UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" DIN TIMIȘOARA FACULTATEA DE MECANICĂ

fiz. COSMIN LOCOVEI

STUDII SI CERCETĂRI ASUPRA DURATEI DE VIAȚĂ A REZISTORILOR ELECTRICI

TEZĂ DE DOCTORAT

Conducător științific

Prof.dr.ing. MARIN TRUȘCULESCU = membru titular al Academiei de Ștințe Tehnice din România =

UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN TIMIȘOARA FACULTATEA DE MECANICĂ

TEZĂ DE DOCTORAT

Conducător Științific

prof.dr.ing. MARIN TRUŞCULESCU = membru titular al Academiei de Ștințe Tehnice din România =

Doctorand

fiz. COSMIN LOCOVEI

TIMIŞOARA 2010 UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN TIMIȘOARA FACULTATEA DE MECANICĂ

STUDII SI CERCETĂRI ASUPRA DURATEI DE VIAȚĂ A REZISTORILOR ELECTRICI

Conducător Științific

prof.dr.ing. MARIN TRUŞCULESCU = membru titular al Academiei de Ștințe Tehnice din România =

Doctorand fiz. **COSMIN LOCOVEI**

TIMIŞOARA 2010

CUPRINS

Capitolul 1	
REZISTORII ELECTRICI. DEFINIȚIE ȘI CARACTERISTICI	4
1.1 Noțiuni generale	4
Capitolul 2	
CRITERII DE SELECȚIE A MATERIALELOR UTILIZATE LA	
FABRICAREA REZISTORILOR	7
2.1 Notiuni generale	7
2.2 Matrici decizionale în selecția materialelor	9
2.2.1. Metoda proprietăților ponderate	10
2.2.2. Metode arborescente cu grafuri	12
2.3. Materiale pentru fabricarea elementului rezistiv	17
2.3.1. Aliajele de tip Ni-Cr	19
2.3.2. Aliajele de tip Ni-Cr-Fe	21
2.3.5. Allajele de lip Fe-Ur-Al. 2.3.4. Aliajele de fin Cu Ni	22
2.3.4. Anajoie de up Cu-M. 2.3.5. Materiale folosite la elemente rezistive nentru temperaturi ultra-înalte	20 29
2.3.5.1. Elemente rezistive din disiliciură de molibden (MoSi ₂)	29
2.3.5.2. Elemente rezistive din carbură de siliciu (SiC)	35
2.4. Materiale pentru fabricarea terminalilor	38
2.5. Materialul izolator	40
2.6. Materiale utilizate pentru fabricarea tubului (tecii)	42
2.7. Aplicații pentru selecția materialelor în cazul rezistoarelor învelite	47
Capitolul 3	
TEHNOLOGII MODERNE DE FABRICAȚIE A REZISTORILOR	51
3.1 Descrierea procesului tehnologic de fabricație a elementului încălzitor învelit	51
3.1.1 Formarea tubului	51
3.1.2 Formarea spiralelor	54
3.1.3 Sudura terminalilor	55
3.1.4 Umplerea	57
3.1.5 Reducerea elementului	58
3.1.6 Recoacerea elementului	58
3.2. Tehnologia de fabricație a rezistorilor pentru temperaturi ultraînalte	61
3.2.1 Considerații generale privind disiliciura de molibden (MoSi2)	61
3.2.2 Efectul temperaturii de prelucrare asupra MoSi2	63
3.2.3 Efectul carbonului asupra MoSi2	63
3.2.4 Oxidarea compozitului cu matrice de MoSi2	65
3.2.5 Proprietățile compozitului cu matrice de MoSi2 armat cu SiC	66
3.2.6 Efectul fazei secundare intrinseci în MoSi ₂	68
3.3 Tehnologii de obtinere a compozitelor pe bază de MoSi2 armate cu SiC	68
3.3.1 Producerea pulberii si pregătirea pentru presare	68
3.3.2 Tehnologia de obtinere a compozitelor ne bază de MoSiz	70
3.3.3 Compozite ceramometalice cu fază ceramică din alumină rezistente la corozi obținute prin metalurgia pulberilor	une 72

3.3.4 Modalități de obținere a cermeților prin metalurgia pulberilor	73
3.3.5 Formarea legăturii ceram-metal	74
3.4. Propuneri de modificare a tehnologiei de fabricație a rezistorilor înveliți	77
3.4.1 Legătura dintre mărimile termice și electrice la metale	77
3.4.2 Automatizarea reglajelor procesului de sudare WIG a tuburilor rezistorilor	79
înveliți	

Capitolul 4

CONTROLUL CALITĂȚII PRODUSULUI FINIT	84
4.1 Introducere	84
4.2. Teste privind performanța elementelor încălzite	86
4.2.1. Măsurarea puterii consumate	86
4.2.2. Încercarea la tensiune a dielectricului	87
4.2.3. Testarea rezistenței la umezeală	87
4.2.4. Măsurarea curentului de curgere la pământ	88
4.2.5. Testul de anduranță termică	89
4.2.6. Testul de temperatură	90
4.3. Testarea în stadiul de producție	90
4.4. Testarea rezistorilor electrici pentru uz electrocasnic	91
4.4.1. Cerințe generale referitoare la efectuarea testelor	92
4.4.2. Testul de protecția împotriva accesului la componentele sub tensiune	93
4.4.3. Curentul și puterea consumate	94
4.4.4. Testul de încălzire	95
4.4.5. Testul pentru curentul de curgere la pământ și rigiditatea dielectrică la	97
temperatura de funcționare	
4.4.6. Testul pentru tensiuni tranzitorii	101
4.5. Analiza calității produselor prin metoda radiației penetrante	101
4.5.4. Metode de control cu radiații penetrante	101
Capitolul 5	
CERCETĂRI ASUPRA MATERIALELOR UTILIZATE	104
LA FABRICAREA REZISTORILOR ELECTRICI	
5.1 Testarea materialelor	104
5.2. Analize. încercări. rezultate	107
5.2.1. Compozitia chimică	107
5.2.1.1. Determinarea compozitiei chimice a aliajelor metalice prin metoda	107
spectroscopiei de emisie optică	
5.2.1.2. Determinarea compozitiei chimice prin metoda fluorescentei de raze X	112
5.2.1.3 Comparații între metoda XRF și metoda SEO	114
5.2.2. Starea structurală	118
5.2.2.1. Proprietățile sistemelor optice: mărirea, rezoluția, adâncimea câmpului	119
5.2.2.1.1. Mărirea sistemelor optice	119
5.2.2.1.2. Rezoluția sistemelor optice	122
5.2.2.1.3. Adâncimea câmpului sistemelor optice	123
5.2.2.2 Defectele sistemelor optice: aberațiile sferice și cromatice, astigmatismul	126
5.2.2.1 Aberațiile sferice	126
5.2.2.2.2 Aberațiile de cromaticitate	127
5.2.2.3. Astigmatismul	129
5.2.2.3. Optica electronică	130
5.2.2.3.1. Lentile electrostatice	130
5.2.2.3.2. Lentile magnetice	131
5.2.2.3.3. Distanța focală a lentilelor magnetice	134

5.2.2.4. Defectele lentilelor magnetice	135
5.2.2.5 Interacția electronilor cu proba	137
5.2.2.5.1. Fenomene produse la interacția unui fascicol de electroni cu substanța	137
5.2.2.5.2. Mecanisme de contrast	138
5.2.3. Caracteristici mecanice	143
5.2.3.1 Determinarea durității prin metoda UCI	144
5.2.3.2. Determinarea durității prin metoda scleroscopică	145
5.2.3.3. Aplicații	147
5.2.3.4. Încercări și rezultate obținute	150
5.2.4. Caracteristici electrice	173
5.2.4.1. Dependența rezistivității electrice a aliajelor metalice de compoziția chimică	174
și de ordinea structurală	
5.2.4.2 Determinarea rezistivității electrice a materialelor prin metoda modificată	175
a celor patru puncte	
5.2.5. Rezistența la coroziune	182
5.2.5.1. Coroziunea intercristalină	183
5.2.5.2. Coroziunea uscată	187
5.2.5.3. Coroziunea pitting și cavernoasă	192
5.2.5.4. Coroziunea sub tensiune	196
Capitolul 6	
FIABILITATEA REZISTORILOR ELECTRICI	199
6.1. Introducere	199
6.2. Prelucrarea primară a datelor	200
6.2.1. Culegerea datelor privind fiabilitatea	200
6.2.2. Sistematizarea datelor privind fiabilitatea	202
6.3. Calcule statistice bazate pe datele sistematizate.Indicatori principali ai	205
fiabilității	
6.4. Parametrii de fiabilitate ai produselor	207
6.5. Modele ale fiabilității produselor	210
6.5.1. Modelul repartiției exponențiale	210
6.5.2. Modelul repartiției Weibull	211
6.6 Validarea modelelor de fiabilitate	213
6.6.1. Validarea modelului exponențial	213
6.6.2. Validarea modelului Weibull	216
6.6.3. Discriminarea modelelor	218
6.7. Limite de încredere pentru funcția de fiabilitate	221
6.7.1. Limite de încredere pentru funcția exponențială	221
6.7.2. Limite de încredere pentru funcția Weibull	222

Capitolul 7

BIBLIOGRAFIE

228

Rezumat

Lucrarea, prin problematica abordată, se înscrie în contextul cercetărilor care au ca scop îmbunătățirea calității produselor prin selecția și utilizarea judicioasă a materialelor, prin investigarea calității materialelor pentru a reduce numărul de produse neconforme, prin utilizarea unor tehnologii moderne și eficiente de producție, în conformitate cu reglementările europene din industrie.

În **capitolul 1** sunt prezentate, pe baza biografiei consultate, noțiuni și definiții aplicabile rezistorilor electrici de uz industrial, electrocasnic și medical – farmaceutic. De asemenea, este prezentată o clasare a rezistorilor electrici, pe categorii, din punctul de vedere al tensiunii de alimentare, de la tensiuni joase până la tensiuni înalte, cu tensiune de alimentare mono și trifazată.

În **capitolul 2** – Criterii de selecție a materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor – se analizează tehnici ale matricilor decizionale în selecția materialelor. Astfel, au fost analizate:

- metoda proprietăților ponderate,

- metode arborescente cu grafuri.

La metodele arborescente cu grafuri s-a propus o nouă metodă matematică de abordare a problemei selecției materialelor cu exemplificare pentru cazul selecției materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor electrici.

Sunt prezentate într-o manieră sistematică tipurile de materiale utilizate pentru:

- elementul rezistiv (pe domenii de temperaturi de la 100 și 1850°C),
- terminali,
- materialul izolator,
- tubul protector al rezistorului (teaca).

Pentru materialele analizate sunt prezentate normele de fabricare, caracteristicle mecanice, caracteristicile electrice și de rezistență la coroziune.

Pentru selecția materialelor folosite la fabricarea rezistorilor înveliți s-a aplicat metoda arborescentă cu grafuri. S-au analizat șase materiale utilizate la fabricarea elementului rezistiv al rezistorilor electrici cu diverse temperaturi de regim. În final, pe baza matricii de selecție la nivelul de temperatură dat s-a selectat materialul optim.

În **capitoul 3** – Tehnologii moderne de fabricație a rezistorilor electrici – a fost descrisă tehnologia de fabricare a rezistorilor electrici înveliți precum și procesul tehnologic aferent. Pentru fiecare etapă a procesului tehnologic s-au prezentat într-o manieră sistematică procedeele utilizate, echipamentel folosite, precum și parametrii tehnologici. În cazul apariției unor avarii sau defecte tehnologice s-a insistat pe prezentarea cauzelor acestora cu indicarea acțiunilor corective pentru îndepărtarea lor.

În cazul elementelor rezistive pentru temperaturi ultraînalte, fabricați din MoSi₂, s-a prezentat comportamentul energiei de rupere și al coroziunii, la temperaturi înalte, în contextul tehnologiei de fabricație a acestui tip de rezistori electrici. Au fost prezentate, de asemenea, efectele temperaturii de prelucrare și a carbonului asupra proprietăților și caracteristicilor MoSi₂. În același context tehnologic s-a prezentat efectul armării cu particule de SiC cu diferite participări volumice de elemente de armare. De menționat că a fost evaluată contribuția fazei intrinseci în MoSi₂ (SiO₂) asupra caracteristicilor și proprietăților tehnologice și de exploatare. Au fost prezentate două itinerarii tehnologice, pentru obținerea unor materiale compozite pe bază de MoSi₂, armate cu SiC: depunerea carbonului prin *evaporarea solventului din rășini fenolice pe bază de carbon (Phenolic Resin Based Carbon by Solvent Evaporation – PRBCSE)* și prin

flocularea dispersiei apoase (Aqueous Dispersion Flocculation – ADF). Totodată au fost prezentate și modalitățile de obținere a cermeților rezistenți la coroziune, obținuți prin metalurgia pulberilor. Sistemul de cermeți luat în considerare a fost cel de $MoSi_2 / Al_2O_3$. Au fost evaluate proprietățile sistemului, contribuția procentului de amestec, a traseului tehnologic și a tratamentelor termice asupra proprietăților de exploatare.

Pe baza analizei fluxului tehnologic de fabricație a rezistorilor electrici înveliți, folosit de unii producători de rezistori electrici, s-au făcut propuneri de modificare a tehnologiei de fabricație, în sensul că la sudarea tubului se face o reglare automată a parametrilor sudării în funcție de caracteristicile termice și electrice ale materialelor utilizate.

În **capitolul 4** – Controlul calității produsului finit - se prezintă schemele de testare a produsului finit, în conformitate cu normele ASTM UL 1030. S-au analizat testele de performanță efectuate pe un lot de 1000 de rezistori electrici, urmărindu-se parametri precum:

- puterea consumată;
- tensiunea dielectricului;
- curentul de scurgere la pământ;
- anduranța termică;
- temperatura de lucru.

A fost prezentat testul de protecție la contactul accidental cu componentele sub tensiune, insistându-se pe prezentarea metodelor și tehnologiei de testare, respectiv, încadrarea produsului în normele prescrise. S-a analizat calitatea produselor cu radiații penetrante și s-a reperat apariția diverselor defecte. De precizat că, în acest scop s-a folosit instalația Eresco 42MF3 cu o rezoluție de 1 mm.

În finalul capitolului se prezintă un studiu de caz folosind lotul de 1000 de rezistori electrici, pe care s-au efectuat testele și rezultatele evaluării acestora, conform standardului ASTM UL 1030. Urmare a analizării datelor se concluzionează că indicele mediu de calitate al produsului are o valoare supraunitară.

În **capitolul 5** – Cercetări asupra materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor electrici – se prezintă schemele de testare a materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor electric înveliți. Sau făcut analize și încercări privind:

- compoziția chimică, folosind metoda spectroscopiei de emisie optică;
- starea structurală a materialelor, prin analiză metalografică optică și electronică la măriri cuprinse între 100 și 8000X, atât pe materialul de bază cât și în zona îmbinărilor sudate;
- determinarea caracteristicilor mecanice în special duritatea prin metode nedistructive
- determinarea caracteristicilor electrice ale materialelor unor componente ale rezistorilor electrici, prin metoda modificată a celor patru puncte. S-a făcut o corelație a rezistivității electrice a oțelurilor inoxidabile cu compoziția chimică a acestora, corelație folosită la modificarea tehnologiei de fabricație a tuburilor protectoare ale rezistorilor;
- s-au realizat studii și încercări ale rezistorilor la coroziunea materialelor folosite la fabricarea tuburilor protectoare ale rezistorilor electrici. S-au analizat următoarele tipuri de coroziune:
 - coroziunea intercristalină la oţelurile inoxidabile austenitice, urmărită în special prin analiză metalografică electronică;
 - coroziunea de suprafață a tuburilor folosind microscopia optică prin care s-au evidențiat fisuri, coroziuni punctiforme, pe diverse adâncimi ale tubului;

 s-a analizat, de asemenea, coroziunea sub tensiune, în special în zona îmbinărilor sudate, evidențiindu-se coroziunea prin microscopie optică şi electronică la diverse măriri.

În **capitolul 6** – Fiabilitatea rezistorilor electrici – se prezintă noțiuni de bază asupra fiabilității din punctul de vedere al aplicabilității în domeniul prezentat și metodologia de analiză a unui produs. Stabilirea fiabilității rezistorilor electric s-a făcut prin determinarea:

- funcției de repartiție de bună funcționare și a funcției complementare, funcția de repartiție a defectării rezistorilor electrici;
- ratei de defectare;
- mediei timpului de bună funcționare;

S-au făcut analize pe loturi de rezistori electrici neînveliți, cu puterea nominală de 1000W și pe rezistori neînveliți cu puterea nominală de 600W, folosind metode statistice de analiză a numărului de cicluri de funcționare, astfel:

- se prezintă calculele statistice pe baza dateloor culese din încercări și se stabilesc indicatorii principali ai fiabilității la testul de anduranță termică;
- se face validarea modelului de fiabilitate folosind repartițiile exponențială și Weibull, stabilindu-se totodată și limitele de încredere ale fiecărui model.

Se face precizarea că modelul Weibull este modelul cel mai adecvat pentru stabilirea fiabilității rezistorilor electrici, coeficientul de corelație fiind de 0,978. La loturile încercate s-au obținut următoarele valori ale parametrilor de fiabilitate, conform datelor din tabelul 1:

Tip rezistor Parametrul de fiabilitate	Învelit	Neînvelit
Funcția de bună funcționare la 1000, respectiv 200 de cicluri.	R ₁₀₀₀ : 0,963	R ₂₀₀ : 0,978
Forma analitică a funcției de bună funcționare	$R(t) = e^{-3,345 \cdot 10^{-19} t^{5,685}}$	$R(t) = e^{-4,533 \cdot 10^{-17} t^{6,387}}$
Valoarea parametrului λ , al distribuției Weibull	3,345.10-19	4,533.10-17
Forma analitică a a ratei de defectare	$z(t) = 1,901 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4,585}$	$z(t) = 2,895 \cdot 10^{-16} \cdot t^{5,387}$
Timpul mediu de bună funcționare	1644,4	337,13

 Tabelul 1. Prezentarea parametrilor de fiabilitate.

Pe baza acestor valori concluzionează o dată în plus că rezistorii testați prezintă o foarte bună fiabilitate.

Capitolul 1 REZISTORII ELECTRICI. DEFINIȚIE ȘI CARACTERISTICI

1.1 Noțiuni generale

Rezistorii electrici sunt componente ale unor produse industriale sau electrocasnice care transformă energia electrică în energie termică, ca urmare a producerii efectului Joule al curentului electric în elementul rezistiv (figura 1.1). Un rezistor electric este alcătuit, în principiu, din următoarele componente:

- elementul rezistiv (partea activă a rezitorului);
- terminalii (fac legătura electrică dintre elementul rezistiv și restul circuitului electric);
- izolatorul (previne scurgerea curentului electric ce trece prin elementul rezistiv către alte părți ale produsului ce incorporează rezistorul electric și transmite energia termică către tub);
- support ceramic (are atât rol de fixare a terminalului cât și de izolator electric);
- tubul sau teaca (deși nu este prezentă în toate cazurile, are rolul de a proteja de coroziune elementul rezistiv, de a asigura rigiditate mecanică rezistorului și, totodată, de a maximiza procesele de transfer termic).

Din punct de vedere al domeniului de utilizare, rezistorii se împart în următoarele categorii (figura 1.2):

- rezistori de uz industrial;
- rezistori de uz medical și farmaceutic;
- rezistori de uz electrocasnic.

Rezistorii de uz industrial sunt folosiți în cuptoarele de tratament termic, etuve, cuptoare electrice profesionale pentru industria alimentară, boilere industriale pentru industria petrochimică și chimică, distilatoare, sisteme de încălzit și ventilație, etc.



a) Rezistor electric învelit (secțiune)



b) Rezistor electric învelit (schemă) Figura 1.1 Rezistor electric învelit

Rezistorii de uz medical și farmaceutic sunt folosiți la băi termostate, etuve, sterilizatoare termice umede sau uscate și în alte aparate mai sofisticate precum analizoarele. În aceste cazuri rezistorii trebuie să îndeplinească cerințe suplimentare privind sterilitatea și contaminarea mediului de lucru.

Rezistorii de uz electrocasnic sunt folosiți în cuptoare, mașini de spălat, frigidere, uscătoare, boilere, automobile, etc.

Din punctul de vedere al prezenței tubului protector rezistorii se împart în:

- rezistori înveliți;
- rezistori cu elementul activ expus.

Rezistorii fără înveliş se folosesc numai în atmosferă gazoasă, fără condens, elementul activ al rezistorului fiind expus direct acțiunii corozive a atmosferei în care acesta operează. În atmosferele umede sau periculoase și în medii lichide se folosesc exclusiv rezistorii înveliți, cel mai important dintre criteriile de selecție a materialului pentru tubul rezistorului fiind mediul de lucru al rezistorului.

Din punctul de vedere al tensiunii de alimentare al rezistorului aceștia se împart în (figura 1.3.):

- rezistori de joasă tensiune
- rezistori monofozați
- rezistori trifazați
- rezistori de înaltă tensiune.



Figura 1.2. Categorii de rezistori electrici



Rezistorii de joasă tensiune se folosesc în marea majoritate a cazurilor în industria auto, fiind alimentați la tensiuni de 12 sau 24 V, fiind caracterizați de puteri nominale relativ mici și curenți nominali relativ mari.

Rezistorii monofazați se folosesc în aplicațiile industriale și electrocasnice de putere mică și medie, tensiunea nominală de alimentare fiind de 230 V în standardul european și respectiv, 110 V, în standardul britanic. Se observă imediat că rezistorii folosiți în țările ce respectă standardul britanic, la aceeași putere nominală, au secțiunea elementului rezistiv dublă față de aceea a unui element rezistiv echivalent folosit în țările ce respectă standardul european.

Rezistorii trifazați sunt folosiți cel mai des în aplicațiile industriale de putere medie și mare și au un domeniu îngust de utilizare în aplicațiile electrocasnice. Tensiunea nominală de alimentare este 400 V.

Rezistorii de înaltă tensiune sunt folosiți exclusiv în aplicațiile industriale de putere mare, tensiunea de alimentare nedepășind 600 V.

Capitolul 2 CRITERII DE SELECȚIE A MATERIALELOR UTILIZATE LA FABRICAREA REZISTORILOR

2.1 Noțiuni generale

Selecția corectă a materialului este o etapă esențială a procesului de producție modern a unui produs dat întrucât decizia respectivă va lega modelul virtual al produsului și calculele inginerești asociate modelului cu produsul real. Materialele și procesele de producție ce convertesc materialul respectiv într-un produs sau o componentă a unui produs reprezintă esența activității inginerești. Corectitudinea deciziei este îngreunată și de faptul că baza de selecție cuprinde aproximativ 300.000 de materiale inginerești. Evident că în practică baza de selecție este limitată la aproximativ 100 de materiale, în funcție de aplicația respectivă. Rolul selecției materialelor a crescut în ultima perioadă atât datorită adoptării pe scară largă a procedeelor concurente de dezvoltare a produselor (Concurrent Engineering) cât și introducerii tehnologiilor cu grad înalt de automatizare și robotizare. Astfel, procedeele moderne de proiectare concurentă a produselor forțează introducerea procesului de selecție a materialului în fazele incipente ale proiectului, reiterând astfel legătura dintre proprietățile dorite ale produsului și cele ale materialului. Globalizarea și concurența acerbă cu piețele cu costuri mici în ceea ce privește forța de muncă au provocat scăderea generală a costurilor de producție și modificarea raporturilor dintre diversele tipuri de costuri ale produselor. Astfel, pentru un rezistor electric costul cu prețul de cost al materialelor depășește 50%, acesta putând ajunge și la valori de ordinul a 80% din prețul total al rezistorului, în timp ce cu 30 de ani în urmă, prețul de cost al materialelor nu depășea 35% din prețul de cost total al rezistorului. Nu în ultimul rând, progresele acumulate în ultimii 20 de ani de știința materialelor a dus la conceperea de noi materiale și modificarea proprietăților celor deja cunoscute. Astfel, enorma bază de selecție a materialelor cuprinde 6 clase de materiale: metale, polimeri, elastomeri, materiale ceramice, sticle și materiale compozite. Progresele științei materialelor coroborate cu competiția acerbă de pe piață, proiectarea, testarea și validarea asistată de calculator, automatizarea și robotizarea proceselor de producție au dus la obținerea unor produse mai bune, mai durabile sau cu o durată de viață precis controlată, totul la un pret de cost mai mic.

Selecția incorectă a materialului poate duce nu numai la defectarea prematură a produsului respectiv, dar și la costuri suplimentare ce ar fi putut fi evitate. Alegerea celui mai bun material pentru un produs presupune alegerea materialului care deține proprietățile cele mai apropiate de cele cerute pentru produsul respectiv, dar această alegere trebuie să țină cont și de itinerariul tehnologic. Un material poate crește prețul de cost al unui produs, dar proprietățile materialului se pot modifica semnificativ în timpul procesării, acest lucru putând conduce la scăderea sau creșterea duratei de viață a produsului. Devine evidentă interdependența dintre materiale, proiectare și procesare (figura 2.1), [2].

Întrucât numărul de materiale inginerești este în continuă creștere, iar numărul total al acestora, așa cum am menționat anterior, este deja de ordinul sutelor de mii, pentru corectitudinea și eficientizarea procesului de selecție a materialelor este necesară simplificarea și sistematizarea procesului. O schemă simplificată de selecție-proiectare-procesare este prezentată în tabelul 2.1.

În stadiul I al proiectului (în stadiul de concept) sunt luate în considerație toate materialele sau toate clasele de materiale, iar acestea sunt evaluate grosier folosind tabele și grafice cu date generale. În cel mai bun caz în acest stadiu se va decide clasa materialului (metal, plastic, ceramic sau compozit). În cazul în care se dorește utilizarea unui material nou, revoluționar, stadiul de concept este cel în care se va lua decizia privind materialul sau tehnologia inovatoare întrucât în stadiile ulterioare vor fi luate deja mult prea multe decizii, iar acestea nu vor mai permite schimbări radicale.



Figura 2.1. Interdependența "materiale-proiectare-procesare".

	Concept		Prototip		Optimizare produs		
			Selecția materialului				
qus	Toate materialele	date aproximative, neconcludente	Clasă de materiale. Set de materiale	date aproximative	Un singur material	Date exacte	
e pro	Procesare				snpc		
Cerinț	Toate procesele	date aproximative, neconcludente	Tipuri de procese	date aproximative	Un singur proces	Date exacte	Pro
	Proiectare						
	Clarificarea cerințelor	Dezvoltarea arborelui structural al cerințelor	Dezvoltarea modelului	Simulări	Optimizarea produsului	Optimizarea proceselor	

Tabelul 2.1. Schemă simplificată de selecție-proiectare-procesare

În stadiul II al proiectului, cel de prototip, accentul se pune pe determinarea formei și dimensiunilor produsului, folosind metode inginerești de calcul. În acest stadiu se va decide clasa de materiale și tipurile de procese de producție asociate ce urmează a fi utilizate. Se pot lua în calcul în acest stadiu de exemplu clase de aliaje și prorietățile tipice ale acestora.

În stadiul al III-lea al proiectului, cel al optimizării produsului și al proceselor de producție se va alege un singur material și un singur itinerar de fabricație. Accentul se va pune pe micșorarea toleranțelor critice, pe optimizarea procesului de fabricație și a produsului final, pe minimizarea costurilor de fabricație, etc. Soluțiile propuse vor avea la bază calcule exacte și riguroase, toate având ca scop final reducerea costurilor.

O altă abordare a problemei presupune adoptarea deciziilor în ceea ce privește selecția materialelor în patru pași:

Pasul I. Plecând de la cerințele produsului se va lua o decizie privind clasa materialului (metal, plastic, ceramică, sticlă, compozit etc).

Pasul II. Se va determina dacă produsul se va obține prin turnare sau prin deformare sau așchiere. În cazul materialelor plastice se va determina dacă materialul va fi un termoplastic sau un material termorigid.

Pasul III. Se va îngusta baza de selecție a materialului prin alegerea unor seturi de materiale (aliaje) care să corespundă cerințelor pentru produs și celor tehnologice.

Pasul IV. Se va alege materialul final. În această etapă pot fi selectate materiale pentru diferite aplicații ale aceluiași produs (e.g. aplicații alimentare, farmaceutice, militare etc).

2.2 Matrici decizionale în selecția materialelor

Scopul oricărei activități de selecție a materialelor o constituie alegerea celui mai bun material pentru o aplicație (o sumă de cerințe) dată. Uneori procesul de selecție este simplu, pentru că în aceste cazuri cerințele aplicației nu sunt conflinctuale sau sunt în număr mic. Totuși, în marea majoritate a cazurilor cerințele aplicației sunt conflinctuale ori materialul trebuie să satisfacă cerințele unor clase diferite de aplicații (e.g. aplicații mecanice, electrice, chimice etc). Metodele de evaluare matriciale a materialelor forțează compararea materialelor prin prisma proprietăților acestora în comparație cu cele solicitate sau cu cele ale contracandidatelor. Fiecare proprietăților acestora în comparație cu raterialelor și va include un grad mai mare sau mai mic de subiectivism, care nu poate fi exclus în totalitate. Subiectivismul procesului de selecție apare din alegerea proprietăților alese în evaluare, din evaluarea parametrilor de modulare a proprietăților de material, etc.

Avantajele metodelor matriciale de evaluare a materialelor sunt:

- permit evaluarea organizată a materialelor permițând luarea în calcul a tuturor proprietăților și cerințelor pentru produsul final;
- îmbunătăţesc înţelegerea relaţiilor de interdependenţă dintre proprietăţile conflictuale ceea ce poate duce la găsirea unei soluţii alternative mai bune, ce probabil nu ar fi fost luată în considerare în absenţa acestei evaluări (e.g. cerinţe precum rezistenţa la coroziune ridicată şi preţ de cost scăzut sunt conflictuale, o soluţie aplicabilă ar putea fi placarea sau acoperirea unui material ieftin cu un material rezistent la coroziune);
- asigură urme trasabile ale procesului de selecție a materialului;
- se pot aplica în orice situație, în primele două stadii ale dezvoltării unui produs;
- asigură participarea la decizie a tuturor factorilor implicați;
- sunt flexibile, de exemplu, depășirea unor cerințe minimale putând fi cuantificată proporțional sau în bloc (de tip trece / nu trece);
- permit inginerilor proiectanți să modifice impactul unei proprietăți asupra funcționalității produsului final.

Limitările metodelor matriciale de evaluare a materialelor sunt:

- deciziile nu sunt complet obiective, stabilirea impactului proprietăților materialelor asupra funcționalității produsului este un proces subiectiv;
- este esențială construcția corectă a matricii de evaluare a materialelor, o matrice de proprietăți nu trebuie construită pentru a întări o decizie precedentă ci pentru a căuta o soluție optimă a unei probleme;
- lipsa, insuficiența sau incorectitudinea datelor privitoare la proprietățile materialelor poate duce ușor la rezutate eronate.

Activitatea de selecție a materialelor presupune utilizarea unor concepte precum *alternative* sau materiale contracandidate, *criterii* ce pot fi definite ca proprietățile sau caracteristicile materialelor care urmează a fi evaluate și *potențialul de evaluare* ce definește importanța proprietății sau caracteristicii de material în luarea deciziei. Criteriile de evaluare pot evolua de la fazele incipiente ale proiectului în sensul rafinării. În cazul în care ca urmare a

evaluărilor și testelor efectuate se modifică potențialul de evaluare al proprietăților de material este indicat a se reevalua și lista alternativelor.

2.2.1. Metoda proprietăților ponderate

Metoda proprietăților ponderate este o metodă prin care se încearcă alegerea materiului optim pentru o aplicație atunci când este necesară luarea în calcul a unei mulțimi de proprietăți. Fiecărei proprietăți sau cerințe îi este asociată o pondere, pondere care este, teoretic, dependentă de importanța ei, ponderea costituind o măsură a importanței proprietății sau cerinței de material pentru aplicația respectivă. În cazul proprietății "j", a materialului "i", valoarea proprietății ponderate, $\Pi_{i,j}$ se calculează prin multiplicarea ponderii proprietății respective, α_j , cu valoarea numerică a aceleeași proprietăți "j" a materialului "i", P_{i,j}.

$$\Pi_{i,j} = \alpha_j \cdot P_{i,j} \tag{2.1}$$

Din necesitatea separării importanței proprietății cu preponderență după valoarea ponderii ei pentru aplicația respectivă și după valoarea relativă a proprietății la alternativele luate în considerare se obișnuiște scalarea valorii proprietații "j", a materialului "i" la valoarea maximă sau minimă a seriei respective. Evident, scalarea se va face la maximul seriei "j" dacă maximul proprietății este cel dezirabil, și la minimul seriei dacă minimul este cel dezirabil. Astfel valoarea scalată a proprietății "j" a materialului "i", se calculează cu una din relațiile:

$$S_{i,j} = \frac{P_{i,j}}{P_{\max j}}$$
(2.2)

$$S_{i,j} = \frac{P_{\min j}}{P_{i,j}}$$
(2.2')

În acest moment valoarea absolută a diferitelor proprietăți nu va modifica ponderea proprietății în aplicație, evitându-se astfel însumarea unor proprietăți cu valori numerice de ordinul G (e.g. modul de elasticitate) cu proprietăți cu valori numerice subunitare (e.g. alungirea la rupere). Așadar, are valoare practică valoarea proprietății ponderate, scalate la maximul sau minimul seriei:

$$\Pi'_{i,j} = \alpha_j \cdot S_{i,j} \tag{2.1'}$$

Pasul următor, în construcția matricii de decizie este calcularea factorilor de pondere α_j prin metode cât mai obiective. De altfel, cheia succesului unei decizii corecte în selecția materialului este calcularea ponderii specifice proprietății sau cerinței de material pentru aplicația dată. Pentru calcularea ponderii proprietăților există două abordări practice:

- abordarea sistematică;
- abordarea empirică.

Abordarea sistematică presupune determinarea ponderii proprietăților, α_j , folosind logica deciziilor, [4]. Conform acestei metode se determină numărul total de comparații între importanța celor n proprietăți considerate pentru cele m materiale, ca fiind:

$$l = \frac{n \cdot (n-1)}{2} \tag{2.3}$$

Se compară ulterior proprietățile, dupa principiul "fiecare cu fiecare", prin comparații obținându-se rezultate de tipul 0 sau 1, 1 pentru proprietatea sau cerința considerată mai importantă și 0 pentru proprietatea considerată mai puțin importantă. Pentru ușurința calculelor se obișnuiește ca această comparație să se facă în interiorul unei matrici de tipul (n, l) unde fiecare rând va reprezenta o proprietate din cele n, iar fiecare coloană va reprezenta o comparație din cele l (tabelul 2.2).

Tubera 220 metera de acteminare a pondem proprietação					
Proprietatea Comparația	1	2		l	Σ
1	1	1			Σ_1
2	0				Σ_2
		0			Σ_{j}
n				1	Σ_{n}
Σ	1	1	1	1	l

Tabelul 2.2. Metoda sistematică de determinare a ponderii proprietăților

Prin însumarea pe verticală și orizontală a comparațiilor obținem pe verticală numai valoarea 1, cu excepția coloanei de însumare a rezultatelor pe orizontală unde trebuie să obținem valoarea *l*. La însumarea pe orizontală vom obține ponderea nenormată a proprietății "j", Σ_j . Reiese imediat valoarea ponderii, α_j , calculată cu relația:

$$\alpha_j = \frac{\Sigma_j}{l}$$

(2.4)

Metoda abordării sistematice are avantajul obiectivității, fiind o metodă unde ponderile proprietăților și cerințelor de material specifice aplicației se calculează, exact, matematic, intervenția inginerului de material fiind redusă. Tocmai această exactitate a metodei abordării sistematice îi conferă pe lângă cel mai mare avantaj (cel al obiectivității) și cel mai mare dezavantaj, cel al inflexibilității metodei. Rigiditatea metodei este cu atât mai evidentă cu cât numărul de proprietăți este mai mic sau cu cât ierarhia proprietăților este mai evidentă.

Metoda abordării empirice presupunerea utilizării unor ponderi cu valori "verificate" de-a lungul timpului de experiența respectivei case de proiectare. Aceste valori reprezintă suma unor calcule intuitive, efectuate pentru o aplicație dată. Aceste evaluări au un grad mare de subiectivism și evident, sunt purtătoare de inexactități. Totuși, reglarea fină a acestor ponderi este posibilă datorită marii flexibilități a metodei. Astfel, dacă există dorința de continuă perfecționare și îmbunătățire a calității actului de proiectare a produselor, prin cumularea experiențelor anterioare și a experimentărilor continue, valorile ponderilor α_j , pot fi calculate astfel încât să ducă la soluția optimă a aplicației.

Pasul următor îl constituie construcția matricii de proprietăți sau cerințe, matrice care pentru cele m materiale și n proprietăți va fi o matrice de tip (n,m). După determinarea maximului (sau minimului, după caz) a fiecărei serii de proprietăți se trece la matricea de proprietăți scalate $S_{i,j}$. Se calculează indicele de performanță γ_i al materialului "i" cu relația:

$$\gamma_i = \sum_{j=1}^n \alpha_j \cdot S_{i,j} \tag{2.5}$$

Întrucât scopul selecției materialului este obținerea nu numai a unor produse mai bune, dar și mai ieftine, se introduce mărimea, M_i, numită cifra de merit a materialului "i" calculată cu relația:

$$M_i = \frac{\gamma_i}{C_t \cdot \rho} \tag{2.6}$$

unde: γ_i este indicele de performanță al materialului i;

 C_t este costul total al materialului pe unitatea de masă (include costurile de material, costurile prelucrărilor, costuri logistice și de mediu, etc);

 ρ este densitatea materialului respectiv.

Uneori, se obișnuiește a utiliza în cazul unor aplicații evidente costul pe unitatea de proprietate, C, relația 2.6, devenind:

$$M_i = \frac{\gamma_i}{C} \tag{2.6'}$$

relație în care C se determină cu ajutorul unor relații ce sunt specifice aplicației respective. În cazul rezistenței electrice, costul pe unitatea de proprietate, C_i, a materialului "i" se determină cu ajutorul relației:

$$C_i = \frac{C_{m,i}}{\rho_{m,i} \cdot \rho_{e,i}} \tag{2.7}$$

unde: $C_{m,i}$ este costul pe unitatea de masă a materialului "i";

 $\gamma_{m,i}$ este densitatea masică a materialului "i";

 $\rho_{e,i}$ este rezistivitatea electrică a materialului "i".

2.2.2. Metode arborescente cu grafuri

Similar metodei proprietăților ponderate, metodele arborescente cu grafuri încearcă să stabilească optimul pentru o aplicație dată luând în calcul mai multe proprietăți și cerințe de material. În decursul timpului au fost dezvoltate mai multe tehnici matriciale de evaluare a materialelor cu grade de complexitate și sensibilitate diferite. Pe măsura dezvoltării tehnicii de calcul și a abilității inginerilor de a folosi cu ușurință softuri cu grad de complexitate crescut una dintre metodele cele mai moderne de evaluare matricială este metoda arborescentă multinivel propusă de Pahl și Beitz, [5]. Această metodă presupune utilizarea mai multor nivele de evaluare a proprietăților și caracteristicilor de material permițând sistematizarea cerințelor aplicațiilor complexe. Principiul de utilizare este "importat" din teoria matematică a grafurilor, pe fiecare nivel al arborelui suma potențialelor locale fiind egală cu unitatea, iar potențialele globale se obțin prin înmulțirea potențialului local cu cel global imediat superior din care derivă. Fiecărei proprietăți sau caracteristici de material îi este atribuit un calificativ, cu valori întregi cuprinse între 0 și 10, după cum urmează (tabelul 2.3):

Calificativul	Valoarea		
0	Fără nici o valoare		
1	Inadecvat		
2	Slab		
3	Tolerabil		
4	Adecvat		
5	Satisfăcător		
6	Bun cu defecte minore		
7	Bun		
8	Foarte bun		
9	Superior cerințelor		
10	Ideal		

 Tabelul 2.3. Scala de valori Pahl și Beitz

 Calificatiuni
 Valoarea

Deși metoda de evaluare propusă de Pahl și Beitz este simplă și ușor de implementat, din dorința de a micșora gradul de subiectivism asociat metodei și creșterea contribuției potențialelor locale la decizia finală, propunem modificarea modului de acordare a calificativelor astfel:

pentru proprietățile pentru care valoarea maximă este cea dezirabilă (e.g. R_m, K_{IC}, A_r), calificativul proprietății "j", a materialului "i", se va calcula cu formula:

$$C_{i,j} = \frac{P_{max,j} + P_{i,j}}{2 \cdot P_{max,j}}$$

$$(2.8)$$

unde: *C_{i,j}* este calificativul proprietății "j" a materialului "i";

P_{max,j} este valoarea numerică maximă a proprietății "j", luând în considerare toate materialele evaluate;

P_{i,j} este valoarea numerică a proprietății "j", a materialului "i".

 pentru proprietățile pentru care valoarea minimă este cea dezirabilă (e.g. densitatea, rezistivitatea electrică, coeficientul de dilatare termică), calificativul proprietății "j", a materialului "i", se va calcula cu formula:

$$C_{i,j} = \frac{P_{min,j} + P_{i,j}}{2 \cdot P_{i,j}}$$
(2.8')

unde: *C_{i,j}* este calificativul proprietății "j" a materialului "i";

P_{min,j} este valoarea numerică minimă a proprietății "j", luând în considerare toate materialele evaluate;

P_{i,j} este valoarea numerică a proprietății "j", a materialului "i".

Așa cum se observă din relațiile 2.8, răspunsul $C_{i,j}$ este neliniar, dar strict monoton, la o valoare jumătate sau dublă față de valoarea maximă/minimă a proprietății evaluate calificativul obținut fiind 0.75, iar în cazul valorii maxime/minime calificativul obținut fiind 1. În tabelul 2.4 sunt calculate valorile $C_{i,j}$ pentru rapoarte între $P_{i,j}$, $P_{max,j}$, și $P_{min,j}$ în serii de puteri ale lui 2, până la 2^{-10} , respectiv 2^{10} .

În acest moment, putem scrie calificativul final al materialului i ca fiind:

$$C_i = \sum_{j=1}^n v_j \cdot C_{i,j}$$

unde: C_i este calificativul final al materialului i; v_i este potențialul global al proprietății j.

(2.9)

$\frac{P_{i,j}}{P_{max,j}}$	Ci,j	$\frac{P_{i,j}}{P_{min,j}}$	Ci,j
1	1	1	1
0,5	0,75	2	0,75
0,25	0,625	4	0,625
0,125	0,5625	8	0,5625
0,0625	0,53125	16	0,53125
0,03125	0,515625	32	0,515625
0,015625	0,5078125	64	0,5078125
0,0078125	0,50390625	128	0,50390625
0,00390625	0,501953125	256	0,501953125
0,001953125	0,500976563	512	0,500976563
0,000976563	0,500488281	1024	0,500488281

Tabelul 2.4 Valorile C_{i,j}

Analog modului în care se determină ponderile proprietăților în cazul metodei proprietăților ponderate, valorile locale ale potențialelor pot fi determinate atât prin metoda abordării sistematice a deciziilor, fie prin metoda abordării empirice. Și în cazul metodelor arborescente cu grafuri, cheia deciziei corecte a selecției materialului constă în alegerea corectă a potențialelor locale. Spre deosebire de metoda proprietăților ponderate unde în cazul abordării empirice valorile factorilor de pondere pot fi ușor scăpate de sub control, în cazul metodelor arborescente cu grafuri valorile potențialelor locale sunt transparente și foarte intuitive. Ușurința utilizării metodei este datorată tocmai ușurinței calculării potențialelor locale a proprietăților sau cerințelor aplicației date. Este evident că și în acest caz efortul permanent depus în direcția îmbunătățirii calității produsului sau reducerii costului precum și experiența acumulată a inginerului proiectant vor duce la rafinarea valorilor potențialelor. De altfel, o metodă recomandabilă de optimizare și verificare a deciziilor este cea a varierii potențialelor până are loc balansul, adică provocarea artificială a schimbării deciziei. Astfel vor fi înțelese mai bine implicațiile alegerii valorilor potențialelor. Este de asemenea recomandabilă simularea (calculul) costurilor totale și a timpul de viață estimat pentru mai multe alternative.

Au fost construiți arborii de evaluare a materialelor pentru elementul rezistiv, tub, materialul izolator al rezistorului și terminali, grafurile acestor arbori fiind prezentate în figurile 2.2 – 2.5. Se remarcă în figura 2.2 că decizia pentru alegerea materialui optim pentru elementul rezistiv nu depinde doar de proprietățile și caractersticile materialului ci devine o funcție definită ca o combinație liniară de proprietăți și caracteristici, inclusiv de costuri ponderate. În mod analog în figurile 2.3-2.5 se observă caracteristicile de optimizare a deciziei de alegere a materialelor pe baza funcțiilor de transfer propuse. Valorile potențialelor globale și locale au fost determinate în funcție de contribuția caracteristicii respective la funcționalitatea componentei respective a rezistorului electric. În cazul în care materialele considerate în vederea analizei de optim presupun procesări diferite (inclusiv cu viteze de procesare diferite, nu numai ca tip de proces diferit, e.g. viteza liniară de sudare automată WIG a tubului exterior al rezistorului) se vor lua în calcul și costurile diferite ale procesării.

În cazul materialului izolator coeficientul de variație a rezistivității cu temperatura este negativ și de aceea vom considera valoarea minimă a modului acestei mărimi. De asemenea minime vor fi și valorile pentru dimensiunea medie de granule în cazul materialului izolator și coeficientul termic de transfer termic prin conducție în cazul terminalilor. Este evident că pentru toate cazurile se va considera valoare dezirabilă valoarea minimă a costului.





Figura 2.3. Graful arborelui de decizie pentru tubul rezistorului.



Figura 2.5. Graful arborelui de decizie pentru terminali.

2.3. Materiale pentru fabricarea elementului rezistiv

Elementul rezistiv constituie partea activă a rezistorilor electrici. Elementul rezistiv este constituit dintr-un fir spiralat prin care trece un curent electric (figura 2.6). Întrucât prin elementul rezistiv trece un curent electric, din motive de siguranță în exploatare este necesar ca acesta să fie fixat pe suporți izolatori, de obicei ceramici. Din punct de vedere constructiv, rezistorii electrici pot fi înveliți sau nu. Acest lucru duce la o primă selecție diferențiată a materialului folosit la elementul activ al rezistorului electric: la rezistorii cu elementul activ expus direct la coroziunea la temperatura înaltă la care funcționează rezistorilor înveliți această precauție nu mai este atât de stringentă, întrucât stratul de material izolator din jurul acestuia îi asigură o protecție minimală. O altă cerință pentru materialele folosite la elementele rezistive este ca rezistivitatea electrică să fie constantă pe un interval cât mai larg de temperatură. În general, este necesar ca materialul folosit la elementul folosit la elementul activ al rezistorilor electrici să respecte următoarele cerințe:

- rezistență mare la căldură (să reziste timp îndelungat la oxidare, la temperatura de regim, și, câteodată, la acțiunea altor gaze, precum, SO₂)
- coeficientul de variație al rezistivității electrice cu temperatura în intervalul de temperaturi de funcționare să aibă o valoare cât mai mică
- să prezinte proprietăți tehnologice ridicate (să poată fi tras ușor în fire și benzi, firele să poată fi ușor înfășurate în spirale și să aibă o tenacitate ridicată)
- să prezinte o bună sudabilitate
- coeficientul de dilatare termică să fie cît mai apropiat de cel al terminalilor, și, în plus, de o valoare cât mai mică
- să aibă o temperatură de topire cât mai ridicată
- să aibă o rezistivitate ridicată astfel încât să producă un efect Joule ridicat
- să aibă un cost cât mai redus.



Figura 2.6. Element rezistiv în rezistor electric învelit

Rezistența la oxidare a metalului și la acțiunea altor gaze depinde de următorii factori:

- stabilitatea oxizilor sau a altor produse de coroziune a gazelor formați pe suprafața metalului. Pentru metalele nenobile stabilitatea oxizilor formați între 20 și 1300°C este foarte mare.
- densitatea peliculei de oxizi care se formează pe suprafața metalelor. Daca volumul molecular al oxidului este mai mare decât cel al metalului, atunci oxidul formează un strat continuu și dens. Dacă volumul molecular al oxidului este mai mic decît cel al metalului atunci oxidul va forma un strat poros.
- rezistența mecanică a peliculei de oxizi
- coeficientul de difuzie al oxigenului în oxid
- coeficientul de difuzie al oxidului în metal

Tabelui 2.5. Rata de coroziune a metalelor la temperatura camerei			
Motolul	Rata de coroziune la expunere în aer normal		
Wietaiui	urban exprimată în µm/an		
Alamă	0÷5,08		
Aliajele cuprului	0÷5,08		
Aliajele nichelului	0÷5,08		
Aluminiu	0÷12,70		
Argint	<2,54		
Aur	<2,54		
Fier	25,40÷203,20		
Molibden	<2,54		
Oţeluri inoxidabile	0÷5,08		
Oțeluri cu siliciu	0÷5,08		
Platină	<2,54		
Plumb	0÷5,08		
Tantal	<2,54		
Titan	<2,54		
Zinc	0÷12,70		
Zirconiu	<2,54		

- coeficientul de difuzie al metalului în oxid.

Tabelul 2.5. Rata de coroziune a metalelor la temperatura camere

La temperatura camerei, 20°C, metalele prezintă următoarele ratele de coroziune prezentate în tabelul 2.5, [9]. Totuși, rata de coroziune depinde puternic de temperatură, variația vitezei de coroziune în oxigen pur cu temperatura (în condiții normale de presiune) pentru câteva elemente metalice fiind prezentată în figura 2.7., [10].



Figura 2.7. Viteza de oxidare în oxigen [g/m²h] a unor metale în funcție de temperatură [°C]

În general, la temperaturi cuprinse între 100 și 1000°C, wolframul, cuprul și fierul se oxidează de aproximativ 10 ori mai rapid decât nichelul și cromul. Această comportare se explică ușor ținând cont de comportamentul stratului de oxid. În cazul oxidului de wolfram și a celui de molibden, stratul de oxid se volatilizează ușor sub formă de fum. Odată evaporat stratul de oxid, oxigenul are posibilitatea să atace din nou metalul. Oxizii de fier, oxizii de cupru și cei

de cobalt sunt permeabili la difuzia oxigenului permiţând acestuia să atace în continuare metalul. Prin contrast, oxizii de nichel, crom și aluminiu formează un strat dens și stabil de oxid, strat impermeabil atât la difuzia oxigenului cât și la cea a metalului. Acest lucru determină o bună rezistență la oxidare până la temperatura de topire a metalului. În tabelul 2.6 sunt prezentate condițiile de utilizare a metalelor pure ca elemente rezistive pentru încălzire. Principalul motiv pentru care nu se folosesc metale nealiate ca material pentru elementele rezistive este faptul că rezistivitatea variază puternic cu temperatura, în intervalul 20 ÷ 500°C, rezistivitatea crescând de până la 4 ori. Pentru a menține o temperatură ridicată și constantă, o rezistivitate variabilă cu temperatura impune o sursă de tensiune de curent variabil și controlat, lucru inacceptabil din punct de vedere economic. Materialele care respectă cel mai bine cerințele referitoare la proprietățile pentru elementele rezistive sunt:

- aliaje de tip Ni-Cr;
- aliaje de tip Ni-Cr-Fe;
- aliaje de tip Fe-Cr-Al;
- aliaje de tip Cu-Ni;
- aliaje Ni-Cr-Si.

În tabelul 2.6 sunt prezentate condițiile de utilizare a metalelor pure ca elemente rezistive pentru încălzire.

2.3.1. Aliajele de tip Ni-Cr

Aliajele de tip Ni-Cr sunt aliajele cele mai des folosite de industria producătoare de elemente rezistive datorită excelentelor proprietăți precum:

- rezistență mare la oxidare inclusiv la temperaturi înalte;
- rezistență electrică mare.

Din diagrama de echilibru a sistemului binar Ni-Cr [11], prezentată în figura 2.8 se observă că limita de solubilitate a cromului în nichel, în stare solidă, scade cu temperatura, înregistrând valoarea maximă de 47% Cr la 1343°C, iar cea minimă de aproximativ 32% Cr, la 20°C.



Figura 2.8. Diagrama de echilibru Ni-Cr, [11]

Metalul	Densi tatea [g/cm³]	Punctul de topire [°C]	Rezistivi tatea electrică [Ωmm²/m]	Coeficientul liniar de temperatură al rezistenței în intervalul 20100°C [mΩ/Ω°C]	Coeficientul de dilatare termică în intervalul 20100°C [µm/m°C]	Condițiile în care metalul poate fi utilizat ca material rezistent la căldură
Aluminiu	2,6989	660,37	0,0265	4,2	23,6	Sârma oxidată poate fi întrebuințată în aparate de uz casnic, la temperaturi ale sârmei cuprinse în intervalul [20°C, 550°C].
Fier	7,87	1535	0,0971	5,7	11,7	Spirale pentru uscătoare, spiralele trebuie încălzite maxim până la 300÷400°C.
Molibden	10,22	2617	0,052	4,3	4,0	Spirale pentru cuptoare, funcționând în vid, hidrogen, vapori de alcool. Încălzirea spiralelor se face până la temperaturi de 1200÷1500°C.
Nichel	8,902	1453	0,0723	6,1	13,3	Spirale pentru cuptoare și etuve, cu temperatura maximă a spiralelor 800÷900°C. La temperatura de 1000°C, apar fenomene de oxidare accelerată pe marginea grăunților.
Platina	21,45	1772	0,1064	2,5	8,9	Spirale de sârmă și benzi subțiri pentru cuptoare, funcționând în aer până la 1350÷1400°C. La temperaturi ce depășesc 1400°C are loc vaporizarea puternică a platinei.
Wolfram	19,25	3410	0,0565	5,5	4,6	Spirale pentru cuptoare, funcționând în vid, hidrogen, vapori de alcool. Încălzirea spiralelor se face până la temperaturi de 1500÷1800°C.

 Tabelul 2.6. Condițiile de utilizare a metalelor pure ca elemente rezistive pentru încălzire.

Alioiul		Compozi	ția (%)	I	Rezistivitatea	Coeficier rezis	ntul de tempe tivității (μΩ/	eratură al Ω·°C)	Temperatura	Observații
Allajui	Ni	Cr	Altele	Impuritați	$(\rho \cdot mm^2 / m)$	20÷100	20÷400	20÷1000°	de regim (°C)	Observații
ASTM-Alloy B 80- 20 Nicr	77÷79	19÷20	Fe 0÷1 Mn 0÷2,5 Si 0,75÷1,5 C 0÷0,25	S,P	1,12	1,1÷1,3	0,8÷1	0,3÷0,7	1150°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin ASTM B 344
Chronin	83	17	-	S,P	1,04	1,5	1÷1,5	0,8÷1,1	1100°	UNS N06625
CrNiSi	70÷80	10÷20	Si 3÷4 Mn 0,1÷2 C 0,4÷0,6	S,P	1,09	0,8÷1,1	0,3÷0,7	0,2÷0,4	1050°	Relativ uşor prelucrabil şi ieftin DIN E 17742
CrNiTi	70÷80	10÷20	Ti 1,5	S,P	1,05	1,1÷1,3	0,8÷1	0,3÷0,7	1150°	EN 10090
Cromel A (Crom- Nichel 4)	70÷80	20÷21	Fe 0÷1,5 Mn 0,5÷2	S,P	1,05	1,1÷1,3	0,8÷1	0,3÷0,7	1150°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin UNS N06003
Ni75Cr17Cu	75	17	Cu 5 Al 2,0 Ag 1,0	S,P	1,07	1,5	0,2÷0,45	0,1÷0,3	1150°	Foarte uşor prelucrabil, cel mai scăzut coeficient de temperatură. DIN E 17742
Nicrom 20-80	76÷79	19÷21	Fe 0÷5	S,P	1,07	1,1÷1,3	0,8÷1	0,3÷0,7	1100°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin DIN E 17742
Nicrom EHN 80	73÷76	20÷23	Fe 1÷5	S,P	1,11	1,5	1÷1,7	0,9÷1,2	1050°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin DIN E 17742
Nikrothal 80	78÷80	18÷21	Fe 1,25 max Mn 0.5÷1	C,S,P	1,09	1,01÷1,3	1,03÷1,1	1,07÷1,1	1150°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin UNS N06609
Nikrothal 60	68÷70	28÷30	Fe 1,25 max Mn 0.5÷1	C,S,P	1,11	1,03÷1,3	1,03÷1,11	1,07÷1,21	1150°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin UNS N06609
X20 H80	75÷78	20÷23	Fe 3,3 max Mn 1,5	C,S,P	1,07÷1,12	1,7	1÷1,5	0,9÷1,1	1100°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin GOST 10994

 Tabelul 2.7. Aliaje Ni-Cr folosite la elementele rezistive

A 1% - % - 1		Compozi	ția (%)	T	Rezistivitatea	Coeficier rezis	ntul de tempo tivității (μΩ/	eratură al Ω·°C)	Temperatura	Obsorvatii
Anajui	Ni	Cr	Altele	Impurități	$(\rho \cdot mm^2 / m)$	20÷100 °C	20÷400 °C	20÷1000° C	de regim (°C)	Observații
Cromel C (Crom- Nichel 1)	60÷63	12÷13	Fe 22÷26 Mn 0,5÷2	S,P	1,09	0,23	0,20	0,15	950°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin. UNS N08001
Ghereus B7M	60÷62	13÷15	Fe 14÷16 Mn 2÷7	S,P	1,15	0,65	0,60	0,60	1050°	Uşor prelucrabil şi ieftin. GOST 10994
Ghereus D	60÷62	23÷25	Fe 9÷10 Mn 2÷3	S,P	1,10	0,30	0,35	0,80	1100°	Relativ uşor prelucrabil şi ieftin. GOST 10994
Ghereus E	50÷52	30÷33	Fe 11÷15 Mn 2÷3	S,P	1,08	0,50	0,45	0,23	1250°	Nu se poate trage în sârme și benzi subțiri. GOST 10994
Nicrom 15/10	60÷65	15÷18	Fe 22	S,P	1,12	0,44	0,45	0,40	950°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin. UNS N08001
Nicrom EHN 60/15	55÷61	18	Fe 18÷27	S,P	1,09	0,25	0,22	0,18	1000°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin. EN 17740
Rezisto-Permalloy	70	10÷12	Fe 19	S,P	1,11	0,42	0,41	0,40	800°	Uşor prelucrabil şi ieftin.EN 17740
Nikrothal 40	35	18÷21	Fe rest Mn 0.5÷1	C,S,P	1,04	0,64	0,58	0,58	1100°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin UNS N06609
X15 H60	55÷61	15÷18	Fe 19÷28 Mn 1,5	C,S,P	1,09÷1,12	0,24	0,22	0,19	950°	Uşor prelucrabil şi ieftin. GOST 10994

Tabelul 2.8. Aliaje Ni-Cr-Fe folosite la elemente rezistive

În practică, nu se admit aliaje Ni-Cr cu un continut de Cr mai mare de 32%, întrucât, desi, prin mărirea conținutului de crom, crește rezistența la oxidare, crește foarte mult și duritatea aliajului, astfel încât prelucrarea devine dificilă. În aliajul de crom nichel se poate introduce mangan în cantitate de 1÷2%, ca dezoxidant și ca element care fărâmițează cristalizarea primară, astfel uşurând laminarea și forjarea. În unele cazuri, manganul se poate introduce în cantități mai mari 3÷4% sau 5÷8%, cu scopul de a mări rezistivitatea aliajului. Alți dezoxidanți sunt admiși în cantități mult mai mici: aluminiul până la 0,2%, iar siliciul până la 1,0%. Conținutul normal de aluminiu este 0,02÷0,10%, iar al siliciului de 0,2÷0,5%. Carbonul este considerat dăunător, conținutul acestuia variind între 0,04 și 0,07%. Sulful este foarte dăunător deoarece formează pe marginile grăunților un eutectic de sulf. Conținutul de sulf nu trebuie să depășească 0,02÷0,03%, la un conținut de 0,05% sulf, durata de funcționare scăzând brusc. Fosforul mărește fragilitatea și poate fi admis până la 0,05%. Molibdenul se introduce în cantități de 1÷2%, iar câteodată 5÷10% pentru mărirea stabilității termice și a rezistenței la temperaturi foarte mari, aliajele cu adaos de molibden întrebuițându-se în cazuri speciale, atunci când sunt necesare proprietăți mecanice mari la temperaturi înalte. La topirea în vid și la folosirea materialelor de bază pure, se obțin aliaje Ni-Cr de calitate superioară. Acestea au cea mai mare rezistență la oxidare, în special în sârme de diametru mic, în timp ce aliajele Ni-Cr cu un conținut mare de carbon, sulf, fosfor și incluziuni de zgură, se pot folosi numai pentru fabricarea benzilor groase și a sârmelor cu diametru mare.

Din multitudinea de aliaje de tip Ni-Cr (tabelul 2.7), cel mai des sunt folosite aliajele cu un conținut de Ni de 80% și 20% Cr. Unul dintre aceste aliaje folosite foarte frecvent are denumirea comercială de Nikrotal 80-20 și prezintă următoarele proprietăți fizice:

- poate fi tras în fir cu diametrul cuprins între 0,020 mm și 8,0 mm;
- rezistivitatea electrica a materialului este ρ = 1,09 Ω mm² / m;
- densitatea materialului este ρ =8,30 g / cm³;
- temperatura maximă de regim de funcționare: 1150°C;
- coeficientul de temperatură al rezistenței:

Temperatura [°C]	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000	1100	1200
C(t)	1,01	1,02	1,03	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04	1,05	1,06	1,07

compoziția chimică: Ni: 76÷78% (rest), Cr: 19÷21%, Fe: 2,0% max, Mn: 0,5÷1%, sunt considerate impurități: C, S, P; C 0,1% max, S 0,02% max, P 0,02% max, S+P: 0,03% max.

Coeficientul de temperatură al rezistenței (spre deosebire de coeficientul liniar al rezistenței, utilizat în fizică și electrotehnică) este un parametrul multiplicativ, adimensional, empiric, dependent neliniar de temperatură, utilizat foarte des în practică de către inginerii proiectanți pentru a defini creșterea rezistenței cu temperatura (ecuația 2.4).

$$\mathbf{R}(t) = \mathbf{C}t(t) \cdot \mathbf{R}_{20^{\circ} \mathrm{C}} \tag{2.10}$$

2.3.2. Aliajele de tip Ni-Cr-Fe

Așa cum se poate vedea din diagrama Ni-Fe (figura 2.9), întrucât nichelul și fierul formează o serie continuă desoluții solide, aliajele de tip Ni-Cr-Fe sunt în esență aliaje Ni-Cr, în care se introduce Fe în cantități de până la 28%, pentru a înlocui Ni, Ni fiind un element mai scump. Evident că totul are un preț, astfel că aliajele Ni-Cr-Fe pot fi folosite ca materiale pentru elemente rezistive, doar în cazurile în care temperatura maximă de regim a spirelor este de numai 1000°C. Există însă și o excepție de la această regulă, aliajul numit Ghereus E, cu o temperatură maximă de regim de 1250°C, dar acest aliaj nu se poate trage în sârme și benzi subțiri. În tabelul 2.8 sunt prezentate câteva din aliajele Ni-Cr-Fe, importante din punct de vedere al materialelor folosite la elemente rezistive. O caracteristică importantă a aliajelor Ni-Cr-Fe este faptul că

coeficientul de temperatură al rezistivității are valori de două trei ori mai mici decât cele ale aliajelor Ni-Cr.

Atât aliajele crom-nichel cât și cele crom-nichel-fier prezintă proprietăți de rezistență mecanică și tenacitate ridicate, atât la temperatura camerei, cât și la temperaturi înalte (de ordinul 800÷1000°C), ceea ce păstrează bunele proprietăți de exploatare. În prezent, datorită prețului de cost scăzut și a excelentului raport calitate/preț, aliajele crom-nichel și crom-nichel-fier sunt aliajele cele mai frecvent utilizate de către industria producătoare de elemete de încălzire pentru aplicațiile electrocasnice.

Din multitudinea de aliaje de tip Ni-Cr-Fe (tabelul 2.8), cel mai des sunt folosite aliajele cu un conținut de Ni de 60% și 14-18% Cr. Unul dintre aceste aliaje folosite foarte frecvent are denumirea comercială de Nikrotal 60 și prezintă următoarele proprietăți fizice:

- poate fi tras în fir cu diametrul cuprins între 0,020 mm și 8,0 mm;
- rezistivitatea electrica a materialului este ρ = 1,11 Ω mm² / m;
- densitatea materialului este ρ =8,20 g / cm³;
- temperatura maximă de regim de funcționare: 1150°C;
- coeficientul de temperatură al rezistenței:

Temperatura [°C]	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000	1100	1200
C(t)	1,02	1,04	1,05	1,06	1,08	1,09	1,09	1,10	1,10	1,11	1,12	1,13

compoziția chimică: Ni: 57÷60%, Cr: 14÷18%, Fe: 21-28% (rest), Mn: 0,5÷1%, sunt considerate impurități: C, S, P; C 0,1% max, S 0,02% max, P 0,02% max, S+P: 0,03% max.



Figura 2.9 Diagrama de echilibru Ni-Fe

2.3.3. Aliajele de tip Fe-Cr-Al.

Cromul, aluminiul și siliciul sunt adaosuri de aliere capabile să crească termorezistența și rezistivitatea aliajelor pe bază de fier, pe de o parte, și să micșoreze coefeicientul de temperatură al rezistivității pe de altă parte. Cromul și nichelul formează cu fierul o serie continuă de soluții solide (cromul soluții α , nichelul peste 30% soluții γ), aluminiul și siliciul sunt solubile în fierul

 α până la 33, respectiv 16%. Cromul se introduce de obicei până la 20÷25%, însă se pot prelucra și aliajele cu 30÷35% Cr. Aluminiul poate să ajungă în aliajele fără carbon până la 12÷13%, însă, de obicei, conținutul de aluminiu nu depășește 5÷7%. Siliciul este admisibil până la 2÷3%, la un conținut mai mare de siliciu aliajele nu se mai pot prelucra la rece prin trefilare. În general cu cât conținutul de siliciu est mai mic cu atât crește prelucrabilitatea la rece, dar scad proprietățile electrice și cele de rezistență la căldură. Siliciul și aluminiul sunt elementele din aliajele Fe-Cr-Al care influențează cel mai puternic rezistența electrică și coeficientul de temperatură al rezistenței electrice. Ca adaosuri care îmbunătățesc proprietățile electrice se pot introduce și câteva procente de cupru și mangan. În unele aliaje Fe-Cr-Al se introduce cobaltul în procent de 3÷5%. Elementele de aliere admise în aliajele Fe-Cr-Al pentru mărirea rezistenței la căldură sunt: vanadiul, molibdenul wolframul și titanul, dar introducerea acestor elemente de aliere mărește costul aliajelor peste pragul admisibil pentru încorporarea în produse de larg consum. Analog aliajelor Ni-Cr, prezența C înrăutățește termorezistența a aliajelor Fe-Cr-Al. În figura 2.10 este prezentat colțul dinspre fier al diagramei ternare Fe-Cr-Al, fiind trasate curbele rezitivității electrice la 20°C în funcție de compoziția chimică, [12].

Uzual se folosesc aliajele Fe-Cr-Al cu un conținut de 15÷40% Cr și 4÷7% Al, adică cu un rapot de 4÷5 între conținutul de crom și cel de aluminiu. Aceste aliaje au o foarte bună rezistență la căldură datorită peliculei dense de oxid de crom. Rezistența la căldură a aliajelor Fe-Cr-Al crește odată cu creșterea conținutului de aluminiu și crom, dar, în același timp crește duritatea și fragilitatea acestora, scăzând proprietățile de prelucrare. Aliajele Fe-Cr-Al se pot împărți în trei grupe:

- sărac aliate (12÷15% Cr, 3,5÷4,5% Al)
- mijlociu aliate (22÷30% Cr, 4÷7% Al)
- bogat aliate (35÷38% Cr, 8÷10% Al)



Figura 2.10 Rezistivitatea electrică [$\mu\Omega$ ·cm] în funcție de compoziția chimică, [12].

În tabelul 2.9 sunt prezentate aliajele Fe-Cr-Al cu importanță practică pentru rezistențele electrice de încălzire. Se observă că aliajele mediu aliate pot fi utilizate până la temperaturi de 1350°C, rezistența la căldură a acestor aliaje fiind mai bună decât cea a aliajelor Cr-Ni sau Fe-Cr-Ni.

O caracteristică negativă a aliajelor Fe-Cr-Al o constituie creșterea rapidă a mărimii de grăunte și micșorarea tenacității la temperatura camerei după încălzirea la 900÷1000°C. Din această cauză, spiralele elementelor rezistive de încălzire, după prima ardere, nu trebuie supuse la nici o acțiune mecanică în stare rece, îndreptarea, răsucirea și orice alte operațiuni trebuie făcute numai la temperaturi de 300÷400°C.

Din multitudinea de aliaje de tip Fe-Cr-Al (tabelul 2.9), cel mai des sunt folosite aliajele cu un conținut de Cr de 22% și 5% Al. Unul dintre aceste aliaje folosite foarte frecvent are denumirea comercială de Kanthal D și prezintă următoarele proprietăți fizice:

- poate fi tras în fir cu diametrul cuprins între 0,020 mm și 8,0 mm;
- rezistivitatea electrica a materialului este ρ = 1,35 Ω mm² / m;
- densitatea materialului este ρ =7,25 g / cm³;
- temperatura maximă de regim de funcționare: 1300°C;
- coeficientul de temperatură al rezistenței:

Temperatura [°C]	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000	1100	1200
C(t)	1,02	1,04	1,05	1,06	1,08	1,09	1,09	1,10	1,10	1,11	1,12	1,13

 compoziția chimică: Cr: 20,5÷23,5%, Al: 4,8%, Fe: 73,4-70,4% (rest), sunt considerate impurități: Mn: 0,5% max, C 0,08% max, Si 0,7% max.

