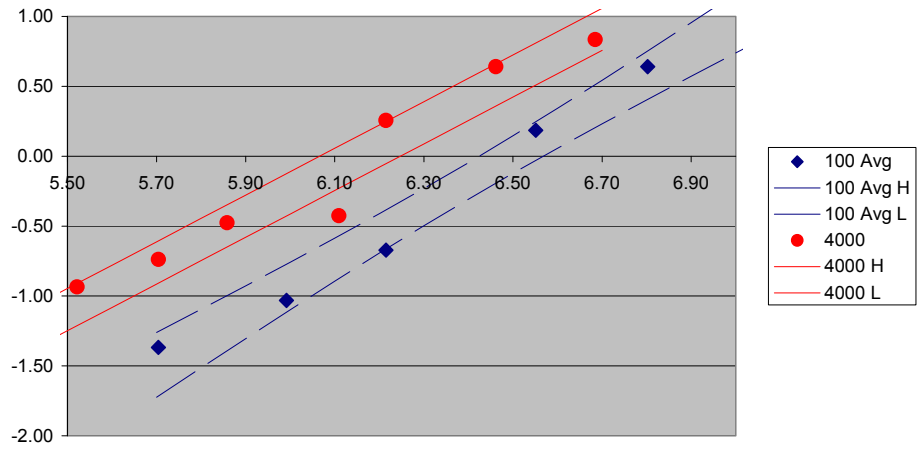


Folio1\100: β=1.9, η=661, ρ=0.9944
Folio1\1000: β=2.3, η=392, ρ=0.9966
Folio1\2000: β=1.7, η=456, ρ=0.9626
Folio1\4000: β=1.6, η=475, ρ=0.9852
Folio1\9000: β=1.5, η=368, ρ=0.9798

4.15. ábra. A repedésstatisztika változása a tartóségetés során 250W típus esetében, Weibull illesztéssel. .Az ábra feltünteti a különböző tartóségetési időkhöz tartozó alak (β) és skálaparamétereket (η) is (Hasonlóan a 3.9.a ábrához, az élettartam kiértékeléseknél használt jelölési konvenció szerint az ábra a (3.10) formulában m-el jelölt Weibull paramétert η-val (skálaparaméter), míg az F_0 repedési ellenállást β-bal (alakparaméter) jelöli).

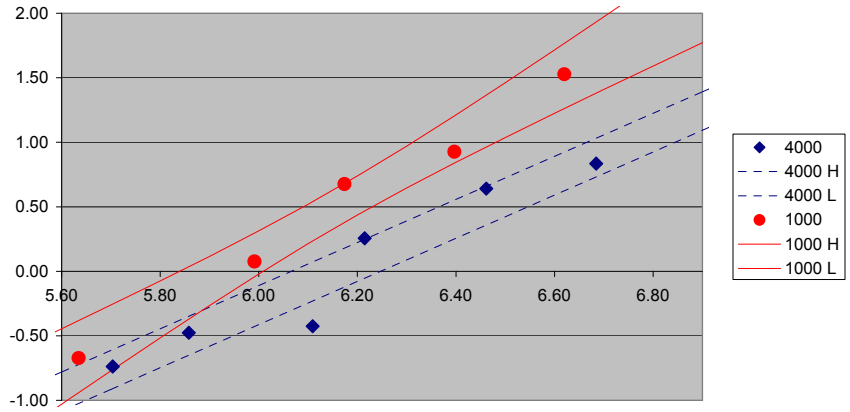
Az első szembetűnő változás a tartóségetés kezdeti (100 órás stabilizáló égetésen átesett) és a tartóségetés későbbi állapotai (1000 óra használat utáni) állapotai között látszik. A korai használat során a repedésstatisztikai görbe balra, a kisebb terhelések

irányába tolódott. A különbség statisztikusan szignifikáns már a 100 órás és a hozzá legközelebb eső, 4000 órás görbe esetében is (4.16.a. ábra).



4.16.a. ábra. 100 órás és 4000 órás repedésstatisztika 250W lámpa esetén. Linearizált Weibull ábra a 95%-os konfidencia hiperbolákkal.

Az 1000 óra fölötti viselkedés kevésbé egyértelmű. 1000 óra után a repedékenység ismét a nagyobb repedési ellenállások felé halad 4000 óráig. A különbség itt is szignifikánsnak bizonyul (4.16.b. ábra)



4.16.b. ábra. 1000 órás és 4000 órás repedésstatisztika 250W lámpa esetén. Linearizált Weibull ábra a 95%-os konfidencia hiperbolákkal.

A 9000 órás érték viszont megint a kisebb repedési ellenállás felé mozdult el, gyakorlatilag az 1000 órát tartóségetett mintával egyezik meg.

