

## \* تهییه‌ی پوشش مناسب برای مقاومت سیم‌پیچی شده‌ی نیکل-کروم و بررسی گرانروی و کشش سطحی آن\*

مهدی محسنی<sup>(۱)</sup> علیرضا میرحبیبی<sup>(۲)</sup> حسین قصاعی<sup>(۳)</sup>

### چکیده

در پژوهش حاضر، برای یافتن پوشش مناسب، ترکیب‌های مختلفی از میناها بررسی شد. نتایج نشان دادند که ترکیب حاوی یک درصد وزنی اکسید کبالت و سه درصد وزنی اکسید کروم ( $E_{6.307}$ ) با دمای پخت  $840^{\circ}\text{C}$ ، ترکیب بهینه‌ای می‌باشد. با بررسی رفتار ذوب ترکیب بهینه به کمک میکروسکوپ حرارتی و اندازه‌گیری دماهای انتقال به حالت شیشه‌ای،  $T_g$  و نرم‌شوندگی،  $T_s$  و دیلاتومتری، ثابت‌های معادله‌ی VFT تعیین شد. نتایج نشان دادند که گرانروی پوشش مناب در دمای پخت برابر با  $10^{3.8} \text{ Pa.s}$ ، زاویه‌ی تماس یا ترشوندگی مناب با زیرپایه‌ی سرامیکی  $135^{\circ}$  و کشش سطحی مناب برابر با  $245.1 \text{ mN/m}$  می‌باشد.

**واژه‌های کلیدی** مقاومت سیم‌پیچی شده، مینا، نیکل-کروم، گرانروی، کشش سطحی.

## Preparation of an Appropriate Coating for Ni-Cr Wire-Wound Resistor and Investigation on its Viscosity and Surface Tension

M. Mohseni      A. Mirhabibi      H. Ghasaei

### Abstract

In the present work, attempts have been made to find appropriate coating by testing different compounds. Results showed that the optimum enamel is a compound with 1 wt.% cobalt oxide, 3 wt.% chromium oxide (in addition to hundred percent) with the firing temperature of  $840^{\circ}\text{C}$ . Constants of VFT equation were determined by examination of melting behavior of the optimum enamel and measurement of the transition and softening temperatures ( $T_g$  and  $T_s$ ). Results also showed that in the firing temperature, the viscosity of coating is  $10^{3.8} \text{ Pa.s}$ , the contact angle (wetting of melt with the ceramic substrate) is  $135^{\circ}$  and the surface tension of the melt is  $245.1 \text{ mN/m}$ .

**Key Word** Wire-wound resistor, Enamel, Ni-Cr, Viscosity, Surface tension.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۷/۳ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۳/۹/۱ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانش آموخته‌ی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۲) نویسنده‌ی مسئول، دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) مرتبی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

سیم حین پخت مینا هم اشاره کرد. از اکسید کبالت نیز به عنوان عامل چسبندگی مینا به فلز در این میناهای استفاده شده است [11-13]. جدول (۱)، برخی از میناهای گزارش شده در مراجع را نشان می‌دهد [1,4,5,14].

از سوی دیگر، شکل هندسی زیرپایه‌ی سرامیکی احتمال ریزش مینا حین پخت را افزایش می‌دهد. در نتیجه، گرانروی پوشش در دمای پخت بسیار مهم است. به همین دلیل، در پژوهش حاضر گرانروی پوشش نیز بررسی شده است.

در بررسی رفتار ذوب لعاب‌های سرامیکی، چند نقطه‌ی مشخص اهمیت دارند. با افزایش دما بعد از نقطه‌ی  $T_g$ ، ذرات تفجوشی می‌شوند و گرانروی به سرعت کاهش می‌یابد. با افزایش دما و عبور از نقطه‌ی  $T_s$ ، کاهش بیشتری در گرانروی قابل مشاهده است و لعاب رفتاری مشابه با یک مایع با گرانروی بالا از خود بروز می‌دهد. در پیک دمایی پخت لعاب، گرانروی آن به صورت ایده‌آل در بازه‌ی  $10^4$  Pa.s می‌باشد. وابستگی گرانروی به دما در شیشه‌ها و لعاب‌های سرامیکی بعد از دمای  $T_g$  و دمایی بالا، با استفاده از معادله‌ی زیر بیان می‌شود:

$$\log \eta = A + B/T \quad (1)$$

که در آن،  $\eta$  گرانروی مذاب و  $A$  و  $B$  ثابت هستند. بعد از دمای  $T_g$ ، گرانروی حقیقی بزرگ‌تر از آنچیزی است که از معادله‌ی (۱) به دست می‌آید، زیرا انرژی فعال‌سازی برای جریان ویسکوز ثابت نیست. در معادله‌ی وُگل - فالچر - تامان - (VFT, Vogel-Flucher-Tammann)، ثابت  $T_0$  به معادله‌ی (۱) اضافه می‌شود:

$$\log \eta = A + B / (T - T_0) \quad (2)$$

ثابت‌های معادله‌ی VFT را می‌توان با استفاده از سه نقطه‌ی دمایی مرجع ( $T_g$ ,  $T_s$  و  $T_{1/2}$ ) و معادله‌های (۳)، (۴) و (۵) به دست آورد.

## مقدمه

مقاومت‌های الکتریکی سیم پیچی شده به دلیل طراحی ویژه، دارای توان بالاتری نسبت به سایر مقاومت‌های الکتریکی هستند. این نوع از مقاومت‌ها از یک هسته‌ی سرامیکی و یک سیم پیچ فلزی تشکیل شده‌اند. سیم مورد استفاده از انواع المنت‌های دارای مقاومت الکتریکی، به‌ویژه آلیاژهای نیکل - کرم، و هسته‌ی سرامیکی به‌شکل لوله یا میله می‌باشد. پرسلان‌های الکتریکی و استاتیکی، متداول‌ترین هسته‌های سرامیکی به‌کار رفته در این مقاومت‌ها هستند. از مهم‌ترین کاربردهای این مقاومت‌ها می‌توان به استفاده از آن‌ها در صنایع نظامی و استفاده به عنوان منبع تأمین گرما اشاره کرد [1-3].

برای محافظت در برابر عوامل محیطی مانند رطوبت و صدمات مکانیکی، لازم است تا مقاومت پوشش داده شود [1,4,5]. میناهای شیشه‌ای و شیشه‌سرامیکی، متداول‌ترین پوشش به کار رفته در این نوع مقاومت‌ها می‌باشند [5,6].

با توجه به تغییر ساختار سیم نیکل - کروم (تابکاری سیم) در دمایی بالاتر از  $870^{\circ}\text{C}$  و در نتیجه، تغییر مقاومت الکتریکی آن، پوشش اعمال شده می‌باید دارای دمای پختی کمتر از این دما باشد [6,7]. عامل مهم دیگری که در پوشش‌دهی آلیاژهای نیکل - کروم مهم است، نفوذ سریع و اتحلال کروم موجود در آلیاژ به درون پوشش است که می‌تواند تأثیر مهمی بر ترکیب فاز و ریزساختار حاصل داشته باشد [8]. از جمله کارهایی که می‌توان برای حل این مشکل انجام داد، استفاده از میناهای غنی از اکسید کروم [9]، و اکسایش اولیه‌ی آلیاژ پیش از استفاده از مینا می‌باشد [10]. میناهای به کار رفته در تحقیقات انجام شده غالباً حاوی اکسید کروم می‌باشند. محدوده تغییرات اکسید کروم در این میناهای کمتر از یک تا چهار درصد وزنی گزارش شده است. افزون بر دلیل فوق الذکر برای استفاده از اکسید کروم در این میناهای می‌توان به افزایش چسبندگی مینا به سیم و جلوگیری از اتحلال

که ارتفاع نمونه نصف عرض آن و زاویه تماس آن با سطح  $90^\circ$  باشد [15,16]. فوجینو و همکاران، پرابهو و همکاران و شارتیس و همکاران، گرانروی و کشش سطحی شیشه‌های سیلیکات سربی و بُروسیلیکات سربی را بررسی کردند [17-19].