2.3.4. Aliajele de tip Cu-Ni.

Aliajele de tip Cu-Ni se pot studia pe diagrama de echilibru binară, Cu-Ni, fig. 2.11.a. și 2.11.b. Cuprul și nichelul sunt elemente ce formează o serie continuă de soluții solide, Ni fiind solubil total în Cu. Aliajele de tipul soluțiilor solide au avantajul că rezistivitatea electrică este mai mare decât a elementelor care o compun, fiind maximă într-un interval de concentrații din jurul valorii de 50% Ni. De asemenea, coeficientul de temperatură al rezistivității electrice variază continuu cu concentrația, fiind mai mic decât al elementelor ce compun soluția solidă, valoarea minimă obținându-se într-un interval cuprins între 35 și 52% Ni, fig. 2.12, [14].



Figura 2.11.a. Zona de temperaturi înalte a diagramei de echilibru Cu-Ni [14].

În aliajele de tip Cu-Ni se mai introduc ca elemente de aliere: Mn în procentaj de 1÷3%, Fe până la maxim 0,5%. În aliajele Cu-Ni sunt considerate impurități următoarele elemente, având o limită maxim acceptabilă după cum urmează: C 0,1%, S 0,005%, P 0,005%, Al 0,05%, Mg 0,05%, Zn 0,01%. Proprietățile mecanice ale aliajelor Cu-Ni sunt puternic dependente de temperatură, acestea scăzând brusc la peste 300°C. În practică, aliajele Cu-Ni se folosesc ca materiale rezistive pentru rezistorii electrici cu temperaturi de regim scăzute. În tabelul 2.9. sunt prezentate câteva aliaje Cu-Ni.

Alioiul		Compozi	ția (%)	Impurități	RezistivitateaCoeficientul de temperatură al $(\Omega \text{ mm}^2 / \text{m})$ rezistivității ($\mu\Omega/\Omega.^\circ$ C)			Temperatura	Observatii	
Anajui	Cr	Al	Altele			20÷100 °C	20÷400 °C	20÷1000° C	de regim (°C)	Obser vaşır
Kanthal A-1	20,5÷2 3,5	5,8	Si 0,7 max Mn 0,4 max Fe rest	C 0,08% max	1,45	0,23	0,20	0,15	1400°	Foarte uşor prelucrabil şi ieftin. EN 17470
Kanthal AF	20,5÷2 3,5	5,3	Si 0,7 max Mn 0,4 max Fe rest	C 0,08% max	1,39	0,65	0,60	0,60	1300°	Uşor prelucrabil şi ieftin. EN17470
Kanthal D	20,5÷2 3,5	4,8	Si 0,7 max Mn 0,5 max Fe rest	C 0,08% max	1,35	0,30	0,35	0,80	1300°	Relativ uşor prelucrabil şi ieftin. EN 17470
Alkrothal 14	14÷16	4,3	Si 0,7 max Mn 0,5 max Fe rest	C 0,08% max	1,25	0,50	0,45	0,23	1100°	Nu se poate trage în sârme și benzi subțiri. EN 17470

Tabelul 2.9. Aliaje Fe-Cr-Al folosite la elemente rezistive



Figura 2.11.b. Zona de temperaturi joase a diagramei de echilibru Cu-Ni, [14].



Figura 2.12. Variația cu concentrația masică de Ni a proprietăților electrice, [12].

Din multitudinea de aliaje de tip Cu-Ni (tabelul 2.10), unul dintre aliajele cel mai des utilizate este aliajul cu un conținut de Ni de 23% și 1,5% Mn. Aceste aliaj are denumirea comercială de Cuprothal 30 și prezintă următoarele proprietăți fizice:

- poate fi tras în fir cu diametrul cuprins între 0,020 mm și 8,0 mm;
- rezistivitatea electrica a materialului este $\rho = 0.3 \Omega \text{ mm}^2 / \text{m}$;
- densitatea materialului este ρ =8,9 g / cm³;
- temperatura maximă de regim de funcționare: 400°C;
- coeficientul de temperatură al rezistenței:

compoziția chimică: Ni: 23,0%, Mn: 1,5%, Cu: rest, sunt considerate impurități: C 0,08% max, S 0,005% max, P 0,005% max, Al 0,05% max, Mg 0,05% max.

2.3.5. Materiale folosite la elemente rezistive pentru temperaturi ultra-înalte

În cazul în care este necesară utilizarea rezistorilor electrici pentru obținerea unor temperaturi ultra-înalte se folosesc elemente rezistive construite din materiale nemetalice. Sunt folosite, în principal, două clase de materiale pentru acest tip de aplicații:

- elemente rezistive din disiliciură de molibden (MoSi2)
- elemente rezistive din carbură de siliciu (Si2C)

Pentru fiecare din aceste clase de materiale există variații de la materialul ce definește clasa, pentru a optimiza comportarea elementelor rezistive pentru o aplicație dată (temperatură, atmosferă, durata ciclului, durata de viață).

2.3.5.1. Elemente rezistive din disiliciură de molibden (MoSi₂)

Disiliciura de molibden se utilizează, în mod frecvent, la fabricarea elementelor de încălzire pentru cuptoare, dar, actualmente există un interes crescut în utilizarea acestui material în aplicații structurale destinate temperaturilor ridicate [24], [25], [26]. Motivul constă în caracteristicile dezirabile care sunt: punctul de topire ridicat, densitatea relativ redusă, rezistența bună la oxidare, conductivitate termică relativ bună și conductivitate electrică bună [25].

Cermeții sunt materiale care combină ductilitatea, rezistența și alte proprietăți valoroase ale metalelor la temperaturi ridicate, cu caracteristicile materialelor ceramice oxidice și neoxidice.

MoSi₂ este un produs care are proprietatea de a fi sfărâmicios în condiții de temperatură normală. Odată cu creșterea temperaturii, datorită creșterii granulației, scade rapid rezistența mecanică a bisiliciurii de molibden, ceea ce face ca în astfel de condiții MoSi₂ să devină inutilizabilă. Pentru ca acest produs să poată fi folosit în aplicații recomandate de caracteristicile sale valoroase, la confecționarea pieselor pe bază de MoSi₂, se folosesc diferite adaosuri, cu rolul de a frâna procesul de creștere a granulelor la temperatură înaltă. Cermeții cu MoSi₂ intră în categoria materialelor multifazice, compozite.

Temperatura de topire a $MoSi_2$ este de aproximativ 2030 °C, comparativ cu temperatura de topire de 1340 °C a superaliajelor pe bază de Ni (tabelul 2.11) [27], [28].

Proprietatea	MoSi ₂	Superaliaje pe bază de Ni
Densitatea, g/cm ³	6,25	8,9
Temperatura de topire, °C	2030	1340 °C
Pazistanta la avidara	nônă la 1500 °C	Până la 1175 °C neacoperit
Rezistența la oxidare	palla la 1500°C	Până la 1230 °C acoperit
Conductivitates termică W/cm K	0,635 la 20°C	0,108 la 20°C
Conductivitatea termica, w/em/K	0,285 la 1100°C	0,288 la 1100°C
Coeficientul de dilatare termică, 10 ⁻⁶ °C ⁻¹	8,5 la 1200 °C	10 la 1200 °C
Modulul de elasticitate, GPa	380	131

Tabelul 2.11 Compararea proprietăților MoSi₂ cu cele ale superaliajelor pe bază de Ni [27], [28]

Temperatura de topire ridicată constituie un avantaj imens față de superaliajele pe bază de Ni în ceea ce pivește aplicațiile în fabricarea turbinelor cu gaze, deoarece temperatura de funcționare a acestora conduce la eficiența turbinelor și reducerea radiațiilor.

Densitatea relativ scăzută ($6,5 \text{ g/cm}^3$) comparativ cu cea a superaliajelor pe bază de Ni ($8,9 \text{ g/cm}^3$) este un avantaj important în folosirea acestui material la fabricarea turbinelor, datorită necesității densității scăzute [27].

Rezistența bună la oxidare a $MoSi_2$ rezultă din abilitatea de a forma un strat protector de SiO_2 în suprafață în contact cu oxigenul.

		Compozi	ția (%)		Rezistivitatea	Factor	ul de temper	atură al	Tomporatura	
Aliajul	Cu	Ni	Altele	– Impurități	$(\Omega \cdot \mathrm{mm}^2 / \mathrm{m})$	100 °C	200 °C	300°C	de regim (°C)	Observații
Cuprothal 5	rest	2.2	-	C 0,08% max	0.05	1.11	1.25	1.40	300°	
CuNi2	rest	2	-	C 0,08% max	0.04	1.11	1.25	1.40	300°	
Cuprothal 10	rest	6	-	C 0,08% max	0.1	1.06	1.11	1.19	300°	
CuNi6	rest	6	-	C 0,08% max	0.1	1.06	1.11	1.19	300°	
Cuprothal 15	rest	11	-	C 0,08% max	0.15	1.035	1.07	1.11	400°	Factorul de temperatură al rezistivității la t=400°C 1.15
CuNi10	rest	10	-	C 0,08% max	0.135	1.047	1.085	1.13	400°	
Cuprothal 30	rest	23	Mn 1,5	C 0,08% max	0.3	1.02	1.03	1.04	400°	Factorul de temperatură al rezistivității la t=400°C 1.06
CuNi23Mn	rest	23	Mn 1,5	C 0,08% max	0.3	1.02	1.03	1.04	500°	
CuNi30Mn	rest	30	Mn 3	C 0,08% max	0.42	1.01	1.015	1.021	500°	
Cuprothal 49	rest	44	Mn 1 Fe 0,5	C 0,08% max	0.49	1.002	1.002	1.001	600°	Factorul de temperatură al rezistivității la t=400°C 1.005, la t=500°C 1.017, iar la t=600°C 1.037
CuNi44	rest	44	Mn 1	C 0,08% max	0.44	1.007	1.011	1.018	300°	

Tabelul 2.10. Aliaje Cu-Ni folosite la elemente rezistive
Un alt avantaj caracteristic MoSi₂ este conductivitatea termică superioară superaliajelor pe bază de Ni la temperaturi scăzute și comparabilă cu a acestor superaliaje la temperaturi ridicate. Această proprietate permite disiparea temperaturii la o viteză mai bună decât a ceramicelor și comparabilă cu cea a metalelor.

MoSi₂ este conducător din punct de vedere electric, fapt ce îi permite să fie un dispozitiv de descărcare electrică. Această caracteristică este importantă, deoarece ceramicele convenționale nu sunt, în general, conducătoare din punct de vedere electric și nu pot fi utilizate ca dispozitive în acest sens.

O caracteristică importantă a $MoSi_2$ este tendința de a forma un strat de SiO_2 în aer [25], [29]. În cazul componentelor consolidate, abilitatea $MoSi_2$ de a forma un strat de SiO_2 în suprafață este avantajoasă, deoarece sub formă de pulbere stratul de $MoSi_2$ se formează la aproape toate tipurile de pulbere de siliciură [30]. Stratul superficial de SiO_2 din pulberi se termină la limitele de grăunți în cazul structurilor consolidate, cauzând alunecarea acestora la temperaturi ridicate. Aceasta conduce la o rezistență scăzută la fluaj la temperaturi ridicate.

Din punct de vedere al prelucrării, se poate elimina stratul nociv de oxid din microstructura componentelor consolidate prin două metode. Prima metodă este minimizarea expunerii pulberii în aer. Această metodă nu este una economică, doarece este foarte greu de evitat contactul pulberii cu aerul. A doua metodă constă în eliminarea stratului de oxid înainte de consolidare, utilizând anumite procese de curățare, cu riscul contactului cu aerul. Evitarea acestei probleme este adăugarea în procesul de elaborare a pulberii un element care să elimine formarea SiO₂. Carbonul este un candidat principal, deoarece poate reduce formarea oxidului de siliciu prin transformarea acestuia în particule de SiC, care reprezintă o fază secundară excelentă, datorită temperaturii ridicate ca material refractar, fiind și stabil termodinamic în contact cu MoSi₂ [28], [31].

 $MoSi_2$ este un important potențial material structural pentru utilizare la temperaturi ridicate în aer.

Disiliciura de molibden are o structură cristalină (a = 0,3205 nm și c = 0,7845 nm) și poate fi descris ca o linie limitrofă între structura ceramică și intermetalică, datorită faptului că legătura atomică este un amestec de legături covalente și metalice.

Elementele rezistive din disiliciură de molibden (MoSi₂) sunt elemente de încălzire utilizate în marea majoritate a cazurilor în cuptoare industriale și de laborator. Elementele din MoSi₂ pot fi folosite în aer până la temperaturi de 1850°C, putând fi folosite, de asemenea, în atmosferele protectoare uzuale. O altă caracteristică foarte utilă a acestor elemente este faptul că rezistența electrică nu crește în timp, spre deosebire de materialele din carbură de siliciu, a căror durată de viață este limitată de procesele continue de oxidare la care sunt supuse în timpul funcționării. În general aceste rezistoare includ, pe lângă MoSi₂ o componentă ce formează la temperaturile de utilizare o fază sticloasă, densă, ce protejează elementul de acțiunea corozivă a atmosferei cuptorului. Formarea acestui strat protector reprezintă motivul pentru care acest tip de element rezistiv poate funcționa tip îndelungat la temperaturi ultra-înalte fără a-și modifica caracteristicile tehnologice.

Avantajele utilizării elementelor din disiliciură de molibden sunt:

- durată de viață îndelungată, ce depășește 3-6 ani, în funcție de regimul de funcționare al cuptorului;
- costuri de întreținere scăzute, datorate faptului că elementele nu prezintă caracteristici de îmbătrânire, nefiind necesare înlocuiri neplanificate ale elementelor de încălzire;
- rezistența electrică a elementelor rămâne constantă în timp nefiind necesară creșterea tensiunii de alimentare a cuptorului pe măsura "îmbătrânirii" elementelor. De asemenea, în cazul înlocuirii unui element distrus prin acțiune mecanică, nu este necesară compensarea tensiunii pentru a fi egală cu cea aplicată elementelor vechi;
- domeniul de temperaturi utilizare a cuptorului este foarte larg: între 500 și 1850°C. Astfel, un cuptor echipat cu acest tip de elemente poate fi utilizat la o mare varietate de

procese tehnologice, utilizarea cuptorului timp îndelungat la temperaturi ultra-înalte nu va avea un efect negativ asupra elementelor de încălzire. De asemenea, cuptoarele pot fi folosite cu marea majoritate a atmosferelor protectoare întrebuințate în practică;

- elementele rezistive din disiliciură de molibden pot fi utilizate la sarcini termice mari, acestea putând depăşi 100kW/m². Această caracteristică permite proiectarea unor cuptoare cu viteză mare de creştere a temperaturii și cu sarcină mare;
- viteza mare de creștere a temperaturii și neafectarea duratei de viață de către ciclurile repetate de încălzire-răcire permite economii de energie, întrucât cuptorul poate fi oprit și repornit rapid, nefiind necesară menținerea acestuia la temperatura de lucru în perioadele în care producția a fost oprită;
- timpi scurți de indisponibilitate a cuptorului;
- la elementele de încălzire din disiliciură de molibden nu este necesară prezența unor tuburi de protecție (figura 2.13).

Elementele de încălzire din disiliciură de molibden sunt constituite dintr-un material compozit, din clasa cermeturilor. Cermeturile sunt materiale compozite cu matrice metalică și ranforsant ceramic, metalul nedepășind, de obicei, 20% procente volumice. Metalul are rolul de liant pentru ranforsant care este, de obicei, un oxid, o borură, o carbură sau alumină. Metalele cel mai des utilizate sunt nichelul, cobaltul și molibdenul. Cermeturile sunt proiectate pentru a beneficia atât de proprietățile materialelor ceramice cum ar fi: rezistența și duritate ridicate la temperaturi înalte precum și de cele ale metalelor, precum abilitatea de a suporta deformații plastice. Cermeturile cu disiliciură de molibden au matricea din MoSi₂, iar ca ranforsant un oxid ce constituie o fază sticloasă. Aceste materiale prezintă o foarte bună rezistență la oxidare datorită stratului de cuart ce se formează la suprafata elementului încălzitor, la temperaturi înalte, prin reacția oxigenului cu siliciul. Sub acest strat subțire de cuarț rămâne o siliciură de molibden mai săracă în siliciu: Mo₅Si₃. Atunci când temperatura elemntului depășește 1200°C materialul devine ductil, la valori ale temperaturii sub această valoare materialul având un comportament fragil. Stratul de cuart are abilitatea de a se autocurăța de impuritățile aderente. Dacă impuritățile respective reacționează cu cuarțul, atunci punctul de topire va avea o valoare mai scăzută, se va forma o picătură ce se va desprinde de lement si va cădea. Spontan, se va forma un nou strat de cuart.



Figura 2.13 Elemente din MoSi₂ fără tuburi de protecție utilizate la un cuptor de tratament termic, [31]

Elementele din disiliciură de molibden se pot utiliza în atmosferă oxidantă până la temperaturi de 1850°. Totuși, există mai multe calități de astfel de materiale, comercial denumite: Kanthal Super 1700, Kanthal Super 1800 și Kanthal Super 1900. Temperatura maximă de utilizare și aplicațiile acestora sunt descrise în tabelul 2.12 [31].

Elementele MoSi₂ pot fi utilizate în marea majoritate a cuptoarelor, cazul cel mai favorabil fiind cele cu atmosferă oxidantă precum cele cu aer, bioxid de carbon sau vapori de apă, dar aceste elemente pot opera și în cuptoare cu atmosferă neutră, reducătoare sau carbonificatoare. În tabelul 2.13 sunt prezentate temperaturile maxime de funcționare ale elementelor MoSi₂ în funcție de atmosfera cuptorului [31].

Tipul de element (calitatea)	Temperatura maximă de funcționare în aer	Aplicații generale
Kanthal Super 1700	1700°C	Marea majoritate a cuptoarelor industriale pentru tratamente termice, forjare, sinterizare, topirea și rafinarea sticlei.
Kanthal Super 1800	1800°C	Cuptoare de laborator, echipamente de testare și cuptoare industriale de sinterizare de temperatură înaltă.
Kanthal Super 1900	1850°C	Cuptoare de laborator, echipamente de testare și cuptoare industriale de sinterizare de temperatură înaltă.

Tabelul 2.12. Calități de MoSi₂, temperatura maximă de utilizare și aplicații generale, [31]

 Tabelul 2.13. Temperaturile maxime recomandate ale elementelor MoSi2 în funcție de atmosfera cuptorului, [31]

Elementul (calitatea)	KANTHAL SUPER 1700	KANTHAL SUPER 1800	KANTHAL SUPER 1900
Atmosfera	temperatura [°C]	temperatura [°C]	temperatura [°C]
Aer	1700	1800	1850
Azot	1600	1700	1800
Argon, Heliu	1600	1700	1800
hidrogen uscat, cu punctul de rouă -80 °C	1150	1150	1150
hidrogen umed, cu punctul de rouă 20 °C	1450	1450	1450
Endogaz (Ex. 40% N ₂ , 40% H ₂ , 20% CO)	1400	1450	1450
Amoniac cracat și parțial ars	1400	1400	1400

Rezistivitatea elementelor MoSi₂ crește relativ repede cu temperatura, fiind necesară utilizarea unor surse de tensiune cu limitarea curentului la temperaturi scăzute. Pentru a rezolva această problemă se pot folosi tiristoare limitatoare de curent în conjuncție cu transformatoare coborâtoare de tensiune, dar curentul de sarcină al acestora trebuie să fie suficient de mare astfel încât să permită cuptorului să se reîncălzească. Întrucât puterea disipată de un element cu disiliciură de molibden crește cu scăderea temperaturii, încălzirea cuptorului se face rapid (la temperaturi mici puterea disipată este mare), și, în plus nu există riscul supraîncălzirii cuptorului (la temperaturi mari puterea disipată este mică). Variația rezistivității elementelor MoSi₂ cu temperatura este prezentată în graficul din figura 2.14. Cum elementele MoSi₂ nu îmbătrânesc cu

timpul de utilizare, nu este necesar ca sursa de alimentare a cuptorului să fie prevăzută cu o rezervă de putere pentru a compensa creșterea rezistivității în timp.

Întrucât elementele MoSi₂ pot funcționa la temperaturi ultra-înalte, este posibilă proiectarea unor cuptoare cu o putere disipată (pe unitatea de suprafață a peretelui cuptorului) mai mare decât puterea disipată în cazul cuptoarelor cu elemente rezistive metalice. Ca rezultat, se obțin cuptoare cu timpi reduși de intrare în regim, și implicit, cu productivitate crescută. Puterea disipată este dependentă de poziție elementului față de perete (paralel sau perpendicular pe acesta), de temperatura de funcționare a cuptorului și de tipo-dimensiunea elementului rezistiv, așa cum se poate observa în figura 2.15 a și b [31]. În figurile 2.15, L_e este lungimea efectivă (activă) a elementului, în milimetri, iar rapoartele 6/12, 9/18 și 12/24 reprezintă raportul dintre diametrul zonei active a elementului și diametrul zonei reci (terminalului) elementului, exprimate, de asemenea, în milimetri.



Figura 2.14 Variația rezistivității elementelor MoSi₂ cu temperatura



Figura 2.15.a. Puterea disipată pe unitatea de suprafață a peretului cuptorului, în cazul elementelor plasate perpendicular pe perete, [31]

Prin comparație cu elementele rezistive metalice, elementelor MoSi₂ li se poate aplica o sarcină mai mare pe unitatea de suprafață. Acest lucru se datorează în mare parte temperaturii de regim mult mai ridicate, cât și libertății mai mari de aranjare a elementelor în cuptor, acestea putând fi așezate în spații mai restrânse datorate proceselor radiative mult mai intense decât în cazul elementelor metalice. Aceste proprietăți permit proiectanților de cuptoare să obțină densități mari de putere în zonele de interes, economisind astfel energie.



Figura 2.15.b Puterea disipată pe unitatea de suprafață a peretului cuptorului, în cazul elementelor plasate paralel cu peretele, [31]

2.3.5.2. Elemente rezistive din carbură de siliciu (SiC)

Elementele rezistive din carbură de siliciu sunt elemente de încălzire ce se utilizează în cuptoare cu temperatura de funcționare cuprinsă între 600 și 1600°C, atât în aer cât și în atmosfere controlate. Avantajele folosirii elementelor de încălzire SiC sunt:

- elementele sunt rigide atât reci cât și la temperatura de regim, nefiind necesare suporturi speciale penrtu sprijinul elementelor;
- datorită rigidității pe intregul domeniu de temperaturi, elementele pot fi montate atât vertical cât și orizontal;
- sarcina termică aplicabilă este mai mare decât în cazul elementelor metalice;
- preţ scăzut;
- costuri de maintenanță și de exploatare scăzute, întrucât elementele pot fi înlocuite în timpul funcționării cuptorului.
- Elementele de carbură de siliciu se pot obține prin două procese:
- procesul convențional de ardere a carbonului în prezența siliciului la temperaturi cuprinse între 1600 și 2500°C. La temperaturi mai mari de 2000°C se obține α -SiC cu structură hexagonală. La temperaturi mai mici de 2000° se obține β -SiC cu structură cubică cu fețe centrate. Procesul de producție a elementelor SiC presupune recristalizarea β -SiC și formarea, la temperaturi mai mari de 2000°C a cristalelor de α -SiC. Elementele astfel obținute au o structură poroasă (porozitate 25%), iar conductivitatea electrică este controlată prin impurificarea cu fier bogat în siliciu.
- procesul de sinterizare presupune arderea unui amestec de carbură de siliciu, carbon şi aditivi în prezența siliciului, la temperaturi mai mari de 2000°C pentru a forma α-SiC. α-SiC are un volum de 2,3 ori mai mare decât carbonul pe care îl înlocuieşte, obținându-se

astfel un material mai dens decât în cazul anterior și cu porozitate mult redusă (numai 8%), așa cum se poate vedea în tabelul 2.14 [10].

Datorită faptului că porii elementelor SiC produse prin sinterizare sunt închiși, gazul din atmosfera cuptorului nu poate difuza în interiorul elementului, timpul de viață crește, iar îmbătrinirea elementului este cu aproape 50% mai înceată decât în cazul elementelor produse convențional, figura 2.16, [32]. Îmbătrînirea elementelor SiC (indiferent de procedeul de procesare) se caracterizează prin creșterea rezistivității elementelor în timp, acest fenomen fiind compensat prin mărirea puterii electrice furnizate de sursa de tensiune a cuptorului. Acest fenomen de îmbătrânire necesită, deci, o rezervă de putere la proiectarea sursei cuptorului. De asemenea, este necesară împerecherea cu atenție a elementelor rezistive, în cazul înlocuirii, cele noi având o rezistență sensibil mai mică decât a celor echivalente, folosite.

 Tabelul 2.14. Proprietăți tipice ale elementelor SiC produse prin procese convenționale și prin sinterizare, [32]

Elemente produse convențional	Elemente produse prin sinterizare					
densitate: 2,30 g/cm ³	densitate: 2,85 g/cm ³					
porozitate: 25%	porozitate: 8%					
rezistența la încovoiere în 4 puncte: 50MPa	rezistența la încovoiere în 4 puncte: 100MPa					
micrografia:	micrografia:					



Figura 2.16. Variația rezistivității în timp la elementele rezistive SiC, [32].

Elementele de încălzire SiC produse prin sinterizare sunt fabricate din pulbere de înaltă puritate de α -SiC, sub formă de bare sau țevi prin extrudare urmată de recristalizare la

temepraturi mai mari de 2500°C. Această metodă de fabricație asigură o legătură puternică și uniformă între grăunții de α -SiC, dimensiunea și distribuția grăunților fiind controlată prin intermediul tratamentului termic la care este supus prefabricatul, pentru a asigura o densitate și rezistență la căldură optime.

Elementele de încălzire SiC, în mod convențional, au o zonă centrală fierbinte și două capete de rezistivitate scăzută, reci. Cum rezistivitatea zonei fierbinți este mult mai mare decât a celei reci, atunci când se aplică o tensiune cea mai mare parte a căldurii este generată în zona fierbinte. Capetele reci, ce penetrează căptușeala cuptorului rămân relativ reci și sunt sprayate pe o mică porțiune cu aluminiu pentru a forma o zonă cu rezistivitate foarte mică și a permite un contact electric bun cu conectorii de alimentare cu energie electrică. Elementele sunt produse, de regulă, în formă de I, U, W sau M, diametrele elementelor putând varia între 10 și 55 mm. În cazul elementelor rezistive cu mai multe brațe zona rece, cu rezistivitate scăzută care face legătura dintre brațele active ale elementului este constituită tot din α -SiC și este lipită în timpul procesului de recristalizare, fără alți lianți sau în timpul unor procese de sudură separate, neexistând tensiuni termice sau alte elemente ce ar putea limita temperatura de operare a elementului rezistiv.

Elementele de încălzire SiC prezintă caracteristicile și proprietățile electrice tipice ale particulelor α -SiC, din care sunt constituite. Curba de variație a rezistivității cu temperatura prezintă un minim la o temperatură situată în intervalul 700 ± 50°C. La temperatura camerei, rezistivitatea elementelor SiC poate fi de cateva ori mai mare decât rezistivitatea la 1000°C. Întrucât rezistivitatea la temperatura camerei a elementelor de încălzire are o dispersie foarte mare, de ordinul ± 20%, de regulă, este indicată rezistivitatea elementului la temperatura de 1000°C, întrucât rezistivitatea elementului poate fi controlata cu o foarte mare repetabilitate la temperaturi ce depășesc această valoare (figura 2.17), [32].



Figura 2.17. Curba de variație a rezistivității elementelor SiC cu temperature, [32]

Sarcina termică pe unitatea de suprafață la elementele SiC este dependentă de temperatura de funcționare a cuptorului și de tipul de atmosferă în care activează elementele. În aer, zona fierbinte a elementelor poate suporta sarcini termice de până la 11W/cm², la o temperatură a cuptorului de până la 1400°C, acestea scăzând apoi până la aproximativ 3W/cm² la 1600°C. În cuptoarele industriale sarcina termică tipică pe unitatea de suprafață a elementelor SiC este de 5÷8 W/cm², sarcină ce optimizează performanțele energetice ale elementelor. Sarcinile termice mai mari de 11W/cm² sunt posibile, dar vor avea un efect nedorit de scurtare a

timpului de viață al elementului, pus în evidență mai ales la elementele cu porozitate mare, fabricate prin procedeele convenționale.

2.4. Materiale pentru fabricarea terminalilor

Terminalii sunt componentele rezistorilor electrici pentru încălzire care realizează contactul electric între elementul rezistiv și restul circuitului electric ce alimentează cu energie electrică rezistorul în cauză (figura IV.1). Diametrul terminalului se alege în funcție de diametrul spiralei, iar lungimea terminalului se alege în funcție de puterea și temperatura elementului rezistiv, astfel încât extremitatea exterioară a terminalului, unde are loc contactul electric dintre terminal și mașina pe care este instalat elementul să fie rece. Imbinarea dintre spirală și terminal se face printr-o sudură în puncte produsă de o mașină de sudat electrică.



Figura 2.18. Terminalul unui rezistor învelit

Din motive tehnologice terminalii sunt de două tipuri: inferiori și superiori. Această diferențiere se face în funcție de poziția superioară sau inferioară pe care o are terminalul atunci când tubul elementului încălzitor este supus operațiunii de umplere cu oxid. Terminalul superior are la capătul exterior tubului o mică agățătoare care este utilă la operațiunea de umplere prin vibrație a tubului.

Prin natura funcționalității sale terminalul trebuie să aibă următoarele caracteristici:

- să aibă o rezistivitate electrică scăzută, astfel încăt, în terminal, efectul Joule al curentului electric să fie minim;
- să aibă o conductivitate termică mică, astfel încât să transmită circuitului electric o cantitate minimă de energie termică de la elementul activ al rezistorului.
- să aibă o bună sudabilitate cu oțelurile rezistente la căldură pentru a realiza un contact electric ferm cu acestea;
- să aibă un coeficient de dialatare termică apropiat de cel al materialului din care este fabricat elementul rezistiv pentru a nu deteriora sudura în urma ciclurilor repetate de funcționare;
- să aibă o foarte bună prelucrabilitate mecanică și să se preteze la procese automatizare și robotizare;
- să aibă un comportament ductil;
- să aibă un preț de cost cât mai redus.

Materialele care răspund cel mai bine cerințelor enunțate pentru terminali sunt oțelurile pentru automate. Oțelurile pentru automate sunt oțeluri care se prelucrează usor pe mașini automate fiindcă dau așchii fragmentate, calitate bună a sprafeței si forțe mici, având un conținut ridicat de sulf și fosfor. Compoziția chimică a oțelurilor pentru automate cel mai frecvent utilizate este dată în tabelul 2.15.

Marca otelului /			Compoz	ziția chimică [%]		
standardul	С	Mn	Si	S	Р	Altele
11SMn30/ EN 10087 (1998)	<0.14	0.9÷1.30	< 0.05	0.27÷0.33	<0.110	-
C10RG2/ DIN 17111 (09/80)	<0.15	0,30÷0,80	<0.40	0,080÷0,120	<0,050	-
11SMnPb30/ EN 10087 (1998)	<0,14	0,90÷1,30	<0,05	0,270÷0,330	<0,110	Pb: 0,200÷0,350
11SMnPbTe30	<0,14	0,90÷1,30	<0,05	0,270÷0,330	<0,110	Pb: 0,200÷0,350 Te: 0,025÷0,05
11SMnPbBiTe30	<0,14	0,90÷1,30	<0,05	0,270÷0,330	<0,110	Bi: 0,050÷0,080 Pb: 0,200÷0,350 Te: 0,025÷0,05
10S20/ EN 10087 (1998)	0,07÷0,13	0,70÷1,10	0,15÷0,40	0,150÷0,250	<0,060	-
15SMn13/ EN 10087 (1998)	0,12÷0,18	0,90÷1,30	<0,40	0,80÷0,180	<0,060	-
35S20/ EN 10087 (1998)	0,32÷0,39	0,70÷1,10	<0,40	0,150÷0,250	<0,060	-
46S20/ EN 10087 (1998)	0,42÷0,50	0,70÷1,10	<0,40	0,150÷0,250	<0,060	-
11SMn37/ BS EN 10087 (1999)	<0,14	1,00÷1,50	<0,05	0,340÷0,400	<0,110	-
11SMnPb37/ BS EN 10087 (1999)	<0,14	1,00÷1,50	<0,05	0,340÷0,400	<0,110	Pb: 0,200÷0,350
11SMnPbTe37/ EN 10087 (1998)	<0,14	1,00÷1,50	<0,05	0,340÷0,400	<0,110	Pb: 0,200÷0,350 Te: 0,025÷0,05
11SMnPbBiTe37	<0,14	1,00÷1,50	<0,05	0,340÷0,400	<0,110	Bi: 0,050÷0,080 Pb: 0,200÷0,350 Te: 0,01÷0,02
35SPb20/ EN 10087 (1998)	0,32÷0,39	0,70÷1,10	<0,40	0,150÷0,250	<0,060	Pb: 0,150÷0,350
46SPb20/ EN 10087 (1998)	0,42÷0,50	0,70÷1,10	<0,40	0,150÷0,250	<0,060	Pb: 0,150÷0,350
60SPb20	0,57÷0,65	0,70÷1,10	0,10÷0,30	0,180÷0,250	<0,060	Pb: 0,150÷0,350
38SMn28/ EN 10087 (1998)	0,35÷0,40	1,20÷1,50	<0,40	0,240÷0,330	<0,060	-
38SMnPb28/ EN 10087 (1998)	0,35÷0,40	1,20÷1,50	<0,40	0,240÷0,330	<0,060	Pb: 0,150÷0,350
44SMn28/ EN 10087 (1998)	0,40÷0,48	1,30÷1,70	<0,40	0,240÷0,330	<0,060	-
44SMnPb28/ EN 10087 (1998)	0,40÷0,48	1,30÷1,70	<0,40	0,240÷0,330	<0,060	Pb: 0,150÷0,350
36SMn14/ EN 10087 (1998)	0,32÷0,39	1,30÷1,70	<0,40	0,100÷0,180	<0,060	-
36SMnPb14/ EN 10087 (1998)	0,32÷0,39	1,30÷1,70	<0,40	0,100÷0,180	<0,060	Pb: 0,150÷0,350

Tabelul 2.15. Compoziția chimică a unor oțeluri pentru automate

Marca oțelului /	Compoziția chimică [%]							
standardul	С	Mn	Si	S	Р	Altele		
SAE 1117/ ASTM A 29-99: ASTM A								
108-99; ASTM A	0,14÷0,20	1,00÷1,30	-	0,080÷0,130	<0,030	Si ¹		
SAE 1137/ ASTM								
A 29-99; ASTM A	0 32±0 39	1 35±1 65	_	0.080÷0.130	<0.030	Si ¹⁾		
108-99; ASTM A 311-95	0,52÷0,59	1,55.1,05		0,000 0,120		SI		
SAE 1215/ ASTM A 29-99; ASTM A 108-99; ASTM A	<0,09	0,75÷1,05	-	0,260÷0,350	0,040÷0,090	-		
331-95 SAE 12L14/ASTM								
A 29-99; ASTM A 108-99; ASTM A 331-95	<0,15	0,85÷1,15	-	0,260÷0,350	0,040÷0,090	Pb: 0,150÷0,350		

¹⁾ Conținut posibil de Si în cazul

barelor: $\leq 0,10\%$; 0,10-0,20%; 0,15-0,35%; 0,20-0,40%;0,30-0,60% sârmelor: $\leq 0,10\%$; 0,10-0,20% sau 0,15-0,35%

Unul dintre materialele cel mai des utilizate pentru terminali este 11SMn30, material ce are următoarele proprietăți (tabelul 2.16):

Tabelul 2.16. Proprietățile mecanice ale 11SMn30

Condiția de livrare: oțel laminat la cald, netratat termic								
Grosimea [mm]	5 - 10	10-16	16-40	40-63	63-100			
Duritatea [HB]	-	-	112-169	112-169	107-154			
Rezistența la rupere [MPa]	-	-	380-570	370-570	360-520			
Condiți	a de livrare: of	țel tras la rece,	netratat termi	e				
Grosimea [mm]	5 - 10	10-16	16-40	40-63	63-100			
Limita de curgere [MPa]	min. 440	min. 410	min. 375	min. 305	min. 245			
Rezistența la rupere [MPa]	510-810	490-760	460-710	400-650	360-630			
Alungirea la rupere [%]	min. 6	min. 7	min. 8	min. 9	min. 9			

2.5. Materialul izolator

Materialul izolator al unui element încălzitor în tub este format dintr-o pulbere a unui oxid metalic. Spirala de încălzire a elementului încălzitor electric în tub trebuie să fie izolată față de tub din punct de vedere electric printr-un material izolant, care să-i permită o funcționare sigură, fără pericol de electrocutare și în același timp să satisfacă următoarele condiții:

- sa aibă o rezistivitate cât mai ridicată la temperaturi care ating uneori 1100°C;
- să posede o conductivitate termică cât mai ridicată pentru a asigura un transfer termic cât mai bun de la spirală la mediul înconjurător;
- să nu corodeze spirala (elementul activ), atât la temperaturi înalte de funcționare, cât și la temperaturile de depozitare sau staționare;
- să fie cât mai puțin higroscopic;
- să nu fie dăunător muncitorilor în procesul de fabricație;
- să permită folosirea unei tehnologii cu eficiență maximă.
- Materialele care pot fi luate în considerare sub aspectele de mai sus sunt:
- oxizii magneziului;
- oxizii aluminiului;
- oxizii siliciului;
- oxizii zirconiului;

oxizii beriliului.

În prezent, la fabricarea elementelor încălzitoare electrice, ca material izolant se folosește cu precădere oxidul de magneziu; acesta fiind un produs sintetic se caracterizează printr-un grad înalt de puritate. Ca materie primă în fabricarea oxidului de magneziu se folosește carbonatul de magneziu, care este mai întâi calcinat la temperatura de 1400°C pentru a obține α -oxid de magneziu (α -MgO). α -oxidul de magneziu este apoi topit în cuptoare cu arc electric la o temperatură de circa 2700°C, în urma acestei reacții obținându-se β -oxidul de magneziu. După măcinarea la granulația adecvată, praful este din nou ars la temperatura de 1150°C. Reacțiile chimice ce descriu procedeul sunt:

$$MgCO_3 \xrightarrow{1400^{\circ}C} \alpha MgO + CO_2$$
 (2.10)

$$\alpha MgO \xrightarrow{2700^{\circ}C} \beta MgO \qquad (2.11)$$

Rezistența electrică a β -oxidului de magneziu scade dramatic în prezența impurităților, în special a oxizilor de metal. Astfel acidul silicic și oxidul de calciu înrăutățesc sensibil proprietățile electrice ale β -oxidului de magneziu. De asemenea, conținutul înalt de sulf și carbon al β -oxidului de magneziu reduc durata de viață a elementelor încălzitoare in tub, fapt pentru care conținutul de aceste elemente trebuie sa fie minim. Cantitatea maximă admisă a impurităților conținute în β -oxidul de magneziu sunt conform tabelului 2.15. Rezistența electrică a \Box -oxidului de magneziu are o importanța majoră asupra mărimii curenților de scurgere la pământ, si implicit, asupra siguranței în exploatare. Un indiciu referitor la calitatea materialului izolant îl putem obține foarte rapid măsurând densitatea prafului din tub după realizarea operației de umplere și vibrare. In cazul unui oxid de calitate superioară, densitatea masică măsurată ar trebui să fie în intervalul 2,0-2,1 g/cm3.

	. / /
Impuritate	Conc. maxim admisa
SiO ₂	2,5%
CaO	1,1%
Al ₂ O ₃	0,11%
Fe ₂ O ₂	0,15%
Fe ₂ O ₃	0,15%
Fe(δ)	0,01%

Tabelul 2.17. Concentrațiile maxim admise a impurităților în β -oxidul de magneziu

Conductivitatea termică a oxidului de magneziu are influență atât asupra temperaturii de lucru a materialului rezistiv (spirala) cât și a gradientului de temperatură existent între spirală și tub la o temperatură dată a spiralei. O conductivitate termică ridicată a materialului izolator determină o temperatură mai scăzuta a spiralei de încălzire și ca urmare o temperatură (medie) mai mică a materialului izolant. O temperatură mai scăzută a spiralei rezistive înseamnă o durată de viață mai mare a acesteia, iar o temperatură mai mică a materialului izolant înseamnă un curent de curgere la pământ mai mic, deci o mai mare siguranță în exploatare. Conductivitatea termică a oxidului de magneziu depinde de următorii factori:

- temperatura materialului izolant;
- densitatea materialului comprimat în tubul elementului încălzitor;
- granulația materialului izolant.

Proprietățile fizice ale oxidului de magneziu sunt cele din tabelul 2.18, [33].

Deși, în trecut, se folosea ca material izolator în rezistori oxidul de aluminiu, în prezent, s-a renunțat la folosirea acestuia în favoarea oxidului de magneziu, din următoarele motive:

- preț de cost echivalent;

- rezistivitate electrică mai mare de aproximativ 1000 de ori;
- conductivitate termică mai bună de aproximativ 3 ori;

- transparență în domeniul IR mult mai bună (de altfel, oxidul de magneziu monocristalin se folosește intens în optica IR, fără pretenții).

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
Greutatea molară	40.3044 g/mol				
Punctul de topire	3073 K (2800 °C)				
Punctul de fierbere	3873 K (3600 °C)				
Densitatea	3.58 kg/dm^3				
Structura	Cubică CFC				
Solubilitatea în apă	0.00062 g in 100 g apă				
Conductivitatea termică	42 W m ⁻¹ K ⁻¹ la 0 °C				
	9.84 ×10 ⁻⁶ /K la 0 °C				
Coeficientul de dilatare termică	11.7×10 ⁻⁶ /K la 500 °C				
	14.8×10 ⁻⁶ /K la 1000 °C				
Capacitatea calorică	877 J kg ⁻¹ K ⁻¹				
Constanta dielectrică	9.65 la 1 MHz				
Modulul lui Young	250 Gpa				
Modulul de forfecare	155 Gpa				
Coeficientul lui Poisson	0.18				
Dagistivitatas alastriaš	1.2×10 ¹¹ Ω·cm la 20 °C				
Rezistivitatea electrica	1×10 ⁹ Ω·cm la 600 °C				

Tabelul 2.18.	Proprietăti	fizice ale	MgO.	[33]
			0-,	

2.6. Materiale utilizate pentru fabricarea tubului (tecii)

Tubul este elementul de susținere al spiralei și al oxidului de magneziu (figura 2.19). Tubul este fabricat dintr-o gamă largă de oțeluri inoxidabile sau aluminiu într-o multitudine de tipodimensiuni, variind atât diametrul extern cât și grosimea peretelui tubului. Materialul din care se fabrică tubul se alege în funcție de temperatura de lucru și ambientul în care lucrează elementul încălzitor (apă, aer, ulei etc). Materialele uzuale folosite la fabricarea tuburilor sunt oțelurile sub formă de bandă laminată, ambalată în role. Pentru a se obține tubul, banda este mai întâi deformată la rece sub forma de tub cilindric, după care se aplică o sudură liniară, automatizată, care îmbină cele 2 margini printr-un cordon de sudură. Metoda de sudare este TIG, în atmosferă de amestec de Ar + H₂. Pentru a preveni oxidarea cusăturii, în interiorul tubului, în zona unde are loc sudura (mai exact sub baia de sudare) se injectează argon. Intrucât, după sudare tubul este supus unor operațiuni de reducere a diametrului și întindere este esențial ca sudura să se execute corect, în caz contrar vor apărea fisuri în material. După reducere, oțelul (și restul elementului încălzitor) este supus unui tratament termic, pentru a permite detensionarea și recristalizarea materialului. După acest proces elementul încălzitor rezistiv devine mai elastic.

Materialele folosite la fabricarea tuburilor rezistorilor electrici pentru încălzire trebuie să prezinte următoarele proprietăți:

- rezistență mecanică și rigiditate la temperatura de operare a rezistorului;
- rezistență la coroziune în mediul și la temperatura de operare a rezistorului;
- în cazul în care rezistorul este folosit în aplicații electrocasnice, în care tubul poate intra în contact direct cu produsele alimentare, acesta trebuie confecționat din materialele permise pentru aceste aplicații;
- prelucrabilitate mecanică ridicată;
- rezistență ridicată la oboseală, pentru a face față ciclurilor de funcționare;
- o foarte bună conductivitate termică;
- preț de cost cât mai scăzut.



Figura 2.19. Tubul unui rezistor electric învelit.

Deși conform standardele în vigoare, materialele permise pentru fabricarea tuburilor elementelor încălzitoare învelite sunt cele din tabelul 2.19. [1], astăzi se folosesc cu precădere oțeluri inoxidabile din clasa INCOLOY (aliaje Ni-Cr-Fe) și aluminiul.

Materialul A. MATERIA 1.Cupru 2. Aluminiu 3. Alamă 4. Oţel laminat la rece 5. Alpaca 6. Oţel inoxidabil ^a a. tip 302, 303, 304, 316, 321, 347 b. tip 309S c. tip 310 d. tip 403, 405, 410, 416, 501 e. tip 430 f. tip 442 g. tip 446 7. Aliaje de nichel ^b a. Alloy 400 b. Alloy 600 c. Alloy 800 d. Alloy 825 e. Alloy 840 8. Fontă B. MATERIAI Materiale nemetalice ^c ^a După desemnarea American Iron and Steel Institu	Temperatura maximă				
Materialui	°C	°F			
A. MATERIAI	LE METALICE				
1.Cupru	177	350			
2. Aluminiu	266	500			
3. Alamă	399	750			
4. Oțel laminat la rece	399	750			
5. Alpaca	538	1000			
6. Oţel inoxidabil ^a					
a. tip 302, 303, 304, 316, 321, 347	760	1400			
b. tip 309S	816	1500			
c. tip 310	871	1600			
d. tip 403, 405, 410, 416, 501	649	1200			
e. tip 430	704	1300			
f. tip 442	760	1400			
g. tip 446	816	1500			
7. Aliaje de nichel ^b					
a. Alloy 400	482	900			
b. Alloy 600	982	1800			
c. Alloy 800	927	1700			
d. Alloy 825	593	1100			
e. Alloy 840	927	1700			
8. Fontă	649	1200			
B. MATERIALI	E NEMETALICE				
Materiale nemetalice ^c	Conform specifica	țiilor de material			
^a După desemnarea American Iron and Steel Institut	e (AISI)				
^b După desemnarea American Society of Mechanica	l Engineer (ASME)				
^a Include, dar nu este limitat la, materiale polimerice	, bucșe, șaibe, garnituri, etar	nșări și altele de acest			
tip					

Tabelul 2.19. Materiale pentru fabricarea tuburilor elementelor încălzitoare învelite, [1]

De asemenea, este indicată, prin standarde, [1], și grosimea minimă a materialului din care este confecționat tubul pentru a asigura o minimă rigiditate elementului și a nu pune în pericol siguranța utilizatorului, mai ales ca elementele încălzitoare învelite au ca destinație finală produsele electrocasnice de larg consum. Valorile indicate în tabelul 2.20 sunt valori minime, dar nu suficiente. Producătorul este obligat să verifice dacă tubul elementului încălzitor învelit va face față solicitărilor mecanice la care poate fi supus în timpul exploatării, chiar la temperatura de funcționare.

Compoziția chimică a unor aliaje pentru fabricarea tuburilor elementelor încălzitoare învelite este cea din tabelul 2.21, [9], [17].

tubume elementeror medizitoare invente							
Aplicatio	Grosimea minimă						
Aplicația	mm	Inch					
Încălzirea suprafețelor	0.41	0.016					
Cuptoare sau încălzirea spațiilor (electrocasnice staționare)	0.41	0.016					
Cuptoare sau încălzirea spațiilor (electrocasnice portabile)	0.33	0.013					
Alte aplicații decât cele menționate anterior, cu elementele încălzitoare protejate contra avarierii mecanice	0.33	0.013					

Tabelul 2.20. Grosimea minimă acceptată pentru materiale din care se confecționează tuburile elementelor încălzitoare învelite

Fabelul 2.21.	Co	mpoz	ziția	chimica	ã a	unor	aliaje	metal	ice f	olosite	la fabrica	irea
	1	• 1	1	. 1	^	U1 .	^	1		E 1 7 1		

r	tuburnoi elementeioi meaizitoare invente, [9], [17].									
Materialul		1		Co	mpoziția chii	nică [%]		1		
Materialui	С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S	Alte		
AISI 302	0.15	2.00	1.00	17.0÷19.0	8.0÷10.0	0.045	0.03	-		
AISI 303	0.15	2.00	1.00	17.0.10.0	<u> </u>	0.20	0.15	$0 \in M_{2}$		
	0.15	2.00	1.00	17.0÷19.0	8.0-10.0	0.20	min	0.0 100		
AISI 304	0.08	2.00	1.00	18.0÷20.0	8.0÷10.5	0.045	0.03	-		
AISI 316	0.08	2.00	1.00	16.0÷18.0	10.0÷14.0	0.045	0.03	2.0÷3.0 Mo		
AISI 321	0.08	2.00	1.00	17.0÷19.0	9.0÷12.0	0.045	0.03	5x%C min Ti		
AISI 347	0.08	2.00	1.00	17.0÷19.0	9.0÷13.0	0.045	0.03	10x%C min Nb+Ta		
AISI 309S	0.08	2.00	1.00	22.0÷24.0	12÷15	0.045	0.03	-		
AISI 310	0.25	2.00	1.50	24.0÷26.0	19.0÷22.0	0.045	0.03	-		
AISI 403	0.15	1.00	0.50	11.5÷13.0	-	0.04	0.03	-		
AISI 405	0.08	1.00	1.00	11.5÷14.5	-	0.04	0.03	0.10÷0.30 Al		
AISI 410	0.15	1.00	1.00	11.5÷13.0	-	0.04	0.03	-		
AISI 416	0.15	1.25	1.00	12.0÷14.0	-	0.04	0.03	-		
AISI 501	0.10	1.00	1.00	4.06.0		0.04	0.03	0.40÷0.65 Mo		
	min	1.00	1.00	4.0 · 0.0	-	0.04	0.05	0.40 - 0.05 1010		
AISI 430	0.12	1.00	1.00	16.0-18.0	-	0.04	0.03	-		
AISI 442	0.20	1.00	1.00	18.0÷23.0	-	0.04	0.03	-		
AISI 446	0.20	1.5	1.00	23.0÷27.0	-	0.04	0.03	0.25 N		
400/ B.S.	0.12	0.90÷	0.10÷	0.20	0.30	0.020	0.020	0.04 Al; 0.25 Cu;		
3606 (92)	0.12	1.20	0.35	0.20	0.50	0.020	0.020	0.10 Mo; 0.025 Sn		
Inconel Alloy										
600	0.05							6.0÷10.0 Fe; 0.30 Al;		
(NiCr15Fe/	÷0.1	1.00	0.50	14.0÷17.0	min 72.0	0.020	0.015	0.0060 B; 1.0 Co;		
EN 10095	0							0.50 Cu; 0.30 Ti		
(99))										
Incoloy Alloy										
800								0.15÷0.60.41·		
(X10NiCrAlT	0.12	2.00	1.00	19.0÷23.0	30.0÷34.0	0.030	0.015	$0.15 \div 0.60$ Ti		
i32-21/ EN								0.13 . 0.00 11		
10095 (99))										
Incoloy Alloy	0.02	1.00	0.50	19.5÷23.5	38.0÷46.0	0.025	0.015	0.20 Al; 1.0 Co;		

Matarialul				Co	mpoziția chii	nică [%]			
Materialui	С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S	Alte	
825	5							1.5÷3.0 Cu; 2.5÷3.5	
(NiCr21Mo/ E								Mo; 0.60÷1.20 Ti; Fe	
DIN 17744								rest	
(05/98))									
Incoloy Alloy 840	0.08	1.00	1.00	20.0	20.0	-	-	Fe rest	
	Compoziția chimică [%]								
Anaje de Al	Al	Si	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Alte	
ASME AA	99.6								
ASME AA	0	-	-	-	-	-	-	-	
1000	min								
ASME AA	08.6			0.12	1.2				
3003	96.0	-	-	0.12	1.2	-	-	-	
ASME AA	00.2				0.8				
5005	99.2	-	-	-	0.8	-	-	-	
ASME AA	08 7	0.8			0.5				
6005	90.7	0.8	-	-	0.5	-	-	-	
ASME AA	08.0	0.4			07				
6063	90.9	0.4	-	-	0.7	-	-	-	
ASME AA	98.0	0.5	_	_	0.6	_	_	_	
6101	90.9	0.5	-	-	0.0	-	-	-	

În prezent, cele mai folosite materiale pentru fabricarea tuburilor pentru elemente încălzitoare învelite sunt aliajele AISI 304, AISI 316, AISI 321, Incoloy 800, AA1060, AA3003, AA5005 și AA6005. Pentru aplicații industriale speciale se utilizează materiale mai scumpe, cum ar fi clasa de aliaje Ni-Cr-Fe care are o utilizare largă în medii petrochimice la temperaturi ridicate, [20]. Ele nu sunt rezistente numai la coroziune fisurantă sub tensiune, dar oferă și rezistență la fisurarea în acid politionic, [21]. Astfel, unele aliaje folosite în aplicațiile industriale sunt:

- Aliaj INCOLOY 800 (Fe-32Ni-21Cr) este aliajul de bază din clasa Fe-Ni-Cr, rezistent la oxidare și carburare la temperaturi ridicate;
- Aliaj INCOLOY 800HT este similar cu aliajul 800H cu unele modificări pentru a combina nivelele de Ti și Al (de la 0,85 la 1,2%) pentru a asigura proprietăți optime la temperaturi ridicate;
- Aliaj INCOLOY 801 are un conținut mai mare de Ti (de la 0,75 la 1,5%) și prezintă o excelentă rezistență la fisurarea în acid politionic;
- Aliaj INCOLOY 802 este versiunea cu un conținut ridicat de carbon (de la 0,2 la 0,5%) pentru îmbunătățirea rezistenței la temperaturi ridicate;
- Aliaj INCOLOY 825 (Fe-42Ni-21,5Cr-2Cu) este stabilizat cu Ti (de la 0,6 la 1,2%). De asemenea, conține Mo (3%) pentru rezistența la pitting în aplicațiile supuse la coroziune apoasă. Conținutul de Cu îi acordă rezistența în acid sulfuric;
- Aliaj INCOLOY 925 este versiunea aliajului 825 aliat cu Ti şi Al pentru durificarea prin îmbătrânire articifială.

Proprietățile termice ale aliajului INCOLOY 800 sunt cele din tabelul 2.22, [22].

Clasa de aliaje 800 oferă rezistență excelentă la temperaturi ridicate (rupere la fluaj și sub tensiune). Unele variante din clasa de aliaje Fe-Ni-Cr sunt:

- 20Cb3 (Fe-35Ni-20Cr-3,5Cu-2,5Mo + Nb) acest aliaj a fost dezvoltat pentru manipularea mediilor de acid sulfuric;
- 20Mo-4 și 20Mo-6 (Fe-36Ni-23-Cr-5Mo + Cu) prezintă rezistență la coroziune ridicată în mediile din industria fabricării hârtiei.

Temperatura [°C]	Conductivitatea termică [W/(m·°C)]	Coeficientul de dilatare termică [µm/(m·°C)]
20	11,5	-
100	13,0	14.4
200	14,7	15.9
300	16,3	16.2
400	17,9	16.5
500	19,5	16.8
600	21,1	17.1
700	22,8	17.5
800	24,7	18.0
900	27,1	-
1000	31,9	-

Tabelul 2.22.	Variatia proprie	ătilor termice ale alia	ajului INCOLOY 800) cu temperature, [22]
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			

Variația proprietăților mecanice ale aliajului Incoloy 800 cu temperatura sunt prezentate în tabelul 2.23. și în figura 2.20. a. și b, [76].

Tabelul 2.23. Variația proprietăților mecanice cu temperatura la Incoloy 800, [76]

Condiția de	Temperatura	Duritatea	Rezistența	Limita la curgere
nvrare	[•C]	DUIN	la rupere [Mipa]	[Mpa]
	25	138	590	250
	425	120	511	172
Desert	540	119	508	178
Recopt	650	110	405	176
	705	97	319	174
	760	66	238	149
	25	198	665	445
	425	170	583	359
Laminat la	540	161	579	361
cald	650	145	450	333
	705	120	369	323
	760	91	307	284



Figura 2.20 a. Variația cu temperatura a rezistenței la rupere și a limitei la curgere a aliajului Incoloy 800



Figura 2.20. b. Variația cu temperatura a alungirii la rupere a aliajului Incoloy 800

2.7. Aplicații pentru selecția materialelor în cazul rezistoarelor învelite

Vom considera metoda arborescentă cu grafuri pentru două aplicații uzuale ale rezistorilor electrici înveliți. În primul caz vom aplica metoda de selecție utilizând grafurile și potențialele prezentate în figurile $2.2 \div 2.5$ pentru materialele ce intră în componența unui rezistor învelit ce este destinat operării în apă, la temperaturi ale mediului ce nu vor depăși 90°C. În cel de-al doilea caz, vom rezolva aceeași problemă, în cazul unui rezistor electric învelit care este destinat funcționării în aer, astfel încât, temperatura învelișului va atinge 600°C.

Pentru prima problemă vom considera o temperatură a elementului rezistiv de 400°C, iar în cazul al doilea, vom considera temperatura elementului rezistiv 1100°C. În fiecare din cele două cazuri vom analiza proprietățile a 3 candidate și vom alege optimul. Astfel în tabelul 2.24 sunt prezentate, în ordine, pe verticală, valorile numerice ale proprietăților P_{i,j}, ale potențialelor globale v_j (preluate din graful prezentat în figura 2.2), valoarea maximă sau minimă a seriei de proprietăți P_{max,j} respectiv P_{min,j}, calificativele C_{i,j}, pentru proprietățile fiecărui material calculate conform formulelor 2.8 și calificativele finale al materialelor pentru cele 3 materiale considerate în primul caz, C_i. Calificativele finale ale materialelor C_i au fost calculate prin însumarea tuturor calificativelor C_{i,j} înmulțite cu valoarea potențialul global al proprietății respective, conform formulei 2.9. Spre exemplificare, în cazul materialului "2", Cuprothal 30, calificativul punctului de topire C_{1,2} și cel al coeficientului de transfer termic prin conducție, se calculează:

$$C_{2,1} = \frac{P_{max,1} + P_{2,1}}{2 \cdot P_{max,1}} = \frac{1150 + 1150}{2 \cdot 1150} = 1$$

$$C_{2,2} = \frac{P_{max,2} + P_{2,2}}{2 \cdot P_{max,2}} = \frac{67 + 35}{2 \cdot 67} = 0,7612$$
(2.12)

Astfel, calificativul final al materialului "2", a fost calculat folosind potențialele globale preluate din graful prezenta în figura 2.2, după cum urmează:

$$\begin{split} C_2 &= 0,05 \cdot 1 + 0,02 \cdot 0,7612 + 0,02 \cdot 0,9512 + 0,06 \cdot 1 + 0,05 \cdot 1 + 0,11 \cdot 1 + 0,09 \cdot 1 \\ &\quad + 0,0375 \cdot 1 + 0,0375 \cdot 1 + 0,0375 \cdot 1 + 0,0375 \cdot 1 + 0,2250 \cdot 09126 + 0225 \\ &\quad \cdot 1 = 0,9746 \end{split}$$

Materialul al cărui calificativ final a avut valoarea numerică cea mai ridicată este considerat materialul optim pentru aplicația respectivă. Cele 3 aliaje considerate pentru aplicația de temperaturi joase au denumirea comercială: Cuprothal 15, Cuprothal 30, CuNi10. Cele trei aliaje sunt aliaje din familia aliajelor Cu-Ni, au excelente proprietăți electrice și tehnologice, sunt materiale non-magnetice și sunt recomandate pentru aplicațiile cu temperaturi de regim scăzute.

În matricea prezentată în tabelul 2.24, în cazurile în care valorile numerice ale proprietăților în Sistemul Internațional sunt urmate de factor de multiplicare (e.g. 10-6) s-a renunțat la scrierea acestor factori. De asemenea, pentru unele proprietăți tehnologice s-au acordat calificative conform scării de valori Pahl și Beitz, prezentate în tabelul 2.3. După efectuarea calculelor a reieșit că materialul optim pentru un element rezistiv cu funcționare la temperaturi relativ scăzute este Cuprothal 30. Totuși diferența dintre Cuprothal 30 și materialele alternative avaluate este mică, sub 0,06, ceea ce înseamnă că în cazul unor indisponibilități

(2.13)

temporare sau stocuri insuficiente pot fi folosite și acestea. Compoziția chimică și proprietățile electrice ale aliajelor Cuprothal 15, Cuprothal 30 și CuNi10 au fost prezentate în tabelul 2.10.

Proprietatea	Potențialul global (v _i)	Cuprothal 15 (P1,j)	Cuprothal 30 (P2,j)	CuNi10 (P _{3,j})	$(\mathbf{P}_{\max,j})$ / $(\mathbf{P}_{\min,j})$	Cuprothal 15 (C _{1,j})	Cuprothal 30 (C _{2,j})	CuNi10 (C _{3,j})	Cuprothal 15 (C ₁)	Cuprothal 30 (C ₂)	CuNi10 (C ₃)
Punctul de topire [1]	0,0500	1100	1150	1050	1150	0,9783	1,0000	0,9565			
Coef. de tr. termic prin conducție [2]	0,0200	60	35	67	67	0,9478	0,7612	1,0000			
Coef. de tr. termic prin convecție [3]	0,0200	0,3800	0,3700	0,4100	0,4100	0,9634	0,9512	1,0000			
Coef. de tr. termic prin radiație [4]	0,0600	0,0590	0,0650	0,0550	0,0650	0,9538	1,0000	0,9231			
Rezistența la oxidare [5]	0,0500	0,0029	0,0021	0,0032	0,0021	0,8660	1,0000	0,8381			
Rezistivitatea electrică [6]	0,1100	0,1500	0,3000	0,1350	0,3000	0,7500	1,0000	0,7250			
Coef. de var. a rezist. cu temperatura [7]	0,0900	1,15	1,06	1,13	1,06	0,9609	1,0000	0,9690	0,9113	0,9746	0,9062
Tratament termic [8]	0,0375	9	9	9	9	1,0000	1,0000	1,0000			
Infășurare [9]	0,0375	9	9	9	9	1,0000	1,0000	1,0000			
Deformare plastică [10]	0,0375	9	9	9	9	1,0000	1,0000	1,0000			
Sudabilitate [11]	0,0375	8	8	8	8	1,0000	1,0000	1,0000			
Cost pe densitate masică [12]	0,2250	1,0348	1,2472	1,0293	1,0293	0,9973	0,9126	1,0000			
Cost pe rezistivitate [13]	0,2250	61,4000	37,0000	62,5185	37,0000	0,8013	1,0000	0,7959			

Tabelul 2.24. Matricea de decizie pentru elementul rezistiv la temperatură joasă

În tabelul 2.25 sunt prezentate, în aceeași ordine ca în tabelul anterior, pe verticală, valorile numerice ale proprietăților $P_{i,j}$, ale potențialelor globale v_j (preluate din graful prezentat în figura 2.2), valoarea maximă sau minimă a seriei de proprietăți $P_{max,j}$ respectiv $P_{min,j}$, calificativele $C_{i,j}$, pentru proprietățile fiecărui material și calificativele finale al materialelor pentru cele 3 materiale considerate cel de-al doilea caz, C_i .

În cel de-al doilea caz, am considerat ca potențiale candidate pentru elementul rezistiv următoarele aliaje: Alkrothal, Nikrothal 40 și Nicrom 20-80. Aliajul Alkrothal este un aliaj din familia aliajelor Fe-Cr-Al, Nikrothal 40 este un aliaj din familia aliajelor Ni-Cr-Fe, iar Nicrom 20-80 este un aliaj din familia aliajelor Ni-Cr. Compoziția chimică și proprietățile electrice ale aliajelor de tip Ni-cr și Ni-Cr-Fe au fost prezentate în tabelele 2.7 și 2.8, iar cele de tip Fe-Cr-Al în tabelul 2.9.

În ambele cazuri au fost considerate valorile minime ca fiind valori optime, valorile numerice ale următoarelor mărimi:

- rezistența la oxidare, care a fost exprimată prin viteza de coroziune, măsurată în mm / an, valorile prezentate fiind de ordinul micrometrilor pe an;
- coeficientul de variație al rezistenței cu temperatura, coeficient el însuși dependent de temperatură, a fost introdusă în tabel valoarea numerică a acestuia mediată prin integrare de la 20°C până la temperatura de 400°C în cazul aplicației de temperatură joasă și până la 1100°C în cazul aplicației de temperatură înaltă.
- costul pe densitatea masică, exprimat prin raportul dintre valoarea la cotațiile disponibile în ianuarie 2010, în euro/kg și densitatea materialului exprimată în g/cm³.
- costul pe rezistivitatea electrică, exprimat prin raportul dintre valoarea la cotațiile disponibile în ianuarie 2010, în euro/kg și rezistivitatea materialului exprimată în $\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{mm}$.

Proprietatea	Potențialul global (v _j)	Alkrothal (P _{1,j})	Nikrothal 40 (P _{2,j})	Nicrom 20-80 (P _{3,j})	$(\mathbf{P}_{\max,j}) / (\mathbf{P}_{\min,j})$	Alkrothal (C _{1,j})	Nikrothal 40 (C _{2,j})	Nicrom 20-80 (C3,j)	Alkrothal (C ₁)	Nikrothal 40 (C ₂)	Nicrom 20-80 (C ₃)
Punctuldetopire [1]	0,0500	1500	1390	1400	1500	1,0000	0,9633	0,9667			
Coef. de tr. termic prin conducție [2]	0,0200	16	13	11,3	16	1,0000	0,9063	0,8531			
Coef. de tr. termic prin convecție [3]	0,0200	0,4600	0,5000	0,4500	0,5000	0,9600	1,0000	0,9500			
Coef. de tr. termic prin radiație [4]	0,0600	0,7000	0,8800	0,8800	0,8800	0,8977	1,0000	1,0000	9656	8053	8048
Rezistența la oxidare [5]	0,0500	0,0040	0,0250	0,0083	0,0040	1,0000	0,5800	0,7400	0,9	0,	0,
Rezistivitatea electrică [6]	0,1100	1,2500	1,0400	1,0900	1,2500	1,0000	0,9160	0,9360			
Coef. de var. a rezist. cu temperatura [7]	0,0900	1,1100	1,2100	1,0500	1,0500	0,9730	0,9339	1,0000			
Tratament termic [8]	0,0375	6	9	9	9,0000	0,8333	1,0000	1,0000			

Tabelul 2.25. Matricea de decizie pentru elementul rezistiv la temperatură ridicată

Proprietatea	Potențialul global (vj)	Alkrothal (P _{1,j})	Nikrothal 40 (P _{2,j})	Nicrom 20-80 (P _{3,j})	$(\mathbf{P}_{\max,j}) / (\mathbf{P}_{\min,j})$	Alkrothal (C _{1,j})	Nikrothal 40 (C _{2,j})	Nicrom 20-80 (C _{3,j})	Alkrothal (C1)	Nikrothal 40 (C ₂)	Nicrom 20-80 (C ₃)
Infășurare [9]	0,0375	6	9	9	9,0000	0,8333	1,0000	1,0000			
Deformare plastică [10]	0,0375	6	9	9	9,0000	0,8333	1,0000	1,0000			
Sudabilitate [11]	0,0375	6	9	8	9,0000	0,8333	1,0000	0,9444444			
Cost pe densitate masică [12]	0,2250	0,9657	2,7354	3,3349	0,9657	1,0000	0,6765	0,6447791			
Cost pe rezistivitate [13]	0,2250	5,6240	20,7788	25,3945	5,6240	1,0000	0,6353	0,6107327			

În urma aplicării metodelor arborescente cu grafuri pentru alegerea optimului pentru materialul rezistiv în rezistorilor electrici înveliți rezultă că aliajele Fe-Cr-Al sunt cele optime datorită rezistivității ridicate, bunelor proprietăților termice, rezistenței la temperaturi ridicate, proprietăți anticorozive și tehnologice, dar nu în ultimul rând prețului de cost pe kilogram mai scăzut de aproximativ 3 ori decât al aliajelor pe bază de Ni. Diferența semnificativă între calificativul primului clasat și cele ale materialelor aflate pe locul 2 și 3, arată că este necesară asigurarea permanenței stocurilor cu acest material întrucât prin lipsa disponibilității acestui material, utilizarea materialelor alternative în procesul de producție va duce la diminuarea semnificativă a profitului sau chiar apariția pierderilor. Valoarea calificativului obținut de aliajul Fe-Cr-Al a fost augmentată de prețul ridicat al aliajelor ce conțin elementul Ni.

Valorile de densitate masică considerate în calculul raportului dintre cost și densitate masică, pentru materialele analizate în tabele 2.24 și 2.25 sunt prezentate în tabelul 2.26.

Tabelui 2.20. Densitatea mastea a matematerior considerate pentru serecția matematerior								
Materialul	Cuprothal 15	Cuprothal 30	CuNi10	Alkrothal	Nikrothal 40	Nicrom 20-80		
Densitatea [g/cm ³]	8,90	8,90	8,90	7,28	7,90	8,30		

Tabelul 2.26. Densitatea masică a materialelor considerate pentru selecția materialelor

Capitolul 3 TEHNOLOGII MODERNE DE FABRICAȚIE A REZISTORILOR

3.1 Descrierea procesului tehnologic de fabricație a elementului încălzitor învelit

Procesul tehnologic de fabricare a elementelor rezistive încălzitoare învelite presupune mai multe operațiuni. Fluxul tehnologic începe cu 3 procese simultane, dintre care 2 independente (figura 3.1):

- formarea tubului;
- bobinarea spiralelor;
- sudarea spiralelor pe terminali.

După terminarea celor 3 operațiuni se introduc spiralele în tub, iar apoi se face operațiunea de umplere cu oxid. După blocarea extremității superioare a tubului cu perline pentru a nu curge oxidul în afară, elementul se rulează pentru a se obține diametrul exterior și lungimea tubului cerute de aplicația finală a elementului rezistiv. Operațiunea următoare este de recoacere a elementului în vederea înmuierii oțelului pentru îndoire și arderii perlinelor. Elementul de încălzire în tub este incomplet, dar totuși funcțional. După operațiunea de recoacere, în mod normal, mai urmează operații de îndoire specifice fiecărui tip (cod) de rezistor, în funcție de aplicația finală a elementului. De asemenea, pot urma recoaceri intermediare pentru a relaxa tubul în urma operației de îndoire. Un alt gen de operații specializate în funcție de tipul rezistorului este sudarea unor terminali particulari, sudarea unor grile metalice, suporți etc. Cum aceste operațiuni au un grad înalt de specializare acestea nu constituie obiectul prezentei lucrări. Întrucât prezenta lucrare este o lucrare publică, nu sunt prezentate, de asemenea, nici punctele și strategiile de control a calității produsului.