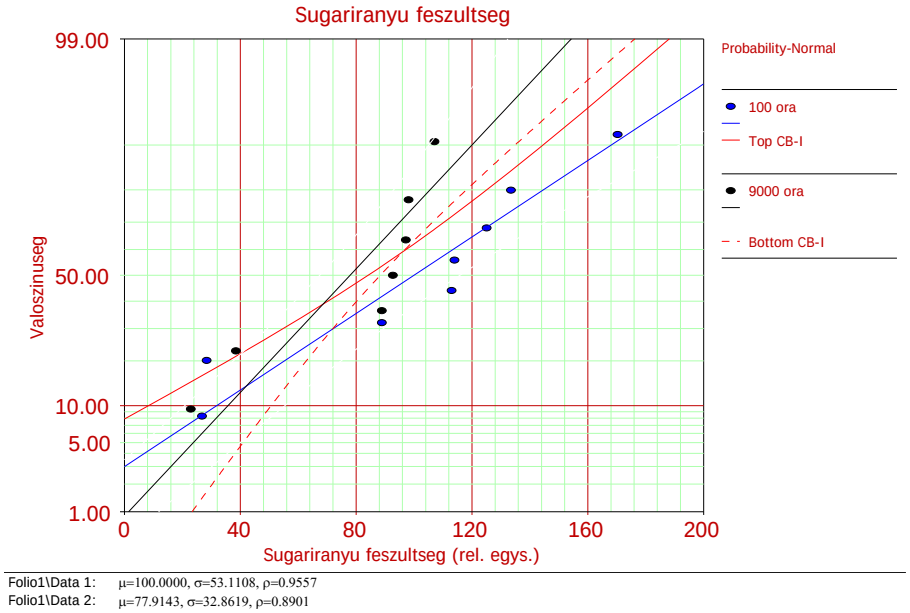
Az eredmények itt azonban lényegesebb különbséget mutatnak két típus között. Egy másik típusban ugyanis nem volt kimutatható különbség a tartóségetés kezdeti

szakaszában (az első 4000 óra alatt) a repedésstatisztikában. Ez mindenképpen arra utal, hogy a különböző geometriájú, de méginkább különböző körülmények között készült égőtestek viselkedésében különbségek vannak.

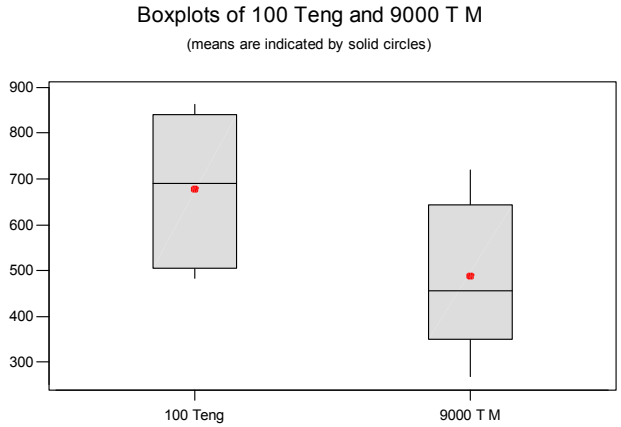
4.4.3. A feszültségek változása a tartóségetés során

A mintában ébredő feszültségeket a Vickers nyomok keltette repedéshosszakból a 4.1. fejezetben ismertetettekhez hasonlóan 9000 órás tartóségetett 250W-os lámpákon is megismételtük. Az eredmények a 4.1. táblázatban találhatóak. Az eredményeket ismét relatív egységekben tüntettük fel, $\sigma_{x(100)}$=100 egységnek véve a sugárirányú nyomófeszültség ($_x$) 100 órás értékét ($_{100}$). A tengelyirányú húzófeszültség 100 órás értéke $\sigma_{y(100)}$=518 egységnek, azaz csaknem a nyomófeszültség ötszörösének adódott. Továbbra is $\sigma_{x(100)}$=100 egységnek véve a 100 órás radiális nyomófeszültség egész populációra vonatkozó átlagértékét, a 9000 órás sugárirányú hasonló átlagérték $\sigma_{x(9000)}$=78 egységre csökkent, azaz a csökkenés mértéke mintegy 20%. Tekintetbe kell azonban vennünk az eredmények magas szórását, így sajnos még 80%-os konfidencia szinten sem jelenthetjük ki, hogy statisztikusan szignifikáns változást tudtunk kimutatni a mért feszültség átlagértékében. Hasonló eredményre jutunk a tengelyirányú feszültség esetében is. Itt a populáció átlagértéke $\sigma_{y(100)}$=518 egységről $\sigma_{y(9000)}$=360 egységre csökkent. Ez mintegy 30%-os csökkenést jelentene, de itt sem tudjuk a statisztikus szignifikanciát igazolni. A 4.17. ábra mutatja a sugárirányú feszültségek linearizált normalitás ábráját az illesztés egyoldali 80%-os konfidencia hiperbolájával. Így elvégezvén a két populáció összehasonlítását látszik, hogy a nagyobb feszültségek (100 egységnél nagyobb értékek esetében) a két sáv már nincs fedésben. Így azt kijelenthetjük, hogy csak a populáció nagyobb feszültségek eső részét tekintve tehetjük fel a feszültség csökkenését, azt is mindössze 80%-os konfidencia szinten.