در پژوهش حاضر، ترکیب مینای مناسب برای پوشش دهی مقاومت‌های الکتریکی سیم پیچی شده و شرایط پخت آن بررسی شده است. از سوی دیگر، با توجه به این که خواص میناهای مذکور تاکنون مطالعه نشده‌اند و در منابع موجود تنها اطلاعاتی در مورد ترکیب آن‌ها وجود دارد، در این پژوهش برای نخستین بار رفتار ذوب مینای مناسب که یکی از خواص مهم در پوشش دهی است، بررسی شده است.

$$\frac{T_0 = \frac{12T_g - 3.55T_{1/2} + (9.25T_s - 12T_g) \frac{T_{1/2}-T_g}{T_s-T_g}}{8.45 - 2.75 \frac{T_{1/2}-T_g}{T_s-T_g}}}{(3)}$$

$$A = \frac{(9.25T_s - 12T_g + 2.75T_0)}{(T_s - T_g)} \quad (4)$$

$$B = (T_g - T_0)(12 - A) \quad (5)$$

گرانروی مذاب را می‌توان با استفاده از اندازه‌گیری‌های دیلاتومتری و میکروسکپ حرارتی و بر اساس سه نقطه دمای مرتع تخمین زد. این سه نقطه عبارتند از  $T_g = 10^{12}$  Pa.s در نقطه‌ی  $T_g = 10^{9.25}$  Pa.s،  $T_{1/2} = 10^{3.55}$  Pa.s در نقطه‌ی  $T_{1/2} = 10^{7.75}$  Pa.s (دماهی که در آن، نمونه در میکروسکپ حرارتی به شکل نیم‌کره در می‌آید). شکل نیم‌کره زمانی ایجاد می‌شود

جدول ۱ ترکیب شیمیایی میناهای گزارش شده در مراجع بر حسب درصد وزنی

E <sub>9</sub>	E <sub>8</sub>	E <sub>7</sub>	E <sub>6</sub>	E <sub>5</sub>	E <sub>4</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>1</sub>	(wt.%) اکسید
۴۸/۲۹	-	۳۱/۰۹	۵۰	۳۹	۵۹/۵۲	۵۶/۶۹	۵۶/۶۹	۵۶/۶۹	PbO
۲۷/۵۹	۱۰/۲	۳۳/۹۲	۲۰	۲۱/۵	۲۷/۹۶	۱۲/۵۸	۱۲/۵۸	۱۲/۵۸	SiO <sub>2</sub>
۵/۵۲	۱۳/۸	۲/۹۷	۱۲	۷	۲/۸۱	۰/۹۹	۰/۹۹	۰/۹۹	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
۴/۴	۱۷	۲/۳۵	-	۱۲/۵	-	۹/۵۴۵	۹/۵۴۵	۹/۵۴۵	ZnO
۱۴/۲	۳۷/۷	۲۰/۱۹	۱۴	۲۰	۶/۵۳	۸/۴۱۱	۸/۴۱۱	-	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
-	۴	-	۲	-	۰/۶۹	۳/۲۰۹	۳/۲۰۹	۳/۲۰۹	Na <sub>2</sub> O
-	۱/۵	۱/۱۶	-	-	۰/۶	-	-	-	MgO
-	-	-	-	-	۱/۰۹	-	-	-	K <sub>2</sub> O
-	۷/۶	-	-	-	۰/۸	-	-	-	CaO
-	-	۴/۴۴	-	-	-	-	-	-	BaO
-	-	۱/۲۱	-	-	-	-	-	-	NaF
-	-	۲/۲۴	-	-	-	-	-	-	CaF <sub>2</sub>
-	۰/۷	۰/۴۳	۱	-	۰/۵	-	-	-	CoO
-	-	-	۱	-	-	-	-	-	TiO <sub>2</sub>
-	۷/۵	-	-	-	-	-	-	-	ZrO <sub>2</sub>
-	-	-	-	-	-	۸/۵۷۹	۸/۵۷۹	۸/۵۷۹	SnO <sub>2</sub>
-	-	-	-	-	-	۱۰۰/۰/۵ علاوه بر	-	۸/۴۱۱	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
[۱۴]	[۴]	[۱]	[۱۲]	[۵]	[۱]	شاهد	شاهد	شاهد	مرجع