3.1.1 Formarea tubului

Tubul se formează pe o mașină specializată numită în producție laminor de formare. Laminorul de formare este o instalație care permite obținerea tubului pentru producerea rezistențelor, pornind de la o bandă metalică plană, care este modelată, sudată, calibrată în diametru, tăiată, îndreptată și calibrată în extremitate. Banda de oțel inoxidabil sau din aliaje de nichel este predispusă în bobina cu lungimea si grosimea specifică realizării tuburilor cu diametre și lungimi specifice (figura 3.2).



Figura 3.2 Banda de oțel inoxidabil



Figura 3.1 Schema fluxului tehnologic

Analiza metalografică efectuată în secțiunea transversală a benzii a pus în evidență structurile prezentate în figurile 2.3 și 2.4, indicând o structură poliedrică, uniformă, cu granulația corespunzătoare indicelui 8, conform SR EN ISO 643: 2003 *Oţeluri. Determinarea micrografică a mărimii grăuntelui aparent.*

Banda trece prin diferite perechi de cilindri (role) ce atribuie în mod progresiv forma cilindrică (cilindrul superior prezintă o placă centrală care conduce în poziție corectă marginile tubului înspre camera de sudură). Imediat după modelarea benzii în geometrie circulară, se află un sistem de sudura cu arc electric WIG (reglat de un dispozitiv automat), care, fără contribuția materialului extern, sudează cele doua margini longitudinal pentru a obține un tub adevărat (figura 3.5). Torța de sudura este răcită de un sistem cu circuit deschis.



Figura 3.3 Microstructura platbenzii, AISI 304, MO 100x

Figura 3.4 Microstructura platbenzii, AISI 304, MO 500x



Figura 3.5 Bancul de formare a tubului

După sudură tubul este răcit cu apă la o viteză mare de răcire. Mai departe tubul trece printr-un set de role care au rolul de a calibra tubul, mai exact, se perfecționează forma cilindrică a tubului și diametrul tubului este adus în toleranțele acceptate). După aceea tubul este îndreptat pe un sistem numit "cap de turc" alcătuit din 2 serii de câte 4 role montate la 90° unele de celelalte.

Tubul este tăiat la lungimea specificată, de către bancul de taiere al laminorului, informațiile privind dimensiunea (lungimea) exactă a tubului fiind prelevate electronic de către o roata metrică. Ceea ce este cel mai important este faptul că tăierea tubului se face în mișcare, adică cuțitul execută operația de tăiere în timpul avansului tubului și apoi revine la poziția inițială, pregătit pentru un nou ciclu (figura 3.6).

Trebuie observat însă faptul că operația precedentă, chiar dacă este efectuată corect provoacă inevitabil o strivire. Capetele tubului sunt ponsoanate după tăiere, adică un cilindru conic de oțel forțează extremitățile tubului cu scopul de a reface condițiile de cilindricitate cerute. În acest moment tubul este gata pentru operațiile următoare.

Astfel, în figura 3.7 se prezintă valorea săgeții maxime a tubului în funcție de lungimea acestuia.



Figura 2.6 Mașina de debitat



Figura 3.7 Săgeata maximă în funcție de lungimea tubului

3.1.2 Formarea spiralelor

Așa cum se observă din schema fluxului tehnologic (figura 3.1), din motive tehnologice, spiralele se produc simultan cu tubul. Firul este livrat înfășurat pe role. Mașina de bobinat desfășoară firul de pe rolă și îl întinde ca urmare a trecerii prin setul de role de întindere. Forța de întindere este reglată prin intermediul rolei de frânare. Apoi, firul este înfășurat pe o mandrina de bobinare. Diametrul mandrinei de bobinare se alege în funcție de diametrul firului folosit și de diametrul spiralei propriu-zise. Astfel pentru o spirala de diametru 3 mm și un fir de 0,6 mm, se folosește o mandrină de 1,8 mm. Spirala este apoi tăiată de un cuțit acționat pneumatic la dimensiunea specifică aplicației.

În figura 3.8 se prezintă microstructura unui fir spiralat.



a) MO 100x b) MO 500x Figura 2.8 Microstructura unui fir spiralat, Kanthal D

3.1.3 Sudura terminalilor

După formare, spirala trebuie sudată la extremități cu terminalii conform schemei de mai jos (figura 3.9). Terminalii se aleg în funcție de diametrul spiralei, iar lungimea terminalului se alege în funcție de puterea elementului rezistiv, astfel încât extremitatea exterioară a terminalului, unde are loc contactul electric dintre terminal și mașina pe care este instalat elementul să fie rece.



Figura 3.9 Schema sudurii terminalilor

Aspectul și structura teminalilor se prezintă în figura 2.10.



a) aspectul unor terminali, C10



b) microstructura unui terminal din C10 acoperit cu strat de Ni, MO 500x
 Figura 2.10 Aspectul şi structura terminalilor

Mașina de sudat terminali are următoarea configurație (figura 3.11):

- 1. Vibrator circular pentru poziționarea perlinelor;
- 2. Tablou de reglare a intensității vibrației;
- 3. Ghidaj pentru introducerea perlinelor pe terminal;
- 4. Pedala de acționare a mașinii de sudare;
- 5. Tablou de reglare a maşinii de sudare;
- 6. Electrozi de sudare;
- 7. Potențiometru de reglare a presiunii de sudare.



Figura 3.11 Configurația mașinii de sudat terminali

Sudura se face folosind procedeul de sudare în puncte, cu energie înmagazinată și este realizată prin intermediul celor 2 electrozi. Calitatea sudurii este esențială întrucât forțele exercitate în timpul rulării (reducerii) asupra elementului rezistiv și implicit asupra spiralei sunt semnificative.

Aspectul și microstructura unui îmbinări spirală – terminal în secțiune longitudinală se prezintă în figura 3.12.



a) MO 5x b) MO 250x Figura 3.12 Aspectul și structura unei îmbinări terminal (C10 acoperit cu Ni) – spirală (Kanthal D)

3.1.4 Umplerea

Spirala sudată pe terminali, se introduce manual de către operatori în tub, după care elementul rezistiv este pregătit pentru umplere. Umplerea cu oxid de magneziu a tubului se face automat de către mașina de vibrat. Tipul oxidului de magneziu folosit, viteza de umplere și vibrația la care este supus elementul, au o importanță deosebită pentru procesele ulterioare. Cu cât vibrația este mai mare și viteza de umplere este mai mică, cu atât se tasează mai mult oxidul în tub. În urma rulării (reducerii) tubului lungimea finală a acestuia va depinde direct de densitatea oxidului tasat în tub, cu alte cuvinte cu cât oxidul este mai puternic tasat cu atât va fi mai lung tubul. Calitatea oxidului se definește în funcție de granulația și de densitatea acestuia. Tipul (calitatea) oxidului se alege în funcție de temperatura de lucru a elementului rezistiv și a curentului dispers (de scurgere la pământ) admis de beneficiar. Curentul dispers scade odată cu scăderea granulație, fiind minim pentru oxizii cu granulație foarte fină. De asemenea, dacă oxidul are o granulație foarte fină lungimea elementului după rulare va fi mai lungă decât dacă s- ar folosi un oxid mai puțin fin.

Aspectul final al unui element rezistiv se prezintă în figura 3.13.



Figura 3.13 Aspectul final al unui element rezistiv

3.1.5 Reducerea elementului

După ce s-a realizat umplerea elementului rezistiv cu oxid, acesta trebuie redus (rulat) pentru a tasa oxidul în interiorul tubului și pentru a aduce tubul la diametrul, lungimea, și, nu în ultimul rând, valoarea ohmică proiectată. La început elementul trece printr-un set de role, care progresiv reduc diametrul tubului la valoarea prescrisă. Parametrii procesului sunt:

- setul de role folosit;
- viteza de rulare.

Prin intermediul setului de role se controlează în mod direct diametrul final al tubului, iar prin intermediul vitezei de rulare se controlează în mod direct lungimea și valoarea ohmica a elementului. Viteza de rulare este direct proporțională cu lungimea (mai exact cu alungirea tubului) și cu valoarea ohmică (mai exact cu ΔR , unde ΔR reprezintă diferența dintre rezistența electrică a elementului rezistiv după rulare și rezistența electrică a elementului rezistiv înainte de rulare). Astfel dacă viteza de rulare este mică, atunci alungirea tubului și ΔR sunt mici, iar dacă viteza de rulare este mare, atunci alungirea tubului și ΔR sunt mari. În general, alungirea este invers proporțională cu variația diametrului tubului și direct proporțională cu ΔR , și, ca mărime de proces, cu viteza de rulare.

3.1.6 Recoacerea elementului

Ultima operațiune de formare a elementului de încălzire în tub este operația de recoacere. Există doua tipuri de recoacere, și, implicit două tipuri de cuptoare:

- cuptorul de recoacere albă, cu o temperatură maximă de 1100 °C
- cuptorul de recoacere neagră, cu o temperatură maximă de 1080 °C.

Numele procesului este luat de la culoarea elementului după terminarea procesului de recoacere. În afară de temperatură cele doua procese mai diferă prin:

- durata procesului de recoacere;
- viteza de răcire;
- amestecul de gaze folosit în cuptor.

Astfel cuptorul de recoacere albă folosește o atmosferă formată dintr-un amestec de hidrogen și azot, durata totală a procesului fiind de aproximativ o oră. Tratamentul include și o alternare a zonelor calde și reci după cum se arată în tabelul de mai jos (tabelul 3.1).

Timp	C	Timp	C	Timp	C	Timp	C
0'	32	11'	262	22'	850	33'	583
1'	98	12'	224	23'	930	34'	520
2'	323	13'	227	24'	978	35'	460
3'	617	14'	228	25'	1030	36'	410
4'	647	15'	247	26'	1062	37'	338
5'	689	16'	451	27'	1081	38'	350
6'	652	17'	374	28'	1084	39'	331
7'	634	18'	358	29'	1065	40'	313
8'	485	19'	420	30'	1013	41'	296
9	424	20'	592	31'	878	42'	275
10'	320	21'	754	32'	696	43'	266
44'	251	45'	236	46'	225	47'	221
48'	210	49'	193	50'	187	51'	176
52'	172	53'	159	54'	154	55'	146
56'	138						

Tabelul 3.1 Recoacerea albă

Cuptorul de recoacere neagră folosește un amestec de propan (sau metan) și azot, durata totală a procesului fiind de aproximativ o oră și un sfert. În acest caz nu apare alternanța zonelor calde și reci (tabelul 3.2).

Timp	С	Timp	C	Timp	С	Timp	С
0'	33	19'	971	38'	450	57'	171
1'	34	20'	1003	39'	360	58'	164
2'	34	21'	1030	40'	371	59'	158
3'	35	22'	1052	41'	357	60'	153
4'	39	23'	1070	42'	340	61'	145
5'	58	24'	1083	43'	321	62'	140
6'	541	25'	1087	44'	304	63'	134
7'	383	26'	1088	45'	289	64'	129
8'	332	27'	1079	46'	273	65'	125
9	321	28'	1063	47'	260	66'	212
10'	359	29'	1048	48'	250	67'	166
11'	481	30'	1034	49'	238	68'	120
12'	609	31'	1006	50'	228	69'	109
13'	653	32'	932	51'	217	70'	106
14'	693	33'	754	52'	208	71'	104
15'	728	34'	658	53'	200	72'	98
16'	753	35'	588	54'	192	73'	93
17'	858	36'	533	55'	185		
18'	928	37'	486	56'	179		

Tabelul 3.2 Recoacerea neagră

În ambele cazuri arderea perlinelor se face într-o incintă, numită precameră care funcționează la o temperatură mai mare de 500 °C. După tratamentul termic valoarea ohmică a elementului rezistiv crește cu aproximativ 6%. Pentru a proteja elementul împotriva umezelii, la capetele rezistorului se introduce o soluție numită prymer, soluție ce aderă atât la grăunții de oxid de magneziu, cât și la cei de INCOLOY. După recoacere elementul se stirează, adică terminalii sunt rectificați astfel încât să corespundă exact dimensiunilor prescrise. Operațiunea finală este cea de îndoire a elementului după forma și dimensiunile prevăzute în proiectul fiecărui tip (cod) de rezistor.

În tabelul 3.3 se prezintă acțiunile corective în cazul avariilor componentelor rezistorilor electrici, precum și cauzele care pot provoca aceste avarii.

	Tabelul 3.3 Intervenții în caz de avarii	
Avaria	Cauza	Acțiuni corective
Prezența inciziilor și zgârieturilor pe tub	 Nealinierea cilindrilor de formare , îndreptare , etc. Murdărirea , ruperea si / sau uzura excesiva a cilindrilor 	 Refacerea aliniamentului cilindrilor Curăţarea acestora şi eventual înlocuirea lor

Avaria	Cauza	Acțiuni corective
Cordonul de sudura neregulat, cu eventuale perforări ale tubului	 Procesul de sudura nu este corect. Dezamorsarea continuă a electrodului din cauza unei reglări defectuoase a parametrilor electrici ai arcului. Tăierea greșita a benzii, sau banda murdara. Cilindrii poziționați în camera de sudura în mod greșit, sau lipsa alinierii cilindrilor de formare Dimensiunea benzii în afara toleranței 	 Controlarea formei corecte și a poziției vârfului electrodului. Reglarea corecta a parametrilor electrici ai arcului. Înlocuirea benzii Reglarea cilindrilor camerei de sudură si a celor de formare Înlocuirea benzii
Ovalizarea tubului	 Reglarea greşita a cilindrilor Uzura cilindrilor 	 Acționarea pe perechile orizontale si verticale cu scopul de-a obține un profil circular Înlocuirea seriei de cilindri
Diametrul final în afara toleranței	 Reglarea incorectă a celor 4 perechi de cilindri de calibrare. Uzura cilindrilor 	 Acționare pe perechea de cilindri responsabilă pentru reglarea diametrului tubului Înlocuirea seriei de cilindri
Profilul tubului diferit de la un sul la celălalt	-Poziționarea incorectă a cilindrilor	- Reglarea cilindrilor cu scopul de-a obține același profil
Ruperea tubului în faza testului final	 Sudura prea uşoară sau prea puternică Amestec de gaz neadecvat Sudura în afara centrului Redresare neregulata Tăierea neregulată 	 Reglarea curentului de sudură Reglarea amestecului Centrarea electrodului Reglarea redresării Controlarea cuțitului sau a matriței de taiere
- Curent de sudura prea înalt Variația culorii în exteriorul tubului - Amestec de gaz incorect - Camera de sudura umeda		 Reglarea curentului de sudura Reglarea amestecului de gaz Curățarea si uscarea camerei
Variația culorii în interiorul tubului	 Cantitatea de argon şi/sau poziția canetei incorecte 	 Controlarea cantității de argon şi repoziționarea canetei
Strivirea exagerata a tubului în faza de taiere	 Uzura cuțitului de taiere Închiderea greșita a matriței de fixare 	 Înlocuirea / ascuțirea cuțitului Verificarea sistemului de blocaj al tubului în faza de tăiere
Prezenta exagerata a bavurii	 Matrițe de taiere uzate. Grosimea cuțitului insuficienta 	 Înlocuirea matrițelor Înlocuirea cuțitului
Prezența unei proeminențe sau lipsa de material în corespondența tăieturii	- Lipsa sincronizării șasiului de taiere cu profilarea	- Controlarea și sincronizarea sistemelor
Tub redresat în mod neadecvat	- Cilindrii de redresare murdari, reglați greșit, sau uzați - Cutia de rulmenți la intrare poziționata greșit/uzata - Curbura exagerata, ovalizarea si diametrul în afara toleranțelor	
Tuburi după redresare cu lungimi diferite	 Incorecta reglare a cilindrilor de redresare Cutia de rulmenți la intrare poziționată greșit/uzată Tăierea incorectă a tubului 	 Reglarea cilindrilor de redresare Reglarea si/sau înlocuirea cutiei de rulmenți Verificarea sistemului de protuberanță (roata metrică, centrala hidraulică) Eliminarea jocurilor si reglarea presiunii de aer

Avaria	Cauza	Acțiuni corective	
Tuburi bune selecționate ca rebuturi sau invers	 Calibrarea incorectă a bobinei de măsurare Poziționarea incorectă incorecta a bobinei de măsurare 	 Refacerea calibrării bobinei Repoziționarea bobinei 	
Calibrarea extremității tubului incorecta	- Poansoane uzate și/sau poziționate greșit	 Înlocuirea poansoanelor sau poziționarea corecta a acestora Menghine de blocaj uzate 	
Strivirea tubului în faza de calibrare a extremităților	- Presiunea prea ridicata a menghinelor de blocaj	 Reglarea presiuni relative a instalației pneumatice 	
Lipsa calibrării extremității tubului	 Presiune scăzuta a menghinelor de blocaj Uzura excesiva a menghinelor 	 Reglarea presiuni relative a instalației pneumatice Înlocuirea menghinelor 	

3.2. Tehnologia de fabricație a rezistorilor pentru temperaturi ultraînalte

3.2.1 Considerații generale privind disiliciura de molibden (MoSi2)

MoSi₂ este un produs care are proprietatea de a fi sfărâmicios în condiții de temperatură normală. Odată cu creșterea temperaturii, datorită creșterii granulației, scade rapid rezistența mecanică a bisiliciurii de molibden, ceea ce face ca în astfel de condiții MoSi₂ să devină inutilizabilă. Pentru ca acest produs să poată fi folosit în aplicații recomandate de caracteristicile sale valoroase, la confecționarea pieselor pe bază de MoSi₂, se folosesc diferite adaosuri, cu rolul de a frâna procesul de creștere a granulelor la temperatură înaltă. Cermeții cu MoSi₂ intră în categoria materialelor multifazice, compozite.



Figura 3.14 Energia de rupere funcție de temperatura de încercare a MoSi₂ pur; energia de rupere crește începând cu 800°C, indicând tranziția comportamentului fragil spre ductile, [33]

Disiliciura de molibden prezintă o rupere fragilă la temperaturi scăzute și o rupere ductilă la temperaturi ridicate. Temperatura de tranziție fragil – ductil este de aproximativ 1000 °C. Sub

temperatura de tranziție, rezistența este limitată de ruperea fragilă, iar peste temperatura de tranziție, rezistența este limitată de curgerea plastic, [14].

Ductilititatea MoSi₂ (presată la cald la temperatura de 1700 °C timp de 2 h la presiunea de 28 MPa, urmată de presarea izostatică la cald la 1700 °C timp de 90 min la presiunea de 200 MPa) prezintă o energie de rupere la încercarea la compresiune efectuată într-un interval de temperaturi cuprinse între temperatura camerei și 1000 °C conform graficului prezentat în figura 3.14, [33].

Valorile s-au calculat pe diagrama tensiune – deformație. Este evidentă tranziția de la comportamentul fragil (caracterizat de energia de rupere scăzută) la comportamentul ductil (de caracterizat de energia de rupere ridicată).

Fenomenul de oxidare numit *Pestă* se manifestă asupra MoSi₂ la temperaturi între aproximativ 400 și 600 °C. Acest fenomen a fost descoperit în 1995 de către Fitzer, [34]. *Pesta* cauzează dezintegrarea completă a MoSi₂ într-o pulbere prin formarea MoO₃ în pori și în fisurile preexistente. Acest fenomen este direct proporțional cu evaporarea MoO₃, [35]. Dezintegrarea este cauzată de modificările mari de volum la transdormarea Mo în MoO₃, corespunzând unei creșteri în volum cu 340% vol., [35]. Deoarece MoO₃ se formează în pori și în fisuri, acesta tinde să se infiltreze mai departe, în porii deschiși, cauzând mai multe fisuri și în cele din urmă, dezintegrarea completă a materialului.



Figura 3.15 Secțiune izotermică prin diagrama de faze ternară a sistemului Mo-Si-C la 1600 °C, linia întreruptă reprezentând sistemul pseudo-binar MoSi₂-C, [42]

Informațiile cristalografice importante ale fazelor prezente în sistemele Mo-Si și Mo-Si-C sunt prezentate în tabelul 3.4.

Compușii siliciului au o afinitate pentru O_2 producând silica amorfă (SiO₂), dând materialelor pe bază de Si o excelentă rezistență la oxidare. MoSi₂ formează compuși bogați de SiO₂ cu Mo și anume Mo₅Si₃, care este un compus refractar (temperatura de topire a acestuia fiind de 2160 °C) cu o structură cristalină tetragonal compactă. MoO₃ este un compus impostant în ambele sisteme, datorită importanței sale în fenomenul *Pestei*.

Faza Nowotny ($Mo_{\leq 4,8}Si_3C_{\leq 0,6}$) este un compus stoichiometric variabil prezent, în mod obișnuit, în sistemul ternar Mo-Si-C. Faza Nowotny este unul dintre produșii importanți ai

reacției dintre MoSi₂ și C. Acest fapt se regăsește în diagrama de faze ternară dezvoltată de Nowotony și al., [36], prezentată în figura 3.15.

Faza	a (nm)	b (nm)	<i>c</i> (<i>nm</i>)
MoSi ₂ , [37]	0,3205		0,7845
Mo ₅ Si ₃ , [37]	0,9648		0,491
$Mo_{\leq 4,8}Si_3C_{\leq 0,6}$, [38]	0,7286		0,5046
α-SiC, [39]	0,3073		0,1508
β-SiC, [40]	0,4360	-	-
MoO ₃ , [41]	0,7122	0,5374	0,5565

Tabelul 3.4 Informații cristalografice pentru fazele importante din sistemele Mo-Si și Mo-Si-C

3.2.2 Efectul temperaturii de prelucrare asupra MoSi2

Influența temperaturii prelucrării la cald asupra mărimii de grăunte, a tenacității la rupere, durității Vickers și a modului de rupere (trans sau intergranular) a MoSi₂ se prezintă în tabelul 3.5.

Tabelul 3.5 Influența temperaturii de prelucrare la cald asupra caracteristicilor microstructurale și a proprietăților mecanice ale MoSi₂. [30]

Temperatura de prelucrare la cald, °C	Mărimea grăuntelui, µm	Tenacitatea la rupere K _{IC} , MPa m ^{0,5}	Duritatea Vickers HV, GPa	Ruperea transgranulară, %	Ruperea intergranulară, %
1500	13,5	3,0	9,73	66,0	34,0
1600	15,3	3,6	9,87	70,9	29,1
1700	18,4	2,7	9,07	64,1	35,9
1800	20,5	3,0	9,08	67,3	32,7
1880	22,2	2,9	9,12	84,6	15,4
1920	31,9	2,3	8,92	97,0	3,0

Mărimea de grăunte crește liniar, odată cu creșterea temperaturii de prelucrare la cald, exceptând temperaturile peste 1800 °C, unde mărimea de grăunte crește rapid. Probabil aceasta a cauzat creșterea reactivității suprafeței MoSi₂ în urma evaporării SiO(g), [30]. SiO(g) este produs prin descompunerea SiO₂ la temperaturi de peste 1750 °C. Valorile tenacității și durității descresc odată cu creșterea temperaturii de prelucrare la cald până la 1600 °C.

Procentajul ruperii transgranulare crește liniar odată cu temperatura prelucrării la cald până la 1920 °C, unde crește rapid. Ruperea transgranulară se produce prin planele de clivaj mai slabe (110) în cazul MoSi₂, [43]. Peste aproximativ 1750 °C, compusul solid se formează din MoSi₂. Peste 1900 °C se formează eutecticul lichid MoSi₂-Mo₅Si₃, [44], [45]. Faza Nowotony Mo_{54,8}Si₃C_{50,6} se poate forma din compusul Mo₅Si₃.

3.2.3 Efectul carbonului asupra MoSi2

La procesarea la cald a $MoSi_2$ se poate adăuga carbon în cantitate de 1,2 - 1,4% vol., [46], după care se presează la cald la 1830 °C și 41,4 MPa. Odată cu creșterea cantității de C, crește formarea compusului SiC, în timp ce conținutul de SiO₂ scade (tabelul 3.6).

Tabelul 3.6 Influența adău	ıgării de	C asupra fo	rmării SiO2 și	i SiC și pierderea	greutății datorită	evaporării MoSi ₂ ,[46]

%g C	%vol. SiO ₂	%vol. SiC	Pierderea de greutate (%)
0	14	0	0
1	5	<5	0
2	1	8	20
4	<1	14	47

Acest lucru este avantajos, deoarece SiC are temperatura de topire mai mare decât temperatura de sferoidizare a SiO₂ (1700 °C), [47], iar eliminarea SiO₂ îmbunătăţeşte rezistența la fluaj prin minimizarea alunecării limitelor de grăunți. Dezavantajul constă în faptul că, conținutul de C cauzează o porozitate mai ridicată materialului și reduce densitatea în timpul presării la cald. Creșterea porozității și scăderea densității se datorează evaporării oxidului greu MoO₃.

În figura 3.16 se prezintă duritatea Vickers în funcție de temperatură, la încercarea de duritate la temperatură ridicată.



Figura 3.16 Influența adăugării de carbon asupra durității MoSi₂ în funcție de temperatură, [46]

MoSi₂ cu C adăugat prezintă o duritate mai ridicată la oricare temperatură decât MoSi₂ monolitic. Creșterea durității se datorează conținutului ridicat de SiC.

În figura 3.17 se prezintă tenacitatea la rupere în funcție de temperatură. Tenacitatea la rupere crește odată cu creșterea conținutului de carbon.



Figura 3.17 Influența adăugării de C asupra tenacității la rupere în funcție de temperatură [46]

Compozitul $MoSi_2/SiC_p$ prezintă o creștere a tenacității la rupere cu creșterea conținutului de C (% g) în același timp se schimbă si alura curbei, astfel odată cu creșterea temperaturii, în locul descreșterii tenacității așa cum este cazul $MoSi_2$ monolitic tenacitatea crește (figura 3.5). Creșterea tenacității se datorează reducerii SiO_2 la limitele de grăunți odată cu adăugarea C, care modifică modul de fisurare din intergranulară în transgranulară.

3.2.4 Oxidarea compozitului cu matrice de MoSi2

În continuare, se prezintă oxidarea izotermică la temperaturi ridicate și scăzute, comportamentul la cicluri termice și fenomenul de *Pestă* al MoSi₂ și compozitelor cu matrice de MoSi₂, armate cu 30% vol. de SiC procesate la cald și apoi supuse presării izostatice la cald, [28]. Excelenta rezistență la oxidare a MoSi₂ provine din abilitatea de a forma un strat protector de SiO₂ la temperaturi sub 1700 °C în aer. Peste temperatura de 1700 °C, SiO₂ tinde să să se sferoidizeze or să formeze granule, care descresc rezistența la oxidare, [47]. Sub temperaturi de 1700 °C stratul de SiO₂ apare transparent și este aderent la compozit. Temperatura de oxidare ridicată a MoSi₂ (1700 °C > T > 750 °C) poate fi controlată prin reacția, [48]:

$$5\text{MoSi}_2 + 7\text{O}_2 \rightarrow \text{Mo}_5\text{Si}_3 + 7\text{SiO}_2 \tag{3.1}$$

Temperaturile scăzute de oxidare (< 750 °C) pot fi controlate prin reacția [48]:

$$2\text{MoSi}_2 + 7\text{O}_2 \rightarrow 2\text{MoO}_3 + 4\text{Si}_2 \tag{3.2}$$

Ultima reacție este susceptibilă de a fi responsabilă de problemele provocate prin formarea *Pestei* la MoSi₂.

Analizele termogravimetrice realizate la 1500°C timp de 48 h, [28], indică faptul că o pătratul unității câștigului de masă raportat la unitatea de arie depinde liniar de timp (figura 3.18). Aceasta implică faptul că viteza de oxidare este o funcție parabolică de timp, ceea ce înseamnă că oxidarea are o viteză limită ce depinde de difuzia ionilor de oxigen în stratul superficial format de SiO₂.



Figura 3.18 Analiza termogravimetrică la 1500 °C tip de 48 h a pătratului unității câștigului de masă raportat la unitatea de arie în funcție de timp pentru MoSi₂ monolitic și MoSi₂ armat cu 30% vol. SiC, [28]

În figura 3.18 se observă faptul că $MoSi_2$ armat cu particule de SiC are un câștig de masă ca funcție de timp mai mic decât $MoSi_2$ monolitic, indicând o îmbunătățire a rezistenței la oxidare.

Oxidarea ciclică (144 de cicluri) în cuptor în atmosferă de aer la 1200 °C și 1500 °C timp de 55 min, cu răcire la temperatura camerei timp de 5 minute evidențiază faptul că SiO_2 armat cu SiC și SiO_2 monolitic au o creștere minimă de greutate.

După expunerea în aer timp de 160 de ore la temperatura de 500 °C, pentru a induce *Pesta* în material, se constată că pierderea de greutate la MoSi₂ pur este minimă atât la la probele supuse oxidării ciclice la 1200 °C cât și la cele supuse la oxidare ciclică la 1500 °C. Totuși, pierderea minimă de greutate în timpul expunerii la formarea *Pestei* este obținută în cazul compozitului supus la oxidare ciclică la 1200 °C, față de proba de compozit supusă la oxidare ciclică la 1500 °C care prezintă o creștere a greutății de 16% și se dezintegrează complet după 16 ore. Acesta este probabil rezultatul microfisurilor formate în timpul ciclurilor termice la neadaptarea SiC ($\alpha = 4,8\cdot10^{-6}$ K⁻¹ la 1200 °C) cu matricea de MoSi₂ ($\alpha = 8,5\cdot10^{-6}$ K⁻¹ la 1200 °C) [28].

Microfisurile produse în timpul ciclului termic permite O_2 să difuzeze în aceste microfisuri formând un compus MoO_3 voluminos, care tinde să mărească deschiderea marginilor, expunând materialul ($MoSi_2$) la apariția mai multor fisuri. Aceasta poate duce, în cele din urmă, la dezintegrarea materialului.

3.2.5 Proprietățile compozitului cu matrice de MoSi2 armat cu SiC

Dacă se armează MoSi₂ cu un conținut de SiC între 0 și 40%, după presarea la cald în atmosferă de Ar la temperatura de 1850 °C cu o presiune de 30 MPa, densitatea presatului variază între 93% și 96% din densitatea teoretică, [31]. Mărimea de grăunte a matricii de MoSi₂ descrește odată cu creșterea conținutului de SiC (figura 3.19), ceea ce indică faptul că SiC inhibă creșterea grăunților, care se stabilizează la aproximativ 20% vol. SiC.



Figura 3.19 Variația mărimii de grăunte a MoSi₂ în funcție de creșterea conținutului de SiC, [31]
Duritatea și tenacitatea la rupere a compozitului cresc odată cu creșterea conținutului de SiC.

În figura 3.20 se prezintă creșterea durității în funcție de conținutul de SiC. MoSi₂ monolitic pentru testele de tenacitate la rupere a fost presat la cald la temperatura de 1600 °C.



Figura 3.20 Variația durității MoSi2 cu creșterea conținutului de SiC, [31]

Din figura 3.21 reiese faptul că reziliența are o valoare maximă la compozitul cu SiC 40%, procente volumetrice.



Figura 3.21 Reziliența în funcție de lungimea fisurilor de amprentare în cazul compozitelor SiC_p/MoSi₂ [31]

3.2.6 Efectul fazei secundare intrinseci în MoSi2

SiO₂ are o influență importantă asupra comportamentului MoSi₂, deoarece este inerent prezentă pe suprafața particulelor de MoSi₂ în pulberea comercială, [49]. Pentru a studia efectul stratului de oxid, se presează la cald o cantitate de pulbere în matrițe de grafit la 1700 °C cu o presiune de 32 MPa timp de 30 min. Pulberea este de două feluri: pulbere de MoSi₂ comercială obținută prin topire cu arc electric și pulbere de MoSi₂ obținută prin topire cu arc electric, urmată de rectificare cu cilindri în etanol timp de 170 h, obținându-se particule de aproximativ 10 μ m, [50].

S-a detectat silica amorfă în cantități de 5 până la 10% prin metoda spectrometriei energiei dispersate. S-au detectat și cantități mici de SiC și $Mo_{\leq 4,8}Si_3C_{\leq 0,6}$ la limite de grăunți, produse probabil de contaminarea cu carbon din matrița de grafit.

Aceste faze prezente la limita de grăunți au cauzat ruperea intergranulară a materialului, [49]. Materialul comercial a prezentat și rupere transgranulară în planele de clivaj și absența compușilor SiO₂, SiC și $Mo_{\leq 4,8}Si_3C_{\leq 0,6}$ în suprafața de rupere. Ruperea transgranulară este dezirabilă, deoarece tenacitatea este determinată de proprietățile $MoSi_2$ și nu de fazele prezente la limitele de grăunți. Aceasta implică faptul că eliminarea acestor faze secundare vor permite ca proprietățile mecanice să fie determinate de $MoSi_2$, nu de fazele secundare.

3.3 Tehnologii de obținere a compozitelor pe bază de MoSi2 armate cu SiC

3.3.1 Producerea pulberii și pregătirea pentru presare

Materialele luate în considerare sunt cele prezentate în tabelul 3.7. Tipul A și C sunt $MoSi_2$ pur cu dimensiunea aproximativă a particulelor de, respectiv, 10 și 3 µm. Particulele de $MoSi_2$ de tipul C au fost acoperite cu carbon prin două proceduri diferite. Conținutul de carbon din puberi după piroliză s-a determinat cu un analizor de carbon, [51].

	Tipul A, % g	Tipul C, % g	Conținutul de carbon, % g	
ARSE 70/30	70	30	0	
ARSE 0/100	0	100	0	
PRBCSE	0	98,79	1,21	
ADF	0	97,12	2,88	

 Tabelul 3.7 Compoziția pulberilor

Procesele de acoperire a particulelor de $MoSi_2$ de tipul C sunt: depunerea carbonului prin evaporarea solventului din rășini fenolice pe bază de carbon (Phenolic Resin Based Carbon by Solvent Evaporation – PRBCSE) și prin flocularea dispersiei apoase (Aqueous Dispersion Flocculation – ADF).

La pulberea PRBCSE se utilizează o rășină fenolică formaldehidă pentru depunerea carbonului pe particulele de MoSi₂. Rășina, pulberea de MoSi₂ de tip C și acetona s-au amestecat într-o moară cu bile. După evaporarea acetonei, pe particulele de MoSi₂ a rămas stratul de rășină (figura 3.22). Stratul de rășină s-a supus pirolizei la 600 °C timp de 1 h în atmosferă de Ar, rezultând un strat de carbon pe suprafața particulelor. Pulberea acoperită a fost presată într-o matriță de oțel și apoi sinterizată. Datorită neomogenității SiC în matricea de SiO₂, obținută la unele din probele de lucru, pentru obținerea unei distribuții uniforme a carbonului în pulberea de MoSi₂ și SiC în materialul consolidat, înainte de presarea la rece (compactare) și după piroliză, pulberile au fost amestecate într-o moară cu bile.

Prin procesul ADF s-a produs o cantitate mare de carbon prin flocularea unui amidon cationic, ce a aderat electrostatic pe suprafața particulelor de MoSi₂. Procesul implică dispersia

pulberii de MoSi₂ într-un sistem apos prin adăugarea unui dispersant anionic și amestecare cu bile timp de 1 h. Amidonul floculant și glicerolul plasticizant au fost aduse în stare de pastă și sau amestecat într-o moară cu bile timp de 30 min. Pasta s-a pus într-un agitator și s-a crescut nivelul pH-ului pentru a activa floculantul, care a gelatinizat pasta. În acest moment, pulberea de MoSi₂ a fost uniform acoperită cu amidon. S-a adăugat apă pentru a subția pasta și a s-a așezat într-o matriță de formare cu vid, pentru evaporarea apei. Materialul s-a uscat și s-a trecut printr-o sită cu un mesh de 100. Pulberea s-a supus apoi presării, rezultând un presat crud, care a fost supus pirolizei la 600 °C timp de 1 h în vid, pentru transformarea amidonului în carbon (figura 3.11), după care s-a supus sinterizării.



Figura 3.22 Procesul de acoperire PRBCSE a pulberii de MoSi2 cu carbon



Figura 3.23 Schematizarea procesului ADF

3.3.2 Tehnologia de obținere a compozitelor pe bază de MoSi2

Pulberile se presează la rece la presiunea de 140 MPa într-un compact crud în formă de disc subțire, cu diametrul de aproximativ 2,9 cm (diametrul interior al matriței), aproximativ 0,4 cm înălțime și greutatea de aprox. 8g. Masa, diametrul și înălțimea s-au măsurat în vederea calcului densității compactului crud. Înainte de sinterizare, compactul crud s-a introdus într-un amestec masic de 50% MoSi₂ / 50% BN, cu scopul de a-l izola de creuzetul de grafit, de a minimiza evaporarea carbonului, de a obține o contracție uniformă, de a îmbunătăți uniformitatea microstrcturală și de a spori densitatea, [51].

În tabelul 3.8 se prezintă condițiile de sinterizare ale probelor.

Tabelul 3.8 Condițiile de sinterizare diferite aplicate compactelor crude

	1 h	10 h	100 h
1600 °C	Х		Х
1700 °C	Х	Х	Х
1800 °C	Х	Х	Х

Probele au fost încălzite cu o viteză de 10 °C/min și menținute la 600 °C timp de 1 h pentru realizarea pirolizei amidonului probelor obținute prin metoda ADF, diagrama tipică de sinterizare prezentându-se în figura 3.24.



b. Nivelul vidului Figura 3.24 Diagrama tipică de sinterizare la 1700 °C timp de 10 h

Amidonul nu s-a pirolizat la particulele de $MoSi_2$ înainte de presarea la rece, astfel încât poate avea rolul de liant la probele presate la rece, cu rolul de a solidifica compactele crude pentru manipulare.

În scopul realizării sinterizării s-a utilizat un cuptor de temperatură ridicată, ce poate obține temperaturi de peste 2000 °C în atmosferă inertă (figura 3.25). De asemenea, cuptorul este controlat computerizat, prin modularea puterii cuptorului obținându-se temperatura necesară. S-a utilizat pentru măsurarea temperaturii o termocuplă (W-5%Re/W-26%Re). Pentru răcirea cuptorului s-a utilizat un sistem de răcire cu schimbare de căldură cu apă.



Figura 3.25 Reprezentarea schematică a: a) Ansamblului cuptorului și accesoriilor de sinterizare; b) Cuptorului de sinterizare, [51]

Densitățile sinterizatelor se determină printr-o metodă nedistructivă cu imersie în glicerină, [52]. Această metodă constă din cântărirea sinterizatelor în aer, urmată de cântărirea sinterizatelor într-un amestec de apă distilată și glicerină (86% g glicerină / 14% g apă distilată), apoi cântărirea sinterizatelor impregnate în amestecul de glicerină în aer. Densitatea s-a calculat cu următoarea relație:

$$\rho_s = \rho_g \cdot \frac{M_1}{M_3 - M_2} \tag{3.3}$$

Unde:

 ρ_s – densitatea sinterizatului;

 ρ_g – densitatea amestecului de glicerină;

 M_1 – masa sinterizatului în aer, înainte de imersare;

 M_2 – masa sinterizatului în timpul imersei în amestecul de glicerină;

*M*₃ – masa sinterizatului impregnat, cântărit în aer;

Reproductibilitatea măsurătorilor de densitate prin această metodă este mai bună de 0,003 g/cm³, iar acuratețea este mai bună de 0,006 g/cm³, [52].

3.3.3 Compozite ceramometalice cu fază ceramică din alumină rezistente la coroziune obținute prin metalurgia pulberilor

Se pot obține materiale compozite în sistemul MoSi₂/ Al₂O₃ cu participația MoSi₂ și a fibrelor sau granulelor de alumină. O compoziție unde proporția aluminei (sub formă de fibre care au rol de armare) este de 15% se caracterizează prin rezistență îmbunătățită la îndoire și la temperaturi ridicate [53], [54].

Un alt tip de material compozit, folosit la temperaturi înalte, care pune în valoare calitățile MoSi₂ (refractaritate înaltă, rezistență la oxidare și plasticitate la temperatură înaltă asemănătoare metalelor) și care înlătură nivelul scăzut al rezistenței mecanice constă din ranforsarea matricei de MoSi₂ cu fibre whiskers sau particule de SiC [55], [56], [57].

Cermeții pe bază de Al₂O₃ și MoSi₂ sunt utilizați la obținerea rezistorilor, conectorilor și valvelor capabile să funcționeze la temperaturi înalte [58], a elementelor de încălzire, a arzătoarelor și a electrozilor [59], întrucât astfel de materiale păstrează nealterate proprietățile mecanice până la temperaturi de 1000 °C.

Ranforsarea compozitului metalo-ceramic Al₂O₃/MoSi₂ cu wiskers sau particule de SiC conduce la creșterea durității și rezistenței sale mecanice, făcându-l astfel capabil să fie folosit în aplicații tehnologice cu funcționare în mediu oxidant la 1200 °C sau chiar la temperaturi mai ridicate [56], [57], [60], [61].

Având o comportare bună la variațiile bruște de temperatură, precum și proprietăți piroscopice apreciabile, compozitele metalo-ceramice de tip $Al_2O_3/MoSi_2$ se utilizează, cu foarte bune rezultate, la construcția paletelor de la turbinele centralelor electrice [62] și, respectiv, ca material de acoperire a produselor refractare speciale [63].

Utilizarea produselor pe bază de bisiliciură de molibden și alumină, în particular cermeții MoSi₂ /Al₂O₃ la temperaturi înalte (condiții în care funcționează valvele, rezistorii și conectorii), implică folosirea unor materii prime cu conținut foarte scăzut în impurități, inclusiv absența totală a siliciurii molibdenice de forma Mo₃Si. Pentru obținerea acestor cermeți se folosește alumina foarte pură și MoSi₂ sintetizată la temperatură înaltă, când gradul său de autopurificare este foarte intens [64], [65], [66], [67], [68], iar Mo₅Si₃ dispare total din sistem în cazul în care acest compus se poate forma, eventual în procesul de sinteză a MoSi₂.

Dacă nu sunt respectate aceste condiții, persistă prezența trisiliciurii pentamolibdenice și a altor impurități, care, alături de porozitatea remanentă, conduc la deprecierea și instabilitatea caracteristicilor electrofizice, caracteristici ce se doresc a fi păstrate mai ales la temperaturile înalte de funcționare a pieselor confecționate din compozitele tip Al₂O₃/MoSi₂.

O caracteristică importantă a bisiliciurii de molibden este rezistența deosebită la oxidare, inclusiv la temperaturi mari, la care se adaugă fuzibilitatea înaltă și conductibilitatea electrică și termică ridicată [69], [70], datorită formării unei pelicule protectoare de SiO₂ pe suprafața granulei de MoSi₂, bisiliciura de molibden se comportă, în condiții de temperaturi ridicate,

asemănător carburii de siliciu [69], fapt ce face ca MoSi₂ să intre în categoria materialelor refractare foarte moderne și eficiente într-o gamă largă de aplicații.

Produsele compozite pe bază de bisiliciură de molibden se obțin prin mai multe procedee, care sunt urmate ulterior, atunci când este cazul, de tratamente termice corespunzătoare:

- turnare din barbotină;
- extrudare;
- presare la cald, etc.

În timpul procesului de formare a bisiliciurii de molibden au loc modificări texturalstructurale (însoțite de modificări de volum) ce nu pot fi ignorate. Din acest motiv, obținerea produselor pe bază de MoSi₂ nu se realizează pornindu-se de la materiile prime inițiale (Mo și Si), prin prelucrarea amestecului stoechiometric corespunzător formulei MoSi₂ în forma piesei dorite și urmată de sinterizarea acesteia, considerându-se că, odată cu tratamentul termic corespunzător piesei, are loc și sinteza bisiliciurii de molibden, [71], [72].

S-a demonstrat că produsele care se obțin urmând această alternativă tehnologică, sunt neomogene, cu defecte mari de structură și compactitate total necorespunzatoare, [72], și, practic, sunt inutilizabile. Produsele pe bază de bisiliciura de molibden se obțin din pulbere de MoSi₂, care, la rândul său, se prepară în prealabil, prin una din multiplele tehnologii cunoscute, [74].

3.3.4 Modalități de obținere a cermeților prin metalurgia pulberilor

În vederea obținerii de cermeți cu compoziție variabilă pentru deverse utilizări și rezistente la coroziune se poate porni de la bisiliciura de molibden de puritate 99,18% obținută prin sinteză la temperatură înaltă (T > 1500 °C) și apoi prelucrată, iar drept component aluminos se utilizează alumina de puritate 99,8% și finețe avansată, în forma de cristalizare α , pentru obținerea unui produs de calitate ridicată [64], [65], [67], [68], [69], [70], [71], [72], [73].

În tabelul 3.9 sunt prezentate, principalele proprietăți specifice ale bisiliciurii de molibden obținute din reactanți metalici (siliciu și molibden) de puritate înaltă, [75].

Proprietăți	Valori din literatură	Valori ale MoSi2 utilizate
Masa volumetrică, g/cm ²	3,9-4,2 [74]	4,12
Greutatea specifică, g/cm ³	5,9-6,24 [75], [76]	6,16
Refractaritatea, °C	2032 – 2200 [75], [76]	> 1880
Duritatea	374 HB	335 HB
Gradul de interacție, %	-	100
Conținutul cumulat în elemente componente (Mo+Si), aflate în stare interactivă sub formă de MoSi ₂	95 – 97,3 [77], [78]	99,18
Conținutul altor forme de siliciuri molibdenice (spre exemplu: Mo ₅ Si ₃)	Max. 5 [77]	0

Tabelul 3.9 Proprietăți s	specifice ale MoSi2 obtinută	prin sinteza din reactan	ti metalici [75]
i aborai ett i ropriotați s		prin binteza ani reactan	çi inceaner [, 5]

Etapele obținerii cermeților prin metalurgia pulberii sunt:

- a) Mărunțirea;
- b) Amestecarea
- c) Presarea
- d) Tratamentul termic

Mărunțirea se realizează prin sfărâmarea bisiliciurii de molibden într-un concasor cu fălci din carbură de wolfram. Sinterul sintetic a fost obținut, dintr-un amestec stoechiometric (corespunzător compusului MoSi₂) de pulberi fine de siliciu și molibden, ca brichete de formă cilindrică cu $\phi = 20$ mm și h = 5-10 mm. Granulatul s-a măcinat într-o moară de laborator cu bile și blindaj din carbură de wolfram, în mediu de protecție de tricloretilenă (cu rezultate similare se poate folosi și xilenul). Dacă alumina este stare de finețe avansată, bisiliciura de molibden a trebuit să fie adusă la asemenea finete prin măcinare (în xilen), într-o moară cu bile (tabelul 3.10), [75].

Tabelul 3.10 Finețea de macinare a materinor prime, [75]			
Matonia puin ă	Dimensiunea granulei, µm		
<i>Maleria prima</i>	Metoda Fischer (dimensiune medie)	Metoda Fritsch	
MoSi ₂	11,5	Sub 44	
Al ₂ O ₃	7,7	Sub 44	
Al ₂ O ₃	11,5 7,7	Sub 44 Sub 44	

Dozarea pulberilor reactante s-a făcut gravimetric cu o balanță de laborator cu sensibilitatea de ± 0.01 g.

Amestecarea masei pulverulente în șarje corespunzătoare capacității utilajului s-a realizat în moara de laborator. În general, șarjele utilizate au fost de 100 g. În vederea realizării unui amestec intim s-a folosit tricloretilena, ca agent de umectare, care s-a adăugat în proporție de 40% în raport cu masa uscată. După 20 min. de funcționare a morii s-a considerat că materialul este suficient de omogen. S-a extras materialul din moară și s-a așezat, în strat subțire, într-un vas de sticlă cu deschidere mare (tip sticlă de ceas) unde s-a menținut (sub protecție pentru a nu se impurifica) până la evaporarea totală a agentului de umectare (tricloretilena).

Presarea amestecului intim al celor doi constituenți ai cermetului, după uscare, s-a realizat într-o matriță cu poanson, la o presiune de minim 20 MPa. Piesele fasonate au avut formă cilindrică cu $\phi = h = 30$ mm și au impus un necesar de material de aprox. 70 g.

Tratamentul termic al pieselor fasonate s-a realizat într-un cuptor cu rezistență de grafit, piesele așezându-se cu grijă (pentru a nu se deteriora) într-o nacelă de grafit. În timpul proceselor de încălzire și respectiv, de răcire a probei, mediul din camera de reacție a cuptorului a fost sub protecție de argon la presiunea de 0,3 atm peste presiunea atmosferei. Valoarea maximă a temperaturii care s-a dezvoltat în incinta de lucru a cuptorului a fost de 1500 °C.

3.3.5 Formarea legăturii ceram-metal

Temperatura la care se formeză legatura metal-ceramică s-a evidențiat prin urmărirea evoluției principalelor proprietăți ale cermetului investigat, în funcție de valoarea temperaturii de tratament termic. În acest scop se pot confecționa epruvete cilidrice cu dimensiunile prezentate anterior din amestecul de bisiliciură de molibden și alumină reactivă, unde raportul dintre componenta metalică și componenta ceramică este de 25:75. Aceste epruvete au fost fasonate prin presare la o presiune de 20 MPa, după amestecarea intimă, în tricloretilenă, a celor doi componenți aflați în stare de pulbere. Epruvetele, astfel obținute, au fost supuse, după o uscare formală la 110 °C, unui proces de tratament termic, sub protecție de argon, într-un cuptor electric cu rezistența de grafit, la diferite temperaturi, în intervalul 1350-1500 °C, [54], [55], [56], [57], [58], [59], [60], [61], [62], [63], [64], [65]. În mod similar, au fost pregătite trei mase metoloceramice din sistemul MoSi₂ -Al₂O₃, din bisiliciură de molibden și alumină reactivă în conformitate cu procedura descrisă anterior, cu compozițiile: MoSi₂ / Al₂O₃: 20/80, 30/70, 35/65. Aceste mase au fost supuse procesului de tratament termic la 1500 °C (temperatură la care s-au obținut rezultatele cele mai bune) în atmosferă de argon la o presiune cu 0,3 atm peste presiunea atmosferică (tabelul 3.11), [53]. Din analiza datelor prezentate în tabelul 3.11 se constată că legătura ceramică-metal, pentru compoziția studiată, nu se formează la temperaturi mai mici de 1350 °C. Începutul formării legăturii metal-ceramică are loc în intervalul de temperatură 1350-1375 °C, [68]. La 1375 °C compoziția este deja structurată, caracterizându-se printr-o rezistență mecanică cu valoare apreciabilă ($Rc = 500 \text{ daN/cm}^2$) și rezistență la șoc termic de 3 cicluri. Structura se consolidează la 1400 °C, când absorbția scade de la 4% (valoare definitorie pentru cermetul obținut la 1375 °C) la 1%, valoarea densității specifice crește la 4,45 g/cm3 (față de 4,35 g/cm³ la 1375 °C) și implicit, densitatea aparentă are valoarea de 4,37 g/cm³. De asemenea, creșterea rezistenței mecanice este spectaculoasă, astfel încât valoarea rezistenței la compresiune atinge 1420 daN/cm², iar rezistența la șoc termic depășește 20 cicluri.

Duannistățila asum stilar		Temperatura de obținere a cermeților, °C			
Proprietățile cermeților	1350	1375	1400	1450	1500
Densitatea specifică, g/cm ³	-	4,35	4,45	4,46	4,46
Densitatea aparentă, g/cm ³	-	4,3	4,37	4,38	4,39
Absorbția, %	-	4	1	-	-
Rezistența mecanică la compresiune, daN/cm ²	-	500	1420	> 1420	> 1420
Rezistența la șoc termic, cicluri în aer 20 la 1200 °C	-	3	> 20	> 20	> 20
Rezistența la oxidare, creșterea în greutate la 1200 °C pentru 96 de ore, g/cm ³	-	-	0,002	0,001	0,001

Tabelul 3.11 Proprietățile cermeților obținuți la diverse temperaturi, [53]

Rezistența la oxidare (exprimată prin creșterea specifică de masă la încălzirea și menținerea la temperatura de 1200 °C un anumit timp, [58]) este de 0,002 g/cm², valoare care indică un comportament excelent în cazul cermeților din sistemul studiat, [58].

La 1450 °C și 1500 °C, structura cermeților se desavârșește când se constată o îmbunătățire generală a proprietăților cermetului, fără evidențierea unor diferențe valorice spectaculoase, față de cele dovedite la 1400 °C, cu excepția rezistenței la oxidare, când valoarea creșterii în greutate scade de la 0,002 g/cm² la 0,001 g/cm². Proprietățile cermetului obținut la 1500 °C nu se deosebesc de cele dezvoltate când temperatura de tratament este 1450 °C, ceea ce dovedește că cermetizarea se definitivează la aceste temperaturi.

Cermeții cu compozițiile studiate prezentate în tabelul 3.12, [53] posedă în astfel de condiții rezistența mecanică, rezistența la șoc termic, rezistența la oxidare și duritatea cu valori comparabile cu cele rezultate la 1500 °C, în cazul masei cu raportul dintre bisiliciura de molibden și alumină de 25:75, la aceeași temperatură de tratament.

Duonvietăți	Masa ceramo-metalică			
Proprietați	A (20/80)	B (30/70)	C (35/65)	
Densitatea specifică, g/cm ³	4,4	4,47	4,66	
Densitatea aparentă, g/cm ³	4,34	4,42	4,45	
Absorbția, %	0	0	0	
Rezistența mecanică la compresiune, daN/cm ²	> 1420	> 1420	> 1420	
Rezistența la șoc termic, cicluri în aer 20 la 1200 °C	> 20	> 20	> 20	
Rezistența la oxidare, creșterea în greutate la 1200 °C pentru 96 de ore, g/cm ³	0,001	0,001	0,001	
Duritatea HB	300	325	330	

Tabelul 3.12 Proprietățile maselor ceramometalice obținute la 1500 °C, [53]

Masa ceramometalică B (tabelul 3.12), unde raportul între faza metalică și faza ceramică este 30:70, prezintă unele diferențe față de compoziția C (35% MoSi₂ și 65% Al₂O₃) în ceea ce privește densitatea aparentă și densitatea specifică (valori mai mici), fenomen explicabil prin faptul că bisiliciura de molibden, cu o participație mai mică (30%), decât cea a aluminei (70%), are densitate mai mare (greutatea specifică: 6,16 g/cm³) față de alumină (greutatea specifică: 3,96 g/cm³).

Prin procedurile de investigare aplicate nu au putut fi evidențiate deosebiri esențiale între valorile celorlalte caracteristici, ceea ce demonstrează că a avut loc dezvoltarea unor puternice legături metal-ceramică, comparabile cu cele dezvoltate în cazul masei **C**, pentru care s-a dovedit că la această temperatură procesul de cermetizare este desăvârșit. Similar se comportă și compozitul **A** a cărui densitate specifică are valoarea 4,40 g/cm³, iar densitatea aparentă este de 4,34 g/cm³. Aceste valori sunt mai mici decât valorile corespunzătoare celorlalte două compozite, explicația costituind-o motivul prezentat anterior.

Din analiza proprietăților definitorii ale cermeților, prezentate în tabelul 3.12, rezultă că procesul de formare a legăturilor metal-ceramică este definitivat pentru toate cele trei mase studiate la 1500 °C, acest lucru observându-se în imaginile microscopice ale compozitelor din figurile 3.26 – 3.28 [53].



Figura 3.26 Cermet MoSi₂-Al₂O₃ (20:80) obținut la 1500 °C, MO 200x, [53]



Figura 3.27 Cermet MoSi₂ – Al₂O₃ (30:70) obținut la 1500 °C, MO 200x, [53]



Figura 3.28 Cermet MoSi₂ – Al₂O₃ (35:65) obținut la 1500 °C, MO 200x, [53]

Imaginile arată cu claritate că pe suprafața prelucrată a cermeților nu există microfisuri, sau fenomene datorate sudării, o dovadă suplimentară că cermetizarea este definitivată la 1500 °C.

Compozitele metaloceramice din sistemul MoSi₂/Al₂O₃ se comportă foarte bine în medii corozive, [79]. Această caracteristică benefică se datorează atât rezistenței fiecărui constituent în parte, cât și faptului că structura compozitului prezintă un comportament superior în medii corozive.

Temperatura la care se definitivează procesul de cermetizare în sistemul $MoSi_2-Al_2O_3$, atât în cazul compozitului cu 25% $MoSi_2 / 75\% Al_2O_3$, cât și a celorlalte compozite, este de 1500 °C în atmosferă de argon (la presiunea relativă de 0,3 atm.) și în condiții de puritate avansată a constituienților reactanți.

Se pot evidenția următoarele concluzii privind obținerea cermeților de diverse compoziții prin metalurgia pulberilor, [53]:

- Bisiliciura de molibden se poate sintetiza pornindu-se de la elementele constitutive (molibden și siliciu) dozate stoechiometric conform formulei MoSi₂. Formarea bisiliciurii de molibden se definitivează la 1500 °C în atmosferă protectoare de argon.
- Se pot proiecta compozite metaloceramice tip MoSi₂/Al₂O₃ în următoarele proporții 25/75, 20/80, 30/70, 35/65.
- Tratamentul termic se poate realiza în mediu de protecție cu argon (pentru evitarea oxidării bisiliciurii de molibden). Procesul de cermetizare începe la 1350 °C și este complet la temperatura de 1500 °C.
- Nu există diferențe majore din punct de vedere al caracteristicilor mecanice funcție de compoziție, dacă procesul de cermetizare este complet.
- Apar modificări semnificative ale caracteristicilor, chiar și pentru aceeași compoziție dacă temperatura la care se realizează cermetizarea este diferită.

3.4. Propuneri de modificare a tehnologiei de fabricație a rezistorilor înveliți

3.4.1 Legătura dintre mărimile termice și electrice la metale

Conducția termică este fenomenul de transfer a căldurii (sau a energiei termice) prin materialele solide, datorită gradientului de temperatură. Transferul de energie termică va avea loc întotdeauna dinspre regiunea cu temperaturi mai ridicate către regiunea cu temperaturi mai scăzute, în sensul egalizării temperaturilor. Conducția termică este un fenomen de transfer de căldură fără transfer de masă. Transferul de energie termică prin conducție poate avea loc și în materialele vâscoase, lichide sau gazoase atât timp cît nu este implicat transferul de masă. Transferul de energie în materialele solide nemetalice este efectuat cu ajutorul fononilor prin intermediul ciocnirilor fonon-rețea. În cazul materialelor solide metalice transferul de energie termică este efectuat cu ajutorul electronilor, prin intermediul ciocnirilor electron-rețea. În cazul materialelor vâscoase, lichide sau gazoase, energia este transferată prin ciocnirile dintre molecule, moleculele mai "fierbinți" cedând din energia lor cinetică celor mai "reci". Datorită faptului că gazele sunt caracterizate de o concentrație volumică de molecule mult mai mică decât în cazul lichidelor sau solidelor, conductivitatea termică a gazelor are valorile cele mai reduse.

Transferul de energie termică prin conducție termică este descris matematic prin legea lui Fourier, exprimată ca un caz particular al ecuației mult mai generale a ecuației căldurii:

$$\vec{q} = -k \cdot \nabla T \tag{3.4}$$

unde: \vec{q} este fluxul termic, exprimat în W/m²;

 \hat{k} este conductivitatea termică a materialului, exprimată în W/m·K;

 ∇T este gradientul termic, exprimat în K/m.

Semnul minus din membrul al doilea al ecuației Fourier se interpretează prin faptul că transferul termic are loc întotdeauna de la zonele cu temperatură mai ridicată către cele cu temperatuă mai scăzută.

Fluxul termic este o mărime vectorială, a cărui modul este egal cu cantitatea de energie termică ce străbate o suprafață dată raportată la unitatea de timp și suprafață. Direcția și sensul fluxului termic sunt date de direcția și sensul normalei la suprafața considerată. Astfel, legea lui Fourier se poate scrie:

$$\frac{\Delta Q}{\Delta t \cdot A} = -k \frac{\Delta T}{\Delta x} \tag{3.5}$$

Pentru metale, considerând gazul de electroni un gaz ideal, închis în interiorul volumului metalului respectiv, din termodinamica clasică rezultă pentru conductivitatea termică a metalului respectiv următoarea relație:

$$k = \frac{n \cdot \langle v \rangle \cdot \lambda \cdot c_v}{3 \cdot N_A} \tag{3.6}$$

unde: k este conductivitatea termică a metalului, exprimată în W/m·K; *n* este densitatea de electroni pe unitatea de volum, exprimată în m⁻³; *(v)* este viteza medie a electronilor, exprimată în m/s; λ este drumul mediul al electronilor, exprimat în m; *c_v* este capacitatea calorică molară a gazului de electroni la volum constant, exprimată în J/mol·K N_A este numărul lui Avogadro, $N_A = 6.022 \, 141 \, 79(30) \times 10^{23} \, \text{mol}^{-1}$.

Conductivitatea electrică a materialelor reprezintă o măsură a capacității materialelor de a transporta curentul electric. Curentul electric reprezintă deplasarea unor purtători de sarcină sub acțiunea unui câmp electric. În metale purtătorii de sarcină sunt electronii. Astfel, conform legii lui Ohm, curentul electric în materialele conductoare, în general, și în metale, în particular, va fi direct proporțional (între anumite limite) cu intensitatea câmpului electric. Expresia matematică a legii lui Ohm se scrie:

$$\vec{j} = \sigma \cdot \vec{E} \tag{3.7}$$

unde: \vec{j} este densitatea de curent electric, exprimată în A/m²;

 σ este conductivitatea electrică a materialului respectiv, exprimată în S/m;

 \vec{E} este intensitatea câmpului electric, exprimată în V/m.

Conductivității electrice a materialelor, σ , i se asociază o mărime inversă: rezistivitatea electrică, ρ , exprimată în Ω ·m. Rezistivitatea electrică este o măsură a intensității cu care un material se opune trecerii curentului electric. Conform statisticii clasice, conductivitatea electrică a metalelor, transportul de curent electric fiind privit ca deplasarea netă a gazului ideal de electroni conținut în interiorul volumului metalului, poate fi scrisă cu relația:

$$=\frac{n\cdot e^2\cdot \tau}{m}$$

(3.8)

unde: *n* este densitatea de electroni pe unitatea de volum, exprimată în m^{-3} ;

e este sarcina elctronului, e = $1.602 \ 176 \ 487(40) \times 10^{-19} \text{ C};$

σ

 τ este timpul de relaxare, exprimat în s;

m este masa electronului, m = $9.109\ 382\ 15(45) \times 10^{-31}$ kg.

Empiric, s-a observat că metalele cu cea mai bună conductivitate electrică sunt și cele mai bune conductoare termice, iar metalele cu o conductivitate electrică mai redusă au și proprietăți termice mai reduse. Pornind de la această observație, încă din 1853, Wiedemann și Franz au stabilit legea ce stabilește legătura dintre conductivitatea electrică și cea termică. Expresia matematică a legii Wiedemann-Franz este:

$$= LT$$
(3.9)

unde: k este conductivitatea termică a metalului, exprimată în W/m·K;

 $\frac{k}{\sigma}$

BUPT

 σ este conductivitatea electrică a materialului respectiv, exprimată în S/m; L este numărul lui Lorentz, L = 2,45 × 10⁻⁸ W·Ω/K².

Conform teoriei clasice, numărul lui Lorentz, ar trebui calculat cu relația:

$$L = \frac{k}{\sigma} = \frac{3}{2} \cdot \left(\frac{k_B}{e}\right)^2 \cdot T$$
(3.10)

unde: k_B este constanta lui Boltzmann, k_B = $1.380\ 6504(24) \times 10^{-23}$ J/K.

Practic, s-a constat o concordanță a datelor experimentale cu teoria, dar, în unele cazuri există abateri de la valoarea calculată teoretic pentru L, tabelul 3.13, [70]. Aceste abateri se datorează, în principal, faptului că se nelijează total efectele cuantice în gazul de electroni, ceea ce duce la calcule imprecise pentru distribuțiile de energie și viteză ale electronilor.

Metalul	L $[10^{-8}W \cdot \Omega/K^2]$ la 273K	L [10-8W·Ω/K2] la 373K
Ag	2.31	2.37
Au	2.35	2.40
Cd	2.42	2.43
Cu	2.23	2.33
Ir	2.49	2.49
Мо	2.61	2.79
Pb	2.47	2.56
Pt	2.51	2.60
Sn	2.52	2.49
W	3.04	3.20
Zn	2.31	2.33
Ag	2.31	2.37

Tabelul 3.13. Valoarea experimentală obținută pentru unele metale, [70]

3.4.2 Automatizarea reglajelor procesului de sudare WIG a tuburilor rezistorilor înveliți

Procesul de sudare a tubului rezistorilor înveliți este un proces automatizat, de mare eficiență (viteza de sudare poate depăși 13m / min) ce include sisteme de înaltă tehnologie. Astfel după formarea prin deformare plastică a benzii de oțel, urmează operația de sudare propriu-zisă. Sudarea are loc în camera de ardere, în atmosferă controlată compusă dintr-un amestec de argon și hidrogen. Pentru a asigura protecția întregului cordon de sudură, prin interiorul tubului este suflat, de asemenea, un amestec de argon și hidrogen. Imediat după ieșirea din camera de ardere tubul proaspăt sudat și încă fierbinte este răcit brusc, fiind trecut printr-un jet de apă rece. Deși procesul de sudură în sine, este extrem de eficient și rapid, sunt necesare reglaje fine ale parametrilor de sudură (tensiune și curent) astfel încât sudura să corespundă cerințelor de calitate. Aceste reglaje trebuie efectuate atât la schimbarea rolelor de oțel, cât și pe parcursul derulării acestora, ori de câte ori sudura nu îndeplinește standardele de calitate. Aceste reglaje fine sunt efectuate de personal calificat, cu specializare pe mașinile de sudat WIG și necesită o îndelungată experiență. Operatorii care reglează și supraveghează bancul de formare al tubului sunt responsabili pentru buna functionare a mai multor masini simultan. În momentul în care datorită variației locale a compoziției chimice sau a stării benzii de oțel este necesară intervenția operatorului pentru reglaje fine astfel încât mașina să producă tuburi de calitate, operatorul nu poate schimba rola de oțel la o altă mașină sau nu poate face reglaje simultanla două mașini. Acest lucru poate duce la scăderea productivității, prin oprirea temporară a bancurilor de formare respective. De asemenea, este nejustificată economic, angajarea unui operator calificat, cu experiență petru fiecare mașină automată de sudat. pentru evitarea situațiilor enumerate anterior ar fi de dorit introducerea unui lanț de măsură și reacție, astfel încât mașina să reacționeze automat la modificările de compoziție chimică sau de altă natură ce ar putea duce la modificarea condițiilor de funcționare a bancului de formare tub. Variația parametrilor termici ai benzii de oțel va fi resimțită în camera de sudare. Astfel, dacă aria secțiunii benzii de oțel variază în limitele a 2-3% (dar în limitele tolerate), este necesar ca în arcul de sudură să introducem o energie mai mare sau mai mică cu 2-3%, după caz, pentru a putea menține calitatea sudurii tubului respectiv. De asemenea în cazul modificării ușoare a compoziției chimice (evident, în limitele acceptate pentru oțelul respectiv), conductivitatea termică și capacitatea calorică se vor modifica ușor. Și în acest caz este necesară modificarea parametrilor arcului de sudură (tensiune și curent).

Așa cum am arătat anterior între mărimile electrice și termice ale unui metal există o legătură proporțională (ecuațiile 3.9 și 3.10). Astfel, putem detecta variațiile de conductivitate electrică și cu ajutorul relației 3.9 să le transformăm în variații de mărimi termice. Aceste variații vor fi transferate asupra parametrilor arcului de sudură. Lanțul de măsurare trebuie introdus înainte de rolele de formare a tubului, în zona în care platbanda de oțel este încă plană și are secțiune dreptunghiulară. lanțul de măsurare presupune folosirea a 4 perechi de role:

- prima pereche de role va măsura în regim continuu grosimea benzii;
- a doua pereche de role va măsura în regim continuu lățimea benzii;
- între a treia și a patra pereche de role se va măsura rezistivitatea electrică a benzii conform metodei diferențiale, propuse în capitolul 5.6.2.3.

În cazul primelor două perechi de role, deplasarea axului unei role în raport cu cea al cărui ax de rotație este fix, va produce un semnal proporțional cu distanța dintre role. Semnalul primit de la primele două seturi de role va putea fi exprimat ca:

$$S_1 = k_1 \cdot d_1$$

$$S_2 = k_2 \cdot d_2$$
(3.11)

unde: S_i este semnalul primit de la setul de role "i";

d_i este distanța dintre axele de rotație ale rolelor din setul "i".

Conform metodei diferențiale de măsurare a rezistenței, distanța dintre axele rolelor setului 3 și 4, se poate scrie:

$$x(t) = A \cdot sin(\omega t)$$

unde: A este distanța maximă între rolele setului 3 și 4

t este timpul, în secunde presupunând ca la t=0, cele două role se află la distanța minimă, considerată nulă.

Semnalul obținut între setul 3 și 4 de role, este un semnal electric, proporțional cu rezistența electrică a materialului dintre cele două seturi de role:

$$S_{3-4} = R(x) \cdot I \tag{3.13}$$

unde: I este curentul produs de sursa stabilizată de curent.

Diferențiind ecuația 3.13, putem scrie:

$$\frac{\frac{dS_{3-4}}{dx} = I \cdot \frac{\rho}{S}}{\frac{dS_{3-4}}{dt} = \frac{dS_{3-4}}{dx} \cdot \frac{dx}{dt}}$$

de unde, rezultă imediat:

BUPT

(3.12)

$$\frac{dS_{3-4}}{dt} = I \cdot \frac{\rho}{S} \cdot \omega \cdot A \cdot \cos(\omega t)$$
(3.15)

dar, aria secțiunii S se poate scrie ca produsul d1 d2, rezultând:

$$\frac{dS_{3-4}}{dt} = I \cdot \frac{\rho \cdot k_1 \cdot k_2}{S_1 \cdot S_2} \cdot \omega \cdot A \cdot \cos(\omega t)$$
(3.16)

Din relația 3.16 reiese că este posibilă obținerea unui semnal, direct proporțional cu rezistivitatea materialului platbenzii și invers proporțional cu aria secțiunii platbenzii de oțel. Semnalul cules va produce cu o întârziere egală cu timpul necesar platbenzii să parcurgă distanța de la lanțul de măsurare la cameră de sudură, o modificare a energiei introduse în arc, conform relației 3.17:

$$dW_p = k_w \cdot \left\{ (S_1 \cdot S_2) \frac{-d^2 S_{3-4}}{\sin(\omega t) \cdot dt^2} + \left[\frac{dS_{3-4}}{\cos(\omega t) \cdot dt} + 1 \right] \cdot \left(S_1 \cdot \frac{dS_2}{dt} + S_2 \cdot \frac{dS_1}{dt} \right) \right\}$$
(3.17)

unde: k_w este un factor de proporționalitate, ce include toate mărimile ce apar în ecuațiile 3.11 la 3.15, dar nu semnalele propriu-zise, numărul lui Lorentz și alți factori specifici mașinii respective, k_w urmând a fi determinat experimental.