Szignifikáns különbséget kapunk viszont, ha a csak a populációk magas feszültséget mutató részét vizsgáljuk. 4.18.a. ábra mutatja a tengelyirányú feszültségek csökkenésének Box-Whisker ábráját, a 4.18.b. ábra a linearizált Weibull illesztést, míg a 4.2. táblázat az értékeket. **Mind a sugárirányú nyomó, mind a tengelyirányú húzófeszültségek csökkenését jelenthetjük ki legalább 90%-os konfidencia szinttel**.



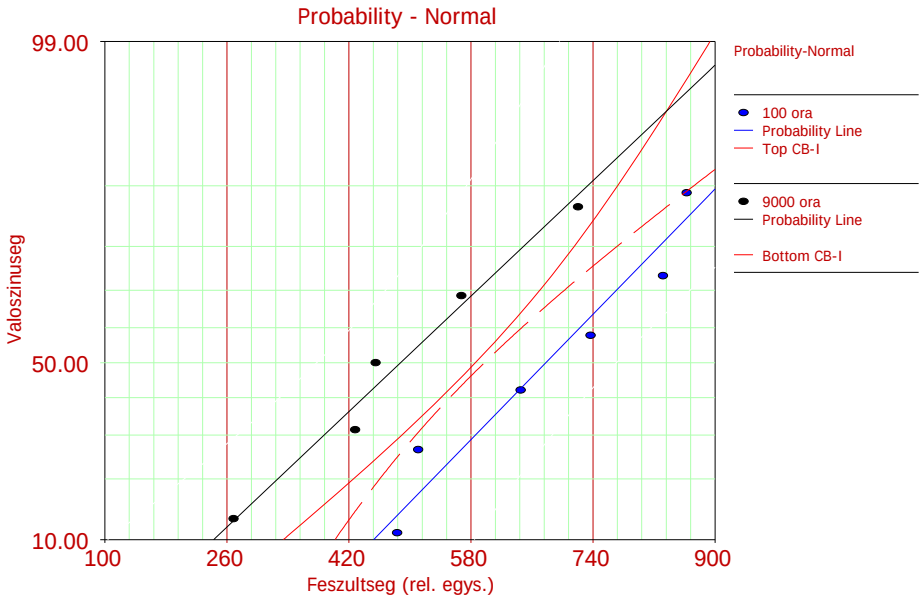
4.17.. ábra. A 100 és 9000 órás sugárirányú feszültségek linearizált normalitás ábráját az illesztés egyoldali 80%-os konfidencia hiperbolájával 250W lámpa esetében.



4.18.a. ábra. Tengelyirányú feszültségek csökkenése 250W lámpán.

	9000/100 sug	9000/100 teng
Atlag	**0.78**	**0.69**
Alacsony átlag	**1.1**	**1.1**
Magas átlag	**0.78**	**0.72**

4.2. táblázat. 9000 és 100 órás feszültségértékek sugárirányú (sug) és tengelyirányú (teng) arányai a teljes populációt nézve (Átlag), illetve különválasztva a kis (Alacsony) és nagy (Magas) feszültségértékeket mutató méréseket.



Folio1\Data 3: μ=678.4333, σ=176.2397, ρ=0.9720
Folio1\Data 4: μ=487.9600, σ=191.2678, ρ=0.9883

4.18.b. ábra. A 100 és 9000 órás tengelyirányú nagy értékű csoport feszültségek linearizált normalitás ábráját az illesztés egyoldali 90%-os konfidencia hiperbolájával 250W lámpa esetében.

4.4.4. Az eredmények értelmezése: feszültségrelaxációs folyamatok

A repedéshosszakból történő feszültségmeghatározás – a nagyobb feszültséget mutató csoport esetében – a feszültségek csökkenését, azaz relaxációját igazolta. Mind a sugárirányú nyomófeszültség, mind a tengelyirányú húzófeszültség körülbelül azonos mértékben, 22, illetve 28%-al csökkent. A repedésstatisztika módszere a repedéskeltéshez szükséges erő szignifikáns csökkenését mutatta a tartóségetés kezdeti, 100-1000 óra közötti szakaszában. A 3. fejezetben ismertetett eredmények szerint ezt a mintában lévő nyomófeszültségre könnyű magyarázni. Ott homogén mintába vittünk be nyomófeszültséget, minek hatására a repedési ellenállás megnövekedett. Ezt azzal magyaráztuk, hogy a mintában lévő nyomófeszültség ellensúlyozására a repedéshez szükséges húzófeszültség eléréséhez nagyobb külső húzófeszúltséget kell a mintába vinnünk a Vickers fej benyomása során. Most a repedési ellenállás csökkent, azaz a mintában lévő nyomófeszültség relaxálódott. Csakhogy ez vélhetőleg együtt jár a húzófeszültség relaxációjával is, aminek viszont a repedési ellenállási erő növekedésében kellene megmutatkoznia (hiszen a kisebb húzó maradófeszültségre nagyobb

húzófeszültséget kell alkalmaznom az indentációval). A repedéshosszak változása alapján mindkét feszültség csökken (sőt a húzó talán jobban, bár a különbség szignifikanciáját nem tudjuk igazolni). Valószínűleg e kettős mechanizmus eredőjét látjuk az 1000 órát követő repedésstatisztikákban, aholis a repedéskeltéshez szükséges erő először nő, azután ismét csökken. Ebben az időintervallumban viszont a változás mindenképp kisebb mértékű, mint a kezdeti, 100 órát követő szakaszban. A minta inhomogenitása a mindkét szakaszban valószínűleg nagy szerepet játszik a tapasztalt görbék viselkedésében. Fennáll viszont az ellentmondás a húzófeszültséggel kapcsolatban: a repedéshosszak változása (és a józan megfontolás) a húzófeszültség relaxációját mutatja, míg a repedések keltésére alapuló módszer a húzófeszültség növekedését próbálja jelezni.