وزنی سود سوزآور (NaOH) در دمای  $80^{\circ}\text{C}$  غوطه‌ور شد [5]. نمونه‌ها پس از خروج از محیط قلیائی، درون کوره‌ی الکتریکی تا دمای  $200^{\circ}\text{C}$  ۲۰۰ گرم شدند و در نهایت، سطوح آن‌ها مجدداً با الكل تمیز شد. اعمال پوشش بر روی سیم‌پیچ، با استفاده از قلم مو انجام شد و پس از آن، نمونه‌ها در کوره‌ی الکتریکی پخته شدند. در نهایت، ترکیب‌های فریت  $E_5$  و  $E_6$  به‌دلیل دمای ذوب مناسب (اندازه‌گیری دمای ذوب با استفاده از میکروسکوپ حرارتی انجام شد)، اتصال مناسب با زیرپایه و نداشتن عیب‌های ظاهری، به عنوان ترکیب‌های بهینه انتخاب شد. به‌منظور بهبود اتصال بین سیم و پوشش و افزایش ضریب انبساط حرارتی پوشش، از اکسید کروم (۱ تا ۷ درصد وزنی) استفاده شد.

بررسی عوامل مؤثر بر گرانروی - برای بررسی رفتار ذوب مینا، تعیین ثابت‌های رابطه VFT و زاویه‌ی ترشوندگی، از میکروسکوپ حرارتی استفاده شد. تعیین دماهای  $T_g$  و  $T_s$  با استفاده از دستگاه دیلاتومتر مدل 402E ساخت شرکت آلمانی Netzsch انجام شد.

### روش‌های آزمایش

در این پژوهش، از سیمی از نوع تجاری با ترکیب  $90\text{Ni}-10\text{Cr}$  و زیرپایه‌ی چینی الکتریکی صنعتی استفاده شد. برای ساخت پوشش‌ها، ابتدا فریت پوشش‌ها تهیه شد (انتخاب ترکیب فریت‌های مناسب، با بهره‌گیری از نتایج تحقیقات مشابه (جدول (۱)) صورت گرفت). کار ساخت فریت، درون بوته‌های شاموتی و در محدوده دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  تا  $1300^{\circ}\text{C}$  با استفاده از کوره‌ی گازی با توقف ۳۰ دقیقه‌ای در این دما، انجام شد. سرد کردن مذاب آن‌ها، در هوا و بر روی یک صفحه‌ی فولادی انجام شد.

برای تهیه دوغاب پوشش‌ها، فریت‌های تهیه شده ابتدا توسط آسیای ماهواره‌ای آسیا شدند و سپس از درون آلکی با مش عبور داده شدند. در مرحله‌ی بعد، پودر فریت تهیه شده با  $1/1$  درصد وزنی چسب کربوکسی متیل سلولز CMC به‌شكل تر مخلوط شد. مواد اولیه‌ی مورد استفاده برای ساخت پوشش‌ها، ترکیب شیمیابی سیم نیکل-کروم و زیرپایه‌ی چینی، به ترتیب در جدول‌های (۲)، (۳) و (۴) آمده‌اند. پیش از اعمال پوشش، مجموعه‌ی سیم‌پیچ و بدنه ابتدا به مدت زمان ۲ دقیقه در محلول آبی  $10^{\circ}\text{C}$  درصد

جدول ۲ مواد اولیه‌ی استفاده شده در این تحقیق

ماده‌ی اولیه	ماده‌ی اولیه	ماده‌ی اولیه	ماده‌ی اولیه
اکسید کالت	سیلیس همدان	کربنات کلسیم	سُرنج (اکسید سرب قرمز)
فلورید سدیم	اکسید تیتانیوم	کربنات میزیم	اسید بوریک
فلورید کلسیم	اکسید روى	کربنات باریم	هیدروکسید آلومنیوم
اکسید کروم	اکسید زیرکونیم	کربنات سدیم	کربنات سدیم

جدول ۳ ترکیب شیمیابی سیم نیکل-کروم

Fe	Cr	Ni	عنصر
۰/۳۲	۹/۲۷	۹۰/۴۲	درصد وزنی

جدول ۴ ترکیب شیمیابی بدنه‌ی چینی

Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	اکسید
۱/۹۶	۰/۹۸	۰/۹۸	۲۱/۵۶	۶۸/۶	درصد وزنی

نکته، اکسید کروم به عنوان یک افزودنی به فریت‌ها در نظر گرفته شد.