Prin utilizarea relației 3.17 se pot efectua reglaje fine ale parametrilor arcului de sudură, în mod continuu, evitându-se oprirea mașinilor de sudat la variațiile mici ale dimensiunilor și proprietăților platbenzii de oțel. De asemenea, este posibilă reglarea automată a mașinii în funcție de compoziția chimică a oțelului respectiv cunoscându-se legătura dintre aceasta și proprietățile termice și electrice ale oțelurilor (relația 5.66). Utilizarea reacției automate a mașinii prin intermediul relației 3.17 la modificările proprietăților platbenzii va duce la creșterea productivității prin scăderea timpului de reglaj la schimbarea rolelor de platbandă și prin eliminarea timpului de oprire a mașinilor de sudare sau a reducerii numărului de tuburi rebutate, în cazul în care sunt necesare reglaje fine.

Astfel, la momentul actual, pentru a face reglaje fine ale parametrilor de regim ai arcului electric, maşina de formare tuburi urmărește viteza de deplasare a benzii. Dacă apar variații ale vitezei de deplasare calculatorul de proces va modifica energia arcului cu o cantitate, dW_a , direct proporțională cu aceste variații:

$$dW_a = k_{wa} \cdot \frac{dv}{dt} \tag{3.18}$$

unde: k_{wa} este un factor de proporționalitate între energia introdusă în arc și viteza platbenzii de oțel inoxidabil.

Semnalul primit de la rola metrică este folosit și pentru a sincroniza viteza de avans a capului de tăiere a tuburilor cu viteza de avans a platbenzii de oțel inoxidabil. Nesincronizarea avansului capului de tăiere cu viteza de avans a benzii va duce fie la turtirea capului tubului (la viteze mai mici ale avansului capului de tăiere față de viteza platbenzii), fie la întinderea tubului (la viteze mai mari ale capului de tăiere față de viteza platbenzii).

Schema logică a buclei de măsurare și reacție existente la momentul actual la mașina de formare tub este cea prezentată în figura 3.29. Semnalul primit de la roata metrică, R_m , este un semnal sinusoidal cu frecvență variabilă, viteza de avans a platbenzii fiind direct proporțional cu

frecvența semnalului. Semnalul primit de la bobina de inducție, B_i, este un semnal de tip dinți de fierăstrău, cu trecere prin zero la capătul tubului. Semnalul generat de bobina de inducție este folosit atât pentru a valida calitatea sudurii cât și lungimea tubului, având și rolul de închidere a buclei de măsurare și reacție.



Figura 3.29. Schema logică de funcționare a mașinii de formare tub.

Elementul de întârziere al reacției parametrilor electrici ai arcului de sudare, Δt_a , are rolul de a sincroniza reglajele arcului cu diferența de poziție dintre roata metrică și camera de sudare propriu-zisă. Valoarea întârzierii reacției este dependentă de viteza de sudare și de poziția rolei metrice, întrucât la variațiile instantanee de viteză ale grupului de role motrice, sistemul va răspunde cu întârziere datorită deformării elastice și flambajului benzii.

În mod analog, elementul de întârziere al reacției vitezei de avans al capului de tăiere, Δt_t , are rolul de a sincroniza viteza de avans a capului de tăiere a tubului cu viteza platbenzii de oțel inoxidabil ținând cont de răspunsul întârziat al sistemului la variațiile instantanee de viteză ale grupului de role motrice.

Modificările propuse vor modifica schema logică de funcționare a mașinii de formare tub, așa cum este prezentată aceasta în figura 3.30.



Figura 3.30. Schema logică de funcționare propusă pentru mașina de formare tub.

În figura 3.30 semnalele S_i au semnificația atribuită în ecuațiile 3.11, respectiv, 3.13. Acum putem scrie forma finală a variației energiei introduse în arcul WIG, dW ca fiind o dependență liniară de proprietățile electrice ale materialului și variațiile dimensionale, exprimate prin valoarea dW_p , modulată de variația vitezei de avans a paltbenzii de oțel inoxidabil, exprimată prin valoarea dW_a . Matematic această variație a energiei introduse în arcul WIG se scrie sub forma:

$$dW = dW_p \cdot (1 + dW_a) \tag{3.19}$$

unde: dW este variația energiei introduse în arcul WIG;

 dW_p este variația energiei introduse în arcul WIG datorită variației compoziției chimice sau a ariei secțiunii platbenzii de oțel inoxidabil, așa cum este descrisă de ecuația 3.17;

dW_a este variația energiei introduse în arcul WIG datorită variației vitezei de avans a platbenzii de oțel.

Modificarea energiei introduse în arcul electric se face prin modificarea curentului nominal al arcului WIG. Cum energia unui arc electric, la tensiune constantă, este o funcție pătratică de curent, modificarea curentului de arc se va face conform relației:

$$dI = k_U \cdot \sqrt{dW_p \cdot (1 + dW_a)}$$
(3.20)

unde: dI este modificarea curentului de arc;

 k_U este factorul de proporționalitate a curentului la o tensiune a arcului constantă, dată.

Capitolul 4 CONTROLUL CALITĂȚII PRODUSULUI FINIT

4.1 Introducere

Testarea rezistoarelor se face conform UL-1030, ce este singurul standard industrial cu referință exclusivă asupra elementelor de încălzire învelite. Standardul a fost creat Underwriters Laboratories Inc (UL), prima versiune în iulie 1973, cea mai recentă ediție a acestuia, a șaptea, datând din noiembrie 2004. Standardul a fost aprobat de American National Standard, sub numărul ANSI – UL 1030. În anul anul 1992 standardul a fost aprobat și adoptat și de Ministerul Apărării al Statelor Unite (Departament of Defense). Acest document se referă la elementele încălzitoare învelite ce sunt folosite în aparatura electrocasnică și în echipamentele ce sunt conforme cu standardele pentru aparatura electrocasnică. De asemenea, documentul se referă la elementele încălzitoare învelite cu tensiunea nominală mai mică sau cel mult egala cu 600 V și nu se referă la elementele încălzitoare învelite în National Electrical Code, NFPA 70.

Schema de testare este prezentată în schema din figura 4.1.



Figura 2.1. Schema de testare conform ASTM UL1030

Acceptabilitatea unui element de încălzire învelit într-un echipament sau aparat electrocasnic depinde de abilitatea sa de a rezista la folosirea în regim continuu, în condițiile de exploatare care apar în timpul exploatării. În plus, la aceste cerințe menționate anterior, alte cerințe trebuie luate în considerare, cerințe ce au la bază modul de funcționare al echipamentului și modul de utilizare al elementului de încălzire. Un element de încălzire învelit va fi fabricat din materialele și componentele ce întrunesc cerințele standardului (tabelul 2.1) și vor fi prelucrate și finisate cu un grad de precizie și finisaj practicate în fabricile de înaltă tehnicitate. Dacă un *material ce urmează a fi utilizat* pentru interiorul sau pentru exteriorul elementului încălzitor, nu se află inclus în tabelul 2.17, sau este un material cu tratamente termochimice de suprafață, un material compozit ori este un material similar cu materialele din tabelul 2.17, atunci, aceste noi materiale vor fi investigate pentru a determina dacă sunt acceptabile din punctul de vedere al scopului în

care urmează să fie folosite și dacă oferă o protecție similară cu cea a materialelor incluse în tabelul 2.17.

După formare, învelişul elementului încălzitor va avea o grosime mai mare decât cea specificată în tabelul 4.1. Valorile minime specificate în tabelul 4.1 sunt calculate pentru un înveliş realizat din aliaje de oțel, cupru, oțel acoperit cu cupru sau nichel. În cazul unor aplicații particulare ale elementului încălzitor pot fi necesare grosimi mai mari. În cazul în care învelişul rezistoarelor este fabricat din aluminiu sau dintr-un aliaj de aluminiu sau este realizat dintr-o tablă mai subțire decât valorile menționate în tabelul 4.1, atunci rezistoarele respective vor fi verificate dacă prezintă proprietățile mecanice necesare pentru a face față condițiilor de exploatare cele mai dure la care se presupune că va fi supus elementul în timpul utilizării.

Aplicația		Grosimea minimă	
		(mm)	
Încălzirea suprafețelor	0.016	(0.41)	
Cuptoare sau încălzirea spațiilor (electrocasnice staționare)	0.016	(0.41)	
Cuptoare sau încălzirea spațiilor (electrocasnice portabile)	0.013	(0.33)	
Alte aplicații decât cele menționate anterior, cu elementele încălzitoare protejate contra avarierii mecanice	0.013	(0.33)	

Tabelul 4.1. Grosimea învelișului elementului de în

Grosimea stratului de oxid de magneziu (MgO) sau a altor materiale izolatoare similare ce asigură izolația între elementul rezistiv și interiorul carcasei, precum și a materialului izolator ce asigură izolația între terminal și interiorul carcasei, va fi mai mare de:

- 0.016 inch (0.41 mm) pentru elementele încălzitoare cu tensiunea nominală mai mică sau egală cu 300 V
- 0.031 inch (0.79 mm) pentru elementele încălzitoare cu tensiunea nominală mai mare de 300 V



Figura 4.2. Secțiune în elementele încălzitoare învelite

Pentru a determina dacă distanța dintre elementul rezistiv și învelișul elementului încălzitor este conform cu cerințele de la paragraful anterior, se vor face mai multe măsurători (în mai multe puncte) pe două radiografii ale unui element de încălzire, la scară 1:1, efectuate pe două secțiuni perpendiculare. Între componentele de polaritate diferită conectate la tensiune sau între terminali și înveliș în cazul elementelor încălzitoare cu tensiunea nominală mai mică sau egală cu 300 V va fi menținută o distanță geometrică minimă, nu mai mică de 1/16 inch (1.6 mm). Pentru elementele încălzitoare a căror tensiune nominală depășește 300 V această distanță nu va fi mai mică de ¹/₄ inch (6.4 mm). Există două excepții de la această regulă (figura 4.2):

Excepția nr. 1: Atunci când terminalul este poziționat centrat în interiorul tecii, distanța minimă poate fi de 3/64 inch (1.2 mm) în loc de 1/16 inch (1.6 mm).

Excepția nr. 2: Pentru un element încălzitor cu o tensiune nominală mai mică de 300 V, o distanță minimă de 3/64 inch (1.2 mm) între terminal și înveliș este acceptabilă și în cazul unui vid tehnologic ce apare între materialul izolator (MgO) și izolatorul de etanșare.

4.2. Teste privind performanța elementelor încălzite

Performanțele unui element de încălzire învelit vor fi măsurate prin supunerea unor mostre la testele cuprinse în secțiunile 9 - 14 ale standardului UL-1030. Un set reprezentativ de trei mostre vor fi supuse la testele specificate în tabelul 4.2. În cazul în care este posibil, testul va fi derulat în ordinea specificată în tabelul 4.2.

Setul de mostre	Numărul de mostre	Test	Paragraful Cf. UL-1030
		Dielectric	10.1.1
٨	2	Rezistența la umiditate	11.1
A	5	Rezistența de izolație	11.1 (a)
		Dielectric	11.1 (b)
	3	Puterea consumată	9.1
		Dielectric	10.1.1
		Curentul de curgere la pământ	12.1
р		Anduranță	13.1
D		Temperatură	14.1
		Curentul de curgere la pământ sau	14.4 (a) sau
		rezistența de izolație	14.4 (b)
		Dielectric	14.4 (c)

Tabelul 4.2.	Ordinea	testelor

La toate testele, elementul de încălzire va fi montat sau instalat de așa manieră încât să simuleze cât mai bine aplicația specifică produsului final.

Un set reprezentativ de mostre, așa cum este el menționat în tabelul 4.3 este acela care reprezintă combinația factorilor tehnologici:

- diametrul învelişului;
- fluxul de căldură specific (W/inch²);
- numărul de îndoiri și raza de curbură a acestora;
- tensiunea nominală,

astfel încât să rezulte condițiile cele mai dure pentru fiecare material din care este confecționat învelișul. Toate testele vor fi efectuate la tensiunea de testare, excepție face testul de anduranță termică (paragraful 13), test ce va fi efectuat la 108% din tensiunea nominală.

4.2.1. Măsurarea puterii consumate

Standardul prevede ca, la tensiunea nominală, puterea consumată de un element încălzitor nu va fi mai mare de 105% din puterea nominală sau din curentul nominal. Pentru a determina dacă un element încălzitor este conform cerințelor de la paragraful 9.1 al UL -1030, puterea consumată maximă va fi măsurată cu elementul încălzitor conectat la un circuit de alimentare modificat după cum urmează:

- a) dacă tensiunea nominală maximă este marcată printr-un interval: 100 120, 220- 240, 257 277, 440 480 V, tensiunea cea mai mare de pe marcaj;
- b) dacă nu se încadrează în unul din cazurile menționate la punctul a), tensiunea nominală maximă.

Puterea consumată va fi măsurată după ce temperatura elementului se va stabiliza. Temperatura este considerată stabilă, atunci când trei citiri succesive făcute la intervale de timp de 10% din durata intervalului de timp necesar stabilizării, dar nu mai des de 5 minute, sunt constante.

4.2.2. Încercarea la tensiune a dielectricului

Un element încălzitor va fi supus fără întrerupere, timp de 1 minut, la o tensiune sinusoidală cu o frecvență de 60 Hz și o valoare specificată în tabelul 4.3 aplicată între terminali (sau componentele prin care trece curentul) și învelișul metalic al rezistorului. Testul va fi efectuat prin metoda cuadraturii sau atunci când o sursă de tensiune trifazată nu este disponibilă și atunci când cei implicați sunt de acord se va efectua testul cu tensiune monofazată în locul testului prin metoda cuadraturii. Dielectricul și sursa de tensiune vor fi monitorizați în permanență pentru a putea asigura defazajul de 180°. Altfel, prin sumarea vectorială a tensiunilor, vor rezulta tensiuni ce depășesc valorile tensiunilor efective menționate în tabelul 4.3.

Matoda	Tensiunea nominală a	Tensiunea de test,	
metouu	elementului, V	V	
Quadraturii ^a	0 - 250	1000	
	251 - 600	$1000 + 2V^{b}$	
Testului	0 - 250	$1000 + V^{b}$	
monofazat ^c	251 - 600	$1000 + 3V^{b}$	
^a Metoda quadraturii este descrisă în paragraful 10.2.1. al standardului UL-1030			
^b V este determinat identic ca în cazul testului măsurării puterii consumate.			
^c Metoda testului monofazat este descrisă în paragraful 10.3.1. al standardului UL-			
1030			

Tabelul 4.3. Tensiunea efectivă pentru testul la tensiune

Pentru a determina dacă un element încălzitor este conform cu cerințele descrise în tabelul 4.3., elementul încălzitor respectiv va fi testat cu un transformator a cărui putere va fi minimum 500VA, a cărui tensiune este de formă pur sinusoidală și valoarea efectivă poate fi variată. Tensiunea aplicată va fi crescută de la 0 până la valoarea specificată în tabelul 4.3 și apoi menținută timp de 1 minut. Viteza de creștere a tensiunii va fi menținută constantă și va fi corelată cu rata de eșantionare a voltmetrului folosit, astfel încât valorile indicate de acesta să fie corecte.

Metoda cuadraturii presupune că elementul încălzitor va fi conectat la un circuit de test precum cel ilustrat în figura 4.3 și alimentat cu energie la tensiunea specificată în testul pentru măsurarea puterii consumate. Atunci când se obține stabilitatea termică se va aplica testul în cuadratură. După 45 de secunde, elementul încălzitor va fi deconectat de la sursa de energie – întreruptorul S1 din figura 4.4 va fi deschis – iar tensiunea de test va fi aplicată încă 15 secunde. Metoda testului monofazat presupune ca elementul încălzitor va fi alimentat cu energie electrică la tensiunea specificată în testul pentru măsurarea puterii consumate. După stabilizarea temperaturii se va aplica o tensiune de test conform tabelului 4.3, cazul metodei testului monofazat. Dupa 45 de secunde, elementul încălzitor va fi deconectat de la sursa de energie, iar tensiunea de test va fi aplicată încă 15 secunde.

4.2.3. Testarea rezistenței la umezeală

După ce un element este menținut timp de 60 de zile într-un mediu controlat, umed, cu umiditatea relativă de $85\pm5\%$ și temperatura de $32\pm2^{\circ}C$:

- a) elementul încălzitor va fi supus la testul de încercare a dielectricului prezentat în paragraful anterior
- b) rezistența de izolație nu va fi mai mică de 50 k Ω după ce elementul va fi stabilizat termic. Rezistența de izolație va fi măsurată cu ajutorul unui voltmetru a cărui rezistență internă



Figura 4.3. Schema testului de încercare la tensiune prin metoda cuadraturii

va fi mai mare de 30 k Ω prin intermediul unui circuit de curent continuu alimentat la o tensiune de 250Vcc, sau cu un circuit echivalent.

4.2.4. Măsurarea curentului de curgere la pământ

Curentul de curgere la pământ al unui element de încălzire ce urmează a fi folosit în aparatura electrocasnică sau într-un aparat conectat la rețea într-un mod similar, atunci când este testat conform precizărilor de la paragrafele 12.2 și 12.4 literele (a) și (b) ale standardului UL 1030, nu va depăși valorile specificate în tabelul 4.4. Valorile înregistrate în timpul încercărilor efectuate conform paragrafului 12.4 litera (c) vor fi conforme normelor aplicabile la echipamentele finale în care vor fi utilizate elementele încălzitoare.

Destinația elementului încălzitor	Curentul maxim de curgere la pământ, mA	
Electrocasnice alimentate la 120 V	0,50	
Electrocasnice portabile alimentate la 120/240 V	0,50	
Electrocasnice staționare sau fixe alimentate la 120/240 V 0,75		
Notă – este posibil ca anumite electrocasnice să aibă cerințe adiționale referitoare la curentul de curgere la pământ		

Tabelul 4.4. Curentul de curgere la pământ maxim acceptabil

Circuitul pentru măsurarea curentului de curgere la pământ va fi realizat conform schiței din figura 4.4. Aparatul de măsură este caracterizat prin:

- a) Aparatul de măsură va avea o impedanța constituită dintr-o rezistență de 1500 Ω șuntată de un condensator cu o capacitate de 0,15 μ F.
- b) Aparatul va indica valoarea medie (fie a potențialului pe rezistenta, fie a curentului prin rezistenta) a componentelor vectoriale ale undei complet redresate înmulțită cu 1,11.
- c) În domeniul de frecvență de 0-100 kHz, circuitul de măsură va avea un defazaj tensiunecurent egal cu cel al unei impedanțe constituite dintr-o rezistență de 1500 Ω şuntată de un condensator cu o capacitate de 0,15 μ F. La o valoare măsurată de 0,5 mA la frecvența de 60 de Hz, eroarea relativă nu trebuie să depășească 5%.

Aparatul de măsură va fi conectat între învelişul elementului de încălzire și conductorul de pământ. Elementul încălzitor va fi testat pentru măsurarea curentului de curgere la pământ atunci când este conectat la tensiunea de alimentare specificată (120 / 240 V). Secvența de testare este următoarea (conform circuitului de măsurare din figura 4.4.):

- a) Cu comutatorul S1 deschis, elementul va fi conectat la circuitul de măsură. Curentul de curgere la pământ va fi măsurat folosind ambele poziții ale comutatorului S2.
- b) Prin închiderea comutatorului S1 se alimentează cu energie elementul încălzitor și timp de 5 secunde se va măsura curentul de scurgere în ambele poziții ale comutatorului S2, succesiv.
- c) Curentul de curgere la pământ este monitorizat până se obține stabilitatea termică aşa cum este aceasta descrisă în testul pentru măsurarea puterii consumate pentru ambele poziții ale comutatorului S2, succesiv. La obținerea stabilității termice, comutatorul S1 va fi deschis întrerupând alimentarea cu energie electrică a elementului de încălzire. În timpul răcirii elementului de încălzire, curentul de curgere la pământ va fi monitorizat pentru ambele poziții ale comutatorului S2, succesiv.

Programul de testare descris în paragraful anterior va fi efectuat fără întreruperi și fără a efectua alte teste între timp. Se poate, totuși, întrerupe programul de măsurători ale curentului de curgere la pământ pentru a efectua alte teste nedistructive.



Figura 4.4. Circuitul pentru testul de măsurare a curentului de punere la pământ

4.2.5. Testul de anduranță termică

După efectuarea, dar și în timpul testului de anduranță termică ce se va efectua conform prescripțiilor de la paragraful 13.2 al standardului, elementul încălzitor trebuie să:

- a) nu se rupă și să nu prezinte avarii mecanice;
- b) nu facă flamă și să nu prezinte componente de metal topite;
- c) siguranța fuzibilă conectată la suprafața radiantă să nu se ardă.

Elementul încălzitor va fi supus unui număr de 1000 de cicluri de încălzire-răcire, fiecare ciclu constând în 60 de minute de lucru în regim normal și 20 de minute repaus. În timpul testului de anduranță termică suprafața radiantă a elementului încălzitor va fi legat la pământ prin intermediul unei siguranțe de 3A, iar tensiunea de alimentare a elementului încălzitor va fi de 108% din tensiunea de test. Ținând cont de cele de mai sus, durata testului de anduranță termică

poate fi redus prin răcirea forțată a elementului încălzitor. Există și o excepție: elementele încălzitoare pentru grătare, ce vor fi supuse doar la 250 de cicluri de încălzire-răcire.

4.2.6. Testul de temperatură

După încheierea testului de anduranță termică descris în secțiunea 13 a standardului UL 1030, tensiunea de alimentare a elementului încălzitor va fi reglată la valoarea nominală a tensiunii de test. După stabilizarea temperaturii (conform testului de măsurare a puterii consumate) temperatura suprafeței radiante nu va depăși limitele specificate în tabelul 2.17. Temperaturile specificate în tabelul 2.17 sunt obținute presupunând o temperatura a aerului de 25°C (77°F). Testul de temperatură poate fi efectuat la orice temperatură a aerului între 10 și 40°C (50 și 104°F). Dacă testul de temperatură va fi efectuat la o altă temperatură decât 25°C diferența de temperatură dintre temperatura aerului și valoarea de 25°C va fi adăugată sau scăzută, după caz, din valoarea temperaturii maxime specificate în tabelul 2.17.

Temperatura suprafeței radiante va fi măsurată cu ajutorul unor termocuple fixate de învelișul elementului încălzitor în zonele cele mai fierbinți prin sudare, brazare sau alte mijloace echivalente. Imediat după efectuarea testului de temperatură și cu cele 3 elemente încălzitoare aflate la temperatura camerei se vor efectua următoarele teste:

- a) Un element încălzitor ce urmează a fi testat, în mod repetat, la testul de măsurare a curentului de curgere la pământ. Curentul măsurat trebuie să se încadreze în parametrii menționați în tabelul 4.4.
- b) Unui element încălzitor i se va măsura rezistența de izolație, iar aceasta trebuie să fie mai mare de 50 k Ω .
- c) Un element încălzitor va fi supus la încercarea la tensiune a dielectricului și acesta va trebui să fie conform cu valorile din tabelul 4.3.

4.3. Testarea în stadiul de producție

Toate elementele încălzitoare vor fi supuse la încercarea la tensiune a dielectricului, în timpul procesului de fabricație, încercare ce constă în aplicarea unei tensiuni (specificată în tabelul 4.5) între terminali și suprafața radiantă. Vor fi considerate conforme numai elementele încălzitoare care nu se străpung în urma testului. Încercarea se va face fie prin una din metodele prezentate în tabelul 4.5.

		Tensiunea aplicată		
Matada	Timpul de aplicare,	Tensiunea Tensiunea nominală a elementului Frec		
Meioaa	în secunde			Frecvența
		0-250	251-600	
1	60	1000	1000+2V ^b	60 Hz
2	60	1000+V ^b	1000+3V ^b	60 Hz
3	1	1200+1.2V ^b	1000+3.6V ^b	60 Hz
4	1	$1.7(1000+V^{b})$	1.7(1000+3V ^b)	c.c.
5	1	1200	1200+2.4V ^b	60 Hz

Tabelul 4.5. Condițiile de încercare în timpul procesului de fabricație

Pentru metoda testului monofazat cu durata de 60 de secunde (1), elementul încălzitor este alimentat la tensiunea nominală și este supus la încercarea la tensiune a dielectricului după ce temperatura s-a stabilizat.

Pentru metoda quadraturii cu durata de 60 de secunde (2), tensiunea de încercare a dielectricului va fi aplicată conform schemei din figura 2.4. Elementul încălzitor va fi alimentat la tensiunea nominală și este supus la încercarea la tensiune a dielectricului după ce temperatura s-a stabilizat.

Pentru metodele testului monofazat și a testului de curent continuu cu durata de o secundă (3 și, respectiv, 4), elementul încălzitor nu trebuie preîncălzit. Tensiunea de încercare va fi aplicată în timp ce elementul încălzitor este rece și nu este alimentat cu energie electrică.

Pentru metoda quadraturii cu durata de o secundă (5), tensiunea va fi aplicată conform schemei din figura 2.4. Elementul încălzitor nu trebuie preîncălzit. Tensiunea de încercare va fi aplicată în timp ce elementul încălzitor este alimentat cu energie electrică.

Echipamentul de testare va include o avertizare optică a prezenței tensiunii de încercare și o avertizare optică și / sau auditivă a străpungerii elementului încălzitor. În cazul unei străpungeri este obligatorie fie prezența unei acționări de resetare externă fie ejectarea automată a elementului respectiv. Sunt permise și alte metode de sortare, atunci când rezultatul obținut este același. Puterea minim acceptată a transformatorului care furnizează tensiunea de încercare este de 500 VA. Transformatorul trebuie să fie echipat și cu un voltmetru care să permită citirea directă a tensiunii aplicate.

4.4. Testarea rezistorilor electrici pentru uz electrocasnic

În cazul rezistorilor folosiți în aparatura electrocasnică, conform normei europene CEI EN 60335-1, (normă adoptată și în România prin traducerea normei europene, sub denumirea SR EN 60335-1, *Securitatea aparatelor electrice pentru uz casnic și scopuri similare. Partea 1: Prescripții generale*) sunt necesare și alte testări ale produsului finit adică a aparatului electrocasnic respectiv, pentru a asigura securitatea publicului ce îl utilizează. Acestea sunt prezentate succint în schema din figura 2.5.



Figura 2.5. Schema de testare a rezistorilor pentru uz electrocasnic

Acest standard internațional se referă la siguranța în exploatare a aparaturii electrocasnice sau a aparatelor similare cu tensiunea nominala mai mică de 250V pentru cele monofazate și mai mică de 480 V pentru celelalte tipuri. Aparatele a căror destinație nu este uzul electrocasnic, dar care pot fi o sursă de pericol pentru public, cum ar fi aparatele utilizate de nespecialiști în ateliere, în mica industrie sau ferme, fac obiectul acestui standard. Pe cât posibil, acest standard se ocupă de pericolele uzuale ce pot apărea la utilizarea aparaturii din interiorul și din jurul locuințelor. Totuși, prezentul document nu ține cont de pericolele la care se pot expune copii mici și persoanele cu deficiențe, atunci când folosesc, fără supraveghere, aparatura electrocasnică. Nu fac obiectul acestui standard, de asemenea, nici aparatele destinate:

- exclusiv uzului industrial;

- uzului în medii explozive sau corozive;
- aparatura medicală (IEC 60601);
- sculele cu motor electric, folosite din mână, cum ar fi: bormaşină, ferăstrău pendular, ş.a. (IEC 60745);
- sculele cu motor electric portabile (IEC 61029);
- aparatura radio-tv (IEC 60065);
- computere (EN 60950).

Aparatura electrocasnică destinată uzului la bordul vehiculelor, vaselor, aeronavelor va satisface și cerințe suplimentare specifice. Aparatura electrocasnică destinată uzului în țările tropicale va satisface și cerințe suplimentare specifice.

4.4.1. Cerințe generale referitoare la efectuarea testelor

Aparatura electrocasnică va fi construită astfel încât, în condiții normale de funcționare să fie sigure, să nu cauzeze răniri sau avarii, chiar dacă sunt operate neglijent. În general această cerință este îndeplinită prin conformitatea cu testele specifice ce fac obiectul standardului IEC – EN 60335. Dacă nu se specifică altfel, testele vor fi efectuate în conformitate cu paragrafele părții a cincea a standardului. Atunci când se testează aparate electrocasnice ce folosesc și alte surse de energie precum gazul, se va ține cont și de efectul acestora. Testele se vor efectua cu aparatul electrocasnic sau eventualele componente mobile ale acestuia așezate în poziția cea mai nefavorabilă care poate apărea în timpul utilizării normale. Aparatura electrocasnică ce este echipată cu întrerupătoare sau butoane de control vor fi testate cu acestea fixate pe poziția cea mai nefavorabilă, dacă poziția acestora poate fi modificată de utilizator. Testele vor fi efectuate într-o locație fără curenți de aer la o temperatură a aerului de $20\pm5^{\circ}$ C. Dacă temperatura atinsă de o anumită componentă este limitată de un senzor sensibil la temperatură sau este influențată de temperatura la care are loc schimbarea stării, de exemplu punctul de fierbere al apei, temperatura va fi menținută între 23° C $\pm 2^{\circ}$ C în caz de dubiu.

Aparatura electrocasnică ce se alimentează la curent alternativ va fi testată numai la curent alternativ, la frecvența nominală, iar cele ce se pot alimenta atât la curent alternativ cât și la curent continuu se vor testa în condițiile cele mai nefavorabile. Aparatura electrocasnică ce se alimentează la curent alternativ și nu are marcată frecvența nominală, va fi testată fie la 50 Hz, fie la 60 Hz, în funcție de situația cea mai nefavorabilă. Aparatura electrocasnică care are mai multe tensiuni nominale va fi testată conform principiului cazului cel mai nefavorabil. Pentru aparatura electrocasnică cu motor și pentru aparatura electrocasnică combinată, atunci când se menționează că tensiunea de alimentare este egală cu tensiunea nominală înmulțită cu un factor, atunci tensiunea de alimentare va fi:

- limita superioară a tensiunii nominale înmulțite cu factorul respectiv, dacă factorul este supraunitar;
- limita inferioară a tensiunii nominale înmulțite cu factorul respectiv, dacă factorul este subunitar.

Dacă nu este specificat nici un factor, atunci tensiunea de alimentare va fi tensiunea cea mai nefavorabilă din domeniul de tensiuni nominale. Atunci când sunt disponibile mai multe tipuri de elemente încălzitoare și accesorii, atunci aparatura electrocasnică va fi testată cu acele elemente și accesorii care vor duce la rezultatele cele mai nefavorabile. Testele se vor face pe aparatura electrocasnică așa cum este ea furnizată de producător. Totuși aparatura electrocasnică vândut ca un aparat unitar, dar furnizat în subansamble, va fi asamblat conform instrucțiunilor de utilizare proprii. Aparatura electrocasnică încastrată și cea fixă se vor testa după ce acestea sunt instalate și fixate conform instrucțiunilor de utilizare. Aparatura electrocasnică prevăzută a fi conectată la rețea printr-un cablu flexibil va fi testată cu un cablu corespunzător conectat la aparat.

La aparatura electrocasnică pentru încălzire și la cea combinată, atunci când se specifică că aparatul va fi testat la o putere consumată multiplicată cu un factor, acesta se aplică numai elementelor rezistive care nu au un coeficient pozitiv de variație a rezistenței apreciabil (mai mic

de 25%). Pentru elementele de încălzire cu un coeficient pozitiv de variație a rezistenței apreciabil, altele decât elementele încălzitoare tip PTC, tensiunea de alimentare este tensiunea nominală până elementul încălzitor atinge temperatura de lucru. Apoi tensiunea de alimentare este crescută rapid până se obține puterea consumată necesară testului. Această valoare a tensiunii de alimentare va fi menținută apoi pe tot parcursul derulării testului.

Testele pentru elementele încălzitoare de tip PTC se vor desfășura la tensiunea corespunzătoare puterii consumate specificate. Atunci când este specificată o putere consumată mai mare decât puterea consumată nominală, factorul de multiplicare al tensiunii este rădăcina pătrată a factorului de multiplicare a puterii.

Dacă aparatura electrocasnică de clasă 0I sau de clasa I au părți metalice accesibile ce nu sunt legate la pământ și nu sunt separate de componentele legate la tensiunea de alimentare prin intermediul unei componente metalice legate la pământ, atunci aceste componente vor fi verificate dacă sunt conforme cu specificațiile construcțiilor de clasa a II-a. Dacă aparatura electrocasnică de clasă 0I sau I au părți accesibile nemetalice, aceste componente vor fi verificate dacă sunt conforme cu cerințele pentru construcțiile de clasa a II-a, excepție dacă acestea sunt sperate de componentele legate la rețea printr-o componentă metalică legată la pământ.

Dacă aparatura electrocasnică are componente ce funcționează la tensiuni sigure foarte joase, atunci aceste componente vor fi verificate dacă sunt conforme cu cerințele specifice construcțiilor de clasa a III-a.

Atunci când se testează circuitele electronice, sursa de alimentare va fi fără perturbații externe ce ar putea influența rezultatele testelor.

4.4.2. Testul de protecția împotriva accesului la componentele sub tensiune

Aparatura electrocasnică trebuie construită în așa fel încât să asigure o protecție adecvată împotriva contactului accidental cu componentele sub tensiune. Conformitatea este verificată prin inspecție vizuală și cu ajutorul testelor prevăzute la paragrafele 8.1.1 -8.1.3, și, dacă este cazul, 8.1.4 și 8.1.5 ale standardului CEI – EN 60335.

Cerințele se aplică pentru toate pozițiile aparaturii electrocasnice atunci când aceasta este în condițiile de funcționare normală și după ce toate componentele detașabile au fost îndepărtate. Becurile amplasate în spatele unui capac detașabil nu vor fi îndepărtate, dacă aparatul respectiv poate fi deconectat de la rețea printr-un întrerupător general sau prin scoaterea unui ștecher din priză. Totuși, în timpul schimbării becurilor ce se află în spatele unui capac detașabil, protecția împotriva contactului accidental cu componentele sub tensiune ale becului trebuie asigurată. Proba B – IEC 61032 este aplicată, fără a apăsa cu forță, în toate pozițiile posibile exceptând cele care implică suprafața pe care stă aparatul atunci când acesta are o masă mai mare de 40 de kg. Dacă deschiderea nu permite pătrunderea probei în poziția normală, atunci se mărește forța de apasare la 20N. Dacă proba intră în deschidere testul se repeta și la incidență oblică. Nu trebuie să fie posibil ca proba să poată atinge componente sub tensiune sau componente sub tensiune protejate numai de lac, email, hârtie obișnuită, bumbac, pelicule de oxizi, sigilanți, cu excepția rășinilor autoîntăritoare. Proba 13 - IEC 61032 este aplicată făra o apasare puternică prin deschiderile aparaturii electrocasnice de clasă 0, clasa a II-a și a construcțiilor de clasa a II-a, cu excepția deschiderilor care dau acces la becuri și la componentele sub tensiune ale acestora. Proba este introdusă și în deschiderile din tablele cutiilor vopsite cu vopsea izolatoare (pe bază de lac sau email). Nu trebuie să fie posibil ca proba să poată atinge componente sub tensiune.

În locul probelor B și 13, pentru aparatura electrocasnică, alta decât cea de clasa a II-a, se va folosi proba 41 - IEC 61032, prin presare, din exteriorulaparatului electrocasnic, către componentele sub tensiune sau elementele încălzitoare vizibile incandescente, a căror deconectare este posibilă de la un întrerupător general, fără a apăsa puternic. Se va aplica proba și pe elementele de susținere ale componentelor menționate anterior, din exteriorul aparatului electrocasnic, fără a îndepărta capace sau alte componente similare. Nu trebuie să fie posibil ca proba să poată atinge componente sub tensiune. O componentă nu este considerată sub tensiune dacă:

- componenta este alimentată la o tensiune foarte joasă sigură, care pentru c.a. valoarea maximă a tensiunii nu depășește 42,4 V, iar pentru c.c. tensiunea nu depășește 42,4V;
- componenta este separată de componentele sub tensiune printr-o impedanță de protecție.

Dacă se folosește o impedanță de protecție, curentul dintre componenta respectivă și componenta sursă nu trebuie să depășească valoarea de 2 mA pentru cazul alimentării cu curent continuu, iar valoarea maximă a curentului în cazul alimentării cu curent alternativ nu trebuie să depășească 0,7 mA. În plus, pentru tensiunile care depășesc valorea maximă de 42,4 V (c.a.), până la 450V, inclusiv, capacitatea nu trebuie să depășească 0,1 μ F. Pentru tensiunile care depășesc 450V, până la 15 kV, inclusiv, descărcarea nu tebuie să depășească 45 μ C. Conformitatea este verificată prin măsurători, aparatul fiind alimentat la tensiunea nominală. Tensiunile și curenții se măsoară între componentele relevante, pentru fiecare pol al tensiunii de alimentare. Descărcările se măsoară imediat după întreruperea alimentării cu energie electrică.

4.4.3. Curentul și puterea consumate

Dacă un aparat electrocasnic este marcat cu puterea consumată nominală, puterea consumată nu trebuie să difere de puterea consumată nominală cu mai mult decât abaterile menționate în tabelul 4.6.

Tabelai 4.0. Abatelea putern consumate			
Tipul de aparat	Puterea nominală, W	Abaterea maximă	
Toate tipurile	≤25	$\pm 20\%$	
	>25 și ≤200	±10%	
Aparatură electrocasnică pentru încălzire și aparatură electrocasnică combinată	>200	+5% sau 20W (valoarea mai mare)	
		-10%	
	>25 şi ≤300	$\pm 20\%$	
Aparatură electrocasnică cu motor	>300	±15% sau 60W	
		(valoarea mai mare)	

Tabelul 4.6. Abaterea puterii consumate

Deviația aparaturii electrocasnice combinată devine cea a aparaturii electrocasnice cu motor, dacă puterea consumată de motor este cel puțin 50% din puterea nominală consumată. Conformitatea este verificată prin măsurători, după ce puterea consumată s-a stabilizat și:

- toate circuitele care pot functiona simultan sunt în functiune
- aparatul este alimentat la tensiunea nominală
- aparatul funcționează în condiții normale.

Dacă puterea consumată variază pe parcursul unui ciclu de funcționare, atunci puterea consumată este determinată ca fiind puterea medie pe întregul ciclu de funcționare. Dacă un aparat electrocasnic este marcat cu curentul nominal, curentul nu trebuie să difere de curentul nominal cu mai mult decât abaterile menționate în tabelul 4.7. Abaterea aparaturii electrocasnice combinată devine cea a aparaturii electrocasnice cu motor, dacă curentul consumat de motor este cel puțin 50% din curentul nominal.

Tipul de aparat	Curentul nominal, A	Abaterea maximă
Toate tipurile	≤0,2	$\pm 20\%$
	>0,2 și ≤1,0	$\pm 10\%$
Aparatură electrocasnică pentru încălzire		+5% sau 0,10A
și aparatură electrocasnică combinată	>1,0	(valoarea mai mare)
		-10%
	>0,2 și ≤1,5	±20%
Aparatură electrocasnică cu motor	>1,5	±15% sau 0,3A
		(valoarea mai mare)

Tabelul 4.7. Abaterea curentului consumat

Conformitatea este verificată prin măsurători, după ce curentul s-a stabilizat și:

- toate circuitele care pot funcționa simultan sunt în funcțiune;
- aparatul este alimentat la tensiunea nominală;
- aparatul funcționează în condiții normale.

Dacă curentul variază pe parcursul unui ciclu de funcționare, atunci curentul este determinat ca fiind puterea medie pe întregul ciclu de funcționare.

4.4.4. Testul de încălzire

Aparatura electrocasnică și mediul înconjurător nu trebuie să atingă temperaturi ridicate în timpul funcționării. Conformitatea este verificată prin măsurarea creșterii temperaturii a diferitelor componente urmărind testele de la paragrafele 11.2 la 11.7 ale standardului. Aparatura electrocasnică operată din mână va fi ținută în poziția normală de funcționare. Aparatura electrocasnică prevăzută cu ștecăr, va fi conectată la rețea prin introducerea ștecherului în priză. Aparatura electrocasnică încastrată se va instala conform instrucțiunilor de utilizare. Aparatura electrocasnică pentru încălzire și aparatura electrocasnică combinată se va amplasa într-un colț pentru testare, după cum urmează:

- aparatura electrocasnică care în mod uzual este amplasată în timpul funcționării pe podea sau pe masă, va fi amplasată cât mai aproape cu putință de pereți;
- aparatura electrocasnică fixată de perete va fi fixată de perete, cât mai aproape de celălalt perete și de podea sau tavan (după caz), ținându-se cont de instrucțiunile de utilizare;
- aparatura electrocasnică fixată de tavan va fi fixată de tavan, cât mai aproape de pereți, ținându-se cont de instrucțiunile de utilizare.
 - Aparatura electrocasnică cu motor se va amplasa pentru testare, după cum urmează:
- aparatura electrocasnică care în mod uzual este amplasată în timpul funcționării pe podea sau pe masă, va fi amplasată pe un suport orizontal;
- aparatura electrocasnică fixată de perete va fi fixată de un suport vertical;
- aparatura electrocasnică fixată de tavan va fi fixată sub un suport orizontal.

Pentru colțul de testare, suporturi și pentru instalarea aparaturii electrocasnice încastrate se va folosi placaj vopsit negru mat, cu o grosime de aproximativ 20 mm.

Pentru aparatura electrocasnică prevăzută cu un sistem de derulare automată a cablului de alimentare, se va derula o treime din lungimea totală a cablului. Creșterea de temperatură a cablului de alimentare va fi măsurată cât mai aproape posibil de mosor și, un alt punct, între cele mai îndepărtate straturi ale mosorului.

Pentru aparatura electrocasnică prevăzută cu spații de depozitare a cablului de alimentare se va derula o bucată de cablu de 50 cm. Creșterea temperaturii va fi măsurată în punctul cel mai nefavorabil. Creșterile de temperatură, altele decât cele ale spirelor, vor fi determinate prin mijlocul unei termocuple cu conductori subțiri (d≤0,3 mm), poziționată în așa fel încât să aibă un efect minim asupra temperaturii componentei măsurate. Termocuplele utilizate pentru determinarea creșterii de temperatură a suprafeței pereților, tavanului și podelei se vor amplasa sub niște discuri de cupru înnegrit, cu diametrul de 15 mm și grosimea de 1 mm. Fața discului va fi în același plan cu suprafața placajului. Pe cât posibil, aparatura este poziționată în așa fel încât termocupla detectează temperatura maximă. Creșterile de temperatură, a izolației electrice, alta decât cea a spirelor, vor fi determinate pe suprafața izolației în locul unde deteriorarea acesteia poate produce:

- un scurtcircuit;
- un contact între componentele sub tensiune și suprafețele metalice accesibile;
- șuntarea izolației;
- reducerea distanței superficiale sau a distanței minime sub valorile specificate în partea a 29-a a standardului.

Creșterea de temperatură a spirelor se va determina prin metoda rezistenței cu excepția cazurilor când înfășurările sunt neuniforme sau accesul la contacte este dificil. În aceste ultime cazuri, creșterea temperaturii se va determina prin intermediul unor termocuple. Creșterea temperaturii unei spire se calculează cu formula (4.1):

$$\Delta t = \frac{R_2 - R_1}{R_1} \cdot \left(k + t_1\right) - \left(t_2 - t_1\right) \tag{4.1}$$

unde:

 Δt – creșterea de temperatură

R₁ – rezistența la începutul testului

R2 - rezistența la sfârșitul testului

k = 234,5 pentru Cu

k = 225 pentru Al

t1 - temperatura camerei la începutul testului

t2 - temperatura camerei la sfârșitul testului

Aparatura electrocasnică pentru încălzire va opera în condiții normale de funcționare și la o putere consumată egală cu 1,15 x puterea nominală. Aparatura electrocasnică cu motor va opera în condiții normale de funcționare și va fi alimentată cu tensiunea cea mai nefavorabilă din intervalul 0,94 - 1,06 x tensiunea nominală. Aparatura electrocasnică combinată va opera în condiții normale de funcționare și va fi alimentată cu tensiunea cea mai nefavorabilă din intervalul 0,94 - 1,06 x tensiunea nominală. Aparatura electrocasnică va opera în condiții normale de funcționare și va fi alimentată cu tensiunea cea mai nefavorabilă din intervalul 0,94 - 1,06 x tensiunea nominală. Aparatura electrocasnică va funcționa o durată de timp suficientă ca să se poată produce condițiile cele mai nefavorabile.

În timpul testului temperatura va fi monitorizată permanent și aceasta nu va depăși valorile prezentate în tabelul 4.8. Totuși, dacă temperatura spirelor unui motor depășește valorile specificate în tabelul 4.8, sau există dubii privind clasa de izolație, se vor efectua testele din anexa C. Dispozitivele de protecție nu trebuie să se declanșeze.

Tabelui 4.0. ereșterne maxime de temperatura			
Tipul de izolație al înfășurării	Creșterea temperaturii, K		
Clasă A	75		
Clasă E	90		
Clasă B	95		
Clasă F	115		
Clasă H	140		
Clasă 220	160		
Clasă 250	180		
Contactele (picioruşel	e) ștecărelor		
Pentru condiții foarte fierbinți	130		
Pentru condiții fierbinți	95		
Pentru condiții reci	45		
Terminalii, inclusiv terminalii de			
pământare ai aparaturii fixe cu	60		
excepția cazurilor când aceasta este	00		
furnizată cu cablu de alimentare			
Izolația de cauciuc sau PVC a cablur	ilor interne sau a cablurilor		
de alimentare			
Fără marcaj de temperatură	50		
Cu marcaj de temperatură (T)	T-25		
Izolația suplimentară a cablurilor	35		
Materiale folosite ca izolatori, altele decât cele specificate			
pentru înfășurări sau cabluri			
Materiale textile vopsite sau	70		
impregnate, hârtie sau carton presat	/0		
Materiale composite laminate cu			
matrice:			
din rășină melamino-	85		

Tabelul 4.8. Creșterile maxime de temperatură

Tipul de izolație al înfășurării	Creșterea temperaturii, K		
formaldehidică, fenol			
formaldehidică sau fenol-furfurică			
din rășină ureo-formaldehidică	65		
Plăci pentru circuite electronice	120		
lipite cu rășină epoxidică	120		
Poliester armat cu fibră de sticlă	110		
Cauciuc siliconic	145		
PTFE	265		
Mică și materiale ceramice ușor			
sinterizate atunci când aceste	400		
materiale sunt folosite ca izolatori	400		
suplimentari			
Lemn	65		
Suprafața exterioară a condensatorilor			
Cu marcaj de temperatură (T)	T-25		
Fără marcaj de temperatură	50		
Suprafața mânerelor, butoanelor, prinderilor și a pieselor			
similare care sunt în contact permanent cu mâna în timpul			
operării			
Metalice	30		
Porțelan sau materiale vitroase	40		
Materiale injectate, cauciuc sau	50		
lemn	50		

4.4.5. Testul pentru curentul de curgere la pământ și rigiditatea dielectrică la temperatura de funcționare

La temperatura de funcționare, curentul de punere la pământ a aparaturii electrocasnice și rigiditatea dielectrică vor fi cele adecvate. Conformitatea este verificată prin intermediul testelor 13.2 și 13.3 din standard. Aparatura va funcționa pentru durata de timp menționată la paragraful 11.7 din CEI EN 60335. Aparatura electrocasnică pentru încălzire va fi alimentată la o putere egală cu 1,15 x puterea nominală. Aparatura electrocasnică cu motor și cea combinată vor fi alimentate la 1,06 x tensiunea nominală. Aparatura electrocasnică trifazată care conform instrucțiunilor de utilizare poate fi alimentată și la tensiune monofazată, va fi testată conectând toate cele 3 circuite, în paralel, la o singură fază. Impedanțele de protecție și filtrele de radiointerferență vor fi deconectate înainte de efectuarea testelor. Curentul de punere la pământ este măsurat prin intermediul unui circuit, ca cel din figura 4.6, standardul IEC 60990, între una din faze și componentele metalice accesibile conectate printr-o folie metalică cu o arie nu mai mare de 20x10 cm, folie ce va fi în contact cu suprafețele accesibile din material izolator.

Pentru aparatura electrocasnică monofazată, circuitul de măsură este prezentat în figurile:

- pentru aparatura electrocasnică de clasa a II-a, fig. 4.7

- pentru aparatura electrocasnică alta decât cea de clasa a II-a, fig. 4.8.

Curentul de punere la pământ este măsurat cu comutatorul de selecție închis pe fiecare dintre pozițiile a și b, succesiv.

Pentru aparatura electrocasnică trifazată, circuitul de măsură este prezentat în figurile:

pentru aparatura electrocasnică de clasa a II-a, fig. 4.9

pentru aparatura electrocasnică alta decât cea de clasa a II-a, fig. 4.6.

Curentul de punere la pământ este măsurat cu comutatorul de selecție închis pe toate pozițiile a, b și c, simultan. Măsurătorile sunt apoi reluate cu comutatorul închis pe fiecare poziție a, b și c, succesiv. Pentru aparatura electrocasnică destinată a fi conectată numai în stea, conductorul de nul nu va fi conectat.

După ce aparatul funcționează de un timp mai mare decât cel specificat la paragraful 11.7 al standardului, curentul de punere la pământ nu va depăși următoarele valori:

- pentru aparatura electrocasnică de clasa a II-a
 pentru aparatura electrocasnică de clasa 0, 01, și a III-a
 0,25 mA
- pentru aparatura electrocasnică portabilă de clasa I 0,75 mA
- pentru aparatura electrocasnică staționară, cu motor, de clasa I

3,5 mA

- pentru aparatura electrocasnică pentru încălzire, de clasa I 0,75 mA sau 0.75 mA dkW din puterea consumptă nominală dar nu mai mult de 5 mA
- 0,75 mA/kW din puterea consumată nominală, dar nu mai mult de 5 mA



Figura 4.6. Testarea aparatelor trifazate, de clasă alta decât clasa a II-a



Figura 4.7. Testarea aparatelor de clasa a II-a monofazate



Figura 4.8. Testarea aparatelor monofazate, altele decât clasa a II-a





Pentru aparatura electrocasnică combinată, curentul depunere la pământ va fi cel mai mare dintre limitele specificate pentru aparatura electrocasnică pentru încălzire și limitele specificate pentru cea cu motor, fără a le însuma.

Dacă aparatura electrocasnică incorporează condensatori și este prevăzută cu întrerupător monopolar, măsurătorile sunt repetate cu întrerupătorul în poziția închis (deconectat). Dacă aparatura electrocasnică include un dispozitiv termic de întrerupere care se anclanșează în timpul testelor, curentul de punere la pământ este curentul măsurat imediat înainte de deschiderea circuitului. Izolația este încercată cu o tensiune sinusoidală cu o frecvență de 50 sau 60 Hz, timp de 1 minut. Pentru aparatele electrocasnice monofazate circuitul de măsurare este cel din figura 4.10. Motoarele și aparatele electrocasnice trifazate sunt testate imediat după deconectarea acestora de la sursa de tensiune. Tensiunea este aplicat între componentele sub tensiune și părțile accesibile ale aparatului, părțile nemetalice fiind acoperite cu folie metalică.



Figura 4.10. Testarea aparatelor monofazate

Valorile tensiunii de încercare sunt cele din tabelul 4.9.

	Tensiune de test (V)			
Izolație	Tensiune nominală ^(a)		Tensiune de lucru (U)	
	SELV	<=150 V	>150 V şi <=250 V	>250 V
Izolație principală	500	1000	1250	1,2 U + 950
Izolație suplimentară	-	1500	1750	1,2 U + 1450
Izolație întărită	-	2500	3000	2,4 U + 2400

 a) Pentru aparatura multifazată, conductorul de nul sau conductorul de pământare sunt folosite pentru tensiunea nominală. Tensiunea de test pentru aparatura electrocasnică de 480 V multifazată este aceeaşi cu cea specificată pentru domeniul de tensiuni nominale (150 V, 250 V).

La începerea testului, se va aplica o tensiune nu mai mare de jumătate din cea prescrisă, apoi tensiunea este mărită treptat până la valoarea prescrisă. Sursele de tensiune înaltă vor avea caracteristicile prevăzute în tabelul 4.10.

Dispozitivele de siguranță și protecție la suprasarcină nu trebuie să se anclanșeze în timpul testului.

Tomation and to to stat (17)	Curentul n	iinim (mA)
Tenstunea de test (V)	Is	Ir
<4000	200	100
≥4000 și <10000	80	40
≥10000 şi <20000	40	20

Tabelul 4.10. Caracteristicile surselor de tensiune înaltă

Incertitudinea măsurătorilor tensiunii de test trebuie să fie mai mică de $\pm 3\%$ din tensiunea măsurată, iar curentul de punere la pământ $\pm 50\%$ din Ir.

4.4.6. Testul pentru tensiuni tranzitorii

Aparatura electrocasnică trebuie să reziste la tensiunile tranzitorii la care este supusă. Conformitatea este verificată prin supunerea la tensiunea de test a tuturor componentelor avand o distanță minimă în aer mai mică decât cele specificate în tabelul 16. Tensiunea de test este sinusoidală și corespunde unui impuls standard de 1,2/50µs conform IEC 61180-1. Tensiunea este generată de o sursă cu rezistența internă de 12Ω . Tensiunea de test este aplicată de trei ori pe fiecare polaritate la intervale de cel puțin o secundă. Tensiunea de impul de test este specificată în tabelul 6 și corespunde tensiunilor nominale din tabelul 4.11.

Tableur 4.11. Tensiunea de impuis de test		
Tensiunea nominală de impuls, V	Tensiunea de impuls de test V	
330	400	
500	600	
800	960	
1500	1800	
2500	3000	
4000	4800	
6000	7200	
8000	9600	
10000	12000	

Nu este permisă apariția descărcărilor. Totuși, descărcările sunt permise la izolația funcțională dacă aparatul este conform cu testele capitolului 19 din standard atunci când distanța în aer este scurtciruitată.

4.5. Analiza calității produselor prin metoda radiației penetrante

4.5.1. Metode de control cu radiații penetrante

Rapida dezvoltare și răspândire a metodelor de control cu radiații penetrante se datorește unor avantaje, dintre care amintim: modificările produse în timpul controlului nu afectează folosirea ulterioară a obiectului controlat; controlul poate fi executat atât în timpul fabricației, cât și în timpul exploatării; controlul poate fi repetat ori de câte ori este necesar; metodele de control sunt precise și necesită timp scurt de efectuare. În prezent este cunoscută o mare varietate de metode de control cu radiații penetrante, ce pot fi grupate în: metode uzuale și metode speciale.

A. Metode uzuale de control cu radiații penetrante

Gamagrafia. Gamagrafia este o metodă de control nedistructiv, bazată pe dependența dintre atenuarea radiației gama și structura macroscopică a materialului. Elementul principal în gamagrafie este sursa de radiații gama, care astăzi sunt numai surse radioactive artificiale.

Metoda de control este foarte răspândită datorită unor avantaje, dintre care putem aminti: instalațiile pentru gamagrafie sunt de dimensiuni reduse, destul de simple, în general portabile și deci cu preț de cost relativ mic; radiațiile gama au o putere de penetrație mare, asigură un contrast bun, deci permit controlul pieselor cu grosimi mari și independență totală față de sursele de energie sau apă, deci pot fi utilizate atât în atelier, cât și pe șantier.

Ca dezavantajele ale radiografiei cu raze gama se menționează: din cauza durității mari a radiației și imposibilității reglării, deci a adaptării la grosimea de controlat, sensibilitatea radiografică la grosimi mijlocii, și în special la grosimi mari, este inferioară radiografiei cu raze X; activitatea radioizotopilor variază sensibil în timp, iar variațiile cele mai mari se întâlnesc tocmai la izotopii cei mai ieftini; iradierea surselor gama nu poate fi întreruptă, motiv pentru care utilizarea, manipularea și depozitarea lor reclamă măsuri mai severe pentru asigurarea protecției personalului operator.

Röntgenografia. Röntgenografia se bazează pe fenomenul atenuării radiației X, datorită structurii macroscopice a materialului. Metoda poate fi considerată printre primele metode de control nedistructiv. Utilizarea metodei este condiționată de complexitatea aparaturii, precum și de energiile radiațiilor X obținute la respectivele aparate. În general se utilizează aparate cu tensiuni de lucru între 30 și 2000 kV, obișnuit între 80 și 400 kV. Prin folosirea acceleratoarelor (electrostatice, prin inducție magnetică), se pot obține radiații X de energii mari, între 1 și 100 MeV. Cele mai răspândite sunt betatroanele, cu ajutorul cărora se obțin radiații X, cu energii între 6 și 40 MeV, fiind utilizate în controlul cu radiații penetrante a pieselor cu grosimi mari.

În figurile 4.14÷4.17 sunt prezentate radiografii ale unor rezistențe electrice cu indicarea regiunilor cu probleme acolo unde este cazul. Defectele care pot apărea în cazul rezistorilor electrici sunt: întreruperea continuității electrice a elementului rezistiv (figurile 4.15 și 4.16), desprinderea elementului rezistiv de terminal (figurile 4.14, 4.15 și 4.18), întreruperea continuității electrice a terminalului (figura 4.17), contactul electric între elementul rezistiv și teacă (figurile 4.15 și 4.16). Radiografiile au fost realizate cu un generator de radiații tip Eresco 42MF3 prezentat în figura 4.19, unde:

- 1. Panou de comanda
- 2. Cabina de plumb
- 3. Generator de Rx
- 4. Lampa cu lumina intermitenta-de avertizare (semnalizeaza cand aparatul functioneaza)



Figura 4.14. Radiografie elemente rezistive



Figura 4.15. Radiografie elemente rezistive




Figura 4.16. Radiografie elemente rezistive

Figura 4.17. Radiografie elemente rezistive



Figura 4.18. Radiografie elemente rezistive



Figura 4.19. Generator de radiații RX tip ERESCO MF3

Capitolul 5 CERCETĂRI ASUPRA MATERIALELOR UTILIZATE LA FABRICAREA REZISTORILOR ELECTRICI

5.1 Testarea materialelor

Metodele de investigare a proprietăților și caracteristicilor materialelor folosite la fabricarea rezistorilor electrici sunt diferite pentru fiecare din cele patru componente principale ale unui rezistor: elementul rezistiv propriu-zis, terminalii, materialul izolator și teaca sau tubul. Astfel, așa cum este schematizat în figura 5.1, în cazul elementului rezistiv sunt utile următoarele informații:

- Starea structurală a materiului atât la temperatura ambiantă cât și la temperatura de lucru a firului;
- Forma și dimensiunile firului;
- Caracteristicile electrice (rezistivitatea electrică și dependența acesteia de temperatură);
- Caracteristicile tehnologice ale firului la îndoire alternantă, deformare plastică și înfășurare;
- Caracteristici mecanice (R_m, R_{p0,2}, A, Z şi duritatea);
- Rezistența la oxidare și coroziune;
- Caracteristici termice coeficienții de transfer termic prin conducție, convecție și radiație. În cazul terminalilor este necesar a cunoaște:
- Starea structurală a materiului la temperatura ambiantă
- Forma și dimensiunile terminalului;
- Caracteristicile electrice (rezistivitatea electrică);
- Caracteristicile tehnologice ale terminalului la sudare și prelucrarea prin așchiere;
- Caracteristici mecanice (R_m, R_{p0,2}, A, Z și duritatea);
- Rezistența la oxidare și coroziune;
- Caracteristici termice coeficienții de transfer termic prin conducție și convecție. În cazul materialului izolator sunt necesare:
- Starea structurală a materiului atât la temperatura ambiantă cât și la temperatura de lucru a firului;
- Forma și dimensiunile izolatorului;
- Caracteristicile electrice (rezistivitatea electrică și dependența acesteia de temperatură);
- Caracteristicile tehnologice ale izolatorului;
- Caracteristici mecanice (R_m, R_{p0,2}, A, Z și duritatea);
- Rezistența la oxidare și coroziune;
- Caracteristici termice coeficienții de transfer termic prin conducție, convecție și radiație. În cazul tuburilor este necesară cunoașterea:
- Starea structurală a materiului atât la temperatura ambiantă cât și la temperatura de lucru a tubului;
- Forma și dimensiunile tubului;
- Caracteristicile electrice (rezistivitatea electrică și dependența acesteia de temperatură);
- Caracteristicile magnetice (permeabilitatea magnetică);
- Caracteristicile tehnologice ale tubului la deformare plastică și sudare;
- Caracteristici mecanice (R_m, R_{p0,2}, A, Z și duritatea);
- Rezistența la oxidare și coroziune; Caracteristici termice coeficienții de transfer termic prin conducție, convecție și radiație.

Suma acestor informații poate fi obținută prin metode de investigații care, din păcate, nu pot fi exclusiv nedistructive, iar o parte din metodele nedistructive trebuie corelate în anumite



Figura 5.1.a. Testarea materialelor folosite pentru realizarea elementelui rezistiv



Figura 5.1.b. Testarea materialelor folosite pentru realizarea terminalilor



Figura 5.1.d. Testarea materialelor folosite pentru realizarea tuburilor

cazuri cu metodele distructive de investigare. Metodele nedistructive de investigare a proprietăților și caracteristicilor materialelor pot fi schematizate, după cum urmează:

- Metode neconvenționale pentru măsurarea dimensiunilor;
- Metode neconvenționale pentru măsurarea durității;
- Metode neconvenționale de investigare a structurii:
 - analiza cu raze penetrante;
 - analiza cu unde ultrasonore;
 - o analiza electrică și termoelectrică;
 - o analiza magnetică;
 - o analiza metalografică a replicilor de suprafață;
- Metode de determinare a caracteristicilor electrice. Pentru toate metodele nedistructive enumerate mai sus este necesară stabilirea:
- principiului metodei;
- aparaturii utilizate;
- tehnicii de folosire;
- interpretării rezultatelor;
- reproductibilității rezultatelor și a gradului de încredere.

5.2. Analize, încercări, rezultate 5.2.1. Compoziția chimică

5.2.1.1. Determinarea compoziției chimice a aliajelor metalice prin metoda spectroscopiei de emisie optică

Principiul metodei se bazează pe analiza spectrului unei descărcări electrice, aplicate de regulă unui material conductor, fiind dedicată mai ales metalelor și aliajelor; senzorii electronici de tip CCD, folosiți actualmente, permit determinarea simultană a unui mare număr de elemente, inclusiv elementele ușoare. Limita de detecție este, de regulă, de 10 până la 1000 de ori mai mică decât concentrația elementelor de aliere. Durata unei determinări propriu-zise este de aproximativ 30 de secunde, dar este necesară, pentru obținerea unor rezultate cât mai exacte, verificarea și corecția calibrării aparatului la fiecare pornire a spectrometrului. Precizia realizată permite cu ușurința identificarea materialelor standardizate. Prelucrarea probelor este asemănătoare pregătirii probelor metalografice, fiind necesară obținerea une suprafețe plane, curate, cu o rugozitate ridicată.

Spectrometrul de emisie optică (figura 5.2) este în esența un aparat ce include o sursă de tensiune ce va genera arcul electric, o incintă presurizată cu argon spectral (de puritate 5N), un sistem optic ce preia lumina generată de arcul electric și apoi o descompune după lungimile de undă, un sistem de achiziție a spectrelor astfel obținute și un sistem de calcul ce va efectua prelucrarea datelor.



Fig. 5.2. Spectrometru de emisie optică

Sursa de tensiune este controlată de sistemul de achizitie a datelor ce impune în mod automat valorile de tensiune și curent aplicate (preluate dintr-o bază de date), în funcție de tipul de aliaj ce urmează a fi analizat: oțeluri, oțeluri inoxidabile, aliaje de Al, aliaje de Cu, aliaje de Ti.

Arcul electric este descărcat în atmosfera de argon de puritate înaltă pentru a evita pătrunderea gazelor din atmosferă în plasma arcului electric. Ținând cont că atmosfera terestră este constituită dintr-un amestec de gaze, inclusiv CO₂, prezența gazelor din atmosferă în arcul electric ar duce la obținerea unor date fără nici o relevanță, ținând cont că elemente precum C și S sunt prezente atât în atmosferă cât și în aliaje.



Fig. 5.3. Spectrul de emisie optică al unui oțel slab aliat

Lumina produsă de arcul electric este preluată și focalizată pe o rețea de difracție care o va împrăștia după lungimea de undă, plasma arcului electric producând un spectru discontinuu, în funcție de elementele prezente în arc. Se știe că lumina este produsă de fenomenele de dezexcitare ale atomilor care pentru a se relaxa emit fotoni. Lungimea de undă a acestor fotoni este determinată strict de tipul de atom (mai exact de numărul atomic Z, dar și de numărul de masă A) și de nivelul de excitare al acestuia. Astfel culoarea luminii emise este dependentă de elementele prezente în materialul pe care are loc descărcarea și în gazul în care are loc aceasta. În plasma arcului electric folosit de spectrometrele de emisie optică pe lângă elementele prezente în materialul inspectat vor exista însă și atomi sau ioni de argon, ale cărui linii spectrale nu coincid, în general, cu cele ale metalelor. Astfel prezența unor linii spectrale la lunigimi de undă specifice (exacte și cunoscute) în spectrul colectat de spectrometru va indica prezenta unor tipuri de atomi în aliajul inspectat. Un exemplu tipic de spectru colectat de spectrometru este prezentat în figura 5.3. Un exemplu de lungimi de undă pe care emit atomii de Si este prezentat în figura 5.4.



Fig. 5.4. Fragment din spectrul de emisie optică al siliciului

Se observă că intensitățile liniilor spectrale nu sunt egale (spre exemplificare spectrul atomului de Na, unde, deși sunt prezente foarte multe linii spectrale cele mai intense sunt liniile D). Tocmai această inegalitate a intensității liniilor spectrale face posibilă analiza cantitativă. În realitate două colectări consecutive a spectrului de emisie a arcului electric produs pe același material, de o puritate maxim posibilă, va produce spectre de intensității diferite, datorate variației tensiunii electrice, formei electrodului, temperaturii gazului, microimpurități locale etc, care sunt practic incontrolabile. Din fericire, raportul dintre intensitățile liniilor spectrale ale unui element este constant și exact. Tocmai din exactitatea repetabilității acestor rapoarte de intensități rezultă exactitatea metodei spectrale, metodă care este considerată în prezent ca fiind cea mai exactă metodă de determinare a compoziției chimice a unui material. Spectrometria în domeniul razelor X care funcționează exact la fel ca și cea în domeniul vizibil sau cea de infraroșu (aplicată de chimiști în special la probe organice) este atât de exactă încât permite determinarea cu precizie ridicată a elementelor în concentrație de ordinul 10⁻⁹, adică părți pe miliard. Această metodă permite determinarea indirectă prin calcule matematice a procentajului masic în aliajele metalice a elementelor de interes și presupune următoarele etape:

I. Calibrarea aparatului

Calibrarea aparatului se realizează, de obicei o singură dată, de obicei de fabricant. Aceasta presupune determinarea rapoartelor de intensități dintre liniile spectrale ale elementelor pure care constituie baza de alierea aliajelor de interes. De exemplu, dacă spectometrul urmează a fi utilizat pentru determinarea compoziției chimice a oțelurilor se începe cu determinarea liniilor spectrale a fierului pur. Calibrarea continuă cu înregistrarea spectrelor aliajelor în care celalte elemente de interes se găsesc în concentrații diferite în ordine crescătoare și în plaje diferite, astfel, continuând exemplul precedent, în cazul oțelurilor se continuă cu aliaje Fe-C, în care restul elementelor sunt prezente la limita detecției și apoi restul elementelor: Mn, Si, Ni, Cr, V, P, S, etc.

Un exemplu de suprapunere a spectrelor înregistrate pe aliaje cu concentrații diferite de C sunt prezentate în figura 5.5. Spectrele înregistrate vor sta la baza tuturor calculelor ulterioare, rapoarele intensităților diverselor linii spectrale fiind apoi comparate cu rapoartele intensitățile linilor spectrale înregistrate în cazul determinărilor propriu-zise. De menționat că, aliajele folosite la calibrarea aparatului sunt aliaje în care concentrațiile tuturor sunt cunoscute cu o precizie ridicată (aceste concentrații sunt verificate de mai multe laboratoare prin metode diferite de determinare a compoziției chimice) și sunt denumite etaloane. Etaloanele pot fi și ele de mai multe tipuri:



Fig. 5.5. Suprapunerea a 3 spectre de emisie optică a 3 aliaje cu concentrații diferite de C

- RM (Reference Material), în limba română, materiale de referință, aceste aliaje cu o înaltă omogenitate sunt elaborate de laboratoare specializate și acreditate, iar etalonul este însoțit doar de rezultatele analizelor efectuate de producător.
- CRM (Certified Reference Material), în limba română, materiale de referință certificate, sunt identice cu RM-urile din punctul de vedere al modului de elaborare, cu excepția faptului că CRM-urile sunt însoțite, suplimentar, de rezultatele analizelor efectuate de producător și de alte minim două laboratoare acreditate.

În urma efectuării calibrării aparatului va rezulta o bază de date specifică numai aparatului respectiv. Calibrarea poate fi făcută și de utilizator, cu condiția ca acesta să dețină etaloanele necesare.

II. Verificarea dispersiei liniilor spectrale

Această operație se efectuează de către utilizator de fiecare dată când se pornește aparatul sau de fiecare dată când temperatura ambiantă a variat cu mai mult de două grade. Verificarea presupune înregistrarea spectrului unei probe din fier tehnic pur (pentru evitarea interferențelor cu liniile altor elemente de aliere), verificarea poziției liniilor spectrale a fierului și reatribuirea pozițiilor corecte dacă este cazul. Reatribuirea pozițiilor corecte la aparatele moderne, se face automat de către softul aparatului, atunci când este inițiată procedura de verificare a dispersiei liniilor spectrale. De menționat că procedura de verificare a dispersiei liniilor spectrale nu este urmată în mod necesar de reatribuirea pozițiilor liniilor spectrale.