Idézzük fel a 3. fejezetben mondottakat a repedések keletkezésével kapcsolatban. A tehermentesítéskor kialakuló feszültség értékét Palmquist repedésre a 3.6 formula adja meg a lágyüveg esetére. Kristályos anyagok, például alumínium-oxid esetén Cook és Pharr tapasztalata szerint a Palmquist repedések már közvetlenül a terhelés megkezdésekor kialakulnak, majd tovább nőnek tehermentesítés közben is [Cook 1990]. Emiatt nem a 3.6. formula írja le a repedések keletkezését, hanem a

$$\sigma^P/H=-(0.159-0.146*f*E/H) \quad (4.2.)$$

formula. Az f sűrűsödési paramétert 1-nek vehetjük, nem várunk jelentős sűrűsödést. f*E/H értéke így nagyságrendileg 10 körülire adódik, azaz jóval fölötte van az 1.09-es küszöbértéknek, ami fölött a terhelőerőtől függetlenül húzófeszültség képződik az anyagban. Elfogadtuk, hogy ha a repedések keletkezésének változását tapasztaljuk, akkor elég megvizsgálni, hogy változott-e az alkalmazott kezelés során a minta sűrűsödési hajlama, Young modulusza, vagy keménysége. Ha ezekben számottevő változást nem tapasztalunk, akkor megállapíthatjuk, hogy a változás a mintában lévő maradékfeszültségben következett be változás.

A zománc sűrűsödése: Eredményünk szerint a minta – ellentétben a 3. fejezetben vizsgált üveggel – nem amorf, hanem mikrokristályos fázisokból áll. Emiatt a viszkoplasztikus jellegének megváltozását nem várjuk a tartóségetés során. [Dusza 2001] szerint a polikristályos kerámiák többségének deformációja csak 1300 K fölött kezd el

viszkoplasztikus jelleget ölteni. A beforrasztásunk nem éri el ezt a hőmérsékletet. Magas Al_2O_3 tartalmú kerámiák esetére Auerkari szintén 1200-1300 K alatt elhanyagolhatónak tartja a viszkoplasztikus folyamatokat [Auerkari 1996]. α-alumínium-oxid merev-képlékeny átmenete is 1350 K-nél van. Lipkin és munkatársai megfigyeltek képlékeny folyást NiAl hordozón oxidációval növesztett alumínium-oxid réteg esetében, de az oxidáció hőmérséklete jóval az imént jelzett hőmérsékleti határ fölött volt (1400 K) [Lipkin 1997]. Feltehetjük tehát, hogy a minta sűrűsödési viselkedésében nincs jelentős mértékű változás a tartóségetés során (bár a viszkoplastikus folyamatot teljesen kizárni nem tudjuk, hiszen nem tiszta alumínium-oxid rendszerünk van).

Fázisátalakulások: Nem várunk fázisátalakulást vagy átkristályosodást sem, így indentációkor a nyírási síkok megváltozását sem várjuk. Bár van kismértékű nátrium diffúzió a plazmából a zománcba, ez elhanyagolható az első 4000 óra során, különösen a zománc mélyebb rétegeiben [Toth 2002-2005]. Hosszas tartóségetés során nemcsak a nátrium, hanem a katódon lévő emissziós anyagból származó bárium is beépülhet a zománcba. Ez azonban igen ritka. Nem várunk tehát új, eltérő mechanikai tulajdonságú fázist a plazmával való kölcsönhatás eredményeképp sem. (Más a helyzet a CMH lámpák esetén, ahol a zománc és a sokkal agresszívabb ritkaföldfém-halogenidek közti korróziós reakció már közvetlenül hatással lehet a lámpa élettartamára [Marcus 2004]).

Mechanikai paraméterek változása: Az első 4000, de különösen az első 1000 óra alatt sem a keménység, sem a Young modulusz értékében nem találtunk nagy mértékű változást. A mechanika paraméterek vélhetőleg hőmérsékletfüggők. (Például a kritikus törési szívósság alumínium-oxid esetében a hőmérséklettel csökkenő tendenciát mutat [Webb 1996], illetve látsd az végeselem modellezéshez használt állandók hőmérséklet függését [Toth 2005b]-ben.) Nem várjuk azonban a hőmérséklet-eloszlás drasztikus változását – különösen nem az első néhány 1000 óra alkalmával, így a hőmérséklet okozta függés nem befolyásolja eredményünket. (Több ezer óra égetés után a katódok környéke a katód és az emissziós anyag párolgása és porlódása miatt befeketedik. Ez nemcsak a fényáram direkt csökkenésével jár, hanem a hidegpont és a beforrasztás hőmérsékleti profilját is kismértékben, maximum néhány tíz fokkal megváltoztathatja. Ez a folyamat azonban csak a 10000 óra fölötti tartóségetések esetén válik jelentékennyé).