پخت میناها یا پوشش نهایی (فریت‌ها همراه با اکسید کروم) نشان داد که فریت<sub>6</sub> E<sub>6</sub> حاوی ۳ درصد وزنی اکسید کروم، مطلوب‌ترین پوشش است. بنابراین، این پوشش (E<sub>6-3Cr</sub>) به عنوان ترکیب نهایی انتخاب شد. تعیین دما و زمان توقف بهینه برای پخت پوشش E<sub>6-3Cr</sub>، با پخت نمونه‌ها در شرایط مختلف و بر اساس اندازه‌گیری‌های میکروسکوپ حرارتی انجام شد (جدول ۶). در نهایت، شرایط بهینه‌ی پخت در دمای ۸۴۰ °C به مدت زمان ۲ دقیقه به دست آمد. نمودار مربوط به شرایط بهینه‌ی پخت، در شکل (۱) نشان داده شده است.

## نتایج و بحث

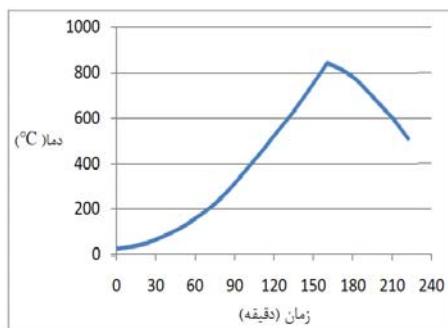
انتخاب پوشش بهینه - نتایج مربوط به دمای ذوب و نرم‌شوندگی (حالاتی که در میکروسکوپ حرارتی، گوشه‌های نمونه پخ می‌شود) انواع فریت، در جدول (۵) آورده شده‌اند. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، دمای ذوب فریت<sub>7</sub> بالاتر از دمای پخت مناسب می‌باشد و فریت‌های E<sub>1</sub> و E<sub>3</sub> نیز در محدوده دمایی مناسب برای ذوب قرار ندارند (با توجه به ذوب نشدن دو ترکیب فوق در محدوده دمایی مورد نظر، این دو ترکیب در جدول (۵) حضور ندارند). با توجه به دیرگذار بودن اکسید کروم، این رفتار می‌تواند ناشی از حضور این اکسید در فریت باشد، چرا که فریت ۲ که با حذف اکسید کروم از فریت ۱ حاصل شده است، در محدوده دمایی مناسب ذوب شده است. با توجه به این

جدول ۵ دمای نرم‌شوندگی و ذوب فریت‌ها

E <sub>9</sub>	E <sub>8</sub>	E <sub>7</sub>	E <sub>6</sub>	E <sub>5</sub>	E <sub>4</sub>	E <sub>2</sub>	کد فریت
۷۰۰	۷۵۰	۸۰۰	۶۵۰	۷۰۰	۶۵۰	۶۵۰	دمای نرم‌شوندگی (°C)
۷۵۰	۸۳۰	۸۶۰	۷۵۰	۷۵۰	۷۲۵	۷۷۰	دمای ذوب (°C)

جدول ۶ شرایط پخت پوشش E<sub>6-3Cr</sub>

محیط سرمایش	زمان توقف در دمای بیشینه (دقیقه)	دمای پخت (°C)
هوای	۰	۸۰۰
هوای	۱۰	۸۰۰
کوره	۱۰	۸۰۰
کوره	۲	۸۴۰



شکل ۱ نمودار پخت نمونه‌ی E<sub>6-3Cr</sub>

تنش‌های ایجاد شده در نمونه در مقایسه با سرمایش سریع، می‌تواند نتیجه‌ی مطلوب‌تری داشته باشد.