III. Restandardizarea

Restandardizarea se efectuează de către utilizator după fiecare reatribuire a pozițiilor corecte a liniilor spectrale de către soft în urma procedurii (anterioare) de verificare a dispersiei liniilor spectrale. Această etapă nu este necesară dacă din verificarea liniilor spectrale nu a rezultat și reatribuirea pozițiilor liniilor spectrale. Restandardizarea presupune înregistrarea spectrelor unui număr limitat de materiale de referință (de obicei 3 sau 4) și corectarea driftului și rotației curbelor de calibrare. Aceste etaloane sunt aliaje în care se regăsesc toate elementele de aliere care vor apărea în rezultatele analizelor. În unele dintre ele, aceste elemente vor fi prezentate în concentrație mare, iar în altele în concentrație mică. Procedura complet automatizată, odată inițiată, va genera factorii de corecție a rezultatelor calculate pe baza curbelor de calibrare. Acești factori de corecție depind de mulți parametri incontrolabili: puritatea gazului în care are loc arcul electric, temperatura mediului ambiant din laborator, variațiile de tensiune ale rețelei de alimentare cu energie electrică, poziția electrodului față de probă, forma geometrică a electrodului, etc. Astfel, este mult mai simplă și mai ieftină verificarea și calcularea acestor factori de corecție decât controlarea strictă a atâtor parametri. De menționat că cea mai sensibilă la variații parametrii externi arcului este poziția liniilor spectrale fată de elementul CCD al sistemului de achiziție a datelor. Acesta este motivul pentru care procedura de recalculare a factorilor de corecție ("restandardizarea") este inițiată doar dacă în urma verificării poziției liniilor spectrale rezultă o reatribuire a poziției acestora.

IV. Analiza propriu-zisă

Analiza propriu-zisă este partea care durează cel mai puțin, de ordinul zecilor de secunde și produce, în mod automat efectuând toate corecțiile, rezulatele finale ale analizei. Pentru ca rezultatele să fie cât mai exacte, este important să se execute minim 3 "arderi" și apoi să se prelucreze rezultatele. Neomogenitatea materialelor sau tratamentele termo-chimice pot produce variații semnificative în procentajele elementelor de aliere.

Determinarea compoziției chimice a unui aliaj în vederea identificării materialului din care a fost realizată presupune urmarea unui algoritm strict. Orice abatere de la modul de lucru sau efectuarea unor etape înaintea altora va duce la rezultate inexacte. Etapele de urmat sunt prezentate în cele ce urmează: a) Pregătirea probelor.

Probele ce urmează a fi analizate trebuie sa aibă aproximativ dimensiunea unei monezi de 50 de bani (optim), atât ca diametru cât și ca grosime. În cazul în care dimensiunile sunt mai mici, se va incerca, dacă materialul o permite, laminarea sau presarea probelor pentru a atinge dimensiunile dorite. După această etapă, proba se va șlefui pe suprafața plană cu hârtie metalografică, de granulație mare (60 sau 80) până se obține o suprafață, rugoasă, omogenă. Apoi proba se spală cu apă și alcool și se șterge pe hârtie de filtru. Identic se vor prelucra și suprafețele etaloanelor de restandardizare și a piesei din fier tehnic pur. Probele nu se ating cu mâna sau cu alte materiale ce ar putea impurifica suprafețele ce urmează a fi investigate. În cazul în care aceste suprafețe sunt, totuși, atinse, suprafața se va curăța cu alcool sau se va supune din nou prelucrării mecanice și se va curăța cu alcool. Pentru a evita impurificarea probelor, se vor folosi cuțite sau hârtii abrazive separate pentru fiecare tip de aliaj.

b) Pornirea aparatului

Se deschide robinetul tubului de argon spectral permiţând creşterea presiunii până la 200 bar. Se acţionează butonul de pornit-oprit al spectrometrului. Se vizualizeaza pe ceasul de debit de gaz curgerea gazului și se regleaza astfel încât debitul sa fie de aprox. 25 l/min. Se verifică dacă debitul de gaz este de minimum 25l/min. Se verifica dacă standul este închis etanş. Operatia de purjare dureaza o ora.

c) Verificarea dispersiei liniilor spectrale.

După terminarea procesului de purjare, se ridică capacul, se scot dopul de etanșare a standului și garnitura, se deschide robinetul negru (în acest moment electrodul va fi împins afară) și se sterge electrodul cu alcool (figura 5.6). Se introduce electrodul la loc și se strânge robinetul negru în timp ce se apasă cu dispozitivul de fixare a electrodului. Se ia proba cu simbolul P, se pune pe suport, se fixează și se închide capacul.

d) Restandardizarea

Se inițiază procedura de restandardizare și se alege programul cu care se verfică compoziția chimică a probei. După ce se curață vârful electrodului se fixează în spectrometru etalonul cerut de program și se apasă pe butonul verde. Operația se repetă de minim patru ori pentru fiecare etalon. După arderea tuturor etaloanelor cerute de soft programul compensează automat driftul și rotația curbelor de etalonare.



Fig 5.6. Accesul la electrodul spectrometrului de emisie optică

e) Determinarea compoziției chimice

Se selectează programul de lucru și se ard probele de câte 4 ori fiecare (minimum). Programul va face automat calculele și va afișa compoziția chimică a aliajului respectiv. După determinarea compoziției chimice se identifică aliajul cu ajutor tabelelor disponibile în laborator sau folosind unul din utilitarele disponibile pe internet.

5.2.1.2. Determinarea compoziției chimice prin metoda fluorescentei de raze X

De la descoperirea lor, radiațiile X au devenit o sursă impresionantă de aplicații, una dintre aceste aplicații fiind metoda fluorescenței de raze X. Metoda este o metodă spectroscopică, nedistructivă, de determinare a compoziției chimice a unui aliaj, pulberi, roci etc. Compoziția chimică este determinată în sensul determinării elementelor prezente în probă și a concentrației procentuale masice a fiecăruia dintre acestea.

Orice element este definit de seriile de linii spectrale de emisie sau absorbție, linii exact reproductibile și cunoscute. Fotonii emiși prin tranzițiile electronice pe straturile orbitale interioare (K,L și la atomii cu număr atomic Z mare, M) au o energie ridicată, în domeniul razelor X. Din punct de vedere experimental metoda presupune folosirea unei surse monocromatice de radiație X de energie suficient de înaltă (λ mic) astfel încât energia fotonilor incidenți să fie mai mare decât energia de ionizare a electronilor de pe straturile inferioare ale atomilor. Prin ciocnirea foton-electron de pe stratul inferior se obțin astfel ioni instabili. Electronii de pe straturile superioare vor face o tranziție pe straturile inferioare cu emisie de fotoni de raze X. În acest mod, ionul devine un ion stabil. Energia fotonilor emiși prin procesele de relaxare electronică este mai mică decât energia fotonilor incidenți sau decât energia necesară expulzării electronului de pe stratul inferior. Emisia de radiație X este un proces statistic caracterizat de timpul de tranziție τ pe nivelul inferior de pe nivelul superior și de diferena de energie dintre cele două nivele electronice. Timpul de tranziție este de obicei de ordinul nanosecundelor, uneori ajungând la valori de ordinul microsecundelor, fiind invers proporțional cu probabilitatea tranziției de pe nivelul superior pe nivelul inferior. Diferența de energie dintre cele două nivele este egală cu energia cuantei de radiație X emisă, fiind caracteristică elementului și tranziției respective. Astfel unui element ii sunt caracteristice mai multe tranziții, și implicit, mai multe lungimi de undă caracteristice (serii de linii spectrale). Pentru că emisia de cuante de raze X se face cu întârzierea definită de probabilitatea de tranziție, fenomenul se numește fluorescență de raze X. Fotonii de raze X emiși de elementele ce fac parte din probă sunt apoi captați de un detector de radiație X. Există două tipuri de detectori de radiație X:

- detectori sensibili la lungimea de undă a fotonilor de radiație X, folosiți în spectrometrele WDXRF (Wavelength Detector for X Ray Fluorescence);
- detectori sensibili la energia fotonilor de radiație X, folosiți în spectrometrele EDXRF (Energy Detector for X Ray Fluorescence).

Detectorii WDXRF sunt detectorii care numără fotonii de radiație X cu o anumită lungime de undă, de obicei lungimea de undă cu probabilitatea cea mai mare de tranziție. Astfel se poate stabili un raport între numărul de fotoni emiși de elementul X și elementul Y, permițând evaluări cantitative precise. Dezavantajul metodei constă în faptul că procedeul trebuie repetat pentru fiecare element în parte, detectorul fiind sensibil doar la lungimea de undă la care a fost "acordat". Metoda prin care la detector ajunge doar radiație X monocromatică este difracția de raze X, detectorul fiind montat pe un goniometru, sau, mai multe detectoare fixe sunt montate pe direcții diferite, corespunzătoare liniilor spectrale ale elementelor a căror prezență este detectată în probă.

În tabelul 5.1 sunt prezentate lungimile de undă ale fotonilor de radiație X emiși, folosite în mod uzual la detectarea și cuantificarea elementelor în spectrometrele WDXRF.

Detectorii EDXRF sunt detectori care transmit un semnal proproțional cu energia pentru fiecare foton captat. Detectorii Si(Li), de exemplu, au o rezoluție de aproximativ 140 eV chiar la o rată de 100 000 de fotoni captați pe secundă. Detectorii EDXRF nu necesită goniometru aceștia captând "simultan" toți fotonii indiferent de energia acestora, iar cu ajutorul sistemelor de calcul se ridică grafice de tipul număr de fotoni / energie.

Calculând raportul dintre ariile de sub grafic ale liniilor spectrale se pot estima cantitativ procentajele masice ale elementelor prezente în probă. Comparând cele două metode XRF constatăm următoarele (tabelul 5.2):

					F						
Elementul	Tranziția	Lungimea de undă (nm)	Elementul	Tranziția	Lungimea de undă (nm)	Elementul	Tranziția	Lungimea de undă (nm)	Elementul	Tranziția	Lungimea de undă (nm)
Li	Κα	22.8	Ni	$K\alpha_1$	0.1658	Ι	$L\alpha_1$	0.3149	Pt	$L\alpha_1$	0.1313
Be	Κα	11.4	Cu	$K\alpha_1$	0.1541	Xe	$L\alpha_1$	0.3016	Au	$L\alpha_1$	0.1276
В	Κα	6.76	Zn	$K\alpha_1$	0.1435	Cs	$L\alpha_1$	0.2892	Hg	$L\alpha_1$	0.1241
С	Κα	4.47	Ga	$K\alpha_1$	0.1340	Ba	$L\alpha_1$	0.2776	Tl	$L\alpha_1$	0.1207
Ν	Κα	3.16	Ge	$K\alpha_1$	0.1254	La	$L\alpha_1$	0.2666	Pb	$L\alpha_1$	0.1175
0	Κα	2.362	As	$K\alpha_1$	0.1176	Ce	$L\alpha_1$	0.2562	Bi	$L\alpha_1$	0.1144
F	$K\alpha_{1,2}$	1.832	Se	$K\alpha_1$	0.1105	Pr	$L\alpha_1$	0.2463	Ро	$L\alpha_1$	0.1114
Ne	$K \alpha_{1,2}$	1.461	Br	$K\alpha_1$	0.1040	Nd	$L\alpha_1$	0.2370	At	$L\alpha_1$	0.1085
Na	$K \alpha_{1,2}$	1.191	Kr	$K\alpha_1$	0.09801	Pm	$L\alpha_1$	0.2282	Rn	$L\alpha_1$	0.1057
Mg	$K \alpha_{1,2}$	0.989	Rb	$K\alpha_1$	0.09256	Sm	$L\alpha_1$	0.2200	Fr	$L\alpha_1$	0.1031
Al	$K \alpha_{1,2}$	0.834	Sr	$K\alpha_1$	0.08753	Eu	$L\alpha_1$	0.2121	Ra	$L\alpha_1$	0.1005
Si	$K \alpha_{1,2}$	0.7126	Y	$K\alpha_1$	0.08288	Gd	$L\alpha_1$	0.2047	Ac	$L\alpha_1$	0.0980
Р	$K\alpha_{1,2}$	0.6158	Zr	$K\alpha_1$	0.07859	Tb	$L\alpha_1$	0.1977	Th	$L\alpha_1$	0.0956
S	$K \alpha_{1,2}$	0.5373	Nb	$K\alpha_1$	0.07462	Dy	$L\alpha_1$	0.1909	Pa	$L\alpha_1$	0.0933
Cl	$K\alpha_{1,2}$	0.4729	Mo	$K\alpha_1$	0.07094	Ho	$L\alpha_1$	0.1845	U	$L\alpha_1$	0.0911
Ar	$K\alpha_{1,2}$	0.4193	Tc	$K\alpha_1$	0.06751	Er	$L\alpha_1$	0.1784	Np	$L\alpha_1$	0.0888
Κ	$K \alpha_{1,2}$	0.3742	Ru	$K\alpha_1$	0.06433	Tm	$L\alpha_1$	0.1727	Pu	$L\alpha_1$	0.0868
Ca	$K\alpha_{1,2}$	0.3359	Rh	$K\alpha_1$	0.06136	Yb	$L\alpha_1$	0.1672	Am	$L\alpha_1$	0.0847
Sc	$K \alpha_{1,2}$	0.3032	Pd	$K\alpha_1$	0.05859	Lu	$L\alpha_1$	0.1620	Cm	$L\alpha_1$	0.0828
Ti	$K\alpha_{1,2}$	0.2749	Ag	$K\alpha_1$	0.05599	Hf	$L\alpha_1$	0.1570	Bk	$L\alpha_1$	0.0809
V	$K\alpha_1$	0.2504	Cd	$K\alpha_1$	0.05357	Та	$L\alpha_1$	0.1522	Cf	$L\alpha_1$	0.0791
Cr	$K\alpha_1$	0.2290	In	$L\alpha_1$	0.3772	W	$L\alpha_1$	0.1476	Es	$L\alpha_1$	0.0773
Mn	$K\alpha_1$	0.2102	Sn	$L\alpha_1$	0.3600	Re	$L\alpha_1$	0.1433	Fm	$L\alpha_1$	0.0756
Fe	$K\alpha_1$	0.1936	Sb	$L\alpha_1$	0.3439	Os	$L\alpha_1$	0.1391	Md	$L\alpha_1$	0.0740
Co	$K\alpha_1$	0.1789	Te	$L\alpha_1$	0.3289	Ir	$L\alpha_1$	0.1351	No	$L\alpha_1$	0.0724

Tabelul 5.1. Liniile spectrale utilizate uzual în WDXRF

Tabelul 5.2. Comparație WDXRF / EDXRF

WDXRF	EDXRF			
Avantaje				
rezoluție spectrală foarte ridicată	rapidă (de ordinul zecilor de secunde)			
rezultate cantitative foarte precise	aparate miniaturale, portabile			
limita de detecție a elementelor de ordinul ppb	nu necesită personal cu grad înalt de specializare			
Dezav	antaje			
necesită personal înalt calificat	precizie scăzută, dar rezonabilă			
o analiză complexă poate dura câteva ore	uzual, nu pot fi detectate elementele ușoare (Z<12)			
aparatură complexă și scumpă, care necesită întreținere	limita de detecție a elementelor de ordinul zecilor de			
de personal înalt calificat	ppm			

Cu ajutorul spectrometrelor portabile EDXRF, de regulă, se determină tipul de aliaj, calitatea unui aliaj (corespunde / nu corespunde prescripțiilor date), prezența unor elemente de interes într-o probă dată. Aceste spectrometre sunt recomandate în industria auto, în cea minieră și în industria reciclării materialelor. Două serii (cu durata de 5 și, respectiv 20 de secunde) a câte zece măsurători efectuate pe un material de referință certificat (CKD 163e), pe un spectrometru portabil EDXRF tip Omega Xpress, produs de Innovix Systems (figura 5.7) conduc la rezultatele prezentate în tabelul 5.3.



Figura 5.7. Spectrometru EDXRF, portabil, tip Omega Xpress

	5 secunde						
Elementul	Ti	Cr	Mn	Ni	Cu	Mo	
Valoarea certificată [%]	0.090	0.070	0.220	0.070	0.170	0.020	
Valoarea măsurată [%]	0.124	0.069	0.201	0.090	0.157	0.026	
Abaterea standard	0.030	0.010	0.020	0.023	0.018	0.001	
			20 secunde				
Elementul	Ti	Cr	Mn	Ni	Cu	Мо	
Valoarea certificată [%]	0.090	0.070	0.220	0.070	0.170	0.020	
Valoarea măsurată [%]	0.083	0.074	0.202	0.064	0.156	0.024	
Abaterea standard	0.020	0.006	0.010	0.010	0.010	0.001	

Tabelul 5.3. Rezultatele măsurătorilor efectuate pe CKD 163e

5.2.1.3 Comparații între metoda XRF și metoda SEO

A fost efectuată determinarea compoziției chimice pentru cinci probe de oțeluri inoxidabile atât prin metoda fluorescenței de raze X cât și prin metoda spectroscopiei de emisie optică. Rezultatele încercărilor sunt prezentate în tabelele $5.4\div5.8$.

	1	,	, 1 1	
Flomontul	SEO	Incertitudine	XRF	Incertitudine
Elementul	[%]	SEO [%]	[%]	XRF [%]
Fe	66,87	±0,1862	69,65	±0,27
С	0,0169	±0,0091	ND	ND
Si	0,2808	±0,0190	ND	ND
Mn	0,7942	±0,0049	0,88	±0,06
Р	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND
S	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND
Cr	17,85	±0,0490	16,52	±0,12
Ni	11,72	±0,2601	10,29	±0,14
Мо	1,994	±0,0776	2,2	$\pm 0,02$
Cu	0,2462	±0,0099	0,5	$\pm 0,04$
Ti	0,0105	±0,0012	ND	ND
Nb	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND
Co	0,1184	±0,0111	ND	ND

 Tabelul 5.4. Comparație între rezultatele SEO și XRF pentru proba 1

V	ND	ND	0,15	$\pm 0,2$
W	ND	ND	0,0364	±0,011
Bi	ND	ND	0,10	±0,01

Tabelul 5.5. Comparație intre rezultatele SEO și XRF pentru proba 2						
Elementul	SEO [%]	Incertitudine SEO [%]	XRF [%]	Incertitudine XRF [%]		
Fe	66,3900	0,2813	68,93	±0,28		
С	0,0187	0,0076	ND	ND		
Si	0,3040	0,0143	ND	ND		
Mn	0,9062	0,0123	1,00	$\pm 0,06$		
Р	0,0000	0,0000	ND	ND		
S	0,0000	0,0000	ND	ND		
Cr	17,74	0,1609	16,49	±0,12		
Ni	12,12	0,3140	10,84	±0,15		
Мо	1,9848	0,2431	2,02	±0,02		
Cu	0,2879	0,0036	0,31	±0,04		
Ti	0,0103	0,0009	ND	ND		
Nb	0,0000	0,0000	ND	ND		
Co	0,1378	0,0034	ND	ND		
Al	ND	ND	0,24	±0,09		

Tabelul 5.6. Comparație între rezultatele SEO și XRF pentru proba 3

Elementul	SEO [%]	Incertitudine SEO [%]	XRF [%]	Incertitudine XRF [%]
Fe	67,9825	±0,1972	70,82	±0,28
С	0,0429	$\pm 0,0038$	ND	ND
Si	0,5109	±0,0193	ND	ND
Mn	1,2398	±0,0191	1.28	±0,07
Р	0,0046	±0,0043	ND	ND
S	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND
Cr	18,6850	±0,1546	17,50	±0,12
Ni	10,1513	±0,1669	8,94	±0,13
Мо	0,4423	$\pm 0,0356$	0,39	±0,02
Cu	0,2747	$\pm 0,0082$	0,32	±0,04
Ti	0,3524	$\pm 0,0088$	ND	ND
Nb	0,0067	$\pm 0,0066$	ND	ND
Со	0,2096	±0,0095	ND	ND
V	ND	ND	0,12	±0,02

Tabelul 5.7. Comparație între rezultatele SEO și XRF pentru proba 4

Flomontul	SEO	Incertitudine	XRF	Incertitudine
Liementui	[%]	SEO [%]	[%]	XRF [%]
Fe	28,2125	±0,1526	31	±0,19
С	0,0125	±0,0015	ND	ND
Si	0,1733	±0,0108	ND	ND
Mn	0,7699	±0,0061	0,74	$\pm 0,06$
Р	0,0000	±0,0000	ND	ND
S	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND
Cr	23,8100	±0,1447	23,25	±0,16
Ni	40,6925	±0,2922	38,52	±0,23
Мо	2,6473	±0,1291	3,21	±0,02
Cu	1,6625	±0,0314	2,01	$\pm 0,07$
Ti	1,9210	±0,0389	1,00	±0,06
Nb	0,0000	±0,0000	ND	ND
Со	0,0000	$\pm 0,0000$	ND	ND

Elementul	SEO [%]	Incertitudine SEO [%]	XRF [%]	Incertitudine XRF [%]
Fe	68,4800	0,0548	71,26	±0,28
С	0,0455	0,0055	ND	ND
Si	0,5947	0,0163	ND	ND
Mn	0,9022	0,0071	0,90	±0,06
Р	0,0020	0,0018	ND	ND
S	0,0000	0,0000	ND	ND
Cr	18,9350	0,1816	17,60	±0,12
Ni	9,9798	0,1802	8,99	±0,13
Мо	0,2609	0,0517	0,22	±0,01
Cu	0,1989	0,0055	0,26	±0,04
Ti	0,3560	0,0032	0,39	±0,04
Nb	0,0035	0,0044	ND	ND
Со	0,1426	0,0163	ND	ND

Tabelul 5.8. Comparație între rezultatele SEO și XRF pentru proba 5

În figurile 5.8÷5.11 sunt prezentate în mod grafic diferențele dintre valorile măsurate pentru elementele Cr, Ni, Mo și Cu prin cele două metode, XRF și SEO. De asemenea, s-au stabilit corelațiile dintre cele două metode, prin metoda celor mai mici pătrate. Se constată că metoda SEO este mai precisă, având o mai bună repetabilitate a rezultatelor obținute, incertitudinea obținută în măsurători fiind de până la 10 ori mai mică pentru unele elemente decât incertitudinea măsurătorilor efectuate prin metoda XRF pentru aceleași elemente ale aliajului respectiv.



Figura 5.8. ΔCr(SEO-XRF)=f(Cr(SEO)), [%]







Figura 5.10. ΔMo(SEO-XRF)=f(Mo(SEO)), [%]



Figura 5.11. $\Delta Cu(SEO-XRF)=f(Cu(SEO)), [\%]$

5.2.2. Starea structurală

Aşa cum telescopul a transformat modul de percepere al universului și a condus în timp la crearea teoriilor cosmologice, în egală măsură microscopul a contribuit la înțelegerea structurii materiei și a celulelor vii până la nivelul elementar. Inițial, microscopul a presupus focalizarea razelor de lumină, dar începând cu mijlocul secolului XX s-au folosit și alte tipuri de radiații. Din aceste radiații, fascicolele de electroni au avut un succes deosebit, permițând obținerea de imagini cu rezoluții care au permis separarea atomilor în rețeaua cristalină. Microscopia se definește ca fiind activitatea umană ce presupune studiul obiectelor prea mici pentru a putea fi studiate cu ochiul liber. În sistemul metric de unități, dimensiunile acestor obiecte sunt exprimate în micrometri și nanometri. Mai este tolerată ca unitate de măsură a obiectelor microscopice Angstromul, unitate convenabilă pentru distanțele interatomice, distanțe de ordinul a 2-3 Å (1Å = 10^{-10} m). În tabelul 5.9 sunt prezentate diametrele unor obiecte microscopice tipice și mărirea minimă necesară observării acestora.

Obiectul	Diametrul [D]	$M \ddot{a} rirea \\ [M = \frac{75 \ \mu m}{D}]$
Grăunte de nisip	1 mm	-
Firul de păr	150 μm	-
Eritrocite	10 µm	7.5
Bacterii	1 µm	75
Viruși	20 nm	4 000
Molecule ADN	2 nm	40 000
Atomul de uraniu	0,2 nm	400 000

Tabelul 5.9. Dimensiunea aproximativă a unor obiecte și mărirea minimă necesară observării lor

Orice microscop este un aparat optic care transformă un obiect într-o imagine, imagine care trebuie să îndeplinească urmatoarele cerințe:

- imaginea să fie mult mai mare decât obiectul (să fie mărită);
- imaginea să aibă o rezoluție cât mai mare;
- imaginea să aibă o profunzime a câmpului cât mai mare.

James Clark Maxwell, a definit încă din 1858 cerințele unei imagini perfecte, după cum urmează, [118]:

- 1. Pentru fiecare punct al obiectului va exista un punct (și numai unul) echivalent în imagine.
- 2. Obiectul și imaginea sunt asemenea (în sens geometric).
- 3. Dacă obiectul este planar și perpendicular pe axa optică, atunci imaginea este plană și perpendiculară pe axa optică.

Cerințele impuse de principiile lui Maxwell pentru o imagine perfectă permit discutarea, caracterizarea și cuantificarea defectelor imaginilor reale. Astfel, *principiul numărul 1* spune că pentru fiecare punct al obiectului putem defini un punct echivalent al imaginii. În marea majoritate a microscoapelor legătura dintre cele două puncte se face cu ajutorul unei particule care poate fi un foton sau un electron care părăsește suprafața obiectului și își încheie traiectoria în punctul din imagine asociat. Această traiectorie definește un drum optic. Un drum optic paricular este axa optică a sistemului, care, în lipsa oglinzilor sau prismelor este o linie dreaptă ce trece prin centrul tuturor lentilelor. În cazul în care sistemul optic nu este aliniat corect, sau distanțele dintre lentile sunt incorecte, imaginea va fi defocalizată iar particulele venind de la un anumit punct al obiectului vor ajunge într-un disc ce înconjoară punctul imagine teoretic. Discul respectiv se mai numește disc de confuzie. Astfel imaginea va fi cețoasă și va pierde din rezoluție.

Totuși chiar dacă sistemul optic este perfect aliniat, distanțele dintre lentile sunt cele corecte, imaginea obținută poate încălca principiul întâi al lui Maxwell referitor la cerințele imaginilor datorită defectelor intrinseci ale lentilelor: aberația de cromaticitate. Aberația de cromaticitate constă în modificarea poziției punctului focal al sistemului optic odată cu lungimea de undă a radiației incidente. Totuși, acest tip de defect se poate minimiza fie alternând tipurile de lentile (e.g. concav-convex-concav) sau folosind monocromatoare.

Conform *principiului al doilea*, dacă o colecție de puncte date ce aparțin obiectului formează o anumită structură sau formă geometrică, imaginea acestor puncte trebuie să formeze o structură sau formă geometrică asemenea cu cea inițială. Spre exemplificare, dacă trei puncte necoliniare ce aparțin obiectului formează un triunghi, atunci imaginea acestor trei puncte trebuie sa fie un triunghi asemenea cu triunghiul inițial. Raportul de asemănare al triunghiurilor, k, va fi egal cu mărirea sistemului optic M. Prin încălcarea principiului al doilea se obțin imagini deformate, imagini ce pot fi puse in evidența mai facil folosind obiecte ce conțin linii drepte. Astfel de imagini deformate se datorează aberațiilor de sfericitate ale lentilelor și se clasifică după cum urmează: deformare tip pernă, deformare tip butoi și deformare tip spirală (figura 5.12).



Figura 5.12. Imagini deformate: deformații tip pernă, butoi și spirală

Deformațiile tip pernă se explică prin variația măririi M, în sensul creșterii acesteia pe măsura depărtării punctului obiect de axa optică. Pe de altă parte, în cazul deformațiilor tip butoi, mărirea M scade pe măsura depărtării de la axa optică. În cazul deformațiilor tip spirală apare o rotație a imaginii, rotație ce crește pe măsura depărtării de axa optică a sistemului.

În cazul microscopiei optice, de cele mai multe ori obiectul investigat este planar sau foarte aproape de acest concept. În acest caz, pentru obținerea unor imagini cât mai bune, planul respectiv este planul în care are loc focalizarea sistemului optic. Dar, convergența unei lentile se calculează, în funcție de distanța față de centrul optic al lentilei, de unde va rezulta imediat un alt tip de defecte: curbarea câmpului optic. Astfel imaginea cu cea mai bună rezoluție, se va forma, nu pe un plan așa cum ar fi de aștepta ântr-o primă aproximație, ci pe o suprafață curbă, mai exact sferică, cu centrul pe axa optică a sistemului, iar raza dependentă de geometria și proprietățile optice ale sistemului.

5.2.2.1. Proprietățile sistemelor optice: mărirea, rezoluția, adâncimea câmpului 5.2.2.1.1. Mărirea sistemelor optice

Un sistem optic folosit pentru mărirea obiectelor, denumit, de obicei, microscop, în principiu, poate avea o mărire oricât de mare, aceasta depinzând doar de distanțele focale ale lentilelor ce îl alcătuiesc. Mărirea unui sistem optic este mărimea numerică adimensională ce exprimă raportul dintre dimensiunea imaginii raportată la dimensiunea obiectului investigat. De remarcat că de foarte multe ori prin dimensiunea obiectului investigat nu înțelegem decât dimensiunea regiunii investigate cu ajutorul sistemului optic.

Pentru calculul măririi microscopului se pot folosi două metode: prima metodă, "optică", prin care mărirea este calculată pe baza unor formule ce țin cont de convergețele sistemelor optice și o a doua "empirică" bazată pe raportul dintre dimensiunea celui mai mic detaliu observabil cu ochiul liber și dimensiunea celui mai mic detaliu observabil în imaginea microscopului. Întrucât se constată că mărirea microscoapelor optice este limitată la 1500x, din rațiuni economice, se preferă microscoapele care sunt construite din două sisteme optice convergente, acestea asigurând fără nici un fel de probleme mărirea maximă, nefiind astfel nevoie de un al treilea sistem optic convergent care să mărească și mai mult imaginea.

Pentru a modifica mărirea unui microscop, este astfel necesar a schimba distanța focală a uneia sau a ambelor sistem optice convergente ce îl constituie, uzual, acest lucru realizându-se prin schimbarea sistemelor optice respective cu altele care au o altă convergență. Întrucât un sistem optic convergent la care distanța focală este variabilă continuu este mai scump decât o sumă de sisteme cu distanță focală fixă, dar diferită de la un sistem la altul, sunt preferate cele din urmă. Vor rezulta astfel un set de măriri fixe și limitate ca număr de numărul de combinații posibile între acestea.

În practică, la microscoapele optice, numărul de combinații este și mai limitat de faptul că sunt preferate anumite combinații, considerate optime. Cele două sisteme optice convergente ale microscopului se numesc obiectiv și ocular. Fiecare dintre acestea sunt constituie dintr-un set de mai multe lentile subțiri, lipite, astfel încât să fie compensate maxim posibil defectele sistemelor optice. Totuși, per ansamblu comportamentul acestora rămâne convergent și pot fi considerate într-o primă aproximație o lentilă convergentă. Fiecare dintre aceste sisteme optice va avea marcat pe el mărirea optică. Astfel mărirea microscopului, M, se va calcula cu relația:

$$M_{microscop} = M_{objectiv} \cdot M_{ocular} \tag{5.1}$$

unde: Mobiectiv și Mocular sunt măririle celor două sisteme optice, obiectv și ocular.

În general, mărirea obiectivului are, uzual, una dintre următoarele valori: $M_{obiectviv} \in \{5x, 7x, 10x, 12x, 20x, 25x, 40x, 50x, 80x, 100x, 120x, 125x\}$. În cazul ocularelor, mărirea uzuală a acestora este: $M_{ocular} \in \{1x, 1.5x, 2x, 5x, 7x, 10x, 15x, 20x\}$. Pentru obținerea unor imagini cu rezoluție cât mai fină este necesar ca mărirea obiectivului să fie mai mare decât mărirea ocularului, și, mai mult chiar, pentru optimizarea calității imaginii raportul dintre mărirea obiectivului și a ocularului trebuie să respecte relația:

$$\frac{M_{obiectiv}}{M_{ocular}} \in [3; 5] \tag{5.2}$$

În cazul în care mărirea obiectivului este mai mică decât mărirea ocularului obținem o imagine cu mărire "oarbă". Detaliile imaginii obiectului obținute printr-un astfel de microscop vor fi mai departe unele de altele, dar nu vor fi mai fine; imaginea este mare, dar fără detalii. Dacă raportul dintre mărirea obiectivului și mărirea ocularului este supraunitar dar mai mic ca 3, atunci imaginea va prezenta detalii mai puțin fine, dar va avea o adâncime a câmpului mai mare. Dacă raportul dintre mărirea obiectivului și mărirea ocularului este mai mare ca 5 imaginea va avea rezoluție fină, dar va avea o adâncime a câmpului redusă.

În cazul în care se ia în calcul dimensiunea celui mai fin detaliu observabil pe imaginea obținută cu ajutorul micoscopului, ca referință pentru dimensiunea celui mai fin detaliu observabil cu ochiul liber se folosește $D_{min} = 200\mu m$. În cazul microscopului optic cel mai fin detaliu observabil poate avea $100 \div 150$ nm dacă în loc de lumină albă se folosește lumină ultravioletă iar ansamblul obiectiv-obiect este scufundat în ulei de cedru. Pentru microscopia electronică ceea de-a doua metodă prezentată (metoda empirică a raportului) este metoda utilizată pentru determinarea măririi imaginii. De fapt, în practică, se folosește chiar definiția măririi: pentru determinarea măririi se calculează raportul dintre diagonala imaginii și diagonala porțiunii de obiect iluminată de electroni (relația 5.3).

$$M_{ME} = \frac{D_{imagine}}{D_{regiune \ iluminata \ object}}$$
(5.3.)

Capitolul 5 CERCETĂRI ASUPRA MATERIALELOR UTILIZATE LA FABRICAREA REZISTORILOR ELECTRICI

În cazul microscoapelor electronice deși formulele din optica fotonică rămân valabile, acestea nu au o valabilitate practică, întrucât distanța focală a celor două sisteme optice convergente (numite condensor și obiectiv) este variabilă și depinde de pătratul curentului din bobinele cu rol de lentile magnetice. Mai mult decât atât, valorile exacte ale distanțelor focale sunt calculate destul de aproximativ cu o eroare de cel puțin $10\div15\%$, ceea ce recomandă utilizarea relației 5.3 la calculul măririi microscopului. Domeniul de măriri pentru microscopia electronică este astăzi limitat superior din motive tehnologice la valori de ordinul milioanelor. Diferențele între măririle microscoapelor optice și ale celor electronice pot fi observate mai ușor în figura 5.13 (a÷f), pe aceeași probă investigată (tablă subțire, g=0,43 mm, INCOLOY 825).



a) MO 100x

b) MO 500x



b) SEM 500x



c) SEM 1000x



f) SEM 8000x Figura 5.13 Diferențe între microscopul optic [MO] și cel electronic cu baleiaj [SEM]

5.2.2.1.2. Rezoluția sistemelor optice

Una dintre proprietățile cele mai importante ale sistemelor optice, poate chiar cea mai importantă, este rezoluția, sau așa cum era ea numită în trecut puterea de separare a instrumentului (sistemului optic). Prin rezoluție se înțelege distanța minimă dintre două detalii ale imaginii astfel încât acestea să poată fi percepute ca detalii separate. Limitarea rezoluției sistemelor optice este determinată de aberațiile elementelor sistemului optic și de fenomenele de difracție.

Cel care a efectuat calculele referitoare la influența difracției asupra rezoluției a fost Rayleigh. De altfel el este autorul criteriului de separare ce-i poartă numele (criteriul Rayleigh), crietriu adoptat de marea majoritate a statelor care dispun de industrie optică. Rayleigh a plecat de la observațiile făcute în cazul fenomenelor difracție: în cazul în care un fascicol paralel de lumină trece printr-o apertură de diametru d, atunci la o distanță de apertură, D, pe un ecran se va observa că fascicolul s-a tranformat într-un set de conuri luminoase ce alternează cu cele întunecate. Conurile se observă pe ecran sub formă de discuri. Discurile respective, luminoase, sau, după caz, întunecate se numesc discuri Airy. Diametrul acestor discuri a fost calculat de Airy, odată cu determinarea ecuațiilor de propagare a undelor cu sursă punctiformă și este invers proporțional cu diametrul aperturii prin care trece fascicolul inițial.

În figura 5.14. au fost reprezentate figurile de interferență (distribuția de intensitate Airy) pentru un fascicol monocromatic de lungime de undă, $\lambda = 5000$ nm, observate pe un ecran aflat

la o distanță de 1 m depărtare de apertură, atunci când fascicolul paralel trece printr-o apertură cu diametrul 100 μm. Raza primului disc întunecat se calculează cu relația:

$$R = \frac{1,22 \cdot D \cdot \lambda}{d} \tag{5.4}$$

Pentru funcția reprezentată în figurile 5.14 se calculează R = 6,1 cm.





Figura 5.14 Distribuția de intensitate Airy (calcul numeric) pentru un fascicol monocromatic $\lambda = 5000$ nm, D = 1 m, d = 100 μ m





Figura 5.15 Distribuția de intensitate Airy pentru două puncte care respectă criteriul Rayleigh



Figura 5.16 Distribuția de intensitate Airy pentru două puncte care nu respectă criteriul Rayleigh

Pornind de la aceste distribuții Rayleigh a stabilit intuitiv următorul criteriu: două puncte luminoase mai pot fi considerate separate dacă primul minim al primului punct coincide cu maximul de ordinul întâi al celui de al doilea. Pentru distanțe între punctele luminoase mai mari decât distanța Rayleigh, distanță care coincide cu raza Airy a discului întunecat de ordinul întâi, punctele se văd ca două puncte luminoase distincte (figura 5.15), se spune că punctele respectă criteriul Rayleigh de separare. Pentru distanțe între punctele luminoase mai mici decât distanța Rayleigh, punctele nu mai pot fi distinse ca puncte separate, nerespectând criteriul Rayleigh (figura 5.16). Fizicianul german Ernst Abbe a continuat calculele lordului Rayleigh și a determinat că (doar aplicând relațiile geometrice dintr-un triunghi) pentru un microscop optic distanța minimă d₀ dintre două detalii ce mai pot fi observate ca separate este dată de relația 5.5:

$$d_0 = \frac{0.61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin(\alpha)} \tag{5.5}$$

unde: n este indicele de refracție al mediului; α este apertura unghiulară a lentilei obiectiv.

Produsul n·sin(α) mai este numit și apertura numerică a obiectivului [NA]. În tabelul 5.10 sunt calculate valori ale lui d₀ pentru diverse valori ale α , n, λ . Așa cum se observă din relația 5.5 și din tabelul 5.10, pentru a mări rezoluția unui microscop trebuie ca d₀ să fie cât mai mic: ceea ce înseamnă că lungimea de undă, λ , asociată particolelor purtătoare de informație (fotoni sau electroni) să fie cât mai mică, iar apertura unghiulară cât mai mare. Aceste deziderate se realizează folosind lumină din radiația ultravioletă $\lambda \in [200 \text{ nm}; 400 \text{ nm}]$ sau electroni rapizi, cu energie cinetică cât mai mare.

5.2.2.1.3. Adâncimea câmpului sistemelor optice

Adâncimea câmpului sistemelor optice reprezintă puterea de separare pe verticală a detaliilor obiectului investigat dispuse pe diferite planuri perpendiculare pe axa optică. Adâncimea câmpului, h, se calculează astfel încât diametrul discului de confuzie datorat defocalizării (plane diferite pentru detalii diferite ale obiectului) să fie egal cu puterea de separare a microscopului d_0 . Așa cum se observă în figura 5.17, rezultă imediat, pentru h următoarele relații:

$$h = \frac{d_0}{\tan(\alpha)} \tag{5.6}$$

$$h = \frac{0.612}{n \cdot \sin(\alpha) \cdot \tan(\alpha)}$$
(5.7)

Din relația 5.7 rezultă că strategia de mărire a rezoluției folosind obiective cu apertură unghiulară mare nu este neapărat cea mai bună, creșterea rezoluției făcându-se în dauna adâncimii câmpului microscopului. Dacă pentru valori ale aperturii unghiulare mai mici de 45° adâncimea câmpului este mai mare decât rezoluția microscopului, odată cu depășirea aperturii unghiulare de 45° la care adâncimea câmpului este egală rezoluția, obținându-se astfel optimul de rezoluție și adâncime a câmpului, pentru valori mari ale aperturii, adâncimea câmpului scade foarte rapid la aproximativ jumătate din rezoluție în cazul unei aperturi unghiulare de 60° și la mai puțin de o treime din rezoluție la o apertură unghiulară de 72°.

De menționat că datorită sistemului de baleiere și a modului în care sunt construite microscoapele electronice cu baleiaj, pentru acest tip de microscoape α are valori de ordinul 10⁻³ radiani. Presupunând prin absurd că lungimea de undă a electronilor ar fi egală cu cea a fotonilor (600 nm), ar rezulta din relația 5.7 pentru adâncimea câmpului o valoare de 7 mm. Cum lungimea de undă a unui electron este pentru o tesiune de accelerare modestă de numai 10 kV este de 12,2 pm, rezultă pentru adâncimea câmpului o valoare de 267 nm, care este de aproximativ 200 de ori mai mare decât rezoluția la aceeași tensiune (tabelul 5.10). Dar, mai mult decât calculele, sunt mai elocvente imaginile aceleiași probe (pulbere metalică de Ti) obținute atât cu microscopul optic cât și cu cel electronic (5.18, a÷e').



Figura 5.17. Determinarea geometrică a adâncimii de câmp





e') SEM 8000x Figura 5.18 Pulbere metalică de Ti, observată cu microscopul optic (MO) și, comparativ, cu microscopul electronic cu baleiaj (SEM)

Apertura unghiulară obiectiv, α [°]	Indicele de refracție, n [-]	Lungimea de undă a radiației incidente, λ [nm]	Rezoluția microscopului, d₀ [nm]	Adâncimea câmpului, h [nm]
7	1	600	3 001	24 459
15	1	600	1 414	5 278
30	1	600	732	1 268
30	1	300	366	634
	1	600	518	518
45	1	300	259	259
	1,3	300	199	199
	1	600	423	244
60	1	300	211	122
	1,3	300	163	94
	1	300	34 950	6 675 009
0,3°	1	0,012 (10 kV)	1,398	267
	1	0,0069 (30 kV)	0,811	155

5.2.2.2 Defectele sistemelor optice: aberațiile sferice și cromatice, astigmatismul 5.2.2.1 Aberatiile sferice

Unul dintre factorii determinanți ai rezoluției unui sistem optic, alături de difracție îl reprezintă aberațiile sferice. În discuțiile privind rezoluția și adâncimea câmpului de la paragrafele anterioare am presupus că toate componentele sistemelor optice sunt perfecte și focalizează în același punct, astfel încât fiecărui punct obiect, la limita difracției îi corespunde un punct imagine. În practică realitatea este sensibil diferită, defectele intrinseci sistemelor optice produc modificări imaginii ce duc la pierderea rezoluției și a adâncimii câmpului. Aberațiile sferice reprezintă pierderea rezoluției imaginii datorită variației valorii distanței focale a sistemelor optice cu depărtarea de axa optică. Astfel traiectoriile paraxiale ale cuantelor vor avea un focar, aflat la distanta gaussiană, considerată optimă. Traiectoriile departe de axul optic vor avea o distantă focală mai scurtă cu Δf , asa cum se poate observa în diagrama (mult exagerată) din figura 5.19.

Așa cum se observă din figura 5.19, raza discului de confuzie creat de aberația de sfericitate, r_s , și variația distanței focale, Δf , pot fi exprimate ca funcții cu simetrie cilindrică în jurul axei optice. Din acest motiv, putem scrie dezvoltând în serie:

$$\Delta f = \sum_{i=1}^{\infty} c_{2i} \cdot y^{2i} \tag{5.8}$$

unde însumarea s-a efectuat numai după puterile pare ale lui y, din motivul simetriei enunțat anterior. Geometric se constată, întrucât $\Delta f \ll f$:

$$y = f_1 \cdot \tan(\alpha) \approx f \cdot \tan(\alpha) \tag{5.9}$$



Figura 5.19 Aberațiile de sfericitate

Introducând 5.8 în 5.9 și ținând cont că:

$$r_{\rm s} = \Delta f \cdot \tan(\alpha) \tag{5.10}$$

se obține:

$$r_{s} = \left[\sum_{i=1}^{\infty} c_{2i} \cdot f^{2i} \cdot \tan^{2i}(\alpha)\right] \cdot \tan(\alpha)$$
(5.11)

Așa cum se observă din relația 5.11, aberațiile de sfericitate ar trebui să pună probleme mari sistemelor optice. Din fericire, pentru sistemele divergente relația 5.11 produce efect invers, termenii echivalenți pentru factorii c_{2i} , d_{2i} , sunt toți negativi, spre deosebire de c_{2i} , care sunt toți pozitivi, astfel încât este posibilă compensarea aberațiilor de sfericitate prin alternarea lentilelor convergente cu cele divergente. În cazul lentilelor magnetice, din păcate acest lucru nu este posibil întrucât nu există lentile magnetice divergente, așa cum vom detalia în paragraful 5.2.2.4.

Ca o concluzie, se poate spune că în cazul microscoapelor optice, aberația de sfericitate poate fi compensată, fără a fi însă eliminată complet. În microscoapele optice moderne, prin alternarea lentilelor convergente cu cele divergente, discul de confuzie creat de aberațiile sferice are un diametru cel mult egal cu cel datorat difracției. De asemenea, se poate observa că estimarea lui r_s este destul de conservatoare, prin modificarea poziției planului de focalizare dinspre planul gaussian către sistemul optic convergent valoarea lui r_s scade semnificativ.

În cazul microscoapelor electronice putem face următoarele aproximații: $tan(\alpha) \cong \alpha$, y<<1, astfel încât se pot neglija toți termenii seriei cu excepția primului, iar ecuația 5.11, devine:

$$r_s = c_2 \cdot f^2 \cdot \tan^2(\alpha) \cdot \tan(\alpha) = c_2 \cdot f^2 \cdot \tan^3(\alpha) = C_s \cdot \alpha^3 \tag{5.12}$$

Unde: C_s este coeficientul de aberații sferice al sistemului optic respectiv și este de ordinul de mărime al distanței focale în cazul lentilelor magnetice.

Pentru cazul în care $\alpha = 0,005$ rad, $C_s = f = 10$ mm, rezultă pentru r_s o valoare de 1,44 nm, ceea ce este aproximativ egal cu rezoluția microscopului dacă electronii sunt accelerați sub o tensiune de 10 kV (1,398 nm) sau aproximativ de două ori mai mare decât rezoluția microscopului dacă electronii sunt accelerați sub o tensiune de 30 kV (0,811 nm), conform tabelului 5.10.

În concluzie, aberațiile de sfericitate constituie un factor tehnologic limitator pentru rezoluția microscoapelor electronice în mai mare măsură decât fenomenele de difracție.

5.2.2.2 Aberațiile de cromaticitate

Aberațiile cromatice ale sistemelor optice reprezintă scăderea rezoluției imaginilor datorită variației proprietăților optice ale sistemelor cu energia cuantelor purtătoare de informație ce parcurg sistemul optic respectiv. În cazul microscoapelor optice energia fotonilor se transformă în culoare: fotonii de energie mică vor fi percepuți de ochiul uman ca fiind culoarea roșie, iar pe măsura creșterii energiei acestora culoarea se va modifica către albastru. Practic, orice sistem optic va avea două focare, foarte apropiate unul de celălalt, dar totuși diferite: un focar al culorii albastre și un focar al culorii roșii. Focarul cuantelor de energie mai mică (roșii) va fi în spatele planului de focalizare gaussian, iar cel al cuantelor de energie mai înaltă (albastre) va fi plasat în fața planului de focalizare gaussian (figura 5.20).



Figura 5.20 Aberațiile de cromaticitate

În cazul microscoapelor optice, responsabilă pentru crearea aberațiilor de cromaticitate este dispersia luminii. Dispersia luminii este fenomenul de variație a indicelui de refracție al luminii prin mediul respectiv cu lungimea de undă a radiației incidente. În general marea majoritate a materialelor optice au un coeficient negativ de dispersie, adică indicele de refracție va crește odată cu scăderea lungimii de undă a radiației respective. Totuși există excepții de la această regulă, existând materiale la care acest coeficient de dispersie este pozitiv.

La sistemele optice construite din aceste materiale focarul albastru se mută în spatele planului gaussian, iar cel roșu se mută în fața acestuia. Pentru a compensa aberațiile cromatice în microscoapele optice, în șirul de lentile ce formează obiectivul sau ocularul se alternează lentile confecționate din materiale cu coeficienți de dispersie negativi cu pozitivi, obținându-se astfel un sistem optic acromat. La fel ca în cazul aberațiilor sferice, în cazul microscoapelor optice, aberațiile cromatice pot fi compensate astfel încât discul de confuzie datorat aberațiilor cromatice să fie mai mic sau cel mult egal cu cel datorat difracției.

Ca o concluzie putem spune că din punct de vedere tehnologic, în cazul microscoapelor optice moderne nu mai există nici un fel de limitare, singura limitare existentă pentru aceste microscoape este limitarea fizică, cea a difracției. În cazul microscoapelor electronice cu lentile magnetice vom demonstra în paragraful 5.2.2.4. că raza discului de confuzie datorat aberațiilor cromatice, r_c este dat de relația:

$$r_c \cong \alpha \cdot C_c \cdot \frac{\Delta E_0}{E_0} \tag{5.13}$$

unde: ΔE_0 este diferența de energie dintre cel mai rapid și cel mai lent electron; E₀ este energia electronilor (e·U₀), U₀ tensiunea de accelerare; C_C este coeficientul de aberații cromatice al sistemului, de obicei mai mic decât distanța focală.

Astfel pentru a micșora raza discului de confuzie datorat aberațiilor cromatice este utilă creșterea tensiunii de accelerare, creșterea intensității câmpului magnetic (scade distanța focală, f și implicit C_C) și scăderea unghiului α , lucru realizabil cu ajutorul diafragmelor. Pentru cazul în care $\alpha = 0,005$ rad, C_C = f = 10 mm, ΔE_0 egal cu 1 eV, dacă electronii sunt accelerați sub o tensiune de 10 kV rezultă pentru r_C o valoare de 5,24 nm, ceea ce este aproximativ egal cu de trei ori rezoluția microscopului (1,398 nm) sau dacă electronii sunt accelerați sub o tensiune de 30 kV rezultă pentru r_C o valoare de 1,75 nm, ceea ce este aproximativ egal cu de două ori rezoluția microscopului (0,811 nm), conform tabelului 5.10.

Trebuie menționat că în realitate r_c are valori de două trei ori mai mici decât valoarea calculată teoretic, întrucât microscopistul va împinge întotdeauna planul de focalizare către discul de minimă confuzie, care este mai mic decât r_c .

În concluzie, aberațiile de cromaticitate (la fel ca și cele de sfericitate) constituie un factor tehnologic limitator pentru rezoluția microscoapelor electronice în mai mare măsură decât fenomenele de difracție.

5.2.2.3. Astigmatismul

În toate calculele precedente am presupus că sistemele optice au simetrie axială. În realitate însă există abateri de la această simetrie datorate neomogenităților intrinseci ale materialelor și a prelucrărlor mecanice. Aceste abateri de la simetria axială provoacă deformarea imaginilor, astfel încât discurile de difracție sau cele datorate aberațiilor devin elipse care vor înrăutății performanțele microscoapelor. Astfel, se definește astigmatismul ca fiind degradarea rezoluției sistemelor optice datorată asimetriei axiale.

Astigmatismul, la fel ca și aberațiile, presupune existența a două focare, un focar al cuantelor propagate în plan vertical și un focar al cuantelor propagate în plan orizontal (figura 5.21). În cazul în care punctul focal al cuantelor care ,traversează sistemul optic prin planul YOZ, f_y , se află în spatele planului focal gaussian, f, iar cel al cuantelor care traversează sistemul optic prin planul XOZ, f_x se află în fața planului focal gaussian, discul de difracție va avea formă de elipsă cu axa mare a elipsei orientată vertical în f_x , de elipsă în planul focal gaussian și de elipsă cu axa mare orientată orizontal în f_y .



Figura 5.21 Astigmatismul

Astigmatismul este unul din defectele care poate fi compensat atât în microscoapele optice cât și în cele electronice. Astigmatismul optic se compensează cu ajutorul lentilelor

cilindrice, iar cel electronic se compensează cu ajutorul cuadripolilor electrostatici sau magnetici. Atât în cazul microscoapelor electronice cât și în cazul celor optice astigmatismul este compensat astfel încât acesta să nu înrăutățească rezoluția acestora.

În cazul microscoapelor optice astigmatismul este compensat încă din fabrică, de către producător prin instalarea lentilelor cilindrice, dacă este cazul, iar în cazul microscoapelor electronice astigmatismul se compensează de utilizator, manual, ori de câte ori este nevoie.

5.2.2.3. Optica electronică

Dacă în cazul opticii clasice purtătorii de informație sunt fotonii, care sunt particule fără sarcină și fără masă, iar modificarea traiectoriei acestora în cadrul sistemului optic are loc la interfața mediu de propagare-material lentilă, în cazul microscoapelor electronice purtătorii de sarcină sunt electronii, particule cu masă și sarcină electrică. Tocmai datorită faptului că electronii au masă și sarcină fac imposibilă folosirea lor în atmosferă, drumul liber mediu fiind de ordinul milimetrilor. De asemenea, electronii sunt atenuați foarte rapid de orice alt mediu material, lichid sau solid, ceea ce a impus folosirea unor interacțiuni care să nu necesite un suport material. Tocmai sarcina electrică a electronilor este cea care a făcut posibilă interacțiunea cu câmpurile electrice și magnetice, care așa cum se știe de la Einstein încoace, nu au nevoie de prezența unui suport material pentru a permite propagarea. Astfel pentru electroni au apărut două tipuri posibile de lentile:

- lentile electrostatice care se bazează pe interacțiunile coulombiene ale câmpului electric cu electronii;
- lentile magnetice, care se bazează pe interacțiunile lorentziene ale câmpului magnetic cu electronii.

Ambele tipuri de lentile sunt folosite astăzi în microscoapele electronice, fiecare cu avantajele și dezavantajele sale, fiecare cu gama optimă de aplicații.

5.2.2.3.1. Lentile electrostatice

În principiu, o lentilă electrostatică este compusă din mai mulți electrozi, de obicei de formă cilindrică sau de disc în centrul căruia s-a practicat o apertură, conectați la un potențial negativ. Datorită sarcinii negative din interiorul cilindrului electronii care nu se află pe axa optică a sistemului sunt deviați înapoi către aceasta. Într-o primă aproximație, se poate presupune că unghiul de deflexie este proporțional cu distanța electronului față de axa optică a sistemului (ecuația 5.14).

$$\alpha = k \cdot d \tag{5.14}$$

Astfel imaginea unei surse electronice punctiforme va fi focalizată tot într-un punct, punctul focal al lentilei. Forma lentilelor electrostatice (și implicit a câmpului electrostatic generat) este cu simetrie axială pentru a asigura proporționalitatea dintre distanța față de axa optică și unghiul de deflexie și pentru a nu introduce dependențe de direcția azimutală.

De asemenea, pentru a preveni prezența câmpului electric în regiunile adiacente lentilei se folosesc discuri metalice, aflate la potențiale diferite de potențialul lentilei, de obicei legate la pământ. Problemele tehnologice ale lentilelor electrostatice sunt: stabilizarea tensiunii înalte la care sunt legați electrozii și asigurarea izolației electrice între lentilă și discurile electrice marginale aflate la potențial nul.

5.2.2.3.2. Lentile magnetice

Pentru focalizarea fascicolului de electroni se poate folosi și câmpul magnetic datorită interacțiilor Lorentz dintre sarcină și câmpul magnetic.

$$\vec{F} = -e \cdot \left(\vec{v} \times \vec{B} \right) \tag{5.15}$$

La fel ca în cazul lentilelor electrostatice, un câmp uniform nu ar produce un efect de focalizare al fascicolului de electroni, ci doar o deflecție a acestuia, astfel pentru a realiza un efect de focalizare este necesar ca vectorii de câmp magnetic să aibă o simetrie axială. Un astfel de câmp poate fi obținut cu ușurință cu ajutorul bobinelor electromagnetice. În interiorul bobinelor, dar și în afara acestora, mai ales în zonele adiacente lentilelor, câmpul magnetic este variabil după două direcții (axială și radială, z și, respectiv, r) având proprietăți de simetrie doar după direcția azimutală, $\boldsymbol{\Phi}$. Folosind un spațiu cilindric tridimensional cu dimensiunile z, r și Φ , putem descrie într-o primă aproximație câmpul magnetic \vec{B} , după cele trei direcții, astfel:

$$\vec{B} = \begin{pmatrix} B_z & B_r & 0 \end{pmatrix} \tag{5.16}$$

unde: B_z și B_r sunt funcții ce au fost calculate analitic pornind de la ecuațiile lui Maxwell pentru câmpul magnetic:

$$B_r = \sqrt{B_x^2 + B_y^2}$$
(5.17)

$$B_{r} = \frac{\mu_{0} \cdot I}{4 \cdot \pi} \cdot \frac{z \cdot 2\pi \cdot r_{0}}{\sqrt{\left[z^{2} + \left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)^{2}\right]^{2}}} \cdot \frac{\sqrt{x^{2} + y^{2}}}{r_{0}}$$
(5.18)

Vom considera cazul a două bucle de curent identice, plane, circulare, de rază r₀, perpendiculare pe axa Oz, cu centrele în punctele $z = -\frac{a}{2}$ și, respectiv, $z = +\frac{a}{2}$, prin care va trece curentul N·I, în sensuri opuse. Câmpul magnetic total, într-un punct oarecare, de vector $\vec{r} = (x \ y \ z)$ se va scrie ca o superpoziție a celor două câmpuri create de fiecare din cele două bucle date:

$$B_{z} = \frac{\mu_{0} \cdot I \cdot r_{0}}{2} \cdot \left[\frac{\left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)}{\sqrt{\left[\left(z - \frac{a}{2}\right)^{2} + \left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)^{2}\right]^{3}}} + \frac{\left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)}{\sqrt{\left[\left(z + \frac{a}{2}\right)^{2} + \left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)^{2}\right]^{3}}} \right]$$
(5.19)

$$B_{r} = \frac{\mu_{0} \cdot I \cdot \sqrt{x^{2} + y^{2}}}{2} \cdot \left[\frac{z - \frac{a}{2}}{\sqrt{\left[\left(z - \frac{a}{2}\right)^{2} + \left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)^{2}\right]^{3}}} + \frac{z + \frac{a}{2}}{\sqrt{\left[\left(z + \frac{a}{2}\right)^{2} + \left(r_{0} - \sqrt{x^{2} + y^{2}}\right)^{2}\right]^{3}}} \right]$$
(5.20)

Vom reprezenta grafic (figura 5.22) componenta câmpului magnetic B_z , care trece prin axul optic al lentilei magnetice(x=0; y=0), pentru valori tipice ale microscoapelor electronice cu baleiaj moderne:

a = 4 mm, distanța dintre cele două concentratoare de câmp magnetic

I = 5A, curentul din cele două bobine

N = 1000 spire

 $r_0 = 2 \text{ mm}$, raza concentratoarelor de câmp magnetic



Câmpul magnetic creat de o lentilă magnetică, în lungul axei optice, Oz

Figura 5.22 Componenta axială a câmpului magnetic creat de o lentilă magnetică, reprezentată pe axa optică, Oz

Cu ajutorul figurii 5.22, putem face următoarele observații:

- a) aproximațiile de lentile subțiri valabile în optica fotonică sunt aplicabile în optica electronică cu restricții, grosimea lentilei putând fi considerată cel puțin dublul distanței dintre cele două concentratoare de câmp magnetic;
- b) câmpul magnetic obținut are o intensitate mare într-o zonă bine localizată din spațiu;
- c) câmpul magnetic obținut are o intensitate mult mai mare ca cea a câmpului magnetic terestru ($\cong 6,2\cdot 10^{-5}$ T);
- d) în centrul optic al lentilei apare un minim local al câmpului magnetic.

Componenta radială a câmpului magnetic va fi nulă pe axa optică a lentilei, lucru deductibil atât intuitiv, din motive de simetrie radială a sursei de câmp, cât și formei analitice deduse pentru B_r , care se anulează la x=0 și y=0. De asemenea, componenta radială a câmpului magnetic B_r , se anulează și în planul z=0.

În tabelul 5.11 energia cinetică nerelativistă a electronului a fost calculată cu formula newtoniană:

$$E_c = \frac{m_0 \cdot v^2}{2}$$
(5.21)

unde: m₀ este masa de repaus a electronului,

iar energia cinetică relativistă a fost calculată cu relația:

$$E_c = m_0 \cdot c^2 \cdot (\gamma - 1) \tag{5.22}$$

unde: γ este invariantul Lorentzian:

$$\gamma = \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{\nu}{c}\right)^2}} \tag{5.23}$$

În ambele cazuri, energia cinetică a fost egalată cu energia primită de electron în câmpul electrostatic:

$$E_c = e \cdot U \tag{5.24}$$

Tensiunea de lucru, U [kV]	Viteza nerelativistă a electronilor, v [km/s]	$\beta = \frac{v}{c}$ (nerelativist) [%]	Viteza relativistă a electronilor, v` [km/s]	$\beta = \frac{v'}{c}$ (relativist) [%]
0,001	593,00	0,20%	593,00	0,20%
0,1	5 929,99	1,98%	5 929,12	1,98%
0,5	13 259,87	4,43%	13 250,10	4,43%
1	18 752,29	6,27%	18 724,68	6,26%
5	41 931,39	14,02%	41 625,03	13,92%
10	59 299,95	19,83%	58 441,43	19,55%
20	83 862,79	28,05%	81 478,57	27,25%
30	102 710,52	34,35%	98 408,34	32,91%
50	132 598,71	44,35%	123 659,37	41,36%
80	167 725,57	56,10%	150 516,43	50,34%
100	187 522,89	62,72%	164 228,12	54,93%

Tabelul 5.11 Vitezele electronice în microscoapele electronice cu baleiaj.

Din punct de vedere constructiv, lentilele magnetice au evoluat de la simple solenoide, la lentilele cu concentrator de câmp folosite în microscoapele electronice din ziua de azi. In figura 5.23 este exemplificată evoluția constructivă a lentilelor magnetice de la solenoidul simplu (a) sau în opoziție (b), la solenoidul cu miez feromagnetic cu apertură pentru amplificarea câmpului magnetic (c), la lentilele magnetice simple (d), până la lentilele magnetice cu concentrator de câmp (e).





a. Solenoid simplu

b. Solenoid în opoziție



Figura 5.23 Variante constructive pentru lentilele magnetice

Așa cum se observă în figura 5.23, avansul tehnologic a fost realizat în momentul în care spirele bobinelor au fost încapsulate total într-un aliaj feromagnetic, ceea ce a îmbunătățit substanțial eficiența magnetică a lentilelor, astfel fiind captat întregul câmp magnetic generat de bobine.

5.2.2.3.3. Distanța focală a lentilelor magnetice

Utilizarea lentilelor magnetice cu concentrator de câmp magnetic a dus la obținerea câmpurilor cu o distribuție limitată în spațiu la dimensiuni de ordinul milimetrilor, ceea ce într-o primă aproximație poate fi considerată lentilă subțire. În aceste condiții, se presupune că particulele (razele) sunt deviate în planul optic al lentilei (z=0) și pot fi aplicate formulele lentilelor subțiri (figura 5.19):

$$\frac{1}{u} + \frac{1}{v} = \frac{1}{f}$$
(5.25)

Unde: u este distanța lentilă-obiect;

v este distanța lentilă-imagine

f este distanța focală

Pentru calcularea măririi imaginii se folosește relația 5.26, obținută prin simpla aplicare a rapoartelor triunghiurilor asemenea:

$$M = \frac{v}{u} = \frac{X_i}{X_o} \tag{5.26}$$

unde: X_i și X_o sunt mărimile obiectului, respectiv, a imaginii; M este mărirea lentilei. Aproximația de lentilă subțire permite simplificarea problemei drumului electronilor în câmpul magnetic al lentilei, ceea ce duce la o formulă elegantă pentru calculul distanței focale a lentilelor magnetice [16]:

$$\frac{1}{f} = \frac{e^2}{8 \cdot m \cdot E_0} \cdot \int_{-\infty}^{\infty} B_z^2 dz$$
(5.27)

unde: E₀ este energia electronului care intră în câmpul magnetic și egală cu produsul $e \cdot U$, iar integrarea se face în lungul axei optice Oz (x=0, y=0).

Pentru funcția determinată de noi pentru componenta axială a intensității câmpului magnetic nu se cunosc funcții analitice care să descrie convergența lentilelor magnetice. O abordare mai pragmatică o constituie calculul numeric pentru integrala din ecuația 5.27. Vom relua calculul pentru următoarele valori tipice ale microscoapelor electronice cu baleiaj moderne:

a = 4 mm, distanța dintre cele două concentratoare de câmp magnetic

I = 2,5A, curentul din cele două bobine N = 500 spire $r_0 = 2$ mm, raza concentratoarelor de câmp magnetic U= 30kV, tensiunea de acelerare $m = \frac{m_0}{\sqrt{1-\beta^2}}$, masa relativistă a electronului, cu β =0,3291 (tabelul 5.11)

Introducând în formula de calcul pentru B_z valorile date mai sus și integrând prin metoda trapezelor pentru $z \in [-0,200; 0,200]$, unde capetele de interval de valori ale lui z, produc pentru componenta axială a câmpului magnetic de ordinul 10⁻⁶ T, adică de aproximativ 50 de ori mai mici decât câmpul magnetic terestru, obținem pentru convergența lentilei o valoare:

$$C = \frac{1}{f} = 30,82 \ m^{-1} \Longrightarrow f = 3,25 \ mm \tag{5.28}$$

ceea ce reprezintă o valoare rezonabilă pentru distanța focală, f.

Din această evaluare reiese în mod evident că aproximația de lentilă subțire este discutabilă, întrucât câmpul magnetic are valori mari în zona punctului focal al lentilei, rezultând firesc necesitatea unor calcule numerice mai amănunțite care cu siguranță vor schimba valoare distanței focale, dar nu ordinul de mărime al acesteia. Un lucru deosebit de interesant este faptul că lentilele magnetice nu pot fi decât convergente, întrucât toți membrii ecuației 5.27 care descriu convergența lentilelor magnetice sunt pozitivi. Astfel orice microscop electronic va fi construit din lentile exclusiv convergete, iar aberațiile de sfericitate nu pot fi minimizate prin alternarea lentilelor convergente și divergente ca în cazul microscoapelor optice.

5.2.2.4. Defectele lentilelor magnetice

Pentru un microscop electronic, cele mai importante surse de pierdere a rezoluției sunt aberațiile, acestea manifestându-se chiar și în cazul în care microscopul este focalizat optim. Așa cum am arătat în paragraful 5.5.1.3, aberațiile sferice produc o deteriorare a imaginii, ce poate fi exprimată în cazul lentilelor magnetice (caracterizate de α foarte mici) prin relația 5.12:

$$r_s = C_s \cdot \alpha^3 \tag{5.12'}$$

unde: r_s este raza discului de confuzie datorat aberațiilor de sfericitate

 α este apertura unghiulară

Din această relație reiese că pentru o bună rezoluție este necesar ca apertura unghiulară, α , să fie cât mai mică.

Așa cum am arătat în paragraful 5.5.2.2.1, distanța minimă dintre două puncte minim separabile, conform criteriului Rayleigh este (relația 5.5):

$$d_0 = \frac{0.61 \cdot \lambda}{\alpha} \tag{5.5'}$$

Deci pentru un d₀ cât mai mic (rezoluție cât mai mare) este necesar ca α să fie cât mai mare. Din cele două relații reiese că cele două efecte sunt contrare și că valoarea optimă se obține în cazul în care cele două cantități sunt egale, rezultând imediat o valoare optimă pentru α :

$$\alpha_{optim} = \sqrt[4]{\frac{0,61\cdot\lambda}{c_s}}$$
(5.29)

Valoarea minimă pentru d_0 se va calcula cu relația:

$$d_{0\min} = 0.7 \cdot \sqrt[4]{C_s \cdot \lambda^3} \tag{5.30}$$

Valoarea coeficientului de aberații de sfericitate, C_s, depinde de distanța focală a lentilei magnetice, de diametrul înfășurărilor și de distanța dintre concentratorii de câmp magnetic. Cu aproximație se poate considera că C_s are o valoare egala cu distanța focală a lentilei. Pentru un microscop cu $f = C_s = 10$ mm, și tensiunea de accelerare, U, U = 30 kV, obținem rezoluția maximă, d₀=0,53 nm.

Deși la prima vedere electronii care străbat sistemul optic al unui microscop electronic sunt monocromatici, în realitate aceștia sunt ditribuiți în jurul valorii medii cu o anumită densitate de probabilitate. În afară de cauzele statistice, inerente cuantic mai există și motive tehnologice pentru care distribuția de viteze are o abatere destul de mare:

- driftul tensiunii de acelerare, sau variația lentă în timp, a tensiunii de accelerare a electronilor;
- variație pulsatorie a tensiunii de accelerare, datorată tensiunii alternative la care se alimentează microscopul

Aceste variații ale tensiunii de accelerare sunt mult mai mari decât distribuția statistică a energiei electronilor care este de ordinul kT, adică mult mai mici decât un eV. În cazul în care gradul de stabilizare al tensiunii de accelerare este 10^{-5} , atunci la o tensiune de accelerare de 30 kV, rezultă o variație a tensiune de accelerare de 3V, ceea ce se va reflecta în aberațiile de cromaticitate cu electroni care vor avea abateri de la valoarea medie a energiei, $\Delta E_0 = 3 \text{ eV}$. Revenim la valoarea calculată a distanței focale a lentilei magnetice, 5.27, de unde putem scrie:

$$f = A \cdot E_0 \tag{5.31}$$

unde: A este o constantă ce include toți membrii ecuației 5.27, mai puțin energia electronilor

E₀ este energia electronilor

Prin diferențiere rezultă:

$$\Delta f = A \cdot \Delta E_0 = \frac{f}{E_0} \cdot \Delta E_0 \tag{5.32}$$

Apoi din simplul calcul geometric, ținând cont că apertura unghiulară, α , este mică (ceea ce se traduce matematic prin tan(α) \cong sin(α) \cong α) și r_C, rezultă imediat pentru raza discului de confuzie datorat aberațiilor cromatice:

$$r_c \cong \alpha \cdot C_c \cdot \frac{\Delta E_0}{E_0} \tag{5.33}$$

unde: coeficientul de aberații cromatice este: $C_C = f$.