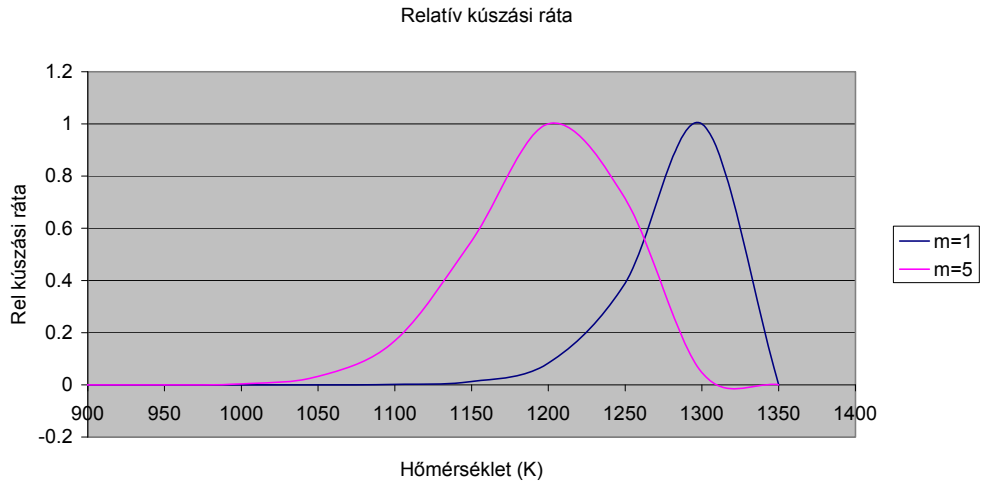
Feszültségrelaxációs folyamatok: a kúszás. A tapasztalt változásokért tehát a minta feszültségállapotában beállt változás a felelős. A leginkább szóba jöhető feszültségrelaxációs folyamat esetünkben a magas hőmérséklet miatt a kúszás. A jelenség nem ismeretlen a lámpaiparban, elég csak az izzólámpa spirál belógására, illetve az ezt elkerülendő kifejlesztett "non-sag" spirálra gondolni. A tipikus minimum kúszási hőmérséklet kerámiák esetében 40-50%-a az olvadáspontnak. Ez- tekintve a zománc névleges 1650 K-es olvadáspontját, 650-800 K körül már elindulhat, azaz várhatjuk a folyamat lejátszódását a zománc működési hőmérsékletén (1050-1170 K-n).

A kúszási folyamat sebessége függ mind a hőmérséklettől, mind pedig a mintában lévő feszültségtől. Mindkettő növelése növeli a kúszást. Esetünkben azonban a kettő nem független egymástól. A megszilárdulás során az olvadékból először a nagykristályok válnak ki. Ezek eleinte szabadon növekednek az őket körülvevő olvadékban. A hűlés során, amikor az olvadék mennyisége csökken, kialakul a TEM által mutatott szételegyedett, lamellás mikrokristályos fázis. Ekkor már a megszilárdulási folyamat végén létezhet némi feszültség az anyagban, hiszen ezek már nem szabadon növekedtek A jelentősebb feszültségek azonban a különböző fázisok különböző hőtágulási különbségeiből (és esetleg orientációbeli különbségeikből) adódnak. Ezek a feszültségek a hűlés során egyre nőnek, így a minta leginkább feszültséggel terhelt állapota valójában a kikapcsolt állapotban, szobahőmérsékleten van. A minta olvadáspontjának ez kevesebb, mint 20%-a, itt kúszási folyamatot nem várunk. A lámpa bekapcsolása után viszont a hőmérséklet emelkedik, ami a kúszási rátát növeli. Ugyanakkor a hőfeszültség csökken, ami csökkenti a kúszási sebességet. Létezik tehát egy hőmérsékleti tartomány, ahol a kúszás és emiatt a feszültségrelaxáció is a leggyorsabb. Ezt a tartományt megbecsülhetjük a következő módon. A kúszási ráta a

$$d\varepsilon/dt=C*\sigma^{m}*\exp(-Q/kT) \quad (4.3.)$$

képlettel becsülhető, ahol C konstans (itt beleértjük a szemcseméretől való függést is), σ a feszültség a mintában, Q pedig az aktivációs energia. m tipikus értékének 1-et vehetünk diffúziós mechanizmusra, 5-t diszlokáció kúszásra. Az aktivációs energia tipikus értékei a néhány 100 kJ/mól érték körül mozognak, [Swaroop 2005] tiszta