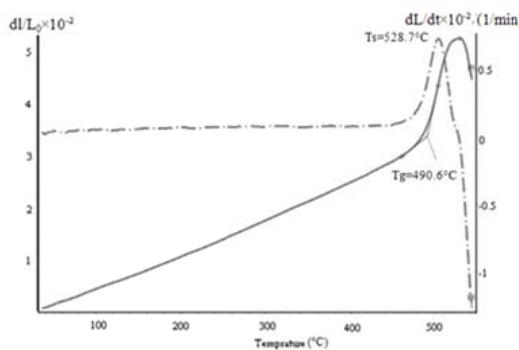
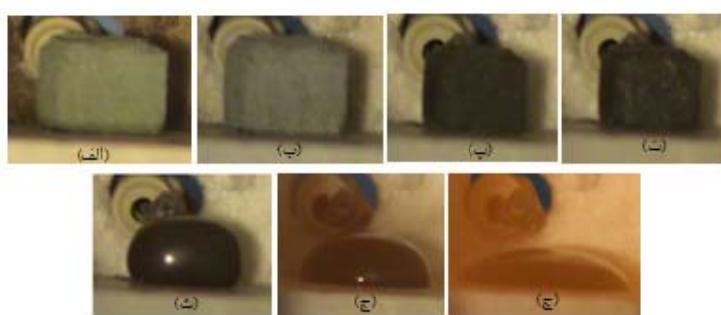
### گرانروی

برای تعیین ثابت‌های معادله‌ی VFT در مورد نمونه‌ی بهینه، دماهای مرجع با استفاده از نمودار دیلاتومتری (شکل (۲)) و تصویرهای میکروسکپ حرارتی (شکل (۳)) مشخص شدند. شکل (۲)، تغییرات طول نمونه را نسبت به طول اولیه‌ی آن (محور عمودی سمت چپ) و نیز مشتق این تغییرات نسبت به زمان (محور عمودی سمت راست) را در دماهای مختلف نشان می‌دهد. در شکل (۳)، مراحل مختلف پخت مینای E6-3Cr از دمای محیط تا ذوب کامل در میکروسکپ حرارتی نشان داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، پیش از رسیدن به دمای نرم‌شوندگی در نمودار دیلاتومتری (C $\sim 530$ )، تغییر خاصی در ابعاد نمونه مشاهده نمی‌شود که این، نشان‌دهنده‌ی عدم اتصال ذرات به‌یکدیگر است. البته، تغییر جزئی در ابعاد به‌دلیل افزایش دما منطقی است. اما، از این دما به بعد (C $\sim 550$ )، کاهش ابعاد آغاز می‌شود و این، نشان‌دهنده‌ی شروع اتصال ذرات به‌یکدیگر و یا آغاز فرایند تفجوشی مینا می‌باشد.

ذوب مینا در دمای C $640$  شروع شده است (شروع پخش‌شدنگی گوشه‌های نمونه) و در دمای C $850$  به پایان رسیده است (تبديل نمونه به یکسوم کره). با توجه به تصویرهای ارائه شده، مشاهده می‌شود که زاویه‌ی تماس مینا با زیرپایه در دمای C $784$  تقریباً ۹۰° می‌باشد. در نتیجه، این دما به عنوان دمای نیم‌کره شدن مینا در نظر گرفته شد.

دماهای مرجع و ثابت‌های محاسبه شده (با استفاده از رابطه‌های (۳)، (۴) و (۵)) در جدول (۷) گزارش شده‌اند.