În cazul unui microscop cu tensiunea de accelerare de 30 kV și ΔE_0 egal cu 1 eV, rezultă o valoare pentru r_c de 1,75 nm. Trebuie remarcat că valoarea calculată este supraevaluată întrucât microscopistul va împinge planul de focalizare către discul minim de confuzie și nu către planul focal gaussian. În acest moment putem calcula rezoluția totală minimă a microscopului electronic de baleiaj cu tensiunea maximă de accelerare de 30 kV:

$$d_{o\ total} = \sqrt{d_{difracjie}^{2} + d_{aberajii\ sferice}^{2} + d_{aberajii\ cromatice}^{2}} = \sqrt{2 \cdot d_{0\ min}^{2} + 4 \cdot r_{c}^{2}} = 3,54\ nm$$
(5.34)

Astfel cu un microscop electronic de baleiaj cu tensiunea de accelerare de 30kV rezoluția tehnologică este de două ori și jumate mai mare decât rezoluția datorată difracției. Pentru mărirea rezoluției este necesar ca operarea microscopului să nu se facă în punctul focal eucentric al microscopului, ci la o distanță focală cât mai scurtă, eventual minimul funcțional al microscopului (așa cum am arătat C_S și C_c sunt dependente, aproximativ liniar de distanța focală f).

5.2.2.5 Interacția electronilor cu proba

Microscopul electronic de baleiaj, deși a apărut mult mai târziu decât microscopul electronic de transmisie a devenit astăzi principalul mijloc de caracterizare a suprafețelor în fizica și ingineria materialelor. Acest lucru se datorează următoarelor avantaje: preparea facilă sau inexistentă a suprafețelor probelor, diversitatea informațiilor obținute, rezoluția mare, adâncime de câmp mare, domeniu întins și continuu de măriri.

Dezvoltarea microscoapelor electronice nu ar fi fost posibilă fără dezvoltarea fizicii atomice și cuantice care a permis înțelegerea fenomenelor care stau la baza interacțiunii electronmaterie și, evident, dezvoltarea tehnologică care să permită construcția microscoapelor electronice.

5.2.2.5.1. Fenomene produse la interacția unui fascicol de electroni cu substanța

Un fascicol de electroni care cade pe suprafața unei probe va produce la locul de impact un număr de interacțiuni specifice cu atomii din probă. Aceste interacțiuni se pot grupa în interacțiuni elastice, date de interacțiunea electronilor primari din fascicolul incident cu nucleele atomilor din probă și, interacțiuni neelastice, date de interacțiunea electronilor primari din fascicolul incident cu electronii atomilor din probă. În urma interacției electronilor din fascicolul primar cu proba se generează următoarele particule și unde electromagnetice, după cum urmează:

- electroni Auger electroni produşi în urma unor procese de ionizare internă a atomilor probei, emisie care are loc cu rearanjarea electronilor din învelişul electronic iar electronul expulzat are o energie caracteristică speciei atomice care l-a emis;
- 2. electroni secundari sunt electronii expulzați din atomii probei în urma ciocnirilor neelastice dintre electronii primari din fascicolul incident și electronii atomilor probei;
- 3. electroni retroîmprăștiați sunt electronii din fascicolul primar expulzați în urma ciocnirilor elastice cu atomii din probă;
- radiația X caracteristică este emisă de atomii din probă, atunci când un un atom excitat în urma ciocnirilor neelastice revine la starea sa fundamentală. Lungimea de undă a radiației X emise depinde de numărul atomic Z al atomului respectiv;
- 5. radiația X continuă este radiația X emisă de electroni incidenți în timpul frânării datorate ciocnirilor neelastice;

- electroni absorbiți sunt electronii din fasccicolul primar care sunt frânați și nu mai părăsesc proba; acești electroni sunt responsabili pentru curentul de electroni absorbiți;
- electronii transmişi sunt elecronii din fascicolul primar care reuşesc să străbată şi apoi să părăsească proba;
- 8. catodoluminiscența reprezintă fotonii emiși în urma proceselor de recombinare electron-gol; apare numai în cazul materialelor semiconductoare.

Procesele enumerate mai sus apar simultan cu o anumită probabilitate. De probabilitatea de apariție a unuia sau altuia din procese depinde eficiența detectorilor instalați pentru captarea de semnal SEM, necesar în construcția imaginii.

5.2.2.5.2. Mecanisme de contrast

Interpretarea imaginilor SEM nu poate fi făcută fără înțelegerea fenomenelor fizice care fac ca semnalul primit să difere între două puncte vecine. Fie semnalul din punctul 1, S_1 și semnalul din punctul 2, S_2 . Se definește contrastul, C, ca mărimea:

$$C = \frac{\Delta S}{S_m} \tag{5.35}$$

Pentru ca ochiul uman să poată observa punctele 1 și 2 ca puncte de intensități diferite este necesar ca $\Delta S > 5 \cdot \sqrt{S_m}$, altfel imaginea celor două puncte va fi confundată cu zgomotul de fond. În cele ce urmează vom analiza câteva tipuri de contrast în SEM și vom încerca evaluarea contrastului.

A. Contrastul topografic

Contrastul topografic dă informații despre topografia suprafeței probei și este obținut ca și o contribuție însumată a efectelor date de electronii secundari și de cei retroîmprăștiați:

a) Contribuția electronilor secundari la contrastul topografic. Numărul electronilor secundari care reușesc să părăsească proba crește cu creșterea unghiului de înclinare dintre normala la suprafața probei în punctul de interacțiune și axa fasciolului incident. Fenomenul se datorează faptului că electronii secundari pot părăsi proba numai dacă au fost emiși de la adâncimi mai mici de 100 Å. În același timp numărul de electronii secundari produși crește cu creșterea lungimii drumului parcurs în probă de electronii primari. La incidența normală electronii părăsesc proba de la o adâncime maximă $h_0 \leq 100$ Å. Dacă proba este înclinată cu unghiul θ , drumul parcurs de electronii incidenți este $h = \frac{h_0}{\sin(\theta)}$. Semnalul S de electroni secundari va depinde și el de unghiul de înclinare:

$$S = \frac{S_0}{\sin(\theta)} \tag{5.36}$$

De aici rezultă imediat dependența contrastului de unghiul de înclinare:

$$\frac{ds}{s} = tg(\theta) \cdot d\theta \tag{5.37}$$

Pentru un unghi θ dat variația contrastului la o variație mică d θ a unghiului de înclinare este cu atât mai mare cu cât θ este mai mare. În acest mod contrastul topografic datorat electronilor secundari va descrie topografia suprafeței probei.

b) Contribuția electronilor retroîmprăştiați la contrastul topografic. dacă suprafața probei are un anumit relief, să-l prespunem forma din fețe plane înclinate la diverse unghiuri față de axa fascicolului incident, atunci semnalul de electroni retroîmprăştiați va depinde de înclinarea suprafeței, coeficientul de retroîmprăștiere crescând cu creșterea unghiului de
înclinare. Pe de altă parte, electronii retroîmprăștiați sunt foarte direcționali. Maximul lor se află în planul care conține normala la suprafața și axa fascicolului incident. detectorul de electroni secundari folosit pentru captarea electronilor secundari și a electronilor retroîmprăștiați este și el direcțional. Rezultă că numai acele fețe care sunt orientate spre detector vor da semnal, celelalte apărând întunecate. Contrastul topografic cu electroni retroîmprăștiați este deci o combinație a contrastului de număr atomic și de traiectorie, cu efectele de traiectorie dominante.

B. Contrastul de număr atomic

Numărul electronilor retroîmprăștiați produși în urma ciocnirilor elastice electron – nucleu depinde de numărul atomic Z al atomului cu care s-a produs ciocnirea. astfel, probabilitatea producerii electronilor retroîmprăștiați este mai mare n cazul elementelor cu Z mai mare decât în cazul elementelor cu Z mic. Coeficientul de retroîmprăștiere, η , se calculează cu relația:

$$\eta = \frac{Z - 1,5}{6} \tag{5.38}$$

Rezultă astfel că imaginea unei probe cu mai multe faze obținută cu electroni retroîmprăștiați va evidenția zone cu Z mare și deci cu semnal puternic de zone cu Z mic și semnal slab. Spunem că avem în acest caz un contrast de număr atomic. O primă concluzie care se poate desprinde este că se poate obține semnal de la o probă neatacată chimic. Vom considera o probă dintr-un oțel eutectic ce va conține amestecul mecanic de ferită și cementită, mai exact două lamele a câte 1000 nm lățime și 2000 nm grosime.

Pentru a putea evalua posibilitatea de a obține contrast fără atac chimic într-o astfel de probă am evaluat cu ajutorul simulărilor de tip Monte-Carlo traiectoriile electronilor primari și a celor retroimprăștiați, secundari și radiația X în suita de software CASINO. Aceste traiectorii, așa cum este de aștepta vor genera un număr mai mare sau mai mic de ciocniri în funcție de energia fascicolului incident, în același timp volumul de material care generează semnalul crescând exponențial (figura 5.24).

A fost calculată distribuția de probabilitate a electronilor secundari emiși și apoi reprezenată grafic în figura 5.25.

A fost calculat și nivelul probabilistic de semnal generat de electronii retroîmprăștiați în funcție de poziția fascicolului incident în timpul scanării cu un fascicol accelerat la o tensiune de 30 kV. Rezultatele calculelor sunt reprezentate în figura 5.26.







Figura 5.26 Nivelul probabilistic de semnal generat de electronii retroîmprăștiați în funcție de poziția fascicolului incident în timpul scanării

Calculele au fost reluate pentru mai multe scanări succesive pentru a evalua posibilitatea obținerii de semnal util de electroni retroîmprăștiați, care să permită obținerea de imagini cu un contrast rezonabil. Rezultatele calculelor sunt prezentate în figura 5.27.

Imagine obtinuta cu detectorul de electroni retroimprastiati BSED, U= 5kV (simulare)



Figura 5.27 Imagine obtinuta cu detectorul de electroni retroimprastiati BSED, U= 5kV, (simulare)

Rezultatele simulărilor au fost confirmate de încercările efectuate pe probe metalice, care intră în componența ansamblurilor ce folosesc elemente încălzitoare învelite. Astfel, în figura 5.28 sunt evidențiate fazele și precipitările ce apar la un element de la un ansamblu de schimbător de căldură brazat.



Figura 5.28 Imagini SEM cu contrast de număr atomic obținute pe probă de aluminiu (Al 3013) brazată şlefuită, neatacată

C. Contrastul de distribuție a elementelor chimice

Radiația X caracteristică emisă de probă în urma interacției cu electronii din fascicolul primar poate constitui semnal modulator în microscopia de baleiaj. Pentru aceeași probă teoretică de la paragraful 5.2.2.5.2.A s-a calculat numărul de fotoni de radiație X emiși în funcție de poziția fascicolului incident în timpul unei scanări (figura 5.29). De asemenea, s-au repetat calculele pentru mai multe scanări succesive și s-a trasat suprafața probabilistică de semnal (figura 5.30).



Figura 5.30 suprafața probabilistică de semnal și imaginea SEM echivalentă pentru fotonii de radiație X emiși în funcție de poziția fascicolului incident în timpul unor scanări succesive (simulare)

5.2.3. Caracteristici mecanice

Determinarea durității cu ajutorul unui durimetru portabil are avantajele următoare: prețul de cost este mai redus, iar cerințele de calitate ridicate ale derminării sunt un avantaj economic și rapid, spre deosebire de încercare de duritate statică într-un proces de producție modern. Derminarea durității cu un durimetru portabil are numeroase aplicații, ce includ atât piese de dimensiuni mari, cât și de dimensiuni mici și, în special, se poate determina duritatea în zone mai greu accesibile.

Există două metode fizice diferite standardizate de determinare a durității cu durimetrul portabil: metoda statică UCI (Ultrasonic Contact Impedance) și metoda dinamică Shore.

În continuare se vor descrie principiile de bază ale ambelor metode prin exemple practice (spre exemplu, determinarea durității zonelor afectate termic din îmbinări sudate) și apicații posibile ale celor două metode. În plus, se vor menționa și factorii ce influențează determinarea durității, cum sunt prepararea suprafeței de încercat sau condițiile de încercare a țevilor.

Duritatea poate da informații referitoare la diverse caracteristici de material cum sunt: rezistența la abraziune, rezistența la deformare plastică, modulul de elasticitate, limita de curgere, rezistența mecanică, ductilitatea, fragilitatea, etc.

Din punctul de vedere al unui inginer metalurg, duritatea reprezintă rezistența materialului la penetrare. În general, un penetrator este presat pe suprafața materialului cu o sarcină specifică într-un interval de timp definit, iar măsurătoarea constă în mărimea sau adâncimea amprentei.

Duritatea este o încercare particulară a unui material și nu o proprietate fundamentală a acestuia. Valorile de bază ale durității sunt aleatoare și nu există standarde absolute pentru duritate, nefiind o valoare cantitativă, cu excepția cazurilor în care se folosesc sarcini aplicate specifice într-o manieră reproductibilă și o formă caracteristică a penetratorului.

Metodele statice de derminare a durității sunt utilizate pe scară largă și folosesc penetrator sub formă de bilă, con sau piramidă. Valoarea durității constă în relația de calcul dintre sarcina aplicată și adâncimea sau aria amprentei, spre exemplu, cele mai utilizate metode de derminare a durității statice sunt: Brinell, Rockwell, Vickers și Knoop.

Metodele diferite de derminare a durității și formele diverse ale penetratoarelor utilizate la metodele Brinell și Rockwell au rezultate diferite, în funcție de material. Tabelele cu valori de duritate HRC și HB sunt decât aproximative, neexistând ecuații matematice pentru trasformarea măsurătorilor dintr-o scară în alta de valori. Tabele de conversie sunt determinate empiric prin evaluări experimentale ale durității unui material cu metode diferite de derminare. Pentru a compara duritatea a două probe diferite, acestea trebuie încercate utilizând aceeași metodă de derminare. Scările de duritate sunt în relație numai cu ele însele.

În procesele de producție, materialele sunt încercate preliminar, din două motive: fie pentru a studia caracteristicile unui nou material sau în scopul verificării calității pentru asigurarea condițiilor particulare specificate.

Aparatele convenționale de determinare a durității cum sunt Rockwell, Brinell sau Vickers necesită montarea probei de încercat într-un dispozitiv special, ceea ce nu este posibil întotdeauna, în schimb aparatele portabile permit măsurarea durității in-situ.

Unul dintre cele mai populare aparate portabile măsoară duritatea prin deplasarea cu o anumită frecvență a unui ax rezonant prevăzut spre exemplu cu un dimant Vickers și are loc când diamantul penetrează în materialul încercat prin aplicarea unei sarcini specifice. Deplasarea cu frecvență este evaluată și convertită electronic în valoare de duritate afișată pe un ecran LCD în cazul aparatelor moderne, unele dintre ele utilizând metoda UCI.

Un alt principiu bine cunoscut al aparatelor portabile de determinare a durității este prin metoda Shore, care se realizează prin măsurarea vitezei unui corp propulsat cu impact direct înainte și după imactul cu suprafața probei încercate. Raportul dintre cele două viteze indică duritatea materialului, care poate fi convertită în diferite scări utilizând tabelele de conversie prevăzute în memoria aparatului pentru diverse materiale.

5.2.3.1 Determinarea durității prin metoda UCI

Similar metodelor standardizate de determinare a durității Vickers și Brinell, problema mărimii amprentei din material este dată de sarcina specifică, conform metodei UCI. Diagonalele amprentei de duritate ce trebuie cunoscute în scopul determinării valorii de duritate Vickers, nu sunt evaluate optic, ca în mod obișnuit, aria amprentei fiind detectată electronic prin măsurarea deplasării unei frecvențe ultrasonice. Capul de măsurare UCI este constiuit dintr-o tijă metalică prevăzută cu un diamant Vickers (figura 5.31).



Figura 5.31 Schema capului de măsurare

Axul este excitat de o oscilație longitudinală de circa 70 kHz produsă de un traductor piezoelectric. În locul axului metalic se poate imagina o spirală mare fixă la capăt și oscilând la o frecvență de 70 kHz la capătul liber (figura 5.32). În capătul liber al spiralei există o placă de contact, adică diamantul Vickers. Materialul încercat cu care diamantul Vickers vine în contact poate fi imaginat cu un sistem de spirale mai mici poziționate vertical față de suprafață – cu legătură atomică: 2 atomi legați printr-o spirală. Dacă numai una dintre aceste spirale atomice este atinsă de diamantul Vickers, ca un material foarte dur la care diamantul Vickers penetrează foarte ușor și totuși lasă o urmă, atunci o altă spirală, de exemplu, masa va fi cuplată la toată legătura. Frecvența de rezonanță se modifică datorită acestei mase adiționale. Frecvența va deveni mai mare, ceea ce înseamnă că diamantul penetrează mai adânc în material și amprenta devine mai mare (figura 5.33). Analog, modificarea frecvenței produsă de materialele moi, diamantul penetrează mai adânc în material și produce o urmă mare ceea ce va însemna o modificare și mai mare a frecvenței. În general, cu cât materialul este mai moale cu atât este mai mare modificarea frecvenței.

Principiul încercării de duritate prin metoda UCI este: modificarea frecvenței este proporțională cu amprenta produsă de diamantul Vickers. Ecuația (5.40) reprezintă relația de bază în comparararea valorii durității Vickers:

$$\Delta f \approx E_{elast} \cdot \sqrt{A};$$

$$HV = \frac{F}{A}$$
(5.39)

unde: Δf – deplasarea frecvenței A – aria amprentei E_{elast} – modulul lui Young HV – valoarea durității Vickers F – forța aplicată (5.40)



Figura 5.32 Schema principiului de funcționare



și duritatea materialului încercat

Modificarea frecvenței depinde de modulul de elasticitate, care este o constantă de material. În aplicații practice prin metoda UCI trebuie să se ia în considerare și modulul lui Young. Atunci când se determină duritatea unor materiale cu module de elasticitate diferite, aparatul trebuie calibrat.

Metoda UCI de determinare a durității este cea mai potrivită pentru încercarea materialelor omogene. Aparatele ce funcționează pe baza acestei metode sunt prevăzute cu cinci sarcini diferite.

5.2.3.2. Determinarea durității prin metoda scleroscopică

Durimetrele ce utilizează metoda Leeb funcționează într-o manieră ușor diferită. Mărimea amprentei generate depinde duritatea materialului, fiind indirect măsurată prin pierderea energiei unui corp de impact.

În figura 5.34 se prezintă principiul fizic al măsurătorii: un corp este accelerat spre suprafața obiectului încercat și îl lovește cu o viteză definită, astfel fiind definită energia cinetică.

Impactul crează o deformare plastică în suprafață, adică amprenta de duritate, datorită căreia corpul de impact pierde o parte din viteza inițială și, implicit, din energie.



Figura 5.54 Principiul masurarii durității prin metoda reculului

În cazul materialelor moi, corpul de impact va pierde mai multă energie lăsând o amprentă mai mare în suprafață. Aparatul de determinat duritatea prin metoda Leeb este prevăzut cu un corp de impact sferic fabricat din carbură de wolfram, care este accelerat spre suprafața materialului a cărui duritate urmează să fie evaluată de forța arcului.

Vitezele de dinainte și de după impact sunt măsurate cu ajutorul unui mic magnet permanent atașat de corpul de impact (figura 5.35), care generează prin inducție electromagnetică o tensiune electrică în timpul trecerii acestuia prin bobină, tensiunea electrică fiind proporțională cu viteza impactorului (figura 5.36).



Figura 5.36 Variația tensiunii electrice produsă de deplasarea magnetului în interiorul bobinei

Inventatorul acestei metode D. Leeb definește valoarea durității HL, calculată prin raportul dintre viteza de recul și cea de impact:

$$HL = \frac{v_R}{v_I} \cdot 1000 \tag{5.41}$$

unde v_I , v_R – vitezele înainte și, respectiv, după impact.

De obicei, nici un durimetru modern nu indică valoarea de duritate Leeb HL, iar aceasta nu este trecută în mod uzual nici în specificații sau rapoarte de încercare. Cel mai adesea se face conversia în scările de duritate cunoscute: HV, HB, HS, HRC, HRB, N/mm². Tabelele de conversie, cum este cel din figura 5.37 sunt înmagazinate în memoria aparatelor de duritate.

Principiul de funcționare se bazează pe un dispozitiv de impact ce utilizează un arc pentru a propulsa un corp de impact printr-un tub de ghidare către piesa încercată. Magnetul conținut în corpul de impact generează un semnal într-o bobină ce înconjoară tubul de ghidare. După impact, ricoșarea din suprafață induce un al doilea semnal în bobină. Instrumentul Kraukramer calculează valoarea de duritate utilizând raportul tensiunilor electrice și analizeazează fazele pentru a compensa automat modificările de orientare. Datorită procesării semnalului nu este nevoie de o corecție manuală pentru direcția de impact. Durimetrul Krautkramer DynaMIC și DynaPOCKET au prevăzute aceste caracteristici. Aplicațiile sunt determinate de forța și penetratorul corpului de impact. Operatorul poate selecta unul dintre cele trei modele de dispozitive de impact prevăzute de durimetrele DynaMIC și DynaPOCKET: Dyna D, Dyna E și Dyna G.



Funcția de transfer HL-HRC

Figura 5.37 Funcția de transfer HL-HRC

5.2.3.3. Aplicații

A. Selecția metodei

Metoda UCI este recomandată pentru încercarea materialelor cu granulație fină de orice formă și mărime. Este utilizată în mod deosebit materialelor prelucrate ulterior, spre exemplu: materiale cu toleranțe limitate pentru determinarea ecruisării pieselor forjate în matriță.

Încercarea de duritate sclerometrică se recomandă materialelor cu granulație grosieră, pieselor forjate și tuturor tipurilor de materiale turnate, datorită dispozitivului de impact de tip sferic ce produce o amprentă mai mare decât diamantul Vickers și astfel procesează mai bine caracteristicile structurilor turnate. Cu un penetrator mic (utilizând metoda UCI) determinarea durității poate fi executată pe piese sudate în ariile critice, cusătură, ZIT.

În cazul metodei de duritate sclerometrice dispozitivele de impact utilizează diferite sarcini de încercare. În plus față de dispozitivul de impact Dyna D, care face conversia

aplicațiilor standard, dispozitivul de impact Dyna G, care are o energie de impact de 9 ori mai mare și este prevăzut cu o carbură de wolfram mai mare, proiectat pentru încercarea pieselor turnate sau forjate. Dispozitivul de impact Dyna E se recomandă pieselor cu duritate de peste 650 HV / 56 HRC și este prevozut cu un diamant în loc de carbură de wolfram.

B. Mărimea penetratorului

În cazul materialelor cu variații microstructurale ale materialelor neomogene sau a celor cu granulație grosolană se realizează o medie a valorilor de duritate. Comparativ, amprentele realizate de diferitele dispozitive de impact ale durimetrelor sclerometrice sunt mult mai mari decât cele create de durimetrele UCI. Când se încearcă piese forjate sau turnate se recomandă metoda sclerometrică. Încercarea materialelor omogene cu suprafață durificată se recomandă utilizarea metodei UCI. În tabelele 5.14 a și 5.14 b se prezintă comparativ mărimea amprentei dispozitivului de impact sclerometric și sonda UCI pe trei nivele de duritate.

rubblar bir ru ruanennea amprenter (in pin) la anente invere de dantate						
	Dyna G bilă de 5 mm 90 N i mm	Dyna G bilă de 3 mm 90 N i mm	MIC 2010 98 N	MIC 205 50 N	MIC 201 10 N	MIC 2103 3 N
64 HRC		350	152	107	48	25
55 HRC	898	449	175	124	56	28
30 HRC	1030	541	249	175	79	41
Т	Tabelul 5.14 b Adâncimea amprentei (în µm) la diferite nivele de duritate					
	Dyna G Dyna G Dyna G MIC 2010 MIC 205 MIC 201 MIC 2103 bilă de 5 mm bilă de 3 mm 98 N 50 N 10 N 3 N					MIC 2103 3 N
800 HV	70 IV mini	16	22	16	7	4
600 HV	63	28	25	20	9	5
300 HV	83	35	35	25	11	6

Tabelul 5.14 a Adâncimea amprentei (în µm) la diferite nivele de duritate

În cazul încercării de duritate Vickers, grosimea sau adâncimea stratului durificat sau depus cum este stratul de crom depus pe oțel trebuie să fie suficient de gros pentru a susține penetratorul. Ca o regulă, grosimea trebuie să fie de minim 10 ori mai mare decât adâncimea penetratorului.

Dacă se cunoaște forța aplicată se poate calcula ușor adâncimea de penetrare a diamatului Vickers utilizând ecuația 5.42, bazată pe geometria diamantului Vickers:

$$d(mm) = 0,062 \cdot \sqrt{\frac{Sarcina(N)}{Duritatea Vickers(HV)}}$$
(5.42)

unde: d reprezintă adâncimea de penetrare

Determinarea durității pieselor sudate este un exemplu excelent de punere în evidență a mărimii amprentei. Măsurarea durității în ZIT determină dacă sudarea s-a realizat corect sau nu. De exemplu, conținutul ridicat de martensită din ZIT cauzează adesea fisuri în cusătură. Vârfurile mari de duritate redau informații importante despre material.

Astfel în cazul ZIT, nu pot fi folosite decât două metode de măsurare a durității (Leeb și Vickers cu sarcină mică HV5 sau HV10), deoarece această zonă este mică, în jur de 0,2 - 0,3 mm iar amprentele trebuie să se încadreze în acesta zonă cu suprafață redusă. În cazul utilizării metodei Brinell, măsurătorile vor da o valoare medie mai mică decât duritatea reală a ZIT, datorită suprapunerii zonei măsurate cu zonele cu duritate mică, ceea ce ar putea duce la concluzia eronată că nu este necesar nici un tratament termic al sudurii.

C. Masa piesei încercate

Condițiile de încercare ale metodei Leeb sunt mult mai mari decât cele ale metodei UCI, ambele metode pot fi influențate de greutatea și grosimea piesei de încercat.

Metoda Leeb folosește o forță mai mare pe durata impactului. Materialele subțiri și ușoare se pot deforma cauzând valori eronate. În aceste cazuri se utilizează dispozitive suport pentru menținerea și rigidizarea acestor piese. În cazul materialelor extrem de subțiri se utilizează o pastă pentru fixarea acesteia de suport.

În cazul utilizării metodei UCI piesele sub 0,3 kg pot oscila ele însele cauzând erori. Placa suport și tehnica de cuplare descrise în cazul metodei Leeb sunt eficiente în cazul pieselor mici, pentru a evita oscilarea acestora. Dacă utilizarea unei plăci suport nu este eficientă, atunci se selectează o sarcină mai mică pentru reducerea efectului de cuplare a vibrațiilor.

În tabelul 5.12 se prezintă cazurile ce necesită suport la determinarea durității prin cele două metode.

Tabelul 5.12			
	Dyna D şi E	Dyna G	Sonda UCI
Nu necesită suport	> 5 kg	>15 kg	> 0,3 kg
Necesită suport	2 – 5 kg	5 – 15 kg	0,1 – 0,3 kg
Necesită suport și pasta de fixare	0,05 – 2 kg	0,5 – 5 kg	0,01 – 0,1 kg

D. Grosimea peretelui

Grosimea peretelui tuburilor, țevilor și valvelor este foarte importantă în cazul durimetrelor portabile. Spre exemplu, un perete subțire va începe să oscileze când va fi lovit de corpul de impact la o încercare scleroscopică. Grosimea peretelui poate să influențeze valoarea durității, chiar dacă obiectul încercat este solid și cântarește câteva tone.

În ciuda faptului că dispozitivul de impact are o masă mică și energia de impact este mică, în timpul imactului sunt produse tensiuni de până la 900 N/mm². Aceasta valori sunt suficient de mari pentru a produce vibrații la un perete cu o grosime sub 20 mm. Aceste vibrații vor induce valori de duritate mai mici și o împrăștiere mare. În asemenea cazuri se preferă metoda de măsurare UCI.

În figura 5.38 se prezintă valorile de duritate măsurate cu un durimetru standard Vickers cu o forță de 98 N, valori măsurate cu un dispozitiv de impact Dyna D.



Comparație HV10/HLD

Figura 5.38 Comparație HV10 - HLD

Pentru o grosime de perete mai mare decât 20 mm, ambele metode dau aceleași rezultate. Sub o grosime de 20 mm, valorile măsurate prin metoda scleroscopică sunt mai mici decât valorile reale Vickers, așa cum se observă în figura 5.38, rezultatele deviind de la linia orizontală.



Figura 5.39 Valori de duritate măsurate funcție de calitatea pregătirii suprafeței

E. Calitatea suprafeței / rugozitatea

Toate metodele de derminare a durității necesită suprafețe netede, fără oxizi, pete, lubrifianți, ulei, depuneri de materiale plastice pentru protecția anticorozivă sau depuneri metalice pentru o mai bună conductivitate. Adâncimea amprentei trebuie să fie mai mare decât rugozitatea suprafeței.

Dacă este necesară pregătirea suprafeței (figura 5.39), aceasta trebuie făcută cu grijă, pentru a nu contamina suprafața ce urmează a fi investigată prin supraîncălzire sau prelucrare la rece. Rezultate bune se pot obține utilizând șlefuirea manuală sau electrică, utilizând hârtie de șlefuit cu granulație de 180 pentru a obține o suprafață netedă.

5.2.3.4. Încercări și rezultate obținute

Au fost efectuate măsurători ale durității materialelor prin metoda Vickers, cu ajutorul unui durimetru Wolpert MVD42. Micrografiile au fost efectuate cu ajutorul unui microscop optic metalografic Olympus BX51M. Măsurătorile au fost grupate pe trei categorii de materiale: materiale pentru tubul protector al rezistorului electric, materiale pentru terminalul rezistorului electric și materiale pentru firul rezistiv.

Au fost testate trei aliaje de oțeluri inoxidabile utilizate în mod curent la fabricarea tuburilor rezistive: AISI 316L, AISI 304L și INCOLOY 800. Compoziția chimică a probei din aliaj AISI 316L investigată este cea din tabelul 5.13.

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]	
Fe	66,3900	±0,2813	
С	0,0187	±0,0076	
Si	0,3040	±0,0143	
Mn	0,9062	±0,0123	
Р	0,0000	$\pm 0,0000$	
S	0,0000	$\pm 0,0000$	
Cr	17,74	$\pm 0,1609$	
Ni	12,12	±0,3140	
Mo	1,9848	±0,2431	
Cu	0,2879	±0,0036	

 Tabelul 5.13. Compoziția chimică a probei AISI316L

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Ti	0,0103	±0,0009
Nb	0,0000	$\pm 0,0000$
Со	0,1378	±0,0034

Duritatea materialului a fost investigată în următoarele patru stări: starea de livrare (platbandă), după formarea (deformarea plastică a benplatbenzii de oțel) și sudarea tubului protector, după întinderea tubului (tragerea tubului) și după recoacerea tubului. Aspectul microscopic al materialului în cele patru stări este prezentat în figura 5.40.



a) Platbandă în stare de livrare, MO100X

b) Platbandă în stare de livrare, MO500X



c) Aspectul metalului de bază în tubul sudat, MO 100x



d) Structura metalului de bază în tubul sudat, MO 500x



e) Aspectul cusăturii în tubul sudat, MO 100X



f) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul sudat, MO 500X



g) Aspectul zonei influențate termic în tubul sudat, MO 100x



h) Structura zonei influențate termic în tubul sudat, MO 500x



i) Aspectul metalului de bază în tubul tras, MO 100x



 j) Structura metalului de bază în tubul tras, MO 500x



k) Aspectul cusăturii în tubul tras, MO 100X



1) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul tras, MO 500X



m) Aspectul zonei influențate termic în tubul tras, MO 100x



n) Structura zonei influențate termic în tubul tras, MO 500x



o) Aspectul metalului de bază în tubul recopt, MO 100x



 p) Structura metalului de bază în tubul recopt, MO 500x



r) Aspectul cusăturii în tubul recopt, MO 100x



s) Structura cusăturii în tubul recopt, MO 500x



nei influențate termic în tubul recopt, MO 100x Figura 5.40. Aspectul microscopic al probei din aliaj AISI 316L, în cele patru stări

În stare de livrare, structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 9 conform ASTM. Examinarea macroscopică nu a evidențiat defecte în sudură, ZIT și metalul de bază.

În tubul sudat se observă în metalul de bază existența unor linii de alunecare datorate deformării plastice, apariția unor precipitări la limitele de grăunți. Cusătura este simetrică, are structură columnară și nu prezintă defect de tipul retasură axială. În ZIT nu se constată creștere de granulație, apare sensibilizare la coroziune pe o adâncime de 30 μm.

În tubul tras structura metalului de bază prezintă linii de alunecare provocate de deformarea plastică la tragere, iar în ZIT se evidențiază o slabă sensibilizare la coroziune.

În urma recoacerii structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 6, conform ASTM. În metalul de bază se observă precipitări la limitele de grăunți. În stratul superficial de la exteriorul tubului apare o oxidare foarte slabă la limitele de grăunți. În ZIT nu se constată creștere de granulație comparativ cu metalul de bază.

Măsurătorile de microduritate sunt prezentate în tabelele 5.14÷5.17 și în figurile 5.41÷5.43.

138,5
128,4
122,8
136,1
149,8
135,1
9,2

 Tabelul 5.14. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 316L, în stare de livrare.

Tabelul 5.15. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 316L,la tranziția material de bază - cusătură, în tubul sudat.

	143,3
	135,5
111/0 050	135,5
HVU,USU motorial de heră 71T	135,3
material de baza-zi i	152,3
	139,7
	82,6
	102,7
HV0,050 cusătură	122,6
	121,1
	126,7
	126,4
	138,8
	127,4



Figura 5.41. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul sudat, aliaj 316 L.



	189,9
111/0 050	199,2
n v 0,030 motorial de bază ZIT	197,5
material de Daza-zil i	207,5
	216,2
HV0,050	212,5
	226,2
	212,2
cusatura	205,7
	208,9



Figura 5.42. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul tras, aliaj 316 L.

Tabelul 5.17. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 316L,
la tranziția material de bază - cusătură, în tubul recopt.

	103,3
HV0,050	102,7
material de bază-ZIT	102,5
	110,6

	96,5
HV0,050	97,8
material de bază-ZIT	96
	85,7
	105,1
111/0 050	103,7
HV0,050	105,7
cusatura	93,8
	101,9



Figura 5.43. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul recopt, aliaj 316 L.

Pentru aliajul AISI 316L formarea tubului conduce la creșterea nesemnificativă a durității (sub 5%) ca urmare a deformării plastice la rece. În zona cusăturii sudate duritatea este mai redusă decât în metalul de bază.

Compactarea oxidului prin operația de tragere a tubului conduce la deformarea grăunților, apariția unor linii de alunecare evidente în structură și la mărirea durității.

Recoacerea are ca efect eliminarea deformațiilor, creșterea granulației și scăderea durității cu aproximativ 50%. Structura columnară din cusătură se transformă într-o structură poliedrică.

La aceeași stare a tubului nu se constată modificări mari ale durității în zona influențată termic cu excepția zonei din imediata apropiere a linie de topire în care apar variații ale durității explicate prin prezența unor compuși intermetalici duri (nitruri de titan, carburi de crom) sau a unor incluziuni nemetalice cu duritate redusă.

Compoziția chimică a probei din aliaj AISI 304L investigată este cea din tabelul 5.18.

Tabela 5.10. Compoziția eminica a prober 7.1515042			
Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]	
Fe	68.48	±0.0548	
С	0.0455	±0.0055	
Si	0.5947	±0.0163	
Mn	0.9022	±0.0071	
Р	0.0020	±0.0018	
S	0.0000	± 0.0000	

|--|

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Cr	18.94	±0.1816
Ni	9.980	±0.1802
Мо	0.2609	±0.0517
Cu	0.1989	±0.0055
Ti	0.3560	±0.0032
Nb	0.0035	±0.0044
Со	0.1426	±0.0163

Aspectul microscopic al materialului în cele patru stări (stare de livrare, tub deformat plastic la rece și sudat, tub tras și tub recopt) este prezentat în figura 5.44.



a) Platbandă în stare de livrare, MO100X

b) Platbandă în stare de livrare, MO500X



c) Aspectul metalului de bază în tubul sudat, MO 100x



d) Structura metalului de bază în tubul sudat, MO 500x



e) Aspectul cusăturii în tubul sudat, MO 100X



f) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul sudat, MO 500X



g) Aspectul zonei influențate termic în tubul sudat, MO 100x



h) Structura zonei influențate termic în tubul sudat, MO 500x



i) Aspectul metalului de bază în tubul tras, MO 100x

j) Structura metalului de bază în tubul tras, MO 500x



k) Aspectul cusăturii în tubul tras, MO 100X



l) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul tras, MO 500X



m) Aspectul zonei influențate termic în tubul tras, MO 100x



n) Structura zonei influențate termic în tubul tras, MO 500x



o) Aspectul metalului de bază în tubul recopt, MO 100x



p) Structura metalului de bază în tubul recopt, MO 500x



r) Aspectul cusăturii în tubul recopt, MO 100x



s) Structura cusăturii în tubul recopt, MO 500x



 t) Aspectul zonei influențate termic în tubul recopt, MO 100x
 Figura 5.44. Aspectul microscopic al probei din aliaj AISI 304L, în cele patru stări

În stare de livrare, structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 8 conform ASTM. Examinarea macroscopică nu a evidențiat defecte în sudură, ZIT și metalul de bază.

În tubul sudat metalul de bază prezintă linii de alunecare datorate deformării plastice și se observă apariția unor precipitări la limitele de grăunți. Cusătura este simetrică, are structură columnară și nu prezintă defect de tipul retasură axială. În ZIT nu se constată creștere de granulație, apare sensibilizare la coroziune pe o adâncime de 30 µm.

În tubul tras structura metalului de bază prezintă linii de alunecare provocate de deformarea plastică la tragere, iar în ZIT se evidențiază o slabă sensibilizare la coroziune.

În urma recoacerii structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 6, conform ASTM. În metalul de bază nu se evidențiază precipitări la limitele de grăunți. În stratul superficial de la exteriorul tubului apare o oxidare foarte slabă la limitele de grăunți. În ZIT nu se constată creștere de granulație comparativ cu metalul de bază.

Măsurătorile de microduritate sunt prezentate în tabelele 5.19÷5.22 și în figurile 5.45÷5.47.

Tabelui 3.13. Masuratori de interoduintate in	proba din anaj AISI 504 L, in stare de inviare.
НV0,050	105,4
	116,6
	114,1
	114,3
	94,9
Media	109,0
Deviația standard	8,0

Tabelul 5.19. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 304 L, în stare de livrare



 Tabelul 5.20. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 304 L, la tranziția material de bază - cusătură, în tubul sudat.



Figura 5.45. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul sudat, aliaj 304 L.

Tabelul 5.21. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 304 L, la tranziția material de bază - cusătură, în tubul tras.





Figura 5.46. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul tras, aliaj 304 L.



Tabelul 5.22. Măsurători de microduritate în proba din aliaj AISI 304 L, la tranziția material de bază - cusătură, în tubul recopt.

Figura 5.47. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul recopt, aliaj 304 L.

Distanța [µm]

600

800

1000

400

0

0

200

Pentru aliajul AISI 304L formarea tubului conduce la creșterea nesemnificativă a durității (sub 5%) ca urmare a deformării plastice la rece. În zona cusăturii sudate duritatea este mai redusă decât în metalul de bază.

Compactarea oxidului prin operația de tragere a tubului conduce la deformarea grăunților, apariția unor linii de alunecare evidente în structură și la mărirea durității.

Recoacerea are ca efect eliminarea deformațiilor, creșterea granulației și scăderea durității cu aproximativ 50%. Structura columnară din cusătură se transformă într-o structură poliedrică.

La aceeași stare a tubului nu se constată modificări mari ale durității în zona influențată termic.

Compoziția chimică a probei din aliaj INCOLOY 800 investigată este cea din tabelul 5.23.

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Fe	43.50	±0.2754
С	0.0181	±0.0020
Si	0.3913	±0.0048
Mn	0.7939	± 0.0072
Р	0.0000	±0.0000
S	0.0000	± 0.0000

Tabelul 5.23. C	Compoziția	chimică a	probei	AISI304L

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Cr	22.11	±0.0753
Ni	32.12	±0.3779
Mo	0.2576	±0.0356
Cu	0.1479	±0.0031
Ti	0.4852	±0.0061
Nb	0.0080	±0.0061
Со	0.0597	±0.0111

Aspectul microscopic al materialului în cele patru stări (stare de livrare, tub deformat plastic la rece și sudat, tub tras și tub recopt) este prezentat în figura 5.48.



a) Platbandă în stare de livrare, MO100X



b) Platbandă în stare de livrare, MO500X



c) Aspectul metalului de bază în tubul sudat, MO 100x



 d) Structura metalului de bază în tubul sudat, MO 500x



e) Aspectul cusăturii în tubul sudat, MO 100X



f) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul sudat, MO 500X



g) Aspectul zonei influențate termic în tubul sudat, MO 100x



h) Structura zonei influențate termic în tubul sudat, MO 500x



i) Aspectul metalului de bază în tubul tras, MO 100x



j) Structura metalului de bază în tubul tras, MO 500x



k) Aspectul cusăturii în tubul tras, MO 100X



1) Aspectul suprafeței cusăturii în tubul tras, MO 500X



m) Aspectul zonei influențate termic în tubul tras, MO 100x



n) Structura zonei influențate termic în tubul tras, MO 500x



o) Aspectul metalului de bază în tubul recopt, MO 100x



p) Structura metalului de bază în tubul recopt, MO 500x



r) Aspectul cusăturii în tubul recopt, MO 100x



s) Structura cusăturii în tubul recopt, MO 500x





t) Aspectul zonei influențate termic în tubul recopt, MO 100x Figure 5 49. Amerital mienscenție el multei din eliei DICOL OV 800 în cele netre stări

Figura 5.48. Aspectul microscopic al probei din aliaj INCOLOY 800, în cele patru stări

În stare de livrare, structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 8 conform ASTM. Examinarea macroscopică nu a evidențiat defecte în sudură, ZIT și metalul de bază.

În tubul sudat, în toate zonele se observă precipitări de compuși intermetalici de dimensiuni mari. Cusătura este simetrică, are structură columnară și nu prezintă defect de tipul retasură axială.

În tubul tras structura metalului de bază prezintă linii de alunecare provocate de deformarea plastică la tragere, în toate zonele observându-se precipitări de compuși intermetalici de dimensiuni mari.

În urma recoacerii structura metalului de bază este poliedrică, uniformă, având granulația corespunzătoare indicelui 5-6, conform ASTM. În toate zonele se evidențiază precipitări de compuși intermetalici, de dimensiuni mari. În ZIT nu se constată creștere de granulație comparativ cu metalul de bază.

Măsurătorile de microduritate sunt prezentate în tabelele 5.24÷5.27 și în figurile 5.49÷5.51.

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
HV0,050	98,2
	114,8
	123,2
	121,6
	119,4
Media	115,4
Deviația standard	9,0

Tabelul 5.24. Măsurători de microduritate în proba din aliaj INCOLOY 800, în stare de livrare.



Tabelul 5.25. Măsurători de microduritate în proba din aliaj INCOLOY 800, la tranziția material de bază - cusătură, în tubul sudat.



Figura 5.49. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul sudat, aliaj INCOLOY 800.

Tabelul 5.26	. Măsurători	de microdur	itate în pro	ba din a	aliaj INCOL	ΟY	800
1	a tranzitia m	aterial de ha	ză - cusătur	ă în tu	ihiil tras		



Figura 5.50. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul tras, aliaj INCOLOY 800.

Distanța [µm]

600

800

1000

400

0

200



Tabelul 5.27. Măsurători de microduritate în proba din aliaj INCOLOY 800, la tranziția material de bază - cusătură, în tubul recopt.

Figura 5.47. Variația microdurității la tranziția material de bază - cusătură în tubul recopt, aliaj INCOLOY 800.

Distanța [µm]

600

800

1000

400

0

0

200

Pentru aliajul INCOLOY 800 formarea tubului conduce la creșterea nesemnificativă a durității (sub 5%) ca urmare a deformării plastice la rece. În zona cusăturii sudate duritatea este mai redusă decât în metalul de bază.

Compactarea oxidului prin operatia de tragere a tubului conduce la deformarea grăunților, apariția unor linii de alunecare evidente în structură și la mărirea durității.

Recoacerea are ca efect eliminarea deformațiilor, creșterea granulației și scăderea durității cu aproximativ 40%. Structura columnară din cusătură se transformă într-o structură poliedrică.

La aceeasi stare a tubului nu se constată modificări mari ale durității în zona influențată termic.

Compoziția chimică a materialului din care este confecționat terminalul este prezentată în tabelul 5.28.

Tabelul 5.26. Compoziția chimica a terminatului		
Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Fe	97.25	0.1686
С	0.0914	0.0611
Si	0.0928	0.0148
Mn	1.028	0.0645
Р	0.0344	0.0054
S	>0.215	0.0410
Cr	0.0792	0.0048

168

Tabalul 5 28 Comparitie shipping a tampin 1-1-1

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Ni	0.0610	0.0201
Мо	< 0.031	0.0319
Cu	0.0259	0.0094
Al	0.0458	0.0090
Ti	0.0086	0.0023
V	0.0251	0.0113
Co	0.0458	0.0085
Nb	0.0421	0.0107
W	>0.827	0.0982

Structura microscopică a terminalului după sudarea elementului rezistiv este prezentată în figura 5.48.



Figura 5.48. Structura microscopică a terminalului, MO 100X

Structura este poliedrică, omogenă, având granulația corespunzătoare indicelui 9, conform ASTM. În zona influențată termic granulația este corespunzătoare indicelui 10, conform ASTM.

Măsurătorile de microduritate efectuate sunt prezenate în tabelul 5.29.

Laberal 5.27. Wastraton de interoduntate pe terminai.		
НV0,050	76,4	
	87,5	
	83,1	
	86,8	
	78,4	
Media	82,4	
Deviația standard	4,4	

Tabelul 5.29. Măsurători de microduritate pe terminal.

Au fost analizate trei aliaje utilizate în mod frecvent pentru elementul rezistiv, cu denumirea comercială "60-15", "80-20" și "DSD". S-au efectuat încercări pentru determinarea compoziției chimice, a microstructurii și a durității materialelor. Microstuctura și duritatea materialelor a fost determinată în două stări: după spiralarea firului și după sudarea de terminal.

Compoziția chimică a firului "60-15" analizat este prezentată în tabelul 5.30.

Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]
Fe	19,25	±0.0548
С	0,0652	± 0.0055
Si	1,625	±0.0163
Mn	0,8735	± 0.0071
Р	0,0122	± 0.0018
S	0,0288	± 0.0000
Cr	16,76	±0.1816
Ni	59,11	±0.1802
Мо	0,7115	±0.0517
Cu	0,0318	± 0.0055
Ti	0,1896	±0.0032
Nb	0,1024	±0.0044
Со	0,8465	±0.0193

Tabelul 5.30. Compoziția chimică a probei "60-15"

Structura microscopică a firului este prezentată în figura 5.49.



Figura 5.49. Structura microscopică a firului "60-15", spiralat, MO 500X

În fir nu s-au identificat defecte de tipul fisurilor sau incluziunilor de dimensiuni mari, structura este poliedrică omogenă specifică aliajelor Cr-Ni.

Măsurătorile de microduritate efectuate pe firul elementului rezistiv înainte și după sudarea de terminal (chiar pe spirele sudate) sunt prezenate în tabelul 5.31.

Tabelui 5.51.a. Masuratori de microdurnate pe mui rezistiv "60-15", mainte de sudare.		
	147,6	
	167,2	
HV0,050	148,4	
	160,4	
	147,6	
Media	154,2	
Deviația standard	8,1	

Tabelul 5.31.a. Măsurători de microduritate pe firul rezistiv "60-15", înainte de sudare.

HV0,050	120,0
	122,8
	110,6
	127,2
	126,7
Media	127,2
Deviația standard	6,0

Tabelul 5.31.b.	Măsurători	de microdurita	te ne firu	l rezistiv	60-15" d	lună sudare
1 abciul 5.51.0.	wiasuratori	ue mierouurna	ie pe mu	i i czistiv,	,00-15,0	iupa suuare

Pentru aliajul "60-15", energia mare utilizată la sudarea firului conduce la modificarea structurii materialului și scăderea durității cu aproximativ 20%.

Compoziția chimică a firului "80-20" analizat este prezentată în tabelul 5.32.

Tabelul 5.52. Compoziția emmica a prober "80-20				
Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]		
Fe	1,773	±0,0393		
С	0,0614	±0,0029		
Si	1,682	±0,0533		
Mn	0,9542	±0,0128		
Р	0,0000	$\pm 0,0000$		
S	0,0000	$\pm 0,0000$		
Cr	20,38	±1,531		
Ni	74,41	±1,648		
Мо	0,0351	±0,0015		
Cu	0,2658	±0,0217		
Ti	0,1149	$\pm 0,0054$		
Nb	0,0865	±0,0029		
Со	0,1442	±0,0049		

T	abelul	5.32.	Com	ozitia	chimică a	probei	80-20"
	abului	J.J.	Com	JOLIÇIA	cinnica a	prober	,,00 20

Structura microscopică a firului este prezentată în figura 5.50.



Figura 5.50. Structura microscopică a firului "80-20", nespiralat

În fir nu s-au identificat defecte de tipul fisurilor sau incluziunilor de dimensiuni mari, structura este poliedrică omogenă specifică aliajelor Cr-Ni.

Măsurătorile de microduritate efectuate pe firul elementului rezistiv înainte și după sudarea de terminal (chiar pe spirele sudate) sunt prezenate în tabelul 5.33.

Tubera e solution de mierodantate pe mar rezistre "ou 20°, mante de sudare.		
	205,7	
	211,3	
HV0,050	244,6	
	223,7	
	224,1	
Media	221,8	
Deviația standard	13,4	

Tabelul 5.33.a. Măsurători de microduritate pe firul rezistiv "80-20", înainte de sudare.

Tabelul 5.33.b. Măsurători de microduritate pe firul rezistiv "80-20", după sudare.

	165,4
	169,1
HV0,050	185,1
	179,9
	197,4
Media	179,3
Deviația standard	11,4

Pentru aliajul "80-20", energia mare utilizată la sudarea firului conduce la mărirea dimensiunii de grăunte și scăderea durității cu aproximativ 20%.

Compoziția chimică a firului "DSD" analizat este prezentată în tabelul 5.34.

, · - · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
Elementul	Procente masice [%]	Deviația standard [%]		
Fe	70,18	±1,219		
С	0,0587	±0,0017		
Si	0,5914	$\pm 0,0488$		
Mn	0,4408	±0,0224		
Р	0,0004	$\pm 0,0008$		
S	0,0002	$\pm 0,0006$		
Cr	23,12	±1,678		
Al	4,772	$\pm 0,3632$		
Мо	0,3156	±0,0093		
Cu	0,0217	$\pm 0,0002$		
Ti	0,0113	$\pm 0,0007$		
Nb	0,067	±0,0049		
Со	0,2109	$\pm 0,0097$		

Tabelul 5.34. Compoziția chimică a probei "DSD"

Structura microscopică a firului este prezentată în figura 5.51.

În fir nu s-au identificat defecte de tipul fisurilor sau incluziunilor de dimensiuni mari, structura este bifazică omogenă specifică aliajelor DSD.

Măsurătorile de microduritate efectuate pe firul elementului rezistiv înainte și după sudarea de terminal (chiar pe spirele sudate) sunt prezenate în tabelul 5.34.



a) MO 100X

b)MO 500X

Figura 5.51. Structura microscopică a firului "DSD", nespiralat

Tabelul 5.33.a. Măsurători de microduritate	pe firul rezistiv "DSD", înainte de sudare.
	1010

	184,2
	182,5
HV0,050	197,6
	210,8
	193,9
Media	193,8
Deviația standard	11,4

Tabelul 5.33.b. Măsurători de microduritate pe firul rezistiv "DSD", după sudare.

	166,9
	173,3
HV0,050	194,6
	185,7
	197,4
Media	183,5
Deviația standard	11,8

Pentru aliajul "DSD", energia mare utilizată la sudarea firului conduce la mărirea dimensiunii de grăunte și scăderea nesemnificativă a durității (cu mai puțin de 5%).

5.2.4. Caracteristici electrice

Modul în care un material reacționează la acțiunea unui câmp electric este dictat de proprietățile electrice ale acestuia. Dacă un material se află într-un câmp electric, în general, avem una din următoarele situații posibile:

- Permite conductia electrică materialul este conductor electric;
- Permite conductia electrică în anumite conditii semiconductor
- Nu perminte conductia electrică- izolator electric(dielectric).

Am putea adăuga încă un caz special de materiale, la care, sub o anumită temperatură critică, curentul electric traversează materialul fără nici un fel de pierderi. Aceste materiale, numite materiale supraconductoare, nu pot fi incluse în una sau alta din categoriile amintite, deoarece, peste temperatura critică, cunoaștem materiale supraconductoare care sunt bune conductoare electrice, precum există, de asemenea, unele exemple în care acestea au o comportare de timp semiconductor.

Mărimea fizică prin care se caracterizează proprietățile electrice ale materialelor este conductivitatea electrică, σ , sau inversul acesteia, rezistivitatea electrică, ρ .

Unitatile de măsură, în SI, pentru conductivitatea electrică, respectiv pentru rezistivitatea electrică sunt $[\rho]_{SI}=\Omega \cdot m$, $[\sigma]_{SI}=(\Omega \cdot m)^{-1}$. Relația dintre conductivitatea electrica σ a unui material si densitatea de curent *j* ce apare in materialul aflat în câmpul electric de intensitate *E* este:

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \tag{5.44}$$

Relația reprezintă legea lui Ohm sub forma locală sau microscopică. Conductivitatea electrică sau inversul acestuia, rezistivitatea electrică, sunt mărimile fizice cel mai des utilizate pentru caracterizarea calitativă macroscopică a materialelor. În functie de acești parametri se face o delimitare a materialelor în conductori, în marea lor majoritate metale, semiconductori si izolatori (sau dielectrici). Astfel, la temperatura camerei valorile conductibilitătii electrice pentru cele trei categorii de materiale sunt situate în următoarele intervale:

- conductori: $\sigma_{300K} \approx 10^6 \div 10^7 (\Omega \cdot m)^{-1}$;
- semiconductori: $\sigma_{300K} \approx 10^{-8} \div 10^6 (\Omega \cdot m)^{-1}$;
- izolatori: $\sigma_{300K} < 10^{-8} (\Omega \cdot m)^{-1}$.

Semiconductorii sunt cristale ionice sau de valență (Ge, Si, Se, Te, oxizii metalelor), atât în stare pură (semiconductori intrinseci), cât si în stare impurificată (semiconductori extrinseci). Izolatorii sunt cristale ionice, moleculare și de valență, în general materialele organice și ceramice. Valorile diferite ale conductivității electrice a materialelor își au explicația în structura energetică a corpurilor solide, [90].

5.2.4.1. Dependența rezistivității electrice a aliajelor metalice de compoziția chimică și de ordinea structurală

La concentrații mari ale elementelor de aliere se produc modificări importante în structura materialului putându-se modifica chiar și tipul de rețea a materialului, cu o consecință imediată asupra concentrației electronilor liberi. Acest lucru face ca rezistivitatea electrică a metalelor să depindă într-un mod mai complicat de concentrația elementelor de aliere, în funcție de solubilitatea reciprocă a celor două elemente. Influența elementelor de aliere asupra rezistivității este mare în cazul soluțiilor solide dezordonate, unde rezistivitatea acestor soluții poate fi mult mai mare decât a constituenților.

În cazul aliajelor binare ce formează un amestec eutectic sau eutectoid rezistivitatea electrică a amestecului variază liniar cu fracția volumică a fiecărui constituent. Astfel, dacă rezistivitățile celor două faze în amestec, $\alpha si \beta$, sunt $\rho_{\alpha} si \rho_{\beta}$, rezistivitatea materialului bifazic va fi:

$$\rho = \rho_{\alpha} V_{\alpha} + \rho_{\beta} V_{\beta} \tag{5.45}$$

unde: V_{α} și V_{β} sunt fracțiile volumice ale fazelor α și β .

Aceste reguli de variație a rezistivității electrice cu concentrația sunt valabile numai pentru aliajele dezordonate, iar aliajele metalice în marea majoritate a cazurilor sunt aliaje ordonate complet aleatoriu.

Creșterea rezistivității electrice a materialelor metalice se datorează și defectelor structurale prezente în metale și aliaje, acestea constituind obstacole în mișcarea electronilor de conducție. Vacanțele din metale, spre deosebire de materialele semiconductoare, duc la creșterea rezistivității. Orice acțiune mecanică sau chimică prin care se crește densitatea defectelor structurale din material duce la creșterea rezistivității electrice. Astfel, procesele de deformare plastică a metalelor duc la creșterea rezistivității electrice, iar tratamentele termice de recoacere a materialelor deformate plastic duc la scăderea rezistivității electrice până la valorile dinaintea deformării plastice.
5.2.4.2 Determinarea rezistivității electrice a materialelor prin metoda modificată a celor patru puncte

Determinarea rezistivității electrice a materialelor se face măsurând rezistența electrică a unei probe și folosind apoi o relație care exprimă legătura dintre rezistența electrică, dimensiunile geometrice ale probei și rezistivitatea electrică a materialului probei. Deși la ora actuală există o varietate foarte mare de aparate electronice pentru măsurarea rezistenței electrice, mijloacele clasice de măsurare a rezistenței cu ajutorul metodelor de punte rămân încă actuale în laborator. Vom descrie în cele ce urmează propunerea noastră pentru o metodă alternativă metodei celor patru puncte, metodă ce poate fi utilizată la determinarea rezistivității electrice a benzilor din oțelurile inoxidabile folosite la fabricarea rezistorilor electrici. Metoda constă în măsurarea tensiunii electrice între două sonde cu role cilindrice între care circulă banda de oțel. Operația este repetată la distanțe între sonde care se dublează la fiecare repetare sau culisează lin, după o sinusoidă prin rotirea unui șurub melcat acționat de un motor de curent continu a cărui tensiune de alimentare este controlată electronic. Rola culisează în interiorul unui profil U, fiind apăsată cu ajutorul unui arc (figura 5.40).

Odată alimentat circuitul la o sursă de curent constant, se ridică curba R=R(x), unde x distanța între cele două role. Măsurând grosimea și lățimea benzii se poate deduce imediat rezistivitatea materialului:

$$\frac{dR}{dx} = \tan(\alpha) = \frac{\rho}{s} \tag{5.46}$$

sau,

$$o = S \cdot \tan(\alpha) \tag{5.47}$$

unde: $tan(\alpha)$ este panta dreptei graficului R=R(x).



Figura 5.40 Schema montajului experimental pentru determinarea rezistivității electrice

Au fost măsurate prin metoda propusă rezistivitățile a 8 probe (benzi inox) cu compoziția chimică prezentată în tabelul 5.13. Compoziția chimică (în procente masice) a fost determinată cu ajutorul unui spectrometru Quantodesk prin metoda spectrometriei de emisie optică.

În cazul în care se folosește metoda dublării distanței la fiecare măsurare, este de așteptat

ca graficul funcției R=R(x) să fie o dreaptă. Putem scrie în acest caz:

$$R(x) = a \cdot x + b \tag{5.48}$$

unde: $a = tan(\alpha)$, este panta dreptei de interpolare, cu semnificația din relația 5.46; b este ordonata la origine a dreptei de interpolare, cu semnificația sumei tuturor rezistențelor de contact din circuit.

Elementul	Proba 1	Proba 2	Proba 3	Proba 4	Proba 5	Proba 6	Proba 7	Proba 8
C	0.0169	0.0187	0.0429	0.0125	0.0455	0.0181	0.0312	0.0380
Si	0.2808	0.3040	0.5109	0.1733	0.5947	0.3913	0.2878	0.3472
Mn	0.7942	0.9062	1.2398	0.7699	0.9022	0.7939	1.2505	10.01
Р	0.0000	0.0000	0.0046	0.0000	0.0020	0.0000	0.0013	0.0337
S	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0093
Cr	17.85	17.74	18.6850	23.8100	18.9350	22.11	19.2100	14.36
Ni	11.72	12.12	10.1513	40.6925	9.9798	32.1225	9.5133	0.531
Mo	1.994	1.9848	0.4423	2.6473	0.2609	0.2576	0.3342	0.000
Cu	0.2462	0.2879	0.2747	1.6625	0.1989	0.1479	0.2597	1.098
Ti	0.0105	0.0103	0.3524	1.9210	0.3560	0.4852	0.0112	0.0000
Nb	0.0000	0.0000	0.0067	0.0000	0.0035	0.0080	0.0033	0.0087
Co	0.1184	0.1378	0.2096	0.0000	0.1426	0.0597	0.1251	0.0831

Tabelul 5.13 Compoziția chimică a probelor a căror rezistivitate a fost determinată experimental.

Măsurătorile efectuate au confirmat așteptările teoretice, punctele R=R(x) având o distribuție liniară. Pentru a evalua starea de deformare a benzilor a căror rezistivitate electrică a fost măsurată, s-au efectuat micrografiile probelor, acestea fiind prezentate în figurile 5.41 ÷5.47. Rezultatele măsurătorilor sunt prezentate în graficele din figurile 5.48÷5.55.



Figura 5.41. Micrografiile probei 1

b) MO 500x



a) MO 100x

b) MO 500x





a) MO 100x

Figura 5.43 Micrografiile probei 3



Figura 5.44 Micrografiile probei 4

b) MO 500x



a) MO 100x

b) MO 500x





a) MO 100x

Figura 5.46 Micrografiile probei 6



Figura 5.47 Micrografiile probei 7



Figura 5.48 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 1



Figura 5.49 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 2



Figura 5.50 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 3



Figura 5.51 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 4



Figura 5.52 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 5



Figura 5.53 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 6



Figura 5.54 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 7



Figura 5.55 Valorile măsurate ale rezistenței electrice pentru proba 8

Prin prelucrarea statistică a datelor au reieșit următoarele valori ale rezistivității pentru probele 1÷8 (tabelul 5.14).

Proba	Rezistivitatea electrică [Ω·m]
Proba 1	3,0.10-6
Proba 2	2,8.10-6
Proba 3	7,4.10-6
Proba 4	7,1.10-6
Proba 5	9,1.10-6
Proba 6	11,7.10-6
Proba 7	3,2.10-6
Proba 8	0,1.10-6

· · · ·

În paragraful 5.2.4.1 am arătat dependența liniară de faze și constituienți (relația 5.45) a rezistivității electrice a unui aliaj metalic. Întrucît cunoaștem compoziția chimică a celor 8 probe (tabelul 5.13) vom determina influența elementelor chimice care intră uzual în compoziția

chimică a oțelurilor inoxidabile austenitice rezolvând sistemul liniar de 8 ecuații cu 8 necunoscute:

$$\begin{cases} C_{C1} \cdot X_C + C_{Si1} \cdot X_{Si} + \dots + C_{Ti1} \cdot X_{Ti} = \rho_1 \\ \dots \\ C_{C8} \cdot X_C + C_{Si8} \cdot X_{Si} + \dots + C_{Ti8} \cdot X_{Ti} = \rho_8 \end{cases}$$
(5.49)

unde: C_{Xi} reprezintă concentrația masică a elementului X, din proba i; X_x reprezintă influența elementului X la valoarea rezistivității electrice; ρ_i reprezintă conductivitatea electrică a probei i.

Rezolvând sistemul de ecuații 5.49 prin metoda matricii inverse obținem următoarele valori pentru parametrii X_x (tabelul 5.15):

Tabelul 5.15 Influența elementelor prezente în oțelurile inoxidabile asupra conductivității electrice									
Elementul	tul C Si Mn Cr Ni Mo Cu 7								
X _x	$-0,84 \cdot 10^{-3}$	0,87.10-3	-0,30.10-3	-2,3.10-6	0,33.10-3	$-1,8 \cdot 10^{-5}$	$0,22 \cdot 10^{-3}$	-0,25.10-3	

Așa cum se observă, rezistivitatea electrică a unui oțel inoxidabil poate fi scrisă ca:

$$\rho = C_{C1} \cdot X_C + C_{Si1} \cdot X_{Si} + \dots + C_{Ti1} \cdot X_{Ti}$$
(5.50)

sau, înlocuind valorile X_x cu cele din tabelul 5.15, reiese următoarea expresie numerică:

$$\rho = -0.84 \cdot 10^{-3} \cdot C_{c} + 0.87 \cdot 10^{-3} \cdot C_{Si} - 0.30 \cdot 10^{-3} \cdot C_{Mn} - 2.3 \cdot 10^{-6} \cdot C_{cr} + 0.33 \cdot 10^{-3} \cdot C_{Ni} - 1.8 \cdot 10^{-5} \cdot C_{Mo} + 0.22 \cdot 10^{-3} \cdot C_{cu} - 0.25 \cdot 10^{-3} \cdot C_{Ti}$$
(5.51)

Această relație ne arată că pentru o valoare a rezistivității electrice soluția nu este unică, existând mai multe aliaje care prin contribuțiile elementelor de aliere conduc către aceiași valoare a rezistivității electrice, deci nu putem folosi metoda măsurării rezistivității electrice, oricât de precis s-ar face aceasta, pentru determinarea compoziției chimice. O aplicație practică posibilă ar fi reglarea printr-o buclă de automatizare a parametrilor de sudare de pe automatul de formare a tuburilor folosind rezistivitatea electrică a benzii de oțel inoxidabil cunoscându-se similititudinea dintre parametrii electrici și cei calorici ai materialelor.

5.2.5. Rezistența la coroziune

Coroziunea este un proces chimic sau electrochimic de degradare, exercitat la suprafața corpurilor de oxigenul din aerul umed sau de diverse substanțe chimice. Ca și rezultat tipic al proceselor de coroziune a metalelor se obține oxidul sau sarea metalului respectiv. Termenul de coroziune este convențional și cuprinde o serie de procese, de modificări chimice și electrochimice prin care metalele se transformă dintr-o formă elementară simplă într-o formă combinată. Această reacție este posibilă deoarece forma combinată a metalelor (e.g. oxizi, carbonați, săruri, hidroxizi) posedă o energie liberă mai mică decat a metalului pur, ceea ce determina tendința naturală a metalelor de a trece la forme cu energie liberă mai reduse.

În practică, fenomenele de coroziune sunt în mod frecvent extrem de complexe și apar sub diferite forme, motiv pentru care o clasificare riguroasă a tuturor acestor fenomene este greu de efectuat. Cu toate acestea, se pot face mai multe clasificări: astfel în funcție de aspectul suprafeței corodate putem avea coroziune continuă sau uniformă și coroziune localizată. Coroziunea generalizată poate fi la rândul ei gazoasă sau apoasă, iar cea localizată poate fi clasificată în funcție de mecanismul procesului în coroziune pitting, cavernoasă, galvanică, prin eroziune, exfoliere, etc (figura 5.56)



Este evident că nu pot avea loc simultan toate aceste procese, dar nu sunt rare cazurile în care în același material apar mai multe mecanisme de coroziune. De asemenea, este mai probabilă apariția anumitor mecanisme de coroziune decât a altora, în funcție de tipul de aliaj, istoricul acestuia, interacțiile cu mediul în care se află acesta, etc. În cele ce urmează vom prezenta într-o formă sistematică exemple tipice de coroziune a rezistorilor electrici.

5.2.5.1. Coroziunea intercristalină

Coroziunea intercristalină se manifestă prin pierderea legăturii metalice dintre grăunții cristalini ca urmare a corodării limitelor de grăunți. Coroziunea intercristalină este specifică oțelurilor inoxidabile la care, în urma unor procedee tehnologice se favorizează precipitarea unor carburi de crom la limitele de grăunți.

Carburile de crom ($Cr_{23}C_6$) au un conținut ridicat de crom și reduc conținutul de crom din zonele învecinate sub limita de 12%, limită ce permite formarea stratului protector de oxid de crom la suprafața materialului. Aceste zone sărace în crom se vor coroda, integritatea materialului se va distruge deși piesa nu-și modifică dimensiunile și nici aspectul suprafeței (figura 5.57).



Figura 5.57. Procesul de sensibilizare la coroziunea intercristalină a oțelurilor inoxidabile

Sensibilizarea la coroziune intergranulară se produce atunci când oțelurile inoxidabile austenitice sunt încălzite sau răcite prin intervalul de temperatură 425-900°C în care cromul tinde să se combine cu carbonul, pentru a forma carburi de crom. Formarea carburilor depinde de timp, de temperatura și conținutul de carbon din aliaj. Sensibilizarea la coroziune intercristalină a oțelurilor inoxidabile poate rezulta, de asemenea, la răcirea lentă la recoacere în intervalul de temperatură 425 la 900°C sau la procesul de detensionare efectuat după sudarea tubului de oțel. Astfel, expunerea în intervalul de temperatură declarat nu înseamnă în mod automat că are loc procesul de sensibilizare, sau că se va produce procesul de coroziune intercristalină. Sensibilizarea nu are consecințe semnificative decât dacă oțelul este expus la un mediu coroziv. Oțelul inoxidabil sensibilizate a la coroziune intercristalină a non-corozive. Sensibilizarea la coroziune intercristalină a oțelurilor inoxidabil sensibilizarea la coroziune intercristalină a oțelurilor inoxidabil sensibilizarea la coroziune intercristalină a non-corozive. Sensibilizarea la coroziune intercristalină a oțelurilor inoxidabil tip 18Cr-9Ni se poate studia pe diagrama TTS (figura 5.58).



Figura 5.58. Diagrama TTS pentru oțelurile inoxidabile tip 18Cr-9Ni

Sensibilizarea la coroziune intercristalină este un fenomen reversibil ce poate fi inversat printr-un tratament termic de călire de punere în soluție ce constă în încălzirea la 1040°C, urmată de răcirea în apă. Așa cum se observă în figura 5.58, pe diagrama TTS, este mai economică utilizarea unor oțeluri cu un conținut de carbon limitat la 0,03%, mai ales în cazul oțelurilor ce urmează a fi sudate. De asemenea, se poate utiliza oțelul AISI 347 stabilizat cu Cd sau oțelul AISI 321 stabilizat cu Ti.