alumínium-oxidra 545 kJ/mól, Mg adalékoltra 460 kJ/mól értéket állapított meg. [Jones 1991] 477-617 kJ/mól értékeket említ. Becslésünkhöz 500 kJ/mól értéket használunk. A feszültség hőmérsékletfüggését lineárisnak tételezzük fel a szobahőmérsékleten repedéshosszakból meghatározott érték és a zománc névleges olvadáspontján vett 0 érték között. Ezen egyszerű modellel számolt relatív kúszási rátákat mutatja a két mechanizmusra a 4.19. ábra. Látható, hogy a diszlokáció kúszásra (m=5) a maximális kúszási ráta épp a zománc maximális hőmérsékleténél van, és a működési tartományban végig jelentős kúszás várható. Diszlokációs kúszás, amikor a kúszást a diszlokációk mozgása kontrollálja, inkább akkor szokott bekövetkezni, amikor a mintában lévő feszültség értéke nagy a nyírási moduluszhoz képest. Al_2O_3 esetében a nyírási modulusz



körülbelül harmada a Young modulusznak. Alkalmazva ezt az analógiát a zománcra, a tapasztalt feszültségek nem teszik valószínűvé a diszlokációs kúszást.

4.19. ábra. Relatív kúszási ráták diszlokációs (m=5) és diffúziós (m=1) folyamatokra.

Az alkalmazott egyszerű modell szerint a diffúziós mechanizmus inkább a zománc működési hőmérsékleténél nagyobb hőmérsékleteken lenne jelentősebb. Nem szabad azonban elfelejteni, hogy modellünk közelítő értékeken alapul. Az aktivációs energia csökkenésével például a kúszási ráta görbék a kisebb hőmérsékletek felé tolódnak el, a modell szerint a fém alumíniumra jellemző 140 kJ/mól értéknél a diffúziós kúszás maximuma 1025 K-nél, a diffúziós kúszásé 1225 K-nél van lenne. A diffúziós mechanizmust kizárni tehát nem lehet. A diffúziós mechanizmusnál két változatról, a Nabarro-Herring és a Coble kúszásról beszélhetünk. Előbbi rácsdiffúzió jellegű, utóbbi

esetben a diffúzió a szemcsehatárokon történik. (Kísérletileg a kettő a szemcseméret függés szerint szeparálható, erre lehetőségünk nem volt.) A [Jones 1991]-ben említett hivatkozások egy része alumínium-oxidra inkább a Nabarro-Herring mechanizmust említi. Ugyanakkor a lamellás, mikrokristályos mátrix szerkezete, illetve a mátrixba ágyazott néhány mikrométer átmérőjű nagykristályok inkább a Coble folyamatnak kedveznek. A Coble kúszás tipikusan kisebb hőmérsékleten jelentős, mint a Nabarro-Herring kúszás. NiAl hordozó oxidációjával növesztett Al_2O_3 réteg esetében Lipkin és szerzőtársai is a Coble kúszást tartották valószínűnek, főleg az alacsony hőmérséklet miatt. (Mérésüket 1400 K-en, az Al_2O_3 olvadáspontjának 60%-nál végezték. Mint említettük, a zománc maximális hőmérséklete üzemelés közben a névleges olvadásponthoz viszonyítva szintén ebbe a tartományba esik.) Blendell és maga Coble is a diffúziós mechanizmust írták le polikristályos alumínium-oxid tág tartományban, bár a két diffúziós mechanizmus között nem tudtak különbséget tenni [Blendell 1982]. A mikrokristályos fázisban tapasztalt lamellás szerkezethez hasonló irányított megszilárdulással létrehozott szerkezetek kúszási tulajdonságait vizsgálták Jones és Tressler, illetve Sayir [Jones 1991, Sayir 1999]. Eredményük az eutektikus, lamellás szerkezetek esetében a kúszási ráta kisebb, mint a tiszta fázisok esetében. Ezt mikroszerkezet összezáródó jellegével magyarázták (bár ezek a vizsgálatok relatíve magasabb hőmérsékleten történtek, ahol a diszlokációmozgások szerepe megnőhet). [Jones 1991] szerint diffúziós kúszás esetén a kúszási rátát a leglassabban diffundáló alkotóelem leggyorsabb diffúziós út menti diffúziója határozza meg, polikristályos alumínium-oxidban az alumínium ion szemcsehatármenti diffúziója a kúszási ráta meghatározója.

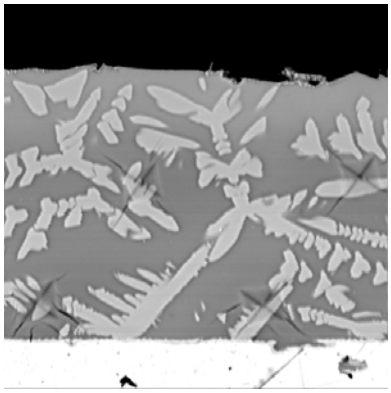
Az elmondottak alapján mi is valószínűsíthetjük, hogy a Coble kúszás a legvalószínűbb folyamat a beforrasztásban, de mértékét becsülni nem tudjuk. A Coble kúszást támasztja alá az a tapasztalat is, hogy a zománc hőmérsékletének emelésével a meghibásodások száma nő, és a 4.24. ábra szerint a diffúziós mechanizmus esetében a görbe emelkedő szakaszán járunk.