Pentru proba de tub sudat prezentată în figura 5.59 în vecinătatea cusăturii, se constată sensibilizare la coroziune intercristalină a materialului și exfolieri în stratul superficial.



a) MO 50x

b) MO 200x



c) MO 500x Figura 5.59 Microstructura materialului în ZIT

Așa cum se constată din figura 5.60 sensibilizarea la coroziune intercristalină a fost amplificată de prezența unor incluziuni nemetalice în materialul de bază.



a) suprafața probei **Figura 5.60.** Structură austenitică cu șiruri de incluziuni, MO 200x

În urma analizei mealografice se observă că structura materialului este austenitică cu granulația 6, conform SR ISO 643: 2003. Din zonele deformate se propagă fisuri și microfisuri prin limitele de grăunți. Toate cele 3 fisuri apărute în material s-au produs ca urmare a existenței unor tensiuni induse de deformare peste care s-au adăugat tensiunile termice la sudare.



a) fisurile 1 și 2 b) fisura 3 **Figura 5.61.** Propagarea fisurilor prin limitele de grăunți, MO 200x

Momentul producerii fisurilor este apreciat a fi după sudare (pentru că una dintre fisuri se propagă inclusiv în cordon). În zona în care s-au realizat deformări plastice la rece materialul

este puternic tensionat. Fisurarea se realizează la cald, în toate cele 3 fisuri există aliaj de brazare (figura 5.61). În vecinătatea fisurilor se constată existența unor grăunți deformați (cu plane de alunecare) (figurile 5.62 și 5.63).



Figura 5.62 Zonă cu grăunți deformați, în vecinătatea fisurii 3, ME 1000x



Așa cum se observă în micrografiile electronice fisurile inițiale constituie puncte de plecare pentru noi microfisuri secundare datorită faptului că în regiunea respectivă tensiunile reziduale (puse în evidență de prezența maclelor) au valori ridicate.

5.2.5.2. Coroziunea uscată

Coroziunea uniformă (generalizată) este forma cea mai cunoscută de coroziune. Se produce la contactul unui material omogen cu mediul de lucru în absența unui gradient de temperatură, concentrație sau presiune de-a lungul suprafetei de contact. În general, coroziunea generalizată se apreciază prin pierderea de masă pe unitatea de suprafață și unitatea de timp $(g \cdot dm^{-2} \cdot an^{-1})$ sau prin reducerea grosimii pe unitatea de timp (µm \cdot an^{-1}). O formă de coroziune generalizată o constituie coroziunea atmosferică, formă de coroziune ce mai este denumită și coroziune uscată. Coroziunea uscată este influențată de umiditatea din atmosferă dar și de prezenta unor substante poluante (cloruri, în zonele de coastă, oxizi de azot formați prin arderea combustibililor în motoarele cu ardere internă, praf, SO2 provenit din arderea cărbunelui sau a produselor petroliere). Umiditatea absolută (g·m-3) sau umiditatea relativă (raportul dintre presiunea parțială a vaporilor de apă și presiunea la care se produce condensarea) favorizează degradarea prin apariția coroziunii umede (formă de coroziune accelerată) în defavoarea coroziunii uscate (formă de coroziune mai lentă). Formarea unui film foarte subțire pe suprafață poate servi drept electrolit. Agresivitatea acestui electrolit este mai mareîn prezența sării din atmosfera marină sau a dioxidului de sulf (SO₂) în atmosfera industrială. Pentru oțeluri și fonte, coroziunea este mult mai evidentă dacă umiditatea relativă depăşește 60% (figura 5.64).



Figura 5.64. Influența umidității relative asupra pierderii de masă la oțeluri și fonte

La multe metale, coroziunea generalizată este redusă ca urmare a formării unui film protector în primul stadiu al expunerii la mediu. Astfel, aluminiul formează un strat protector de oxid în orice mediu oxidant, iar cuprul formează un strat protector (patina) la expunerea în atmosfera industriala care conține SO₂ sau un strat de clorură de cupru în atmosfera marină.

Porozitatea peliculelor de oxid depinde de raportul dintre volumul oxidului și cel al metalului din care s-a format, dat de coeficientul de volum al oxidului, k. În funcție de valoarea coeficientului de volum al oxidului se deosebesc următoarele tipuri de pelicule de oxizi:

- 1) pentru k<1, pelicula formată este poroasă și neprotectoare;
- 2) pentru 1<k<1,5, pelicula formată este compactă, cu bune proprietăți protectoare;
- 3) pentru k>1,5, pelicula formată este compactă însă cu puternice tensiuni interne, ceea ce provoacă exfolierea peliculei de oxizi la anumite grosimi, permitând în continuare degradarea metalului, viteza de crestere a peliculei fiind neregulata.

Viteza de coroziune crește odată cu creșterea temperaturii până la evaporarea filmului când scade brusc.

Prezența particulelor de cloruri poate conduce la dizolvarea filmului protector în cazul oțelurilor inoxidabile și al aluminiului și inițierea procesului de coroziune. Apa de mare influențează coroziunea atât prin favorizarea umezirii suprafeței (ca urmare a reducerii presiunii de saturație) cât și prin formarea unui electrolit mult mai agresiv. Emanațiile de SO₂ sunt la originea ploilor acide ca urmare a formării acidului sulfuros (H₂SO₃) sau a acidului sulfuric (H₂SO₄) conform reacțiilor:

$$SO_2 + H_2O \rightarrow H_2SO_3$$

$$SO_2 + H_2O + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow H_2SO_4$$

(5.52)

Acidul sulfuric ajuns în contact cu suprafața structurilor din oțel reacționează cu fierul:

$$H_2SO_4 + Fe + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow FeSO_4 + H_2O$$

(5.53)

Ca măsuri de protecție, în general, se folosesc: majorarea grosimii, aplicarea de straturi protectoare și folosirea unor inhibitori. La tubul protector al rezistențelor electrice singura măsură de protecție posibilă este utilizarea unor table de oțel inoxidabil cu grosime minimă 0,6 mm.

Au fost analizate două rezistențe electrice din două loturi diferite care au cedat prematur în timpul testului de anduranță termică. Astfel, pentru prima probă (AISI 304L) sunt prezentate micrografiile realizate cu microscopul optic în figurile 5.64÷5.70.



Figura 5.64. Aspectul tubului, MO 100x (neatacat)



b) detaliu cusătură Figura 5.65. Aspectul tubului, MO 500x (neatacat)



Figura 5.66. Aspectul tubului, MO 1000x (neatacat)

Aspectul microscopic după atacul metalografic, se prezintă în figurile 5.67 – 5.69.



a) MO 100x

b) MO 500x



Figura 5.67. Microstructura suprafeței materialului de bază



Figura 5.68. Structura cusăturii sudate, MO 100x



a) axa cusăturii b) suprafață oxidată Figura 5.69. Microstructura suprafeței cusăturii sudate, MO 500x



Figura 5.70. Microstructura ZIT-ului, MO 500x

Ca urmare a analizei metalografice s-a constatat că structura materialului este poliedrică omogenă, cu indicele de granulație 8, conform SR ISO 643: 1993. Pe suprafața tubului se observă adâncituri și exfolieri. De asemenea, se evidențiază zone cu oxidare în stratul superficial. Oxidarea apare localizat pe suprafața exterioară și nu poate fi pusă în legătură cu efectul sudării sau al unor defecte de material. Oxidarea localizată a unei părți din tuburile tratate în același timp poate fi corelată cu posibile impurificări ale suprafeței în timpul procesului de fabricare.

A doua probă investigată are tubul protector al rezistenței fabricat din INCOLOY800, iar micrografiile rezultate în urma investigațiilor sunt prezentate în figurile 5.71÷5.73.



Figura 5.71. Aspectul metalografic al tubului în secțiune longitudinală, MO 100x (neatacat)



a) MO 100x b)M Figura 5.72. Structura metalografică a materialului de bază

b)MO 500x



a) suprafața exterioară b)suprafața interioară Figura 5.73. Microstructura materialului de bază, MO 500x

În urma examinării probelor se observă că aspectul marginilor platbenzii este neregulat, cu urme de exfoliere, exfolierea se produce pe șiruri de incluziuni nemetalice, orientate longitudinal, în direcția de laminare. În suprafața exterioară se evidențiază: strat de oxizi,

coroziune intercristalină și granulație foarte fină. Structura metalului de bază este poliedrică, neuniformă; granulația corespunde indicelui 6, conform SR ISO 643: 1993.

5.2.5.3. Coroziunea pitting și cavernoasă

Coroziunea pitting este o formă de coroziune prin care se formează mici puncte de coroziune (goluri, cavități cu diametrul mai mic decât adâncimea). Coroziunea pitting se produce ca urmare a întreruperii stratului de oxid protector al metalului. Deși cantitatea de material corodat este relativ redusă, prin mecanismul de coroziune pitting materialul poate fi străpuns total sau parțial. O caracteristică tipică a mecanismului de coroziune pitting este că modificarea diametrului fisurii în timpul propagării este neglijabilă. De asemenea, coroziunea pitting cel mai adesea provoacă ieșirea din uz prin perforare materialului, dar poate contibui la ruperea prin alte forme de coroziune (prin oboseală sau sub tensiune) În general, urmele de coroziune sunt localizate pe suprafețe reduse. Coroziunea pitting se formează mai ales pe suprafețe orizontale și se dezvoltă în sensul forței gravitaționale. Procesul de coroziune pitting necesită o durată relativ mare pentru inițiere și se dezvoltă ca urmare a fenomenelor care au loc în interiorul cavității. După inițializare fisurii, aceasta se dezvoltă cu viteză tot mai mare. Procesul de pitting presupune parcurgerea a două etape: ruperea filmului (figura 5.74.a) și propagarea (figura 5.74.b).



Figura 5.74. Etapele coroziunii pitting

Oțelurile inoxidabile sunt mai susceptibile la pitting decât orice altă clasă de metale sau aliaje. Adaosul de 2 % Mo la tipul de oțel inoxidabil 18-8S (AISI 304) pentru obținerea tipului 18-8Smo (AISI 316) are ca rezultat creșterea ridicată a rezistenței la pitting. Tipul 304 este considerat nepotrivit pentru utilizarea în apă sărată.

Oțelurile inoxidabile sunt predispuse la coroziunea în puncte, provocate de urme ale unor materiale diferite care aderă la suprafață în timpul procesului de prelucrare. Aceste impurități pot iniția coroziunea în puncte în raport cu limitele de grăunți și astfel pot conduce la defectarea componentei. Coroziunea prin pitting la oțelurile inoxidabile poate fi inițiată și de zgârieturi produse ca urmare a unei manipulari necorespunzătoare.

Pentru evaluarea rezistenței la coroziunea pitting și la coroziunea cavernoasă a oțelurilor inoxidabile se utilizează numărul PREN (Pitting Resistance Equivalent Number), număr ce se calculează în funcție de compoziția chimică a oțelurilor respective. Astfel, relația generală cu ajutorul căreia se calculează PREN, pe baza concentrațiilor unor elemente precum Cr, Mo și N ce intră în compoziția oțelurile inoxidabile, este:

$$PREN = Cr + m \cdot Mo + n \cdot N$$

(5.54)

În prezent sunt acceptate mai multe forme particulare a ecuației generale 5.54:

$$PREN = Cr + 3,3 \cdot Mo + 16 \cdot N$$

$PREN = Cr + 3,3 \cdot (Mo + 0,5 \cdot W) + 16 \cdot N$ $PREN = Cr + 3,3 \cdot Mo + 30 \cdot N$

(5.55)

Ținând cont că în oțelurile inoxidabile concentrația masică de azot este foarte redusă valoarea numărului PREN nu este influențată semnificativ de coeficientul concentrației de azot. În tabelul 5.16 sunt prezentate valorile teoretice ale PREN pentru câteva oțeluri inoxidabile, [127].

Tabelul 5.16. Valorile teoretice ale PREN	pentru unele oțeluri inoxidabile, [127]
---	---

Nr. material	Denumire	Cr	Мо	Ν	PREN					
Oțeluri inoxidabile feritice										
1.4003	Nirosta 4003 / F12N	10.5-12.5	NS	0.030 max	10.5-13.0					
1.4016	430	16.0-18.0	NS	NS	16.0					
1.4113	434	16.0-18.0	0.9-1.4	NS	19.0-22.6					
1.4521	444	17.0-20.0	1.8-2.5	0.030max	23.0-28.7					
Oțeluri inoxidabile austenitice										
1.4301	304	17.0-19.5	NS	0.11max	17.0-20.8					
1.4311	304LN	17.0-19.5	NS	0.12-0.22	18.9-23.0					
1.4401	316	16.5-18.5	2.0-2.5	0.11max	23.1-28.5					
1.4406	316LN	16.5-18.5	2.0-2.5	0.12-0.22	25.0-30.3					
1.4539	904L	19.0-21.0	4.0-5.0	0.15max	32.2-39.9					
1.4547	254SMO	19.5-20.5	6.0-7.0	0.18-0.25	42.2-47.6					
1.4529		19.0-21.0	6.0-7.0	0.15-0.25	41.2-48.1					
	Oțeluri inoxidabile duplex									
1.4362	SAF 2304	22.0-24.0	0.1-0.6	0.05-0.20	23.1-29.2					
1.4462	SAF 2205	21.0-23.0	2.5-3.5	0.10-0.22	30.8-38.1					
1.4410	SAF 2507	24.0-26.0	3.0-4.0	0.24-0.35	37.7-46.5					
1.4501	Zeron 100	24.0-26.0	3.0-4.0	0.2-0.3	37.1-44.0					

Între numărul PREN și temperatura critică de coroziune pitting (CPT) și între PREN și temperatura critică de coroziune cavernoasă (CCCT) există relații ce pot fi stabilite empiric. În general, temepratura critică de coroziune pitting este mai ridicată decât temperatura critică de coroziune cavernoasă. În tabelul 5.17 sunt prezentate valorile temperaturii critice de coroziune cavernoasă, conținutul de molibden și numărul PREN pentru un număr de oțeluri inoxidabile [128].

 Tabelul 5.17. Concentrația de molibden, CCCT și PREN a unor oțeluri inoxidabile, [128]

			PRFN
Allajui			
316L	2,1	-3	23
825	2,7	—3	30
317L	3,2	2	29
2205	3.1	20	38
317LMN	4,4	20	34
28	3,5	24	38
904L	4,4	24	35
904L	4,4	25	35
G	6,5	30	43
28	3,5	35	39
2507	4,0	IS	47
1925hMo	6,2	40	47
33	1,4	40	50
AL-6XN	6,2	43	48
625	9,0	45	51
625	9,0	55	51
31	6,5	35	54

Aliajul	Mo [%]	CCCT [°C]	PREN
G-30	5,5	50	48
C-276	15,4	35	66

Reprezentând grafic temperatura critică de coroziune cavernoasă în funcție de PREN (figura 5.75) putem deduce legătura dintre CCCT și PREN:

$$CCCT = 1,645 \cdot PREN - 38,64 [^{\circ}C]$$

(5.56)



Dependenta CCCT - PREN

Figura 5.75. Dependența CCCT de numărul PREN

Pentru a pune în evidență coroziunea pitting a fost analizată din punct de vedere metalografic o probă provenită de la o rezistor electric învelit scos din funcțiune prematur (în perioada de garanție). Micrografiile obținute sunt prezentate în figurile 5.76÷5.79



În toate cele 4 tuburi provenind de la rezistorul avariat supuse analizei s-au observat forme de coroziune punctiformă, preponderent în suprafața exterioară aflată în contact cu mediul lchid. Aspectul și evoluția coroziunii în puncte se prezintă în figura 5.76÷5.77. Dezvoltarea acestor puncte de coroziune a condus la străpungerea tubului (figura 5.77). Ruperea este mixtă (intercristalină și transcristalină), fiind favorizată de coroziunea intercristalină în stratul superficial (figura 5.78 a) și de prezența unor șiruri de compuși (figura 5.78 b). Se constată că și în zona sudată apare coroziunea în puncte, atât în axa cusăturii, cât și în ZIT (la interior) (figura 5.79).



Figura 5.76. Forme de coroziune în puncte pe suprafața exterioară din proba 1, MO 100x, ME 1000x



Figura 5.77. Fisură în tub provocată de coroziunea punctiformă din suprafață în proba 1, MO 100x



Figura 5.78. Aspectul mcroscopic al formelor de rupere, MO 500x



Figura 5.79. Coroziune punctiformă în zona sudată

În absența unor date mai precise privind modul de funcționare și condițiile de deteriorare a tuburilor, pot fi desprinse câteva concluzii:

a) Mediul de lucru, apă, posibil cu un conținut ridicat de halogeni (posibil clor) a produs coroziunea în puncte în suprafața exterioară.

b) Coroziunea a fost favorizată de caracteristicile materialului (sensibilizare la coroziune și șiruri de precipitări)

5.2.5.4. Coroziunea sub tensiune

Coroziunea sub tensiune se produce sub acțiunea simultană a mediului coroziv și a tensiunilor mecanice. Se manifestă sub forma unor fisuri ramificate intracristaline sau intercristaline care se dezvoltă în direcție perpendiculară pe direcția efortului maxim (figura 5.80). Coroziunea sub tensiune este cu atât mai periculoasă cu cât nu poate fi eliminată prin reducerea tensiunii și nici nu poate fi măsurată prin metode sigure. Spre deosebire de coroziunea uniformă, efectul corziunii prin tensiune nu poate fi prevenit prin creșterea secțiunii materialului.



Figura 5.80. Propagarea fisurilor prin mecanismul coroziunii sub tensiune.

În cazul propagării fisurilor pin mecanismul coroziunii sub tensiune, valoriea tensiunii este sub limita de curgere, acțiunea mediului asupra materialului este dependentă de compoziția chimică atât a mediului cât și a materialului, de temperatură, de starea materialului, etc. S-a constatat că materialele metalice pure sunt mult mai puțin susceptibile la acțiunea coroziunii sub tensiune. Parametrul care trebuie luat în consideratie pentru a aprecia durata de viață în cazul mecnismului de coroziune sub tensiune este adâncimea fisurii maxime sau timpul de străpungere de către fisura maximă. Ruperea ca urmare a SCC are aspect macroscopic de rupere fragil chiar și pentru materialele ductile. La unele oțeluri inoxidabile austenitice se pot identifica pe suprafața de rupere, o zonă de rupere intercristalină, o zonă de rupere intracristalină și o zonă de

rupere ductilă. Încercările la coroziune sub tensiune pentu oțeluri austenitice sudate după deformare la rece au arătat că: durata de rupere în metalul de bază scade ca urmare a deformării (o proporție mai mare de defecte) și ruperea se produce în ZIT, la limita cu cordonul de sudură. Aplicarea unui tratament termic după sudare reduce durata de rupere pentru că sensibilizează materialul la coroziune intercristalină.

Câteva exemple de micrografii ale unor tuburi provenite de la rezistori electrici înveliți care au fost corodate sub tensiune sunt prezentate în figurile $5.81.a \div d$.



Figura 5.81. Coroziune sub tensiune.

c)

d)

Revenind la rezistorul prezentat în cadrul paragrafului 5.2.5.3, putem constata că procesul de coroziune pitting a fost însoțit și de coroziune sub tensiune. Coroziunea sub tensiune s-a manifestat pornind de la suprafața interioară, atât în materialul de bază (figura 5.82), cât și în zona sudurii (figura 5.83). Ruperea a fost intercristalină ș intracristalină, fiind favorizată de existența șirurilor de precipitate (figura 5.84 a) și de coroziunea intercristalină (figura 5.84 b).

Putem concluziona că majoritatea zonelor rupte arată o presiune dinspre interiorul tubului. Acest aspect a fost dovedit de analiza macroscopică, ce a indicat multe zone de coroziune sub tensiune. Se apreciază că presiunea interioară a fost produsă de apa care a pătruns prin fisurile produse prin mecanismul coroziunii pitting. Zonele corodate prin ambele mecanisme au fost localizate atât în metalul de bază, cât și în zona sudată (axa cusăturii și ZIT).



Figura 5.82 Coroziune sub tensiune pornind din suprafața interioară, MO 100x

Figura 5.83 Coroziune sub tensiune pornind din zona sudurii, MO 100x



Figura 5.84. Aspectul microscopic al fisurilor produse de coroziunea sub tensiune, MO 500x

Capitolul 6 FIABILITATEA REZISTORILOR ELECTRICI

6.1. Introducere

Fiabilitatea unui obiect (o componentă sau un sistem) este o funcție de timp R(t), definită ca: probabilitatea ca, în condiții de mediu specificate, obiectul să funcționeze adecvat, menținându-și parametrii prestabiliți în intervalul de timp [0,t). Practic, fiabilitatea este o probabilitate, cuprinsă între 0 și 1. Pentru a stabili fiabilitatea elementelor fără restabilire (nereparabile), este suficient să se ia în considerație durata scursă de la punerea în funcțiune până la defectarea sistemului, denumită și "timp de funcționare fără defecțiuni", durată care este o variabilă aleatoare continuă.

Practic, modelarea matematică a conceptului de fiabilitate se bazează pe modelarea matematică a conceptului de defectare, fiabilitatea fiind complemetul probabilității de defectare (la un moment dat de timp, t, un sistem poate fi fie funcțional, fie defect, neexitând o stare intermediară sau o combinație de stări). Starea de defectare a unui sistem poate fi descrisă de funcția de repartiție, F(t):

$$F(t) = \int_0^t f(\tau) \cdot d\tau$$
(6.1)

unde: $f(\tau)$ este densitatea de probabilitate a defectării sistemului respectiv. Astfel funcția de repartiție a fiabilității, R(t), se scrie simplu:

$$R(t) = 1 - F(t)$$

Putem, așadar descrie starea unui sistem care se defectează la momentul t_f cu ajutorul funcțiilor de repartiție, R(t) și F(t), după cum urmează:

$$R(t) = \begin{cases} 0 \text{ pentru } t \in [0, t_f) \\ 1 \text{ pentru } t \in [t_f, \infty) \end{cases}$$
$$F(t) = \begin{cases} 1 \text{ pentru } t \in [0, t_f) \\ 0 \text{ pentru } t \in [t_f, \infty) \end{cases}$$
(6.3)

Evoluția fiabilității în timp se poate împărți în trei perioade distincte;

- I. perioada de rodaj, în care defecțiunile se datorează unor cauze ascunse și deficiențelor de control de fabricație;
- II. perioada de viața utilă, în care intensitatea defectărilor se menține aproximativ constantă;
- III. perioada de îmbătrânire, în care intensitatea defecțiunilor crește datorită unor uzuri inevitabile.

Perioada de viața utilă este în general mult mai mare decât celelalte, ceea ce face ca, pentru multe astfel de sisteme, intensitatea defecțiunilor să se considere constantă.

Fiabilitatea s-a dezvoltat ca disciplină științifică independentă după cel de-al doilea război mondial, conceptele, definițiile și tehnicile fundamentale fiind elaborate până la mijlocul anilor 70. Fiabilitatea folosește ca mijloace de descriere și calcul predictiv metodele matematice statistice. Fiabilitatea studiază cauzele elementare ale defectărilor și stabilește metode de prevenire a defectărilor previzibile prin proiectare, de asigurare a calității proceselor de fabricație

(6.2)

în conformitate cu specificațiile tehnice, precum și metode de maximizare a duratei de funcționare a echipamentelor. Fiabilitatea produselor este asigurată prin urmarea, în cadrul proceselor de fabricație a produsului, a unor etape precum:

- analiza sistematică a produsului (etapa de proiectare);
- calculul solicitărilor mecanice, termice, electrice, etc (etapa de proiectare);
- analiza relației produs posibilități tehnice de producție (etapa de proiectare);
- simplificarea și modularea structurilor, utilizarea unor componente a căror fiabilitate a fost dovedită anterior (etapa de proiectare);
- evaluarea costurilor economice și ecologice ale produsului (etapa de proiectare);
- efectuarea unor teste semnificative pentru demonstararea fiabilității realizate (etapa de testare a prototipului);
- aprovizionarea cu materiale și subansamble de calitatea cerută prin caietul de sarcini, la momentul optim, "just in time" (etapa de producție);
- utilizarea unor unelte, scule, dispozitive, echipamente corespunzătoare cerințelor procesului de fabricație în parametrii de calitate ceruți prin caietul de sarcini (etapa de producție);
- asigurarea pieselor de schimb și a consumabilelor necesare echipamentelor utilizate în procesele de fabricație (etapa de producție);
- organizarea controlului de calitate pe faze și al produsului finit (etapa de producție);
- asigurarea condițiilor de muncă ergonomice (etapa de producție);
- asigurarea unui sistem informațional exact și operativ (toate etapele de fabricație).

Fiabilitatea folosește noțiuni și concepte precum: funcția de repartiție de bună funcționare R(t), rata de defectare $\lambda(t)$, media timpului de bună funcționare MTBF (în engleză Mean Time Before Failure) viața fiabilă sau cuantila p.

Echipamentele și componentele se clasifică, din punctul de vedere al fiabilității, în echipamente cu rată de defectare crescătoare, constantă sau descrescătoare. În funcție de tipul ratei de defectare s-au construit modele matematice care să descrie probabilitatea de bună funcționare. Astfel rata de defectare constantă este descrisă de modelul exponențial, iar rata de defectare crescătoare este descrisă de modelul Weibull, iar rata de defectare descrescătoare este descrisă de distribuția Gauss. Modelul exponențial și distribuția Gauss pot fi regăsite ca și cazuri particulare ale distribuției Weibull. Modelul Weibull descrie procesele de defectare cu rată crescătoare, model aplicabil în cazul în care defectarea echipamentului are loc ca urmare a acumulării în timp a unor procese de depreciere precum acumularea de solicitări mecanice, electrice sau chimice, sau acumularea unor distrugeri prin solicitări dinamice, coroziune sau procese radioactive. Determinarea tipului de model aplicabil calculului fiabilății unui echipament sau componentă se face prin intermediul testelor de concordanță. Datorită modului de funcționare, la temperaturi înalte, cel mai probabil, rata de defectare a rezistorilor electrici este crescătoare. Rezistorii electrici vor acumula preponderent efectele coroziunii materialelor la temperaturi înalte și, ca efecte de gradul doi, efectele șocurilor termice la care sunt supuse în timpul funcționării.

6.2. Prelucrarea primară a datelor 6.2.1. Culegerea datelor privind fiabilitatea

Fiabilitatea produselor se poate deduce fie prin interpretarea datelor obținute urmărind comportarea produselor în exploatarea reală, fie prin interpretarea datelor obținute prin încercări sau prin modelarea procesului de utilizare. Toate cele trei metode prezintă avantaje și limitări. Un studiu bazat numai pe una dintre metode (indiferent care dintre cele trei) va fi un studiu incomplet. În cazul urmăririi produsului în exploatarea reală se documentează detaliat toate fenomenele apărute pe parcursul utilizării produsului. La momentul formulării concluziilor este posibil ca produsul respectiv, deși un produs de calitate, care prin implementarea rezultatelor studiului de fiabilitate va fi un produs mai bun din punct de vedere calitativ, să fie un produs perimat sau este foate probabil ca piața să fie deja saturată cu produsele oferite de companiile

competitoare. La aceste limitări ale metodei urmăririi comportării produsului în exploatarea reală se adaugă fapul că de multe ori culegerea datelor nu este precisă și exactă. Principalul avantaj al metodei, dincolo de limitările inerente, rămâne "realitatea" studiului, condițiile reale de exploatare neputând fi simulate niciodată exact și complet. Metoda urmăririi comportării produsului în exploatarea reală este utilizată cel mai adesea pentru a valida testele și încercările de laborator, putând fi astfel stabilite legături statistice între timpul de viață real și cel stabilit în urma încercărilor pentru produse diferite, dar cu caracteristici similare. Metoda încercărilor presupune utilizarea unui lot de produse supuse unor condiții de exploatare care să imite cât mai corect condițiile de exploatare reală. În cursul încercărilor lotul de piese respectiv funcționează în condițiile simulate în laborator până la scoaterea din uz a întregului lot sau, cel mai adesea, un număr prestabilit de ore sau cicluri de funcționare. Pentru a avea relevanță, aceste încercări au o durată de timp relativ mare și presupun utilizarea unor echipamente de laborator specializate și a unui personal calificat. Din aceste motive, este evident că cel mai mare neajuns al încercărilor este costul ridicat (în unități monetare), iar cel mai mare avantaj este viteza cu care se obțin rezultate quasi-reale, costul în unități de timp fiind foarte scăzut. Metoda care implică viteza cea mai mare de efectuare a testelor și costurile cele mai scăzute este metoda modelării procesului de utilizare. Prin această metodă se pot simula simultan procese de exploatare în condiții diferite, cu aplicarea condițiilor cele mai defavorabile ("worst case scenario"), cu modificarea caracteristicilor de material, a geometriei produsului, a condițiilor de mediu, etc. Dezavantajul major al metodei constă în faptul că pentru validarea rezultatelor simulărilor este nevoie atât de încercări (e drept mult mai puține decât în cazul metodei încercărilor) cât și de studii privind comportarea reală a produsului. Actualmente, datorită gradului înalt de tehnologizare a proceselor de proiectare și producție, este aproape de neacceptat ca în cazul determinării fiabilității unui produs să nu folosească metoda simulării proceselor de utilizare urmate de teste pentru validarea rezultatelor, teste efectuate atât în laborator cât și în mediul real. Procedurile de culegere a datelor pot fi prezentate schematic ca în figura 6.1.



Figura 6.1. Schema procedurilor de culegere a datelor

Culegerea de informații referitoare la fiabilitate se face și în funcție de natura produsului (unicate, serii mari, serii de masă), existând scheme de culegere a datelor pentru fiecare tip de produse. Datele referitoare la fiabilitate vor fi culese respectându-se urmatoarele cerințe:

- fiecare produs va fi descompus în subsisteme componente, până la nivel de elemente componente, construindu-se simultan și structura ierarhică a produsului;

- pentru fiecare element al produsului se vor aduna toate informațiile disponibile pe baza cărora se va determina nivelul de fiabilitate al elementului respectiv;
- pe baza analizei informațiilor privind fiabilitatea elementelor ce alcătuiesc produsul se va stabili fiabilitatea produsului privit ca întreg şi se vor lua deciziile necesare privind ridicarea nivelului fiabilității sau scăderea costurilor astfel încât pordusul să corespundă cerințelor de fiabilitate la costuri minime.

Datele obținute în urma desfășurării activităților de culegere a datelor se vor organiza în baze de date care vor conține, în principal, două tipuri de informații:

- i. informații referitoare la produs și la elementele care alcătuiesc produsul, cu maxim de detalii referitoare la loturile de material sau subansamble, modalități și procese de fabricație aplicate, liniile de fabricație implicate în aceste procese, tipuri și variante constructive, etc.
- ii. informații referitoare la evenimente, cu maxim de detalii privind modificările stării produsului respectiv, momentele întreruperii funcționării, momentele de repunere în funcționare (dacă este aplicabil), durata reparației, cauzele întreruperii funcționării, sursa primară a întreruperii funcționării, etc.

Observarea timpilor de funcționare a produsului reprezintă esența conceptului de fiabilitate, rezultând intervalul de timp în decursul căruia produsul respectiv a funcționat până la întreruperea funcționării. Din punctul de vedere al defecțiunilor produsele se împart în două categorii: produse care după defectare pot fi reparate și produse care la defectare își încheie ciclul de funcționare, acestea fiind înlocuite cu un produs nou. Rezistorii electrici se încadrează în a doua categorie, acestea neputând fi reparate. La acestă categorie de produse nu se poate vorbi de mentenanță, putându-se aplica doar noțiunile carateristice conceptului de fiabilitate. Întreagă durată de viață a acestor produse constă în intervalul de bună funcționare, interval început odată cu punerea în funcțiune și încheiat la prima defecțiune. Se obișnuiește să se noteze durata de viață a produsului "i" din lotul de N produse identice, cu t_i. De la momentul inițial, t₀, se vor înregistra timpii de bună funcționare a tuturor produselor din lot: $\{t_1, t_2, ..., t_N\}$. Numerotarea celor N elemente se face în ordinea ieșirii din funcțiune, astfel că t₁ < t₂ < ... < t_N. Datele culese se reprezintă grafic sub forma unei curbe, numită curba de supraviețuire. Forma curbei de supraviețuire și natura proceselor de degradare a produsului pot da informații preliminare asupra modelului matematic aplicabil fiabilității produsului respectiv.

În cazul produselor care pot fi reparate, comportamentul este mai complex, existând mai multe stări în care se poate afla produsul: starea de bună funcționare, cu timpii de bună funcționare t_i , starea de mentenanță, cu timpii de mentenanță, t_i ', și starea de întrerupere cu timpii de rezervă, T_i . Observațiile referitoare la acest tip de produse se vor face astfel încât să se poată pune în evidență toate cele trei stări posibile ale produsului.

Condițiile necesare ca un regim de funcționare să fie considerat staționar sunt:

- produsul să se găsească în perioada de exploatare normală, ceea ce înseamnă că a fost depășită perioada rodajului, dar nu a fost atinsă perioada degradării;
- frecvența defecțiunilor să fe relativ constantă;
- frecvența defecțiunilor să fie relativ redusă în cadrul fiecărui interval de observație;
- defecțiunile să nu fie precedate de simptome;
- defecțiunile să se producă la intervale lungi de timp;
- defecțiunile să se producă la intervale de timp relativ egale între ele;
- defecțiunile să aibă un comportament "fără memorie" (defecțiunile viitoare să nu fie predeterminate de defecțiunile din istoria produsului).

6.2.2. Sistematizarea datelor privind fiabilitatea

Sistematizarea datelor privind fiabilitatea presupune, în primul rând, aplicarea mijloacelor statisticii descriptive. Astfel, datele culese prin toate cele trei metode enumerate în paragraful anterior sunt organizate astfel încât să permită gruparea defecțiunilor după cauza primară, generatoare a defectului, rezultând seria de repartiție. Seria de repartiție a defectelor

este utilizată pentru a stabili ierarhia cauzelor de defectare. Odată stabilită ierarhia cauzelor de defectare se pot lua decizii privind fiabilitatea produsului respectiv.

Cea mai simplă metodă de caracterizare a fiabilității unui lot de produse este simpla înșiruire a valorilor timpilor de bună funcționare, t_i, pentru toate cele N produse identice care formează lotul respectiv. Timpul total până la ultima defecțiune a produsului N, va fi împărțit într-un număr convenabil ales de intervale de timp, astfel încât se va caracteriza fiecare interval de timp prin numărul de defecțiuni care au loc în intervalul respectiv și se va reprezenta grafic setul respectiv de defecțiuni. Spre exemplificare vom lua un lot de 20 de rezistențe electrice învelite, cu o putere de 1000W, marcate 200 ÷ 250 V care sunt supuse testului de anduranță termică. Astfel rezistorii au fost supuși unui număr de cel puțin 1000 de cicluri de funcționare, iar pentru rezistorii aflați în stare de funcționare, ciclurile au fost efectuate până la defectarea tuturor rezistorilor. Rezistorii au fost alimentați la 108% din tensiunea maximă de alimentare (270 V). Un ciclu de functionare constă în alimentarea rezistorului timp de o oră în aer neventilat urmată de răcirea forțată (ventilată) timp de 5 minute. Pentru lotul respectiv mulțimea t_i este exprimată în cicluri de funcționare și are valorile {1048, 1120, 1340, 1402, 1440, 1485, 1507, 1555, 1671, 1683, 1790, 1791, 1805, 1873, 1907, 1942, 1944, 1968, 1976, 1987}. Întrucât toate ieșirile din funcționare au fost după primele 1000 de cicluri de funcționare vom împărți intervalul 1000...2000 în 10 intervale a câte 100 de cicluri de funcționare. Gruparea statistică a căderilor este prezentată în tabelul 6.1. Reprezentarea grafică a frecvențelor de cădere este prezentată în figura 6.2. Reprezentarea grafică a frecvențelor de cădere poate contribui la repartizarea căderilor pe tipuri de defecte, după evidențierea cauzelor primare ale defectării rezistorilor respectivi.

,
Frecvența defecțiunilor
1
1
0
1
3
2
2
2
2
6

Tabelul 6.1. Repartiția defecțiunilor pe intervale de cicluri de funcționare



Figura 6.2. Reprezentarea grafică a frecvențelor de cădere a rezistorilor în funcție de numărul de cicluri de funcționare



Figura 6.3. Curba de supraviețuire a rezistorilor

Totuși cea mai potrivită metodă pentru sintetizarea informațiilor referitoare la fiabilitatea rezistorilor electrici este alcătuirea curbei de supraviețuire. Curba de supraviețuire se construiește marcând numărul de produse rămase în funcționare la momentul de timp t. Este evident că pentru t = 0 numărul de produse rămase în funcționare va fi egal cu N, iar la t = t_N numărul de produse rămase în funcționare va fi 0. Pentru lotul considerat anterior curba de supraviețuire a rezistorilor este prezentată în figura 6.3. Diferitele efective rămase în funcționare se figurează ca linii orizontale, iar defecțiunile se figurează ca trepte de trecere. Construirea curbei de supraviețuire presupune observarea permanentă a comportării exemplarelor de produs din esantion. În cazul rezistorilor acest lucru este ușor de realizat, dar în alte cazuri acest lucru este mai dificil și de aceea de multe ori se utilizează intervale de observație, la care se raportează numărul de defecțiuni. Datele culese în acest mod formează o repartiție statistică experimentală. Pe baza acestei statistici se construiește curba de supravietuire și apoi se calculează indicii de fiabilitate. De menționat că seria de repartiție se compune din două șiruri de date: șirul celor n intervale de timp de bună funcționare (sau de număr de cicluri de funcționare în cazul rezistorilor) și șirul defecțiunilor înregistrate în decursul intervalelor respective. În cazul rezistorilor datorită posibilității monitorizării continue automate a stării de funcționare a lotului de rezistori, cele n intervale vor fi de fapt N. Astfel seria de repartiție va conține în cazul rezistorilor mulțimile $\{t_1, t_2, ..., t_N\}$ și $\{1,1,1, ...,1\}$. Evident că seria de repartiție poate fi reprezentată și sub forma mulțimilor $\{t_1, 2 \cdot t_1, ..., n \cdot t_1\}$ și $\{k_1, k_2, ..., k_n\}$.

A fost luat în considerare și un set de 20 de rezistori neînveliți, cu o putere de 600W, marcați $200 \div 250$ V și supuși testului de anduranță termică la un număr de cel puțin 200 de cicluri de funcționare. Pentru rezistorii aflați în stare de funcționare după cele 200 de cicluri, ciclurile au fost efectuate până la defectarea tuturor rezistorilor. Rezistorii au fost alimentați la 108% din tensiunea maximă de alimentare (270 V). Un ciclu de funcționare constă în alimentarea rezistorului timp de o oră în aer neventilat urmată de răcirea forțată (ventilată) timp de 5 minute. Pentru lotul respectiv mulțimea t_i este exprimată în cicluri de funcționare și are valorile {212, 273, 286, 296, 299, 309, 322, 331, 342, 344, 356, 377, 379, 381, 388, 401, 421, 426, 429, 442}. Întrucât toate ieșirile din funcționare au fost după primele 200 de cicluri de funcționare vom împărți intervalul 200...500 în 10 intervale a câte 30 de cicluri de funcționare. Gruparea statistică a căderilor este prezentată în tabelul 6.2. Reprezentarea grafică a frecvențelor de cădere este prezentată în figura 6.4.

Număr de cicluri de funcționare	Frecvența defecțiunilor
200÷229	1
230÷259	0
260÷289	2
290÷319	3
320÷349	4
350÷379	3
380÷409	3
410÷439	3
440÷469	1
470÷499	0

Tabelul 6.2. Repartiția defecțiunilor pe intervale de cicluri de funcționare



Figura 6.2. Reprezentarea grafică a frecvențelor de cădere a rezistorilor în funcție de numărul de cicluri de funcționare



Figura 6.3. Curba de supraviețuire a rezistorilor

6.3. Calcule statistice bazate pe datele sistematizate. Indicatori principali ai fiabilității

Pentru stabilirea legăturilor dintre valorile măsurabile experimental și funcțiile de repartiție sau probabilitatea de defectare a unui sistem este necesară efectuarea unor calcule statistice bazate pe datele experimentale sistematizate.

Se vor calcula, în ordine, următoarele mărimi: frecvența relativă a defectărilor, frecvența cumulată a defectărilor, frecvența relativă a exemplarelor în funcțiune, timpul mediu de bună funcționare, frecvența medie a defectărilor pe intervalul de observație și rata de defectare.

Frecvența relativă a defectărilor, $\hat{f}(t_i)$, se definește prin raportul dintre numărul defectărilor din intervalul i și totalul defectărilor înregistrate.

$$\hat{f}(t_i) = \frac{k_i}{\sum_{j=1}^n k_j}$$
(6.4)

În cazul în care observarea se prelungește până la defectarea ultimului exemplar din eșantion, atunci suma defectărilor va fi egal cu numărul total de exemplare din eșantion, N și ecuația 6.4 devine:

$$\hat{f}(t_i) = \frac{k_i}{N} \tag{6.5}$$

Frecvența relativă cumulată a defectărilor, $\hat{F}(t_i)$, reprezintă suma defectărilor de la sfârșitul intevalului i raportată la totalul defectărilor înregistrate.

$$\hat{F}(t_i) = \frac{\sum_{j=1}^{i} k_j}{\sum_{j=1}^{n} k_j} = \sum_{j=1}^{i} \hat{f}(t_j)$$
(6.6)

Similar, în cazul în care observarea se prelungește până la defectarea ultimului exemplar din eșantion, prima parte a relației 6.6 devine:

$$\widehat{F}(t_i) = \frac{\sum_{j=1}^i k_j}{N}$$
(6.7)

Frecvența relativă a exemplarelor în funcțiune, $\hat{R}(t_i)$, se mai numește și funcția experimentală a fiabilității și se definește ca raportul dintre numărul exemparelor în funcțiune la sfârștul intervalului i și totalul înregistrărilor înregistrate. Această mărime se calculează cel mai adesea prin complementul frecvenței relative cumulate a defectărilor și, mai rar, prin relația de definiție:

$$\hat{R}(t_i) = 1 - \hat{F}(t_i) = \frac{N_i}{N}$$
(6.8)

Timpul mediu de bună funcționare, MTBF, se definește ca fiind timpul mediu până la defectarea unui exemplar din lotul observat. Timpul mediu de bună funcționare se calculează cu ajutorul relației:

$$MTBF = \frac{\sum_{j=1}^{n} t_j \cdot k_j}{\sum_{j=1}^{n} k_j}$$
(6.9)

Și în cazul timpului mediu de bună funcționare, dacă observarea se prelungește până la defectarea ultimului exemplar din eșantion, atunci relația 6.9 devine:

$$MTBF = \frac{\sum_{j=1}^{n} t_j \cdot k_j}{N} \tag{6.10}$$

(6.10)

Frecvența medie a defectărilor pe intervalul de observație, \overline{k} , se definește prin raportul dintre numărul total al defectărilor observate $(\sum_{j=1}^{n} k_j)$ și timpul total de bună funcționare al tuturor exemplarelor din eșantion, $(\sum_{j=1}^{n} t_j \cdot k_j)$:

$$\bar{k} = \frac{\sum_{j=1}^{n} k_j}{\sum_{j=1}^{n} t_j \cdot k_j}$$
(6.11)

Putem face observația că în cazul în care observarea se prelungește până la defectarea ultimului exemplar din eșantion, relația 6.11 devine:

$$\bar{k} = \frac{N}{\sum_{j=1}^{n} t_j \cdot k_j} \tag{6.12}$$

De asemenea, comparând relațiile de definiție ale timpului mediu de bună funcționare și a frecvenței medii a defectărilor pe intervalul de observare, reiese:

$$MTBF = \frac{1}{\overline{k}}$$
(6.13)

Rata de defectare, $\hat{z}(t_i)$ se definește prin raportul dintre numărul de exemplare defectate în intervalul i și efectivul de exemplare funcționale la începutul intervalului respectiv:

$$\hat{z}(t_i) = \frac{k_i}{N_{i-1}} \tag{6.14}$$

(6.14) iderate în paragraful precedent s-au calculat

Pentru cele două eșantioane de rezistori considerate în paragraful precedent s-au calculat indicatorii principali ai fiabilității, iar aceștia au fost prezentați în tabelele 6.3 și 6.4.

6.4. Parametrii de fiabilitate ai produselor

Parametrii de fiabilitate reprezintă o modalitate de a exprima cantitativ fiabilitatea unui produs sau a unui sistem. Parametrii de fiabilitate măsoară fiecare doar o caracteristică a fiabilității, fiabilitatea propriu-zisă fiind complet caracterizată de mulțimea parametrilor de fiabilitate. Cu cât sistemul considerat este mai complex cu atât cardinalul mulțimii parametrilor de fiabilitate este mai mare. Parametrii de fiabilitate descriind procese statistice sunt, la rândul lor, mărimi statistice.

Produsele sau sistemele se pot împărți, în funcție de modul lor de funcționare, în două mari categorii: produse reparabile sau cu restabilire și produse destinate unei singure întrebuințări (nereparabile sau fără restabilire). Pentru produsele reparabile fiabilitate se definește ca fiind probabilitatea de funcționare fără defecțiuni într-un interval de timp dat. Pentru produsele nereparabile fiabilitatea este cel mai adesea exprimată ca probabilitatea de funcționare fără defecțiuni pentru un timp dat (timpul de viață estimat al produsului respectiv).

Ținând cont de cele de menționate anterior putem concluziona că fiabilitatea se poate studia în una din cele două ipostaze:

- în cazul produselor reparabile fiabilitatea se exprimă prin trei tipuri de parametri: parametrii funcționării fără defecțiuni, parametrii reparării și parametrii de disponibilitate;
- în cazul produselor nereparabile fiabilitatea se exprimă prin parametrii funcționării fără defecțiuni.

Dintre parametrii funcționării fără defecțiuni, cei mai utilizați sunt funcția de fiabilitate (probabilitatea funcționării fără defecțiuni), timpul mediu de funcționare fără defecțiuni, rata de-

Cicluri de funcționare	Rezistori defectați în intervalul i, (k _i)	Rezistori funcționali la începutul intervalului i, N _{i-1}	Frecvența relativă a defectărilor, $\hat{f}(t_i)$.	Frecvența relativă cumulată a defectărilor, $\hat{F}(t_i)$	Frecvența relativă a exemplarelor în funcțiune, $\hat{R}(t_i)$	ti	$t_i \cdot k_i$	$\sum t_i \cdot k_i$	MTBF [cicluri]	frecvența medie a defectărilor, \overline{k}	rata de defectare, $\hat{z}(t_i)$.
1000	1	20	0,050	0,050	0,950	1050	1050				0,050
1100	1	19	0,050	0,100	0,900	1150	1150				0,053
1200	0	18	0,000	0,100	0,900	1250	0				0,000
1300	1	18	0,050	0,150	0,850	1350	1350				0,056
1400	3	17	0,150	0,300	0,700	1450	4350	33200	1660	$0.602.10^{-3}$	0,176
1500	2	14	0,100	0,400	0,600	1550	3100	33200	1000	0,002 10	0,143
1600	2	12	0,100	0,500	0,500	1650	3300				0,167
1700	2	10	0,100	0,600	0,400	1750	3500				0,200
1800	2	8	0,100	0,700	0,300	1850	3700				0,250
1900	6	6	0,300	1,000	0,000	1950	11700				1,000

Tabelul 6.3. Indicatorii principali ai fiabilității calculați pentru un eșantion de 20 de rezistori înveliți spuși testului de anduranță termică.

Tabelul 6.4. Indicatorii principali ai fiabilității calculați pentru un eșantion de 20 de rezistori neînveliți spuși testului de anduranță termică.

Cicluri de funcționare	Rezistori defectați în intervalul i, (k _i)	Rezistori funcționali la începutul intervalului i, N _{i-1}	Frecvența relativă a defectărilor, $\hat{f}(t_i)$.	Frecvența relativă cumulată a defectărilor, $\hat{F}(t_i)$	Frecvența relativă a exemplarelor în funcțiune, $\hat{R}(t_i)$	ti	$t_i \cdot k_i$	$\sum t_i \cdot k_i$	MTBF [cicluri]	frecvența medie a defectărilor, <u>k</u>	rata de defectare, $\hat{z}(t_i)$.
200	1	20	0,050	0,050	0,950	215	215				0,050
230	0	19	0,000	0,050	0,950	245	0				0,000
260	2	19	0,100	0,150	0,850	275	550			2 845 10-3	0,105
290	3	17	0,150	0,300	0,700	305	915				0,176
320	4	14	0,200	0,500	0,500	335	1340	7020	251 5		0,286
350	3	10	0,150	0,650	0,350	365	1095	7030	551,5	2,845.10	0,300
380	3	7	0,150	0,800	0,200	395	1185				0,429
410	3	4	0,150	0,950	0,050	425	1275				0,750
440	1	1	0,050	1,000	0,000	455	455				1,000
470	0	0	0,000	1,000	0,000	485	0				-

fecțiunilor, funcția de nonfiabilitate (probabilitatea defectării), etc.

Parametrii reparării cel mai des utilizați sunt funcția de mentenabilitate, timpul mediu de reparare, rata reparării, funcția de nonmentenabilitate, etc.

Parametrii de disponibilitate cel mai frecvent utilizați sunt funcția de disponibilitate, disponibilitatea staționară, indisponibilitatea staționară, etc.

Cum rezistorii electrici sunt sisteme fără restabilire vom studia în cele ce urmează doar parametrii de fiabilitate ai funcționării fără defecțiuni.

Funcția de fiabilitate a unui produs, R(t) reprezintă probabilitatea ca produsulu să fucționeze fără defecțiuni în intervalul de timp [0,t]. Funcția de fiabilitate este o funcție continuă, uniform descrescătoare, definită pe intervalul $[0,\infty)$, cu valori pozitive. Pentru orice formă analitică a funcție R(t) condițiile la limită sunt: R(0) = 1 (orice produs este funcțional la începutul vieții sale) și R(∞) = 0 (orice produs se va defecta la un moment dat). Cel mai adesea funcția de fiabilitate este exprimată printr-o funcție exponențială (cu exponent negativ) sau o combinație de funcții exponențiale și polinomiale în t:

$$R(t) = P(t) \cdot e^{-Q(t)}$$

O reprezentare grafică, tipică, pentru R(t) este ca în figura 6.4.



Figura 6.4. Graficul tipic al funcției de fiabilitate al unui produs

Timpul mediu de funcționare fără defecțiuni al unui produs, MTBF, este un parametru al fiabilității prin care se estimează durata medie de funcționare fără defecțiuni a produsului respectiv. Din punct de vedere matematic, acest parametru se calculează prin relația:

$$MTBF = \int_{0}^{\infty} R(t)dt$$

(6.15)

(6.15)

Rata de defectare a unui produs, z(t) se definește ca probabilitatea de defectare a produsului respectiv la momentul t, în condițiile în care acesta a funcționat fără defecțiuni până la momentul respectiv de timp. Fie două intervale de timp: (0,t] și $(t, t_1]$. Considerând că un produs a funcționat fără defecțiuni în intervalul (0,t], atunci probabilitatea ca acel produs să funcționeze fără defecțiuni și în intervalul $(t, t_1]$ este:

$$R(t, t_1) = \frac{R(t_1)}{R(t)}$$
(6.16)

Probabilitatea ca produsul respectiv să se defecteze în intervalul (t, t₁] este:

$$F(t, t_1) = 1 - \frac{R(t_1)}{R(t)} = \frac{R(t) - R(t_1)}{R(t)}$$
(6.17)

Pentru $t_1 \rightarrow t$, ecuația 6.17 devine:

$$F(t,t_1) = \frac{R(t) - R(t+dt)}{R(t)} = -\frac{R'(t) \cdot dt}{R(t)} = z(t)dt$$
(6.18)

unde am introdus notația:

$$z(t) = -\frac{R'(t)}{R(t)}$$
(6.19)

Din relația de definiție a ratei de defectare a unui produs (relația 6.19), rezolvând ecuația diferențială pentru R(t), cu condițiile la limită R(0) = 1 și $R(\infty) = 0$, rezultă:

$$R(t) = e^{-\int_0^\infty z(\tau)d\tau}$$
(6.20)
$$R(t) = \lambda = \text{constant countin 6.20 devine:}$$

Pentru cazul particular în care $z(t) = \lambda$ = constant, ecuația 6.20 devine:

$$R(t) = e^{-\lambda t} \tag{6.21}$$

Din ecuațiile 6.15 și 6.21, va rezulta imediat că în cazul în care rata de defectare a unui produs rămâne constantă timpul mediu de funcționare al acelui produs se va calcula cu relația:

$$MTBF = \int_{0}^{\infty} e^{-\lambda t} dt = \frac{1}{\lambda}$$
(6.22)

6.5. Modele ale fiabilității produselor 6.5.1. Modelul repartiției exponențiale

În cazul modelului repartiției exponențiale a unui sistem, este utilizată pentru caracterizarea densității de probabilitate de defectare a sistemului relația:

$$f(\tau) = \lambda e^{-\lambda \tau}$$

(6.23)

(6.24)

Din relația de definiție a densității de probabilitate reiese că singurul parametru al modelului repartiției exponențiale este parametrul λ , care reprezintă rata de defectare a sistemului respectiv.

Conform relațiilor de definiție 6.1. și 6.23, starea de defectare a unui sistem care urmează modelul repartiției exponențiale va fi descris de funcția de repartiție F(t), după relația:

$$F(t) = \int_0^t f(\tau) \cdot d\tau = \int_0^t \lambda e^{-\lambda \tau} \cdot d\tau = 1 - e^{-\lambda t}$$

Ținând cont de relațiile 6.2 și 6.24, în cazul modelului exponețial funcția de repartiție a fiabilității, R(t) se scrie:
$$R(t) = 1 - F(t) = e^{-\lambda t}$$

(6.25)

Timpul mediu de funcționare al sistemelor care respectă modelul exponențial se va calcula cu relația (din 6.15 și 6.25):

$$MTBF = \int_{0}^{\infty} e^{-\lambda t} dt = \frac{1}{\lambda}$$
(6.26)

relație identic egală cu relația 6.22, relație obținută în urma ipotezei că $z(t) = constant = \lambda$. De altfel, calculând z(t) conform relației de definiție 6.19, rezultă:

$$z(t) = -\frac{R'(t)}{R(t)} = -\frac{-\lambda \cdot e^{-\lambda t}}{e^{-\lambda t}} = \lambda$$
(6.27)

Dispersia timpului mediu de bună funcționare în cazul modelului exponențial se calculează cu relația:

 $\Delta = \frac{1}{\lambda^2}$

6.5.2. Modelul repartiției Weibull

Modelarea fiabilității sistemelor care acumulează uzura trebuie să ia în considerație că după parcurgerea perioadei de rodaj, rata de defectare este aproape nulă (efectivul de piese funcționale rămâne aproximativ constant) pentru o perioada relativ lungă de timp, după care, pe măsură ce efectele uzurii se acumulează și depășesc un prag critic, se intră în perioada degradării unde rata de defectare crește brusc și efectivul de piese funcționale scade rapid. În acest caz este recomandabilă utilizarea modelului de repartiție Weibull.

În cazul modelului repartiției Weibull a unui sistem, este utilizată pentru caracterizarea densității de probabilitate de defectare a sistemului relația:

$$f(\tau) = \beta \cdot \lambda \cdot t^{\beta - 1} \cdot e^{-\lambda \tau \beta}$$

(6.29)

Din relația de definiție a densității de probabilitate reiese că în cazul repartiției Weibull parametrii modelului sunt β și λ , parametri reali pozitivi, ce caracterizează rata de defectare a sistemului, z(t).

Conform relațiilor de definiție 6.1. și 6.29, starea de defectare a unui sistem care urmează modelul repartiției exponențiale va fi descris de funcția de repartiție F(t), după relația:

$$F(t) = \int_0^t f(\tau) \cdot d\tau = \int_0^t \beta \cdot \lambda \cdot t^{\beta - 1} \cdot e^{-\lambda \tau \beta} \cdot d\tau = 1 - e^{-\lambda t^{\beta}}$$

(6.30)

Putem face observația că în cazul în care $\beta = 1$, repartiția Weibull devine identic egală cu repartiția exponențială. Dacă $\beta < 1$, comportamentul repartiției va fi similar celui exponențial, iar dacă $\beta > 1$, alura graficului f(τ) va fi cea de clopot, clopot cu formă din ce in ce mai ascuțită pe măsura creșterii valorii parametrului β (figura 6.5).



Figura 6.5. Grafice tipice ale densității de probabilitate de defectare a unui produs pentru modelul Weibull, pentru diferite valori ale parametrului β

Ținând cont de relațiile 6.2 și 6.30, în cazul modelului exponețial funcția de repartiție a fiabilității, R(t) se scrie:

$$R(t) = 1 - F(t) = e^{-\lambda t^{\beta}}$$
(6.31)

Timpul mediu de funcționare al sistemelor care respectă modelul Weibull se va calcula cu relația (din 6.15 și 6.30):

$$MTBF = \int_{0}^{\infty} e^{-\lambda t^{\beta}} dt = \frac{\Gamma\left(\frac{1}{\beta} + 1\right)}{\lambda^{\frac{1}{\beta}}}$$
(6.32)

unde: Γ este funcția gamma a lui Euler

Dispersia timpului mediu de bună funcționare în cazul distribuției Weibull se calculează cu relația:

$$\Delta = \frac{\Gamma\left(\frac{2}{\beta}+1\right) + \Gamma^2\left(\frac{1}{\beta}+1\right)}{\lambda^{\frac{2}{\beta}}}$$

(6.33)

Calculând rata de defectare, z(t), conform relației de definiție 6.19, rezultă pentru distribuția Weibull:

$$z(t) = -\frac{R'(t)}{R(t)} = \beta \cdot \lambda \cdot t^{\beta - 1}$$
(6.34)

Se observă că în cazul în care $\beta < 1$, rata de defectare este descrescătoare ceea ce nu corespunde unui fenomen real de uzură.

6.6 Validarea modelelor de fiabilitate

Atunci când se efectuează studii experimentale asupra fiabilității produselor sau sistemelor atunci când se prelucrează și se interpretează datele și informațiile obținute în timpul studiului este necesară identificarea tipului de distribuție care guvernează fiabilitatea. Adecvarea modelelor se poate face fie prin metode grafice (abandonate în ultimii ani, datorită dezvoltării tehnicii de calcul) fie prin metode analitice (de cele mai multe ori implementate prin programe de calcul numeric). Vom prezenta în cele ce urmează două metode de validare a modelului exponențial și a modelului Weibull cu aplicații la fiabilitatea rezistorilor electrici.

6.6.1. Validarea modelului exponențial

Una dintre metodele analitice de validare a modelului exponențial constă în calcularea statisticii W_0 și compararea acesteia cu valoarea ei teoretică (testul Saphiro-Wilk). Experimental statistica W_0 se calculează pornind de la mulțimea timpilor de defectare { $t_1, t_2, ..., t_n$ } și utilizând următoarea relație:

$$W_0 = \frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{(\sum_{i=1}^n t_i)^2}$$
(6.35)

unde: \bar{t} reprezintă media valorilor $t_1, t_2, ..., t_n$

(6.36)

Decizia este luată prin compararea valorii W_0 calculate cu ajutorul relației 6.35 cu valorile teoretice W_{inf} și W_{sup} . Practic, dacă este satisfăcută inegalitatea:

$$W_{inf} < W_0 < W_{sup}$$

se consideră admisibilă ipoteza modelului exponențial în limita gradului de încredere (riscului de decizie) admis.

Vom testa ipoteza modelului exponențial pe cele două loturi a câte 20 de rezistori analizate anterior. Astfel din tabelul 6.3 și utilizând relațiile 6.25 pentru funcția de repartiție a fiabilității, 6.24 pentru funcția de repertiție a stării de defectare, 6.28 pentru dispersia timpului de bună funcționare și 6.35 pentru statistica W_0 , reies datele sintetizate în tabelul 6.4:

Tabelul 6.5. Testarea modelului exponențial				
Lotul 1	Lotul 2			
Caract	erizare			
Rezistori înveliți	Rezistori neînveliți			
Tipul 1	estului			
Anduranță termică	Anduranță termică			
Numărul de reziste	ori incluși în test, N			
20	20			
Timpul mediu de funcționare [cicluri]				
1660	351,5			
Frecvența medie de defectare [cicluri ⁻¹]				
0,602·10 ⁻³	2,845.10-3			
Dispersia timpului mediu de funcționare [cicluri ²]				
$2,76 \cdot 10^{6}$	$1,24 \cdot 10^5$			
Funcția de repartiție a fiabilității, $R(t) = e^{-\lambda t}$, unde t este exprimat în cicluri				
$R(t) = e^{-0,000602t}$	$R(t) = e^{-0.002845t}$			
Funcția de repartiție a stării de defectare, $F(t) = 1 - e^{-\lambda t}$, unde t este exprimat în cicluri				
$F(t) = 1 - e^{-0,000602t}$	$F(t) = 1 - e^{-0.002845t}$			
Statistica W ₀				
0,001424	0,001415			

Pentru un grad de încredere de 95% și un număr N = 20 de piese valorile W_{inf} și W_{sup} sunt:

$$W_{inf} = 0,021$$

 $W_{sup} = 0,090$

de unde reiese că nu este satisfăcută relația 6.36, iar modelul exponențial nu poate fi acceptat în aceste limite.

Deși din punct de vedere analitic rezultatele obținute sunt satisfăcătoare, considerăm utilă și descrierea grafică a frecvenței relative cumulate a defectărilor și funcției de repartiției a stării de defectare. Pentru cele două loturi de rezistori analizate s-au reprezentat grafic valorile frecvenței relative cumulate a defectărilor, $\hat{F}(t_i)$, în funcție de valorile mediane ale intervalelor de ciclurilor, t_i. Tot în funcție de valorile mediane ale intervalelor de ciclurilor, t_i, pe același grafic s-a reprezentat curba exponențială, F(t), obținută din datele experimentale pe baza modelului exponențial, urmărindu-se comparea datelor experimentale, $\hat{F}(t_i)$, cu funcția de repartiție, F(t), figurile 6.6 și 6.7. Așa cum se observă din figurile 6.6 și 6.7, datele experimentale nu urmează modelul exponențial, confirmând testul Saphiro aplicat calculat cu un grad de încredere de 95%.



Valorile experimentale si regresia exponențială pentru starea de defectare a rezistorilor inveliti

Figura 6.6. Comparație între valorile stării de defectare, obținute experimental și prin regresie după modelul exponențial, pentru un lot de 20 de rezistori înveliți supuși la testul de anduranță termică



Figura 6.7. Comparație între valorile stării de defectare, obținute experimental și prin regresie după modelul exponențial, pentru un lot de 20 de rezistori neînveliți supuși la testul de anduranță termică

6.6.2. Validarea modelului Weibull

Pentru validarea modelului Weibull există, la fel ca și în cazul modelului exponențial, mai multe teste analitice și grafice. Testele pentru validarea modelului Weibull sunt teste generale care pot fi aplicate tuturor modelelor: exponețial, normal, lognormal, Weibull, etc, spre deosebire de testul Saphiro-Wilk prezentat în paragraful anterior, test ce se aplică exclusiv modelului exponențial. Pentru validarea modelelor în calculele statistice s-au dezvoltat mai multe teste de adecvare, cu un grad mai ridicat sau scăzut de încredere. Dintre acestea amintim: testul p-valorii, testul χ^2 , testul Kolmogorov-Smirnov, testul Anderson-Darling, etc.

Fiecare test își propune să răspundă la întrebarea: datele obținute experimental sunt conforme cu distribuția considerată? Răspunsul la această întrebare nu este niciodată un răspuns tranşant de tipul adevărat sau fals. Testarea ipotezelor în statistică se face după un algoritm definitivat de Ronald Fischer. Primul pas al algoritmului presupune formularea ipotezei de lucru, numită ipoteza nulă. Ipoteza nulă în cazul considerat este: datele experimentale sunt conforme cu distribuția Weibull. În același timp se formulează ipoteza alternativă: datele experimentale nu sunt conforme cu distribuția Weibull. Aceste ipoteze se notează:

- H₀: Datele experimentale sunt conforme cu distribuția Weibull.
- H_a: Datele experimentale nu sunt conforme cu distribuția Weibull.

Decizia de a respinge sau nu ipoteza nulă se bazează pe informațiile conținute de valorile experimentale x_i . Verificarea ipotezei se face cu ajutorul unei funcții test, t: $\mathbb{R}^n \to \mathbb{R}$ și a datelor experimentale. Funcția test este astfel aleasă astfel încât variabila aleatoare $t(X_1,...,X_n)$ să aibă o distribuție de probabilitate cunoscută atunci când H₀ este adevărată. Se alege apoi o mulțime de valori reale, C, numită regiune critică sau regiune de respingere a ipotezei H₀. Dacă $t(X_1,...,X_n)\in C$, atunci ipoteza H₀ este respinsă. Dacă $t(X_1,...,X_n)\notin C$, atunci ipoteza H₀ nu este respinsă. Decizia astfel luată este susceptibilă la două tipuri de erori:

- Eroarea de tip I: respingerea ipotezei H₀ în cazul în care H₀ este adevărată.
- Eroarea de tip II: acceptarea ipotezei H₀ în cazul în care H₀ este falsă.

Gradul de încredere al testului statistic este măsurat de probabilitățile celor două erori:

- probabilitatea erorii de tip I, α , definită prin relația:

$$\alpha = P(t(X_1, \dots, X_n) \in C/H_0)$$

- probabilitatea erorii de tip II, β, definită prin relația:

$$\beta = P(t(X_1, \dots, X_n) \notin C/H_a)$$

(6.38)

(6.37)

 $P(t(X_1, ..., X_n) \in C/H_0)$ este probabilitatea ca ipoteza H_0 să fie respinsă, în cazul în care H_0 este adevărată, iar α se mai numește și nivel de semnificație. În practică se aleg pentru α valori de ordinul 0,05, 0,01, 0,001, etc și se alege regiunea critică astfel încât probabilitatea erorii de ordinul I, α , să fie mai mică decât valoarea corespunzătoare, specifică, a funcției test aleasă. Această valoare poate fi chiar α sau o altă valoare tabelată de către autorul funcției test.

Vom prezenta cu aplicație în cazul fiabilității rezistorilor testul Anderson-Darling. Pentru a putea aplica acest test, trebuie obținute prin metoda regresiei valorile coeficienților β și λ ai distribuției Weibull. Primul pas constă în construcția curbei de supraviețuire, mai exact în calcularea frecvenței relative a exemplarelor în funcționare $\hat{R}(t_i)$ așa cum au fost calculate anterior în tabelele 6.3 și 6.4. În cazul distribuției continue Weibull, funcția de repartiție a fiabilității se scrie, conform relației 6.31:

$$R(t) = e^{-\lambda t^{\beta}}$$

De unde prin dublă logaritmare și prin identificarea $R(t) \equiv \hat{R}(t_i)$ obținem:

BUPT

(6.31')

$$\ln\left(\ln(\frac{1}{\hat{R}(t_i)})\right) = \ln(\lambda) + \beta \cdot \ln(t_i)$$
(6.39)

Notând:

$$y_{i} = \ln\left(\ln(\frac{1}{\hat{R}(t_{i})})\right)$$

$$\alpha = \ln(\lambda)$$

$$x_{i} = \ln(t_{i})$$

(6.40)

obținem dependența liniară:

$$y_i = \alpha + \beta \cdot x_i$$

Se calculează prin metoda celor mai mici pătrate valorile coeficienților α și β :

$$\beta = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}$$

$$\alpha = \bar{y} - \beta \cdot \bar{x}$$
(6.42)

De unde rezultă imediat valorile celor doi parametri ai distribuției Weibull:

(6.41)

Pentru cele două seturi de date experimentale (rezistori înveliți și neînveliți), calculele pentru cele două perechi λ și β sunt prezenate în tabelul 6.6. Timpul mediu de funcționare a fost calculat cu ajutorul relației 6.32 în care au fost introduși termenii estimați pentru λ și β . De asemnea au mai fost calculate, dispersia timpului mediu de funcționare (cu ajutorul relației 6.33) și rata de defectare (cu ajutorul relației 6.34), relații în care au fost introduși, în mod similar, estimatorii pentru λ și β .