A feszültségek relaxációja: mikrorepedések keletkezése és terjedése. A feszültségek relaxációjának másik módja a mikrorepedések keletkezése, illetve terjedése [Smith 1983, Nagashima 2006]. A terjedés lassú repedésterjedés mechanizmussal

történik, alumínium-oxidban például már az olvadáspont körülbelül 50%-nál megfigyelhető [Winderhorn 1983]. ZrO_2/Al_2O_3 rendszer esetében még kisebb hőmérsékleten megfigyelték [Choi 2003]. A mechanizmus vélhetőleg szemcsehatárcsúszás (grain boundary sliding). Esetünkben sajnos nehéz ezt a mechanizmust közvetlenül bizonyítani, mert az esetlegesen észlelhető repedésekről nem tudjuk, hogy nem a minta feltárása (azaz a gyémánttárcsás vágás) okozta-e. A mikrorepedések terjedése azonban erősen összefügg a minta már többször említett inhomogenitásával. Ezek forrása lehet egy el nem reagált szemcse, szennyező, egy kisebb méretű nagykristály a mátrixban, de a feszültségek még kisebb léptékű fluktuációját okozhatják a diszlokációkhoz, ponthibákhoz kötődő eltérések. A gyártáskor keletkezett repedések gyorsan relaxálhatnak ugyanis a repedés gyors terjedésével. Ekkor addig terjednek, amíg a repedés előtti feszültségtér egy minimális érték alá nem csökken, azaz elérnek egy olyan tartományba, ahol a feszültség értéke alacsonyabb, mint a szomszédos, kiinduló tartományban. Ezt az állapotot detektálhatja a 100 órás repedésstatisztika, ugyanis ezek a mikrorepedések gócul szolgálnak a Vickers benyomás által keltett repedéseknek. A további tartóségetés során ezek a repedések lassú repedésterjedéssel tovább terjedhetnek, elhagyják a kisebb feszültségű tartományt és egy nagyobb feszültségű tartományba érnek. Ha a közelben Vickers benyomás történik, akkor már ez, a nagyobb feszültségű tartományban lévő repedés fog gócul szolgálni az indentáció során látható repedésnek. Azaz bár a minta átlagfeszültsége csökkent (amit a körülbelül 20-30 lamellán áthatoló repedéshosszakból állapítottunk meg), a specifikus helyek, a repedésgócok eloszlása (amire valószínűleg a repedésstatisztika inkább érzékeny) átkerült a nagyobb feszültségű helyre. Ez a mechanizmus részben feloldhatja a fejezet elején említett ellentmondást, bár igazolni nem tudjuk. Az 1000 órát követő rész, miként azt korábban említettük, több, ellentétes hatás eredőjeként jön létre.

A repedések terjedése összefügg a zománcban tapasztalható buborékossággal is. A beforrasztás során ugyanis mind az alkatrészek gázleadása (a gondos tisztító izzítás ellenére), mind pedig a préselt zománcpor karikába zárt gáz buborékokat képez a beforrasztásban. Ezek csak részben tudnak távozni a nagy viszkozitású olvadt zománcból. Magas hőmérsékletű beforrasztás esetén, amikor a zománc viszkozitása csökken, vagy hosszú ideig folyékony marad, a buborékok távozhatnak. Ez természetesen függ a

kályhában uralkodó gáznyomástól is. Amennyiben a terjedő mikrorepedések ezeket a buborékokat összekötik, direkt folyosó alakulhat ki a beforrasztáson keresztül, azaz az égőtest kilyukad. Közvetlenül ezt a folyamatot (illetve a lyukat) nem tudtuk detektálni. Amennyiben a gyártás során adott szintet meghaladó buborékosságot észlelünk, a tételt zároljuk és változtatunk a gyártás paraméterein, hogy vevőhöz ne kerüljön ki ilyen tétel.



4.20. ábra. Vickers indentáció keltette repedések kerámia fémhalogén lámpa beforrasztásán. A bal alsó sarokban például láthatóak a másodlagos radiális repedések

A 4.5.a. még egy érdekes dologra hívja fel a figyelmet repedések tekintetében. A két különböző fázis (nagykristály és mikrokristályos mátrix) találkozásánál a Vickers benyomódás által keltett repedések egyenesen terjednek tovább. Ez igaz függetlenül attól, hogy maga a repedés mikrokristályos, vagy kristályos fázisban keletkezett. Hasonló eredményt látunk a 4.20. ábrán látható CMH beforrasztások esetében, ahol két fő kristályos fázis mellett egy ténylegesen üveges fázis van. Hasonlót tapasztaltak Galusek és szerzőtársai folyadékfázisú szinterelésű alumínium-oxid esetében is: a repedések nem térültek a szemcsehatárokon [Galusek 1999]. Egy másik, fogászati célokra kifejlesztett alumínium-oxid és szilícium-oxid alapú ionomer kerámia esetében viszont az üveges mátrixban keletkezett mikrorepedések tovább terjedtek a mátrixban, de megkerülték a kristályos fázist. [Gorman 2003]. Al_2O_3-SiC nanokompozitban szintén a repedés eltérülését figyelték meg a részecskék határfelületén, a részecskét körülvevő húzófeszültség miatt [Dusza 2002]. Végeselem modellünk megmutatta, hogy a mikrokristályos és kristályos fázis határán az érintőirányú húzófeszültség jelentős gradienssel bír. Ez a repedés eltérülését vonná maga után. Valószínű, hogy esetünkben a fázishatáron nincs jelen repedéseltérítő mechanizmus. Sayir szerint egy lehetséges