Tabelul 6.6. Valorile estimate ale parametrilor distribuției Weibull

Lot		LO				
	Caract	erizare				
Rezistor	ri înveliți	Rezistori	neînveliți			
	Tipul	testului				
Andurant	ță termică	Anduran	ță termică			
	Numărul de reziste	ori incluși în test, N				
2	20	2	20			
	Valorile x _i ,	respectiv y _i				
Xi	yi	Xi	yi			
6,957	-2,970	5,371	-2,970			
7,048	-2,250	5,501	-2,970			
7,131	-2,250	5,617	-1,817			
7,208	-1,817	5,720	-1,031			
7,279	-1,031	5,814	-0,367			
7,346	-0,672	5,900	0,049			
7,409	-0,367	5,979	0,476			
7,467	-0,087	6,052	1,097			
7,523	0,186					
Valorile α , respectiv β						
α	β	α	β			
-42,542	-42,542 5,685		6,387			
Valorile λ , respectiv β						
λ	β	λ	β			
3,345.10-19	5,685	4,533.10-17	6,387			

Lotul 1	Lotul 2		
Timpul mediu de f	uncționare [cicluri]		
1644,4	337,13		
Rata de defectare, $z(t)$	$= \beta \cdot \lambda \cdot t^{\beta - 1} \text{ [cicluri^{-1}]}$		
$z(t) = 1,901 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4,585}$	$z(t) = 2,895 \cdot 10^{-16} \cdot t^{5,387}$		
Dispersia timpului mediu de funcționare [cicluri ²]			
$5,520 \cdot 10^{6}$	$2,311 \cdot 10^5$		
Funcția de repartiție a fiabilității, $R(t) = e^{-\lambda t^{\beta}}$, unde t este exprimat în cicluri			
$R(t) = e^{-3,345 \cdot 10^{-19} t^{5,685}}$	$R(t) = e^{-4,533 \cdot 10^{-17} t^{6,387}}$		
Funcția de repartiție a stării de defectare, $F(t) = 1 - e^{-\lambda t^{\beta}}$, unde t este exprimat în cicluri			
$F(t) = 1 - e^{-3,345 \cdot 10^{-19} t^{5,685}}$	$F(t) = 1 - e^{-4,533 \cdot 10^{-17} t^{6,387}}$		

După determinarea parametrilor funcției Weibull care aproximează cel mai bine datele experimentale vom aplica testul Anderson-Darling pentru a stabili adecvarea modelului. Statistica Anderson-Darling se calculează cu ajutorul relației:

$$4^2 = -N - S$$

(6.44)

unde: N este numărul de date experimentale, iar S se calculează cu ajutorul relației:

$$S = \sum_{i=1}^{N} \frac{(2i-1)}{N} \left[\ln(F(Y_i)) + \ln(1 - F(Y_{N+1-i})) \right]$$
(6.45)

unde: F(Yi) este funcția de repartiție a stării de defectare,

Y_i sunt deduse din valorile experimentale prin relația:

$$Y_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s} \tag{6.46}$$

unde: s este deviația standard a șirului de valorilor determinate experimental. Pentru serii mici (n < 25) valoarea statisticii A^2 se ajustează la valoarea:

$$A^{*2} = A^2 \cdot \left(1 + \frac{4}{n} - \frac{25}{n^2}\right) \tag{6.47}$$

Pentru cele două eșantioane analizate valorile calculate ale parametrului A^{*2} sunt identice:

Lotul 1: $A^{*2} = 0,885$ Lotul 2: $A^{*2} = 0,885$

în ambele cazuri nivelul de acceptare al ipotezei modelului Weibull fiind mai mare de 95% și mai mic de 97,5% (probabilitatea de eroare fiind cuprinsă între α =0,05, respectiv, α =0,025). Valorile critice pentru statistica Anderson-Darling au fost calculate de Anderson [x] și Stephens [x]

6.6.3. Discriminarea modelelor

Am arătat în paragraful 6.5.2. că modelul Weibull, fiind un model mai general, include și modelul exponențial, ca un caz special pentru care parametrul de formă, β , este identic cu unitatea. Problema se poate reduce la verficiarea ipotezei statistice H₀ : $\beta = 1$, cu alternativa H_a : $\beta > 1$. Evident, că problema poate fi rezolvată și secvențial verificând cu ajutorul unor teste generale precum testul p-valorii, testul χ^2 , testul Kolmogorov-Smirnov, testul Anderson-Darling, testul R², conformitatea cu fiecare dintre modelele alese (exponențial, normal, lognormal, Weibull, etc). În cazul testului R², discriminarea se face foarte simplu, alegând modelul pentru care R² are valoarea cea mai apropiată de 1. Trebuie menționat că testul de discriminare nu are rolul de a înlocui testul de adecvare. Cu ajutorul testelor de adecvare, de multe ori putem constatata că, pentru un set de date nu întotdeauna pot fi respinse toate modelele cu excepția unuia. În aceste cazuri se aplică testele de discriminare, dintre care recomandăm testul R², care deși nu este un test de adecvare foarte puternic, constituie un test de discriminare foarte intuitiv.

Metoda constă în calcularea parametrului de corelație R^2 pentru reprezentarea Q-Q. Reprezentarea Q-Q este o reprezentare în care pe axa x se marchează cele N cuantile ale seriei de date experimentale, ordonate crescător. Cuantilele seriei experimentale se calculează cu relația:

$$Q(p) = x_i + \frac{x_{i+1} - x_i}{p_{i+1} - p_i} \cdot (p - p_i), \qquad p \in [p_i, p_{i+1}]$$
(6.48)

unde: pi se calculează cu relația:

$$p_i = \frac{2i-1}{2N}, \qquad i = \overline{1,N}$$

(6.49)

Se remarcă imediat că cel mai probabil cuantilele nu vor aparține seriei de date experimentale, dar, datorită faptului că șirul de date experimentale este ordonat crescător, toate cuantilele se vor afla în intervalul $[x_1, x_N]$.

Pe axa y a reprezentării Q-Q, se vor marca punctele F(Q(p)), unde F este funcția de repartiție a stării de defectare, funcție corespunzătoare modelului testat cu parametrii funcției determinați prin metoda regresiei. Dacă datele experimentale corespund modelului testat, atunci reprezentarea Q-Q va fi o dreaptă. Pentru această reprezentare se calculează parametrul de corelație R². Cu cât parametrul de corelație va avea o valoare mai apropiată de unitate cu atât modelul distribuției teoretice urmează mai exact datele obținute experimental.

Parametrul de corelație se calculează cu ajutorul relației:

$$R = \frac{S_{\chi y}}{\sqrt{S_{\chi \chi} \cdot S_{y y}}}$$
(6.50)

unde: s_{xy} , s_{xx} , : s_{yy} se calculează cu relațiile:

$$s_{xy} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})$$
$$s_{xx} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} (x_i - \bar{x})^2$$
$$s_{yy} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} (y_i - \bar{y})^2$$

(6.51)

Pentru cele două loturi s-au calculat cuantilele și valorile funcției de repartiție a stării de defectare pentru modelele exponențial, Weibull, normal și lognormal. S-a efectuat reprezentarea Q-Q și s-a calculat valoarea parametrului de corelație R^2 . Pentru ambele loturi a reieșit valoarea cea mai apropiată de unitate a parametrului R^2 în cazul modelului Weibull (figurile 6.8 și 6.9 și tabelul 6.7).



Figura 6.8. Reprezentarea Q-Q pentru lotul 1.



Figura 6.8. Reprezentarea Q-Q pentru lotul 2.

Lot	ul 1	Lotul 2			
	Caracte	erizare			
Rezistor	i înveliți	Rezistor	ri neînveliți		
	Tipul t	estului			
Anduranță termică Anduranță termică			nță termică		
Numărul de rezistori incluși în test, N					
2	0	20			
Valorile parametrului de corelație, R ²					
Distribuția Weibull	0,978	Distribuția Weibull	0,987		
Distribuția lognormal	0,939	Distribuția lognormal	0,970		
Distribuția normală	0,953	Distribuția normală	0,985		
Distribuția exponențială	_	Distribuția exponențială	-		

Tabelul 6.7. Valorile estimate ale parametrilor distribuției Weibull

Se observă că în ambele cazuri corelația datelor experimentale cu modelele propuse este foarte bună cu excepția modelului exponențial, iar în cazul lotului 2 corelația este, în general, mai bună decât în cazul lotului 1. Discriminarea dintre modele este mai evidentă în cazul lotului 1, iar în cazul lotului 2 diferențele dintre modelul Weibull și cel normal sunt foarte mici.

6.7. Limite de încredere pentru funcția de fiabilitate

Valorile estimate ale indicatorilor de fiabilitate se obțin prin prelucrarea statistică a datelor experimentale obținute din încercările efectuate asupra unor eșantioane. Estimarea valorii indicatorilor de fiabilitate poate fi făcută cu sau fără testarea legii de repartiție, iar indicatorii astfel calculați pot fi exprimați punctual sau prin intervale de încredere. Actualmente este neacceptabilă prezentarea valorilor calculate ale indicatorilor de fiabilitate fără a preciza intervalul de încredere, iar pentru estimarea corectă a intervalului de încredere este necesară testarea funcției de repartiție. În urma încercărilor accelerate efectuate și a calculelor statistice prezentate în paragrafele 6.6.1 și 6.6.2 au rezultat valori punctuale ale parametrilor fiabilității rezistorilor electrici respectivi. În cele ce urmează vom calcula limitele de încredere pentru parametrii fiabilității în cazul repartiției Weibull, (am demonstrat în paragrafele 6.6.2 și 6.6.3 că modelul Weibull este modelul adecvat pentru distribuția timpului de viață al rezistorilor electrici considerați). De asemenea, vom prezenta modalitatea de calcul a limitelor de încredere pentru parametrii fiabilității în cazul repartiției exponențiale, fără a calcula aceste limite întrucât modelul exponențial nu este aplicabil distribuției timpului de viață al rezistorilor electrici considerați (paragrafele 6.2 și 6.3).

6.7.1. Limite de încredere pentru funcția exponențială

În cazul în care pentru timpul de bună funcționare a produsului se poate aplica distribuția exponențială se poate demonstra că limitele de încredere pentru rata defectărilor, λ , se calculează cu relația:

$$\bar{t} \cdot \frac{\chi^2_{(f;1-\alpha)}}{f} \le \lambda \le \bar{t} \cdot \frac{\chi^2_{(f;\alpha)}}{f}$$
(6.52)

unde: \bar{t} este MTBF calculat cu ajutorul relațiilor 6.12 și 6.13

n este numărul defectelor observate;

 $f = 2 \cdot n$, este numărul gradelor de libertate;

 $\chi^2_{(f;1-\alpha)}$ este valoarea funcției χ^2 pentru probabilitatea (gradul de încredere) 1- α și numărul gradelor de libertate f = 2·n;

 $\chi^2_{(f;\alpha)}$ este valoarea funcției χ^2 pentru nivelul de semnificație (probabilitatea de eroare) α și numărul gradelor de libertate f = 2·n.

Ținând cont de relația de inversă proporționalitate dintre MTBF și λ în cazul modelului exponențial, se poate deduce imediat relația de calcul pentru intervalele de încredere a MTBF:

$$\frac{1}{\overline{t}} \cdot \frac{\chi^2_{(f;\alpha)}}{f} \le MTBF \le \frac{1}{\overline{t}} \cdot \frac{\chi^2_{(f;1-\alpha)}}{f}$$

(6.53)

În tabelul 6.8 sunt prezentate valorile calculate ale funcțiilor $\chi^2_{(f;1-\alpha)}$ și $\chi^2_{(f;\alpha)}$ pentru un număr f = 40 de grade libertate (n = 20 rezistori cât are sistemul automat pentru testul de anduranță termică, figura 6.9).



Figura 6.9. Banc automatizat pentru testul de anduranță termică

			, ""	, <u>,</u> u) , n(),u)	1	6	
1-α	α	$\chi^2_{(f;1-\alpha)}$	$\chi^2_{(f;\alpha)}$	1-α	α	$\chi^2_{(f;1-\alpha)}$	$\chi^2_{(f;\alpha)}$
0,5	0,5	39,335	39,335	0,93	0,07	53,895	27,672
0,6	0,4	41,622	37,134	0,94	0,06	54,761	27,125
0,7	0,3	44,165	34,872	0,95	0,05	55,758	26,509
0,8	0,2	47,269	32,345	0,96	0,04	56,946	25,799
0,90	0,1	51,805	29,051	0,97	0,03	58,428	24,944
0,91	0,09	52,436	28,625	0,98	0,02	60,436	23,838
0,92	0,08	53,128	28,169	0,99	0,01	63,691	22,164

Tabelul 6.8. Valorile calculate ale funcțiilor $\chi^2_{(f;1-\alpha)}$ și $\chi^2_{(f;\alpha)}$ pentru un număr f = 40 de grade libertate

6.7.2. Limite de încredere pentru funcția Weibull

Atunci când pentru timpul de viață al produsului se poate aplica legea de distribuție Weibull limita de încredere pentru parametrul λ al funcției de fiabilitate R se calculează cu relația:

λ

$$\leq \hat{\lambda} \cdot \frac{\chi^2_{(f;\alpha)}}{f}$$

(6.54)

unde: $\hat{\lambda}$ este parametrul λ al funcției de fiabilitate, R, calculat cu ajutorul relațiilor 6.39 \div 6.43

n este numărul defectelor observate;

 $f = 2 \cdot n$, este numărul gradelor de libertate;

 $\chi^2_{(f;\alpha)}$ este valoarea funcției χ^2 pentru nivelul de semnificație (probabilitatea de eroare) α și numărul gradelor de libertate f = 2·n.

Funcția de fiabilitate este limitată superior prin relația:

$$R \ge \exp(-\hat{\lambda} \cdot t^{\hat{\beta}} \cdot \frac{\chi^{2}_{(f;\alpha)}}{f})$$
(6.55)

(6.55)

unde: R este funcția de fiabilitate calculată cu ajutorul relațiilor 6.31', 6.39 ÷ 6.43

 $\hat{\lambda}$ este parametrul λ al funcției de fiabilitate, R, calculat cu ajutorul relațiilor 6.39 \div 6.43

 $\hat{\beta}$ este parametrul β al funcției de fiabilitate, R, calculat cu ajutorul relațiilor 6.39 \div 6.43

n este numărul defectelor observate;

 $f = 2 \cdot n$, este numărul gradelor de libertate;

 $\chi^2_{(f;\alpha)}$ este valoarea funcției χ^2 pentru nivelul de semnificație (probabilitatea de eroare) α și numărul gradelor de libertate f = 2·n.

Întrucât funcția R este o funcție mărginită superior și monotonă pe \mathbb{R}_+ , iar MTBF se calculează ca integrală a acestei funcții pe mulțimea \mathbb{R}_+ (relația 6.32), o consecință imediată a relației 6.55 este limita superioară a MTBF:

$$MTBF \ge \bar{t} \cdot \left[\frac{\chi^2_{(f;\alpha)}}{f}\right]^{-\frac{1}{\bar{\beta}}}$$
(6.56)

unde: \bar{t} este MTBF calculat cu ajutorul relațiilor 6.32 și 6.39÷6.43.

 $\hat{\beta}$ este parametrul β al funcției de fiabilitate, R, calculat cu ajutorul relațiilor 6.39 \div 6.43

n este numărul defectelor observate;

 $f = 2 \cdot n$, este numărul gradelor de libertate;

 $\chi^2_{(f;\alpha)}$ este valoarea funcției χ^2 pentru nivelul de semnificație (probabilitatea de eroare) α și numărul gradelor de libertate f = 2·n.

Pentru cele două seturi de rezistori a căror distribuție a timpului de viață exprimat în număr de cicluri a fost prezentată în tabelul 6.6, valorile parametrului λ , a funcției de fiabilitate R (calculată pentru t = 1000 de cicluri pentru lotul 1 și, respectiv, t = 200 de cicluri pentru lotul 2) și a MTBF sunt limitate superior cu diferite grade de încredere, 1- α , prin valorile prezentate în tabelul 6.9

Lotul 1			Lotul 2			
	Caracterizare					
	Rezistori înveliți			Rezistori neînveliți		
		Tipul t	estului			
	Anduranță termică			Anduranță termică		
		Numărul de rezisto	ri incluși în test, N			
	20			20		
1-α	λ	λ_{max}	1-α	λ	λ_{max}	
0,5		3,289·10 ⁻¹⁹	0,5		4,458·10 ⁻¹⁷	
0,6		3,481·10 ⁻¹⁹	0,6		4,717·10 ⁻¹⁷	
0,7	1	3,693·10 ⁻¹⁹	0,7		5,005·10 ⁻¹⁷	
0,8		3,953·10 ⁻¹⁹	0,8		5,357·10 ⁻¹⁷	
0,90	.10 ⁻¹⁹	4,332·10 ⁻¹⁹	0,90		5,871·10 ⁻¹⁷	
0,91		4,385·10 ⁻¹⁹	0,91	-17	5,942·10 ⁻¹⁷	
0,92		4,443·10 ⁻¹⁹	0,92	$\cdot 10$	6,021·10 ⁻¹⁷	
0,93	345	4,507·10 ⁻¹⁹	0,93	533	6,108·10 ⁻¹⁷	
0,94	с, С	4,579·10 ⁻¹⁹	0,94	4	6,206·10 ⁻¹⁷	
0,95		4,663·10 ⁻¹⁹	0,95		6,319·10 ⁻¹⁷	
0,96		4,762.10-19	0,96		6,453·10 ⁻¹⁷	
0,97		4,886.10-19	0,97		6,621.10-17	
0,98		5,054.10-19	0,98		6,849·10 ⁻¹⁷	
0,99]	5,326.10-19	0,99		7,218.10-17	

Lotul 1			Lotul 2			
1-α	R 1000	(R1000)min	1-α	R 200	(R200)min	
0,5		0,963	0,5		0,978	
0,6		0,961	0,6		0,977	
0,7		0,959	0,7		0,975	
0,8	-	0,956	0,8		0,974	
0,90		0,952	0,90		0,971	
0,91		0,951	0,91		0,971	
0,92	63	0,951	0,92	78	0,970	
0,93	0,9	0,950	0,93	6,0	0,970	
0,94		0,949	0,94		0,970	
0,95		0,948	0,95		0,969	
0,96		0,947	0,96		0,968	
0,97		0,946	0,97		0,968	
0,98		0,944	0,98		0,967	
0,99		0,941	0,99		0,965	
1-a	MTBF	MTBFmin		MTBF	MTBFmin	
1-0	(cicluri)	(cicluri)	1-α	(cicluri)	(cicluri)	
0,5		1649,3	0,5		338,0	
0,6		1632,9	0,6		335,0	
0,7		1616,0	0,7		331,9	
0,8		1596,8	0,8		328,4	
0,90		1571,3	0,90		323,8	
0,91		1567,9	0,91	~	323,1	
0,92	4,	1564,3	0,92	337,13	322,5	
0,93	164	1560,4	0,93		321,8	
0,94		1556,0	0,94		321,0	
0,95		1551,1	0,95		320,0	
0,96		1545,3	0,96		319,0	
0,97		1538,4	0,97		317,7	
0,98		1529,3	0,98		316,0	

Considerând într-o primă aproximație distribuția Weibull simetrică în jurul vârfului (mai ales la valori destul de mari, >5, ale parametrului β), putem exprima valoarea MTBF printrun interval simetric în jurul valorii medii calculate. Astfel putem exprima, spre exemplificare, valoarea MTBF cu un grad de încredere de 95% prin valorile:

- pentru lotul 1: MTBF = $1644, 4 \pm 93, 3$ cicluri;
- pentru lotul 2: MTBF = $337,13 \pm 173,13$ cicluri.

Capitolul 7 CONCLUZII FINALE ȘI CONTRIBUȚII ȘTIINȚIFICE ȘI TEHNICE

În lucrare se prezintă studiile și cercetările realizate asupra duratei de viață a rezistorilor electrici și se analizează tehnologiile actuale de fabricație, materialele folosite, tehnici de investigație a structurii și caracteristicile materialelor folosite. Se analizează în final și un studiu de caz privind fiabilitatea rezistorilor electrici.

Contribuții tehnice

S-a studiat literatura de specialitate și tehnologiile de fabricație folosite de diverși producători pentru realizarea diverselor tipuri de rezistențe electrice alimentate de la tensiuni joase până la tensiuni înalte mono și trifazate.

Se prezintă în detaliu clasificarea și tipurile de rezistori electrici, caracteristicile lor principale și domeniul de utilizare.

Este analizată gama de materiale utilizate la fabricarea diferitelor componente ale rezistorilor (element rezistiv, terminal, material de izolație electrică, tub protector). Se prezintă în detaliu mărci de materiale folosite în mod uzual la fabricarea rezistorilor pentru temperaturi joase și înalte și s-au indicat caracteristici mecanice, electrice, rezistența la coroziune și tratamente termice.

Sunt analizate tehnologiile de fabricație ale rezistorilor electrici neînveliți sau înveliți și s-au prezentat procedeeele utilizate, mașinile și instalațiile folosite și parametrii tehnologici ai unor operații din fluxul de fabricație.

Sunt prezentate în detaliu tehnologiile de fabricație a electrozilor înveliți și s-a acordat o atenție deosebită fabricării tecilor de protecție.

Sunt prezentate, conform normelor ASTM UL 1030, schemele de testare a rezistorilor electrici urmărind parametrii: puterea consumată, tensiunea dielectricului, curentul de scurgere la pământ, anduranța termică și temperatura de lucru.

Pentru controlul calității produsului finits-au analizat cu radiații X, folosind instalația ERESCO 42MF3, mai mulți rezistori cu defecte. Pe baza acestor încercări s-au constatat următoarele defecte: întreruperea continuității electrice a elementului rezistiv, desprinderea elementului rezistiv de terminal, întreruperea continuității electrice a terminalului, contactul electric între elementul rezistiv și teacă.

În teză s-a acordat o atenție mare studierii și caracterizării materialelor folosite la fabricarea componentelor rezistorilor electrici. S-a folosit și analiza metalografică optică și electronică pentru cercetarea stării structurale a materialelor în diverse etape de fabricație a produsului. S-a analizat compoziția chimică a materialelor folosite utilizând spectroscopia de emisie optică. S-au determinat caracteristicile electrice ale materialelor folosite aplicând metoda modificată a celor patru puncte.

S-au determinat caracteristicile de duritate ale materialelor utilizate cu ajutorul unor metode nedistructive. S-au făcut studii și încercări ale componentelor rezistorilor electrici privind rezistența la coroziune. Încercările s-au focalizat pe rezistența la coroziunea cristalină, croziune de suprafață și coroziunea sub tensiune a tuburilor de protecție fabricate din oțeluri inoxidabile austenitice.

Se analizează durata de viață a rezistorilor prin parametrii: funcția de bună funcționare și timpul mediu de bună funcționare care au permis aprecierea fiabilității produsului.

Contribuții științifice

La selecția materialelor utilizate la fabricarea rezistențelor electrice s-a aplicat metoda proprietăților ponderate și metoda arborescentă cu grafuri. S-a făcut selecția materialelor pentru

componentele rezistorilor electrici înveliți alimentați la tensiunea 230 Vca și temperaturi de utilizare de la 100 la 850°C.

Prin metoda arborescentă cu grafuri s-au analizat 6 materiale utilizate la fabricarea elementelor rezistive și, pe baza matricii de selecție, la nivelul de temperatură impus s-a selectat materialul optim.

La metoda arborescentă cu grafuri s-a modificat modul de calcul al calificativului proprietății sau caracteristicii de material astfel, metoda devenind mai sensibilă la ponderea proprietății sau caracteristicii decât la valoarea acesteia.

În tehnologia de fabricație a tuburilor protectoare s-a modificat tehnologia de fabricație în sensul că la fabricația tuburilor se face o reglare automată a parametrilor sudării în funcție de caracteristicile termice și electrice ale materialelor folosite.

S-au făcut studii de caz pe un lot de 1000 de rezistori electrici și s-a determinat indicele mediu de calitate utilizând o metodă standardizată.

La determinarea stării compoziționale, structurale și a caracteristicilor de utilizare s-au folosit metode nedistructive și s-a analizat corelația valorilor obținute cu cele determinate prin metode de analiză și încercare distructivă.

Sunt prezentate sistematic și detaliat principiile care stau la baza opticii fotonice și electronice, sunt evaluate mărimi caracteristice ale microscoapelor precum: mărirea, rezoluția și adâncimea câmpului. Sunt evaluate numeric aceste mărimi pentru microscoapele optice și electronice. Sunt prezentate detaliat defecte ale imaginilor obtinute cu ajutorul sistemelor optice precum: aberațiile sferice, cromatice și astigmatismul. Aceste mărimi sunt evaluate teoretic și numeric în cazul microscoapelor optice și electronice. Sunt prezentate metode de corecție sau minimizare a efectului acestora la microscoapele electronice. Sunt evaluate valorile câmpului magnetic în lentilele magnetice moderne cu amplificator de câmp și pe baza acestora este evaluată distanța focală a lentilelor magnetice și rezoluția totală a micoscoapelor electronice. Sunt prezentate sistematic mecanismele de interacție a electronilor cu substanța și mecanismele de contrast în imagistica SEM: contrastul topografic, contrastul de număr atomic și contrastul de distribuție a elementelor chimice. A fost calculată și reprezenată grafic distribuția de probabilitate a electronilor secundari emiși, a fost calculat și nivelul probabilistic de semnal generat de electronii retroîmprăștiați în funcție de poziția fascicolului incident. Calculele au fost reluate pentru mai multe scanări succesive pentru a evalua posibilitatea obținerii de semnal util de electroni retroîmprăștiați, care să permită obținerea de imagini cu un contrast rezonabil. Rezultatele simulărilor au fost confirmate de încercările efectuate pe probe metalice, care intră în componența ansamblurilor ce folosesc elemente încălzitoare învelite.

Este propusă o nouă metodă, diferențială, de determinare a rezistivității electrice. Metoda are avantajul eliminării rezistențelor de contact și intrinseci a firelor, rezistențe care în cazul benzilor metalice pot depăși valoric valoarea măsurată. În baza măsurătorilor efectuate, metoda își dovedește utilitatea, rapiditatea, liniaritatea și exactitatea. Cu ajutorul valorilor de rezistivitate determinate prin această metodă și ținând cont de liniaritatea influenței compoziției chimice asupra rezistivității electrice s-a determinat numeric influența elementelor de aliere asupra rezistivității oțelurilor inoxidabile.

Urmărind durata de viață a rezistorilor electrici s-au făcut studii documentare asupra metodologiei de analizare a produsului și, folosind calculele statistice, ale datelor culese pe loturi de fabricație s-au stabilit indicatorii principali ai fiabilității.

S-au făcut studii de caz pe rezistorii înveliți cu puterea nominală de 1000W și rezistorii neînveliți cu puterea nominală de 200W și s-au stabilit parametrii de fiabilitate și anume $R_{1000} = 0,963$, pentru rezistorii înveliți, respectiv, R_{200} : 0,978, pentru rezistorii neînveliți. A fost determinată forma analitică a funcției de bună funcționare, pentru repartiția Weibull a distribuției numărului de cicluri de funcționare în cazul testului de anduranță termică pentru rezistori înveliți: $R(t) = e^{-3,345 \cdot 10^{-19} t^{5,685}}$, respectiv, pentru rezistori neînveliți: $R(t) = e^{-4,533 \cdot 10^{-17} t^{6,387}}$. A fost determinată, de asemenea, forma analitică a ratei de defectare, pentru

rezistorii înveliți: $z(t) = 1,901 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4,585}$, respectiv, pentru rezistorii neînveliți: $z(t) = 2,895 \cdot 10^{-16} \cdot t^{5,387}$.

Pe baza studiilor și cercetărilor prezentate s-au făcut propuneri pentru procesul de fabricație a rezistorilor electrici, privind optimizarea folosirii materialelor, îmbunătățirii procesului de fabricație, metodologii de testare și încercare și metodologii de determinare a duratei de viață a rezistorilor din care unele au fost aplicate iar altele sunt în curs de aplicare.

Teza de doctorat deschide noi posibilități de îmbunătățire a calitățiiși duratei de viață a rezistorilor precum și posibilități de ridicare a temperaturii de lucru a acestora.

Rezumat

Lucrarea se înscrie în contextul cercetărilor care au ca scop îmbunătățirea calității produselor prin selecția și utilizarea judicioasă a materialelor, prin investigarea calității materialelor pentru a reduce numărul de produse neconforme, prin utilizarea unor tehnologii moderne și eficiente de producție, în conformitate cu reglementările europene din industrie.

În **capitolul 1** sunt prezentate tipuri de rezistori electrici de uz industrial, electrocasnic și medical – farmaceutic. De asemenea, este prezentată o clasare a rezistorilor electrici, pe categorii, din punctul de vedere al tensiunii de alimentare, de la tensiuni joase până la tensiuni înalte, cu tensiune de alimentare mono și trifazată.

În **capitolul 2** – Criterii de selecție a materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor – se analizează tehnici ale matricilor decizionale în selecția materialelor:

- metoda proprietăților ponderate,
- metode arborescente cu grafuri.

Sunt prezentate într-o manieră sistematică tipurile de materiale utilizate pentru:

- elementul rezistiv (pe domenii de temperaturi de la 100 și 1850°C),
- terminali,
- materialul izolator,
- tubul protector al rezistorului (teaca).

La toate aceste materiale sunt prezenate normele de fabricare, caracteristicle mecanice, caracteristicile electrice și de rezistență la coroziune.

Pentru selecția materialelor folosite la fabricarea rezistorilor înveliți s-a aplicat metoda arborescentă cu grafuri. S-au analizat șase materiale utilizate la fabricarea elementului rezistiv al rezistorilor electrici cu diverse temperaturi de regim. În final, pe baza matricii de selecție la nivelul de temperatură dat s-a selectat materialul optim.

În **capitoul 3** – Tehnologii moderne de fabricație a rezistorilor electrici – a fost descrisă tehnologia de fabricare a rezistorilor electrici înveliți și întregul proces tehnologic. Pentru fiecare etapă a procesului tehnologic s-au prezentat într-o manieră sistematică procedeele utilizate, echipamentele folosite, parametrii tehnologici și în cazul apariției unor avarii sau defecte tehnologice cauzele acestora și acțiunile corective pentru îndepărtarea acestor defecte.

În cazul elementelor rezistive pentru temperaturi ultraînalte fabricați din MoSi₂ s-a prezentat comportamentul energiei de rupere și al coroziunii la temperaturi înalte în contextul tehnologiei de fabricație a acestui tip de rezistori electrici. Au fost prezentate, de asemenea, efectele temperaturii de prelucrare și a carbonului asupra proprietăților și caracteristicilor MoSi₂. În același context tehnologic s-a prezentat efectul armării cu particule de SiC cu diferite procente de elemente de armare. A fost evaluată contribuția fazei intrinseci în MoSi₂ (SiO₂) asupra caracteristicilor și proprietăților tehnologice și de exploatare. Au fost prezentate două itinerarii tehnologice pentru obținerea unor compozite pe bază de MoSi₂ armate cu SiC: depunerea carbonului prin *evaporarea solventului din rășini fenolice pe bază de carbon* (*Phenolic Resin Based Carbon by Solvent Evaporation – PRBCSE*) și prin *flocularea dispersiei apoase* (Aqueous Dispersion Flocculation – ADF). Au fost prezentate modalități de obținere a cermeților rezistenți la coroziune obținuți prin metalurgia pulberilor. Sistemul de cermeți luat în considerare a fost cel de MoSi₂ / Al₂O₃. Au fost evaluate proprietățile sistemului, contribuția procentului de amestec, a traseului tehnologic și a tratamentelor termice asupra proprietăților de exploatare.

Pe baza analizei fluxului tehnologic de fabricație a rezistorilor electrici înveliți folosit de unii producători de rezistori electrici s-au făcut propuneri de modificare a tehnologiei de fabricație în sensul că la sudarea tubului se face o reglare automată a paramterilor sudării în funcție de caracteristicile termice și electrice ale materialelor utilizate.

În **capitolul 4** – Controlul calității produsului finit - se prezintă schemele de testare a produslui finit în conformitate cu normele ASTM UL 1030. S-au analizat testele de performanță efectuate pe un lot de 1000 de rezistori electrici urmărindu-se paramteri precum:

- puterea consumată;

- tensiunea dielectricului;
- curentul de scurgere la pământ;
- anduranța termică;
- temperatura de lucru.

A fost prezentat testul de protecție la contactul accidental cu componentele sub tensiune. Sunt prezentate metodele și tehnologia de testare și încadrarea produsului în normele prescrise. S-a analizat calitatea produselor cu radiații penetrante și s-au reperat diverse defecte. În acest scop s-a folosit instalația Eresco 42MF3 cu o rezoluție de 1 mm.

În finalul capitolului se prezintă un studiu de caz folosind lotul de 1000 de rezistori electrici pe care s-au efectuat testele și rezultatele evaluării acestora conform standardului ASTMĂ UL 1030. Se concluzionează că indicele mediu de calitate al produsului are o valoare supraunitară.

În **capitolul 5** – Cercetări asupra materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor electrici – se prezintă schemele de testare a materialelor utilizate la fabricarea rezistorilor electric înveliți. S-au făcut analize și încercări privind:

- compoziția chimică folosind metoda spectroscopiei de emisie optică;
- starea structurală a materialelor prin analiză metalografică optică și electronicăla măriri cuprinse între 100 și 8000X atât pe materialul de bază cât și în zona îmbinărilor sudate;
- determinarea caracteristicilor mecanice în specialduritatea prin metode nedistructive
- determinarea caracteristicilor electrice ale materialelor unor componente ale rezistorilor electrici prin metoda modificată a celor patru puncte. S-a făcut o corelație a rezistivității electrice a oțelurilor inoxidabile cu compoziția chimică a acestora, corelație folosită la modificarea tehnologiei de fabricație a tuburilor protectoare ale rezistorilor;
- s-au realizat studii și încercări a rezistorilor la coroziunea materialelor folosite la fabricarea tuburilor protectoare ale rezistorilor electrici. S-au analizat următoarele tipuri de coroziune:
 - coroziunea intercristalină la oţelurile inoxidabile austenitice urmărită în special prin analiză metalografică electronică;
 - coroziunea de suprafață a tuburilor folosind microscopia optică prin care s-au evidențiat fisuri, coroziuni punctiforme, pe diverse adâncimi ale tubului;
 - s-a analizat, de asemenea, coroziunea sub tensiune, în special în zona îmbinărilor sudate evidențiindu-se coroziunea prin microscopie optică şi electronică la diverse măriri.

În **capitolul 6** – Fiabilitatea rezistorilor electrici – se prezintă noțiuni de bază asupra fiabilității și metodologia de analiză a unui produs. Stabilirea fiabilității rezistorilor electric s-a făcut prin determinarea:

- funcției de repatiție de bună funcționare și a funcției complementare, funcția de repartiție a defectării rezistorilor electrici;
- ratei de defectare;
- mediei de timpului de bună funcționare;

S-au făcut analize pe loturi de rezistori electrici înveliți cu puterea nominală de 1000W și pe rezistori neînveliți cu puterea nominală de 600W folosind metode statistice de analiză a numărului de cicluri de funcționare, astfel:

- se prezintă calculele statistice pe baza dateloor culese din încercări și se stabilesc indicatorii principali ai fiabilității la testul de anduranță termică;
- se face validarea modelului de fiabilitate folosind repartițiile exponențială și Weibull, stabilindu-se totodată și limitele de încredere ale fiecărui model.

Se face precizarea că modelul Weibull este modelul mai adecvat pentru stabilirea fiabilității rezistorilor electrici, coeficientul de corelație fiind de 0,978. La loturile încercate s-au obținut următoarele valori ale parametrilor de fiabilitate:

Capitolul 7 CONCLUZII FINALE ȘI CONTRIBUȚII ȘTIINȚIFICE ȘI TEHNICE

Tip rezistor Parametrul de fiabilitate	Învelit	Neînvelit
Funcția de bună funcționare la 1000, respectiv 200 de cicluri.	R ₁₀₀₀ : 0,963	R ₂₀₀ : 0,978
Forma analitică a funcției de bună funcționare	$R(t) = e^{-3,345 \cdot 10^{-19} t^{5,685}}$	$R(t) = e^{-4,533 \cdot 10^{-17} t^{6,387}}$
Valoarea parametrului λ , al distribuției Weibull	3,345.10-19	4,533.10-17
Forma analitică a a ratei de defectare	$z(t) = 1,901 \cdot 10^{-18} \cdot t^{4,585}$	$z(t) = 2,895 \cdot 10^{-16} \cdot t^{5,387}$
Timpul mediu de bună funcționare	1644,4	337,13

Pe baza acestor valori se trage concluzia că rezistorii testați prezintă o foarte bună fiabilitate.

Rezultatele studiilor teoretice și ale cercetărilor experimentale efectuate în cadrul tezei permit stabilirea următoarelor contribuții originale:

- 1. Realizarea unei analize referitoare la importanța materialelor în realizarea rezistorilor electrici, în condițiile evoluției continue a cerințelor impuse rezistorilor electrici și materialelor din care sunt compuși aceștia prin norme de stat sau reglementări ale unor organizații internaționale.
- 2. Realizarea unei analize la corelarea încă din stadiul de concept al produsului, a caracteristicilor de funcționare, a caracteristicilor și proprietăților de material și a caracteristicilor și metodelor tehnologice.
- 3. Studiul metodelor de selecție a materialelor și propunerea unei noi metode de selecție a materialelor folosite la fabricarea rezistorilor electrici. Noua metoda este caracterizată de un grad de subiectivism mai scăzut și împrumută tehnici folosite în informatică precum metoda grafurilor de determinare a minimului sau maximului unei combinații liniare de caracteristici sau proprietăți. S-au propus soluții particulare pentru această metodă de selecție a materialelor adaptate pentru materialele utilizate la fabricarea rezistorilor electrici.
- 4. Analizarea caracteristicilor și proprietăților de material la materialele propuse pentru realizarea elementelor rezistive uzuale, dar și pentru cele de temperaturi ultraînalte. Astfel au fost evaluate mai multe aliaje și clase de aliaje din punctul de vedere al proprietăților și caracteristicilor solicitate elementelor rezistive, evidențiindu-se avantajele și limitele utilizării acestor aliaje sau clase de aliaje.
- 5. Analizarea caracteristicilor și proprietăților de material la materialele propuse pentru realizarea terminalilor. Și în acest caz au fost evaluate mai multe aliaje și clase de aliaje din punctul de vedere al proprietăților și caracteristicilor solicitate terminalilor, evidențiindu-se avantajele și limitele utilizării acestor aliaje sau clase de aliaje.
- 6. Caracteristicile și proprietățile de material au fost evaluate și în cazul materialelor propuse pentru materialul izolator. Astfel au fost studiate mai multe tipuri de materiale izolatoare din punctul de vedere al proprietăților și caracteristicilor solicitate, evidențiindu-se avantajele și limitele utilizării acestora.
- 7. Analiza caracteristicilor și proprietăților de material au fost studiate și în cazul materialelor ce pot fi luate în considerare în vederea fabricării tubului de protecție al rezistorilor electrici. Au fost evaluate mai multe aliaje și clase de aliaje din punctul de vedere al proprietăților și caracteristicilor solicitate tuburilor, evidențiindu-se avantajele și limitele utilizării acestor aliaje sau clase de aliaje.
- 8. A fost descrisă tehnologia de fabricare a rezistorilor electrici înveliți și întregul proces tehnologic. Pentru fiecare etapă a procesului tehnologic s-au prezentat într-o manieră sistematică procedeele utilizate, echipamentele folosite, parametrii tehnologici și în cazul apariției unor avarii sau defecte tehnologice cauzele acestora și acțiunile corective pentru îndepărtarea acestor defecte.
- 9. În cazul elementelor rezistive pentru temperaturi ultraînalte fabricați din MoSi₂ s-a prezentat comportamentul energiei de rupere şi al coroziunii la temperaturi înalte în contextul tehnologiei de fabricație a acestui tip de rezistori electrici. Au fost prezentate, de asemenea, efectele temperaturii de prelucrare şi a carbonului asupra proprietăților şi caracteristicilor MoSi₂. În acelaşi context tehnologic s-a prezentat efectul armării cu

particule de SiC cu diferite procente de elemente de armare. A fost evaluată contribuția fazei intrinseci în MoSi₂ (SiO₂) asupra caracteristicilor și proprietăților tehnologice și de exploatare.

- 10. Au fost prezentate două itinerarii tehnologice pentru obținerea unor compozite pe bază de MoSi₂ armate cu SiC: depunerea carbonului prin *evaporarea solventului din rășini fenolice pe bază de carbon* (*Phenolic Resin Based Carbon by Solvent Evaporation – PRBCSE*) și prin *flocularea dispersiei apoase* (*Aqueous Dispersion Flocculation – ADF*).
- 11. Au fost prezentate modalități de obținere a cermeților rezistenți la coroziune obținuți prin metalurgia pulberilor. Sistemul de cermeți luat în considerare a fost cel de MoSi₂ / Al₂O₃. Au fost evaluate proprietățile sistemului, contribuția procentului de amestec, a traseului tehnologic și a tratamentelor termice asupra proprietăților de exploatare.
- 12. Realizarea unei prezentări detaliate a standardizării în domeniul fabricației rezistorilor electrici. Sunt prezentate sistematic metodele de investigare a produsului finit conform schemei de testare conform ASTM UL1030, singurul standard industrial cu referință exclusivă asupra elementelor de încălzire învelite. Sunt evidențiate cerințele privitoare la grosimea minimă a tubului elementului de încălzire învelit, grosimea minimă a stratului de material izolator, puterea consumată, tensiunea de străpungere a dielectricului, rezistența la umezeală, curentul de curgere la pământ, anduranța termică și rezistența la temperaturi înalte. Sunt evidențiate testele necesare omologării unui produs și cele ce trebuie efectuate la produsele omologate, în permanență (control 100%), în stadiul de fabricație pentru a verifica satisfacerea reglementărilor privind siguranța în exploatare a rezistorilor electrici.
- 13. Sunt prezentate sistematic modalitățile de efectuare a testelor de conformitate cu norma europeană CEI EN 60335-1, (normă adoptată și în România prin traducerea normei europene, sub denumirea SR EN 60335-1, *Securitatea aparatelor electrice pentru uz casnic și scopuri similare. Partea 1: Prescripții generale*). Astfel sunt prezentate detaliat testele privind accesul la componentele sub tensiune, curentul și putere consumate, încălzirea aparaturii electrocasnice, curentul de punere la pământ a aparaturii electrocasnice, rigiditatea dielectrică și testul pentru tensiuni tranzitorii.
- 14. Sunt prezentate sistematic metodele de control cu radiații penetrante adaptate fluxului tehnologic de fabricare a rezistorilor electrici. Sunt identificate defectele ce pot apărea în cazul rezistorilor electrici.
- 15. Sunt prezentate schematic modalitățile de testare a proprietățile și caracteristicile de interes ale materialelor ce intră în compoziția elementelor rezistive, a materialelor izolatoare, a terminalilor și tuburilor rezistorileor electrici înveliți.
- 16. Este prezentată metoda magnetică de investigare a metalelor, ca metodă nedistructivă de caracterizare a aliajelor metalice. Metoda este evaluată din punctul de vedere al principiului metodei; aparaturii utilizate; tehnicii de folosire; interpretării rezultatelor; reproductibilității rezultatelor și a gradului de încredere. Sunt descrise, astfel, metoda stereometică, metoda diagramei structurale, metoda intensității saturației magnetice, metoda permeabilității cu următoarele variante și metoda evidențierii structurii aliajelor metalice. În cazul metodei evidențierii structurii aliajelor metalice se propune folosirea unor lichide coloide cu particule nanometrice ce permit evidențierea structurii aliajelor metalice fără a mai fi necesar atacul metalografic. Datorită dimensiunilor mici ale particulelor din suspensie rezoluția metodei este egală cu cea a microscoplui optic

utilizat. Metoda își dovedește utilitatea în cazul oțelurilor inoxidabile prin determinarea imediată a conținutului de ferită delta.

- 17. Prezentarea metodei replicilor de suprafață ca metodă nedistructivă de caracterizare a materialelor. Metoda este evaluată din punctul de vedere al principiului metodei; aparaturii utilizate; tehnicii de folosire; interpretării rezultatelor; reproductibilității rezultatelor și a gradului de încredere. Sunt puse în evidență cu ajutorul microscopiei optice și electronice avantajele și limitările metodei.
- 18. Prezentarea detaliată a metodei de analiză a stării suprafețelor cu ajutorul microscopului electronic de baleiaj. Sunt prezentate sistematic și detaliat principiile care stau la baza opticii fotonice și electronice, sunt evaluate mărimi caracteristice ale microscoapelor precum: mărirea, rezoluția și adâncimea câmpului. Sunt evaluate numeric aceste mărimi pentru microscoapele optice și electronice. Sunt prezentate detaliat defecte ale imaginilor obținute cu ajutorul sistemelor optice precum: aberațiile sferice, cromatice și astigmatismul. Aceste mărimi sunt evaluate teoretic și numeric în cazul microscoapelor optice și electronice. Sunt prezentate metode de corecție sau minimizare a efectului acestora la microscoapele electronice. Sunt evaluate valorile câmpului magnetic în lentilele magnetice moderne cu amplificator de câmp și pe baza acestora este evaluată distanța focală a lentilelor magnetice și rezoluția totală a micoscoapelor electronice. Sunt prezentate sistematic mecanismele de interacție a electronilor cu substanța și mecanismele de contrast în imagistica SEM: contrastul topografic, contrastul de număr atomic și contrastul de distribuție a elementelor chimice. A fost calculată și reprezenată grafic distribuția de probabilitate a electronilor secundari emiși, a fost calculat și nivelul probabilistic de semnal generat de electronii retroîmprăștiați în funcție de poziția fascicolului incident. Calculele au fost reluate pentru mai multe scanări succesive pentru a evalua posibilitatea obținerii de semnal util de electroni retroîmprăștiați, care să permită obținerea de imagini cu un contrast rezonabil. Rezultatele simulărilor au fost confirmate de încercările efectuate pe probe metalice, care intră în componența ansamblurilor ce folosesc elemente încălzitoare învelite. S-a calculat numărul de fotoni de radiație X emiși în funcție de poziția fascicolului incident în timpul unei scanări a unei probe metalice cu caracteristici cunoscute. De asemenea, s-au repetat calculele pentru mai multe scanări succesive și s-a trasat suprafața probabilistică de semnal.
- 19. Prezentarea metodelor nedistructive de determinare a durității materialelor. Metodele sunt evaluate din punctul de vedere al principiului metodei; aparaturii utilizate; tehnicii de folosire; interpretării rezultatelor; reproductibilității rezultatelor și a gradului de încredere. Sunt prezentate detaliat metodele UCI și Leeb. Sunt prezentate, de asemenea, în mod detaliat aplicații concrete ale metodelor nedistructive de determinare a durității precum: selecția metodei și a penetratorului utilizat, influența masei piesei, a grosimii peretelui și a rugozității suprafeței asupra rezultatelor și metode de evitare a erorilor de măsurare.
- 20. Sunt prezentate sistematic metodele electrice de caracterizare a materialelor metalice ca metode nedistructive de caracterizate. Sunt prezentate influențele temperaturii și compoziției chimice asupra proprietăților electrice ale metalelor. Pe lângă metodele clasice ale punții Wheathstone și celor patru puncte este propusă o nouă metodă, diferențială, de determinare a rezistivității electrice. Metoda are avantajul eliminării rezistențelor de contact și intrinseci a firelor, rezistențe care în cazul benzilor metalice pot depăși valoric valoarea măsurată. În baza măsurătorilor efectuate, metoda își dovedește utilitatea, rapiditatea, liniaritatea și exactitatea. Cu ajutorul valorilor de rezistivitate determinate prin această metodă și ținând cont de liniaritatea influenței

compoziției chimice asupra rezistivității electrice s-a determinat numeric influența elementelor de aliere asupra rezistivității oțelurilor inoxidabile.

21. Este prezentată determinarea compoziției chimice a aliajelor metalice prin metoda spectroscopiei de emisie optică și determinarea compoziției chimice prin metoda fluorescentei de raze X ca metode nedistructive de caracterizare a materialelor. Cele două metode sunt evaluate din punctul de vedere al principiului metodei; aparaturii utilizate; tehnicii de folosire; interpretării rezultatelor; reproductibilității rezultatelor și a gradului de încredere. Sunt efectuate comparații pe același set de probe între cele două metode și sunt calculate și reprezenate grafic estimările diferențelor dintre cele două metode, SEO și XRF pentru: Cr, Ni, Mo și Cu.

Studiile și cercetările efectuate au condus la deschiderea unor noi direcții de cercetare, care urmează a fi abordate în viitor:

- 1. Extinderea mulțimilor soluțiilor metodei de selecție a materialelor nou propuse, ca funcție parametrică cu determinarea matematică, exactă, a punctelor de salt (a punctelor de la care este mai convenabilă utilizarea unui material contracandidat) în funcție de caracteristicile și proprietățile de material, costurile tehnologice, costurile de material, costurile logistice, etc.
- 2. Investigarea extinderea materialelor utilizate la fabricarea rezisorilor electrici și la clasa de oțeluri inoxidabile manganoase, oțeluri cu proprietăți similare oțelurilor inoxidabile din clasa AISI 3xx, AISI 4xx sau INCOLOY-urilor, oțeluri mult mai scumpe decât oțelurile inoxidabile manganoase.
- 3. Investigarea extinderii materialelor folosite la temperaturile ultraînalte la cermeturile MoSi₂ / Al₂O₃ / armate suplimentar cu SiC, ca o extrapolare a datelor obținute până în prezent (armarea MoSi₂ cu particule SiC are efecte benefice asupra comportamentului la temperaturi înalte a compozitului).
- 4. Standardizarea și automatizarea unei metode de determinare a conținutului de ferită delta în oțelurile inoxidabile, metodă bazată pe metoda magnetică de determinare a structurii materialelor metalice folosind lichide cu suspensii coloidale, metalice, anvelopate, de dimensiuni nanometrice.
- 5. Utilizarea metodei de determinare a rezistivității electrice nou propuse la automatizarea reglajului procesului de sudură WIG utilizat în prezent prin reglarea automată a parametrilor electrici ai arcului în funcție de rezistivitatea electrică a materialului ținând cont de echivalența fenomenelor de transfer termic și electric.

BIBLIOGRAFIE

[1] *** - UL 1030 - Standard for Sheathed Heating Elements, Seventh Edition, 2003, ISBN 0-7629-1032-1

[2] Dieter, G.E., *Engineering Design: A Materials and Processing Approach*, 2nd ed., McGraw-Hill, 1991

[3] *** - ASM Handbook. Vol 20. Materials Selection and Design. ASM International, 1997, editor Dieter, G.E.

[4] Mitelea, I., Bogdan, R., *Selecția și utilizarea materialelor inginerești*, Editura Politehnica, Timișoara, 1998, ISBN 973-9389-01-5

[5] Pahl, G. and Beitz, W., *Engineering Design: A Systematic Approach*, Springer-Verlag, 1993[6] Ashby, M.F., *Materials Selection in Mechanical Design*, Pergamon Press, 1992

[7] Pugh, S., Total Design: Integrated Methods for Successful Product Development, Addison-Wesley, 1991

[8] Lewis, G., *Selection of Engineering Materials*, Appendix B: Material Property Weighting Factors and Cost Elements, Prentice Hall, 1990

[9] *** - *CRC Handbook of Tables for Applied Engineering Science*, 2nd edition, CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida, (1973) date compilate de J.S. Park după R. E. Bolz și G. L. Tuve

[10] Shackelford, J. F., Alexander, W., *Materials Science and Engineering Handbook*, CRC Press LLC, 2001.

[11] Şontea S., Vlădoi M., Zaharia N., Metale și aliaje neferoase de turnătorie, Ed. Scrisul Românesc, Craiova, 1981

[12] Ursache, M., Chircă, D., Proprietățile metalelor, Ed. Didactică și Pedagogică, București, 1982

[13] *** - Kanthal Apliance Heating Alloy Handbook, Kanthal Corporation, Hallstahammar, 1997.

[14] Răduță, A., Şerban, V., *Știința Materialelor*, Ed. Orizonturi Universitare, Timișoara, 2006.

[15] *** - *Fibrothal Handbook* – *Heating and Insulation Systems*, Kanthal Corporation, Hallstahammar and Mediaide, 1995.

[16] *** - *Kanthal Super Handbook* - *Electric Heating Elements for use up to 1900°C*, Kanthal Corporation, Hallstahammar, 1999.

[17] *** - *Kanthal Globar SD Technical Data*, Kanthal Corporation, Hyltebruks Tryckeri AB, 2001.

[18] Shand, M. A., The Chemistry and Technology of Magnesia, John Wiley & Sons, Ltd., 2006.

[19] Trușculescu, M., Studiul Metalelor, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1977

[20] Truşculescu, M., Demian M., Materials Handbook, Ed. Politehnica, Timişoara, 2006

[21] Răduță, A., Nicoară, M., Demian, C., Locovei, C., Analize structurale şi metalografice pentru stabilirea comportării în medii corozive a îmbinărilor sudate din oțeluri inoxidabile austenitice, Integritatea Structurală a Structurilor Sudate, 2004, Timișoara, 04-05.11., p. 61-68.
[22] Trușculescu M., Demian M., Materialotehnica, Editura Politehnica, Timișoara 2003.

[23] Răduță, A., Nicoară, M., Lită, M., Demian C., Locovei, C., Analysis of Structural Changes of Materials Composing Thermoresistive Elements, Scientific Bulletin of the "Politehnica" University of Timisoara, 2005, Tom 50 (64), p. 181-188

[24] Chawla, K.K., Vasudevan, A.K., *Reactively sintered molybdenum disilicide-based composites*, April, 1997

[25] Vasudevan, A. K., and Petrovic J. J., editors, *High Temperature Structural Silicides: Proceedings of the First High Temperature Silicides Workshop*, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, (1992)

[26] Bizzari, V., Linder, B., and Lindskog, N., *Molybdenum Disilicide Heating Elements: Meeting Advanced Ceramics Requirements*, American Ceramic Society Bulletin, Vol. 68, pp. 1834-1841 (1989)

[27] Bose, S., *Engineering Aspect of Creep Deformation of Molybdenum Disilicide*, Materials Science and Engineering, Vol. A1 55, pp. 2 17-225 (1992)

[28] Cook, J., Khan, E. L., and Mahapatra, R., *Oxidation of MoSi2-based Composites*, Materials Science and Engineering, Vol. A1 5 5, pp. 183- 198 (1992)

[29] Cook, J., Mahapatra, R., Lee, E. W., Khan, A. and Waldman, J., *Oxidation Behavior of MoSi2 Composites*, Ceramic Engineering Science Proceedings, Vol. 9-10, pp. 1656-1670 (1991)

[30] Wade, R. K. and Petrovic, J. J., *Processing Temperature Effects on Molybdenum Disilicide*, Journal of American Ceramics, Vo1.75, pp. 3 160-62 (1992)

[31] Bhattacharya, A. K., and Petrovic, J., *Hardness and Fracture Toughness of SiC particle Reinforced MoSiz Composites*, Journal of American Ceramic Society, Vol. 74, pp. 2700-703 (1991)

[32] Boldt, P. H., Embury, J. D., and Weatherly, G. C., *Room Temperature Microindentation of Single-crystal MoSiz*, Materials Science and Engineering, Vol. A155, pp. 251-258 (1992)

[33] Ghosh, A. K., and Basu, A., *The Effect of Grain Size and SiC Particulate on the Strength and Ductility of MoSi2*, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 322, pp. 2 15-222 (1994)

[34] Fitzer, E., *Molybdandisilizid als Hochtemperatunverkstoffe*, Warmfest und Korrosionbestandige Sintenverkstoffe, 2nd Plansee Seminar, June 19-23, (1955)

[35] Berztiss, D. A., Cerchiara, R. R., Gulbransen, E. A., Pettit, F. S. and Meier, G. H., *Oxidation of MoSiz and Comparison with Other Silicide Materials*, Materials Science and Engineering, Vol. A155, pp. 165-181 (1992)

[36] Nowotny, H., Parthe, E., Kieffer, R., and Benesovsky, F., *Das Dreistoffsystem: Molybdan-Silizium-Kohlenstoff*, Monatshefte fix Chemie, Vol. 85, pp. 255 (1954)

[37] Gokhale, A. and Abbaschian, G. J., *The Mo-Si (Molybdenum-Silicon) System*, Journal of Phase Equilibria, Vol. 12, pp. 493-498, (1991)

[38] Parthe, E., Jeitschko, W., and Sadagopan, V., *A Neutron Dfiaction Study of the Nowotny Phase Mo25Si3CS1*, Acta Crystallographica, Vol. 19, pp. 103 1-1 037, (1965)

[39] Thibauld, N. W., *Morphological and Structural Crystallography and Optical Properties of Silicon Carbide (SiC)*, American Mineralogist, Vol. 29, No. pp. 327-362, (1944)

[40] Olesinski, R. W. and Abbaschian, G. J., *The C-Si (Carbon-Silicon) System*, Bulletin for Alloy Phase Diagrams, Vol. 5, pp. 486-89, (1984).

[41] McCarron, E. M., *P-MoO3: A Metastable Analogue of WOs*, Journal of the Chemical Society, Chemical Communications, pp. 336-338, (1986).

[42] Richardson, K. K., and Freitag, D. W., *Mechanical Properties of Hot Pressed SiC Plateletreinforced MoSi2*, Ceramic Engineering Science Proceedings, Vol. 12, VOI. 9-10, pp. 1679-1689 (1991).

[43] Wade, R. K. and Petrovic, J. J., *Fracture Modes in MoSiz*, Journal of American Ceramic Society, Vol. 75, pp. 1682-84 (1992).

[44] Cherniack, G. B. and Elliot, A. G., *High-Temperature Behavior of MoSi2 and Mo5Si3*, Journal of American Ceramic Society, Vol. 47, pp. 136-41 (1964).

[45] Gokhale, A. B. and Abbaschian, G. J., *Molybdenum-Silicon, in Binary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 2, pp. 163 1-32 Edited by Massalski, T. B. American Society for Metals, Metals Park, OH, (1986).

[46] Maloy, S. A., Lewandowski, J. J., Heuer, A. A., and Petrovic J. J., *Effects of C Additions on the High Temperature Mechanical Properties of Molybdenum Disilicide*, Materials Science and Engineering, Vol. A1 55, pp. 159-163 (1992).

[47] Kisly, P. S. and Kodash, V. Y., *The Mullite Coatings of Heaters Made of Molybdenum Disilicide*, Ceramic International, Vol. 15, pp. 189-19 1 (1989).

[48] Wirkus, C.D. and Wilder, D. R., *High Temperature Oxidation of Molybdenum Disilicide*, Journal of American Ceramic Society, Vol. 49, pp. 173-177 (1966).

[49] Cotton, J. D., Kim, Y. S., and Kaufman, M. J., *Intrinsic Second-phase Particles in Powder-processed MoSi2*, Materials Science and Engineering, Vol. A144, pp. 287-291 (1991).

[52] Pennings, E. C. M. and Grellner, W., *Precise Nondestructive Determination of the Density of Porous Ceramics*, Journal of American Ceramic Society, Vol. 72, pp. 1268-70 (1989).

[53] Angelescu N., Catangiu A., Ungureanu D., Stoian E., Marin N., *Considerații privind sinteza MoSi*₂ *şi obținerea compozitelor ceramometalice cu fază ceramică din alumină rezistente la coroziune*, REV. CHIM. (București), 58, Nr. 12, pp. 1239-1243, 2007

[54] Zacharova, G. I., Izv. Akad. Nauk. URSS, Neorganiceskie Materiali 20,7, 1984, p.1143

[55] Zacharova, G. I. s. a. -Izv. Akad. Nauk. URSS, Neorganiceskie Materiali 19,4, 1983, p. 615

[56] *** - Advanced Materials and Processes, 1, 1992, p. 21

[57] *** - Interceram 41, nr. 31, 1992, p.160

[58] Huffadine, J.B. - Special Ceramics, Heywood and Company LTD. Londra, 1960, p.220

[59] Matsushita, Y., s.a. - Brevet Japonia nr. 82/187598 - 1982

[60] Angelescu N., Molybdenum Disilicide Obtaining Processes, III Ceramic Congress ECERS, Istambul, Turcia, 2, 1996, p.267

[61] Marin N. - Lucrare licență, Universitatea Valahia Târgoviște, 2006

[62] Long, R. ,Presche, I.,National Advise Aeronautics Research Metallurgy, /E 52, A11/, 1952, p.15

[63] *** - Brevet Japonia, nr. 563371

[64] Kaiuk, V.,s.a. - Poroscovaia Metallurghiia, 8, 1978, p. 20

[65] Oprea, R., Angelescu, N., *MoSi2 Self - Purification through high - Temperature Synthesis*, Proceedings of the 5th European Ceramic Society Conference. Versailles, France, June, 1977.

Key Engineering Materials, 132-136, p. 806 Trans. Tech. Publications, Switzerland, 1997.

[66] Angelescu, N., Oprea, F., *Molybdenum Silicides Temperature Evolution*, World Ceramic Congress, Florenta, Italia, 1998, part.B, p.836.

[67] Angelescu, N. - *Molybdenum Silicides Coexistence Conditions*, Proceeding of 4th European Ceramic Society Conference, Rimini, Italia, 1995, IV, p. 284

[68] Angelescu, N., *Some Considerations Regarding MoSi2 Synthesis*, Ceramics International 24, nr. 1, 1998, p. 73

[69] Kislyi, P.S., s.a., Sov. Powder Met. Metal Ceram., 3,1970, p.225

[70] Kittel C., Introduction to Solid State Physics, 5th Ed., New York: Wiley, 1976, p. 178.

[71] Schlichting, J., Revue International de Hautes Temperatures Refractaires, 16/1, 1979, p.67

[73] Shevlin, T.,S., Cermets, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1960.

[74] Fisher, R.B. - Applied Electron Microscopy. Indiana University Press, Bloomington, Ind. 1953.

[75] Angelescu, N., *MoSi2-Al2O3 Cermet Type*, Key Engineering Materials, Trans Tech Publications, vol. 206-213, 2002, p.665

[76] Demian, C., Roșu, R., Liță, M., Răduță, A., **Locovei, C.**, *Determinarea experimentală a stării de tensiuni la deformarea plastică la rece a titanului*, Conferința Internațională Integritatea structurală a construcțiilor sudate, 08-09.11.2006, ISIM Timisoara, Romania, Editat de CENTA-ISIM, ISSN 1842-5518, p. 68-74

[77] Răduță, A., Nicoară, M., Demian, C., **Locovei, C.**, *Structural and Metallographical Analysis to Establish the Behavior of the Austenitic Stainless Steel Welded Joints Working in Corrosive Environment*, International Conference, Structural Integrity of Welded Structures, 4 - 5.11.2004, Timisoara, Romania, Editura Sudura Timișoara, 2004, ISBN 973-8359-27-9

[78] Kittel, C., Introduction to Solid State Physics, 5th Ed., New York: Wiley, 1976, p. 178.

[79] *** - Standard Terminology for Nondestructive Examinations, Metals Test Methods and Analytical Procedures, E 1316–00a, Annual Book of ASTM Standards Vol 3.03, ASTM, 2001, p 645–683

[80] *** - *Nondestructive Testing Handbook*, 2nd ed., P. McIntire, Ed., American Society for Nondestructive Testing (ASNT), Columbus, OH, 10 volumes published in the period 1982–1996 [81] Cartz, L., *Nondestructive Testing*, ASM International, 1995

[82] Cook, G., Posteraro, K.and Jeerings, C., *HEATING ELEMENTS: Cooking and Compliance*, July 2005, BNP Media, Publication: Appliance Design

[83] Jancsurak, J., *Innovations in Heating Elements*, March 2002, BNP Media, Publication: Appliance Design

[84] Gerhardinger, P., *HEATING ELEMENTS: Heated Glass*, July 2005, BNP Media, Publication: Appliance Design

[85] Babyak, R., *HEATING ELEMENTS: Go with the Flow*, July 2006, BNP Media, Publication: Appliance Design

[86] Herring, D. H., *Electric heating elements part one: Silicon carbide, Industrial Heating*, September 2008, BNP Media, publisher Gale Group, Farmington Hills, Michigan

[87] Vissa A.A., *MoSi2 heating elements*, Ceramic Industry, May 1999, BNP Media, publisher Gale Group, Farmington Hills, Michigan

[88] Singh A.K., Saptharishi S., Basu B., Sekhar J.A., *The influence of heating element temperature on productivity*, JOM, November 1, 2002, Minerals, Metals & Materials Society

[89] *** - Metallic alloy heating elements: Custom Electric Mfg. Co., Industrial Heating, March 1, 2006, BNP Media

[90] Pop V., Chicinaș I., Jumate N., *Fizica materialelor. Metode experimentale*, Ed. Presa Universitară Clujeană, Cluj-Napoca, 2001

[91] Newburz Dale E., Joy David C., Echlin Patrick, Fiori Charles E. and Goldstein Joseph I., *Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Kluwer Academic/Plenum Plubishers, New York, 1986

[92] Goodhew Peter J., Humphreys John, Beanland Richard, *Electron Microscopy and Analysis*, Third Edition, Taylor & Francis Inc Publisher, New York, 2001

[93] Egerton Ray F., Physical Principles of Electron Microscopy, Springer, New York, 2005

[94] Watt Ian M., *The principles and practice of electron microscopy*, Second edition, Cambridge University Press, New York, 1997

[95] V.I. Safta, V.I. Safta, *Defectoscopie nedistructiva industriala*, Editura Sudura, Timisoara, 2001

[96] Ciorau P., Coca D., Crudu I., Draghici M., Gafitanu M., Gheorghies C. s.a., *Incercarea materialelor. Control nedistructiv al metalelor*, Editura Tehnica, Bucuresti, 1986

[97] Trușculescu, M., Cucuruz, R. L., Răduță, A., Studiul materialelor. Analize și încercări, Editura Timișoara, 1991

[98] Trușculescu, M., Tache, A. M., Mitelea, I., Budău, V., *Studiul Metalelor. Tehnici de laborator*, Editura Facla Timișoara, 1977

[99] Demian, M., *Studiu aspra duratei de viață a elementelor active care lucrează la temperaturi și presiuni ridicate* – Teză de doctorat, Universitatea "Politehnica" din Timișoara, 2002

[100] Trușculescu M., Ieremia, I., Oțeluri inoxidabile și refractare, Editura Facla Timișoara, 1983

[101] FISHER, R.B. - Applied Electron Microscopy. Indiana University Press, Bloomington, Ind. 1953.

[102] Mocanu D.R. ş.a., Încercarea materialelor. Vol. I-II. Încercări distructive, Editura Tehnică, București, 1982

[103] Mocanu D.R. ş.a., Încercarea materialelor. Vol. III. Încercări nedistructive, Editura Tehnică, București, 1982

[104] *** - Institutul Român de standardizare, Culegere de standarde comentate. Vol I. Încercarea materialelor. Încercări tehnologice, București 1996

[105] *** - Institutul Român de standardizare, Culegere de standarde comentate. Vol II. Încercarea materialelor. Încercări mecanice, București 1996

[106] *** - Institutul Român de standardizare, Culegere de standarde comentate. Vol III. Încercarea materialelor. Metode de examinare a structurii, București 1998

[107] *** - Institutul Român de standardizare, Culegere de standarde comentate. Vol I. Oţeluri. Mărci și condiții tehnice, București 1994

[108] Răduță, A., Demian, C., **Locovei C.**, Nicoară, M., Cucuruz, R., *Inter-crystalline Cracking in Tubes Fabricated from Aluminum Alloys* International conference *Structural Integrity of Welded Constructions*, 8 - 9 November 2006, Institute of Welding and Materials Testing (ISIM) Timisoara, Romania, edited by CENTA-ISIM, ISSN 1842-5518, pp. 48-54

[109] Nicoară M., Răduță A., **Locovei C.**, Demian C., Roşu R., *Finite Element Analysis of the Joint Area of Brazed Aluminum Tubes*, Scientific Bulletin of the "Politehnica" University of Timisoara, Transactions on Mechanics, Tom 52(66), Fasc. 2, p. 79-82, ISSN 1224-6077

[110] Răduță A., Şerban V.A., Demian C., Nicoară M., **Locovei C.**, Popescu M., Rușeț V., *Technological failures in austenitic stainless steel joints*, Scientific Bulletin of the "Politehnica" University of Timisoara, Transactions on Mechanics, Tom 53(67), Fasc. 4, 2008, p. 1-5, ISSN 1224-6077

[111] Popescu M., Marta C., Magda A., Voicu A., **Locovei C.**, Dupta A. *Thermal coatings and restorations – Experimental themes*, Ed. Politehnica, Timisoara, p. 160, ISBN 978-973-623-3;

[112] Reimer, L., Image formation in low-voltage scanning electron microscopy, SPIE: Bellingham, WA, 1993

[113] Reimer, L., Scanning electron microscopy, Springer-Verlag: Berlin&New York, 1983

[114] Watt, I. M., *The principles and practice of electron microscopy*, Cambridge University Press, 1997

[115] Newbury, D. E., Joy, D. C., Echlin, P., Fiori, C. E. and Goldstein, J. I., *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Plenum Press, 1986

[116] Goodhew, P. J., Humpreys, J., Beanland, R., *Electron microscopy and analysis*, Taylor & Francis, London, 2001

[117] Egerton, R. F., *Physical Principles of Electron Microscopy*, Springer Science + Business Media, New York, 2005

[118] Maxwell, J. C., *On the general laws of optical instruments*, Quarterly Journal of Pure and Applied Mathematics, 1858, 2: pages 233-246.

[119] Gauvin, R., Hovington, P., Drouin, D., Couture, A. R., Horny, P., and Demers, H., *CASINO: A Monte Carlo Simulation of electron trajectory in solids*, available from <u>http://www.gel.usherb.ca/casino/</u>

[120] Sarrazin, P., Galerie, A. et Fouletier, J., *Les mécanismes de la corrosion sèche*. 334 p. Monographies de matérialogie, n° 5. EDP Sciences, 2000

[121] Schütze, M., *Corrosion and environmental degradation*, Vol. II, Wiley-VCH, Deutschland, 2000.

[122] Lai, G. Y., *High temperature corrosion of engineering alloys*, ASM International, USA, 1990

[123] Birks, N., Meier, G.H., Introduction to high temperature oxidation of metals. Edward Arnold Publ., UK (1983).

[124] Khalid, F.A., Hussain, N., Shahid, K.A., *Microstructure and morphology of high temperature oxidation in superalloys*, Materials Science and Engineering A265, p. 87–94, 1999

[125] Crolet, J.L., *Du mécanisme général aux mécanismes particuliers de la corrosion localisée*, Dans Dabosi (F.), Béranger (G.), Baroux (B.) Corrosion localisée. p. 405-429, Les Éditions de Physique, Les Ulis, 1994.

[126] Crolet, J.L., *Interfaces et Surfaces en Métallurgie*, Trans. Tech. Publications, Aedermannsdorf - Suisse, 1975, p. 455-466.

[127] Sedriks, A.J., *Corrosion Resistance of Stainless Steels and Nickel Alloys, Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection*, Vol 13A, *ASM Handbook*, ASM International, 2003, p 697–702

[128] McGuire, M. F., Stainless steels for design Engineers, ASM International, 2008

[129] Baron, T., ş.a., Calitate și fiabilitate. Manual Practic, Editura Tehnică, București 1988.

[130] Petrișor, E., *Probabilități și statistică. Aplicații în economie și inginerie*, Editura Politehnica, Timișoara, 2001.

[131] Scheaffer, R. L., McClave, J. T., *Probability and statistics for engineers*, Duxbury Press, Belmont California, 1995

[132] Vanderman, S. B., *Statistics for engineering problem solving*, PWS Publishing Company, Boston, 1994

[133] Shapiro, S. S., Wilk, M. B., An Analysis of Variance Test for the Exponential Distribution (Complete Samples), Technometrics, Vol. 14, No. 2 (May, 1972), pp. 355-370

[134] Van Hauwermeiren M. and Vose D., *A Compendium of Distributions*, [ebook]. Vose Software, Ghent, Belgium, 2009. Available from <u>www.vosesoftware.com</u>.

[135] Shapiro, S. S., Wilk, M. B., An Analysis of Variance Test for the Normality (Complete Samples), Biometrika, Vol. 52, No. 3/4. (Dec., 1965), pp. 591-611.