repedéseltérítő mechanizmus lehetne az, hogy a két találkozó fázis rugalmassági moduluszai jelentősen eltérnek, hasonlóan a kompozit anyagokhoz [Sayir 1999]. Esetünkben viszont nem találtunk kimutatható, jelentős különbséget a beforrasztás két fázisa között. Egy másik különbség lehet maga az indenter által keltett deformáció hatása.

4.5. Összefoglalás

Munkánk során nagynyomású nátriumlámpa beforrasztását vizsgáltuk. Megállapítottuk, hogy a kristályos fázisokat körülvevő, korábban amorf fázisnak hitt mátrix valójában mikrokristályos, lamellás szerkezetű. Amorf fázist semelyik beforrasztási profillal készült mintasorozat esetében sem találtunk. Megállapítottuk, hogy, hogy a mintában a mechanikai tulajdonságok (keménység, Young modulusz) csak kismértékben függenek a helytől. A minta különböző fázisainak mechanikai tulajdonságai nem térhetnek el lényegesen egymástól. Megállapítottuk ugyanakkor, hogy a két fázis repedékenysége különböző: a mikrokristályos fázis repedékenysége nagyobb. A repedéshosszakból számolt feszültségek megállapítottuk, hogy a beforrasztásban sugárirányú nyomófeszültség és erre merőlegesen, a lámpa tengelyével egytengelyű hengerpaláston húzófeszültség uralkodik. Ezeket végeselemes modellezéssel is igazoltuk. Ugyancsak a repedéshosszak vizsgálata mutatta ki, hogy a feszültségek relaxálódnak a tartóségetés során.

Repedésstatisztikai vizsgálatunk a tartóségetett lámpák beforrasztásán nehezen értelmezhető eredményt hozott. Ezt a minta inhomogenitásával magyaráztuk. Ez felveti a repedésstatisztika legfontosabb továbbfejlesztési irányát: a repedésstatisztika használhatósága erősen inhomogén rendszerekben korlátozott. Ilyenkor a lenyomat körüli deformációs feszültségtér és az inhomogén belső feszültségtér véletlenszerű szuperpozíciója nagymértékben megnöveli a mérés hibáját. A még inhomogénebb CMH beforrasztások esetében, ahol két fő kristályos fázis mellett egy ténylegesen üveges fázis van, már az egy adott mintára vonatkozó repedésstatisztikai Weibull görbe felvétele is nehézségekbe ütközik [Toth 2002-2005]. Ennek nemcsak az inhomogenitás az oka, hanem a HPS beforrasztáshoz képest nagy számban fordulnak elő másodlagos radiális repedések (4.20. ábra). Ez nyilván a CMH zománc más fázisszerkezetével magyarázható.

Az ilyen inhomogén, ám összesen maximum néhány száz mikrométer dimenziójú rendszerekben a feszültség meghatározásának megbízható módja a repedéshosszak mérése. Itt is viszonylag nagyszámú mérést kell elvégezni, hogy azok különbségét statisztikus szignifikanciával ki tudjuk mutatni, illetve szeparálni tudjuk az alacsony- és magas feszültségi állapotú tartományokon mért értékeket. Gondosan kell megválasztani a terhelőerőt is, és meg kell fontolni, hogy a zománcstruktúra mikroszkópikus méreteihez képest jelentősebb számú részen haladjon át a keltett repedés. Ugyanakkor repedésstatisztika a helyi inhomogenitásokra, nano/mikrorepedéseke való érzékenysége előnyös is lehet. Említettük, hogy a 250W típus mellett, némileg más körülmények között készült lámpáknál változást kimutatni nem tudtunk. Ez azt jelentheti, hogy ebben a mintában kisebb mértékű inhomogenitások léptek fel. Ez mindenképp a gyártási paraméterekre, azok körülményeire hívja fel a figyelmet. Mint termék- és gyártási folyamatfejlesztő, a munka legfontosabb tanulsága az, hogy bár optikai mikroszkóppal, sőt akár pásztázó elektronmikroszkóppal megvizsgálva a különböző beforrasztásokat különbséget nem találunk, mégis eltérés lehet a minták szerkezetében a mikrorepedések tekintetében, ezek viszont hatással lehetnek a lámpa megbízhatóságára. Ezen különbségek, illetve a gyártási paraméterektől való függésük feltárásában a repedésstatisztika szerepet játszhat. Ez igaz a kerámia fémhalogén lámpára is.