همان‌گونه که در جدول (۶) دیده می‌شود، نمونه‌ها در شرایط مختلفی از دما، زمان و محیط سرد شدن پخته شده‌اند. نمونه‌ی E6-3Cr ابتدا در دمای C $800$  و بدون توقف پخته شد. نتیجه‌ی پخت مینا در این دما از نقطه نظر اتصال مینا به زیرپایه رضایت‌بخش بود، اما از نظر ظاهری چندان مطلوب نبود. این نقص احتمالاً ناشی از افزایش گرانروی مینا با افزودن اکسید کروم به آن بوده است که مانع از خروج کامل حباب‌های هوای محبوس شده گردیده است. برای بهبود ظاهر نمونه، ابتدا مدت زمان توقف در پیک دمایی پخت تا ۲ دقیقه افزایش یافت، اما این مدت نگهداری کافی نبود و به‌این ترتیب، زمان توقف افزایش یافت. نتیجه‌ی پخت به مدت ۱۰ دقیقه در دمای C $800$  هم رضایت‌بخش نبود. بنابراین، در مرحله‌ی بعدی، از افزایش دما به عنوان عامل کاهنده‌ی گرانروی استفاده شد. با توجه به افزایش نسبتاً سریع سیالیت مذاب با افزایش دما از C $800$  به بعد و احتمال ریزش مینا، رفتار مذاب حین گرمایش درون کوره به‌طور پیوسته کنترل شد و در نهایت، دمای C $860$  به عنوان دمای مناسب (بدون زمان توقف) در نظر گرفته شد. اما، با توجه به آنچه پیش‌تر در رابطه با دمای تاب‌کاری سیم نیکل-کروم گفته شد، می‌توان گفت که دمای C $860$  دمای بالایی برای پخت می‌باشد. بنابراین، دمای پخت تا C $840$  کاهش داده شد و این دما و زمان توقف در آن به میزان ۲ دقیقه، به عنوان شرایط پخت بهینه انتخاب شد. در رابطه با محیط سرمایش هم مشاهده شد که چگونگی سرمایش تأثیر چندانی بر اتصال مینا ندارد، اما با توجه به این که مقاومت‌ها پس از ساخت می‌باید تحت آزمون شوک حرارتی نیز قرار گیرند، احتمالاً سرمایش درون کوره به‌دلیل کاهش

شکل ۲ نمودار دیلاتومتری نمونه‌ی E<sub>6-3Cr</sub>

شکل ۳ تغییرات نمونه‌ی E<sub>6-3Cr</sub> از دمای محیط تا ذوب کامل در میکروسکوپ حرارتی؛ (الف) دمای محیط، (ب) شروع تفجوشی در ۵۵۰ °C، (پ) پایان تفجوشی در ۸۵۰ °C، (ت) شروع ذوب در ۱۴۰ °C، (ث) حداقل سطح تماس در ۷۰ °C، (ج) نیم کره در ۷۸۴ °C، (چ) پایان ذوب (تبدیل به یک سوم کره) در ۸۵۰ °C

جدول ۷ دماهای مرجع و ثابت‌های محاسبه شده معادله VFT

ثابت‌های معادله VFT		دماهای مرجع (°C)			
B	A				
۱۲۲۱/۰	۱/۱	۳۷۸/۲	۷۸۴	۵۲۸/۷	۴۹۰/۶

شیشه‌ی بُروسیلیکات سرب (-3PbO-25B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-12SiO<sub>2</sub>، بر حسب درصد وزنی)، منطقی به نظر می‌رسد [17]، زیرا مقدار سیلیسیس SiO<sub>2</sub> در مینا که افزایش دهنده‌ی گرانروی است، نسبت به شیشه افزایش یافته است و در مقابل، اکسید سرب و اکسید بور که کاهنده‌ی شدید گرانروی هستند، در مینا کاهش یافته است. افزون بر این، مینا حاوی مقادیر نسبتاً بالایی از اکسیدهای آلومینیم (۱۲ درصد وزنی) و کروم (۳ درصد وزنی) می‌باشد که می‌توانند گرانروی را باز هم

شکل (۴)، تغییرات گرانروی را با دما برای مینای E<sub>6-3Cr</sub> و شیشه‌ی بُروسیلیکات سرب (PBS) که با استفاده از نتایج استخراج شده از مرجع [17] رسم شده است، نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، نمودارهای گرانروی این دو ماده شبیه به یکدیگرند، با این تفاوت که نمودار مربوط به مینا نسبت به شیشه به دماهای بالاتر انتقال یافته است. این انتقال به آن معناست که در یک دمای خاص، گرانروی مینا بیش از شیشه است. این اختلاف با توجه به ترکیب شیمیایی

کشش سطحی و زاویه‌ی تماس. برای محاسبه‌ی کشش سطحی، می‌توان از رابطه‌ی (۶) استفاده کرد که حاصل جمع کشش سطحی را بر حسب  $mN/m$  نشان می‌دهد [21]:

$$\gamma_g = \sum_{i=1}^n a_i \gamma_i \quad (6)$$

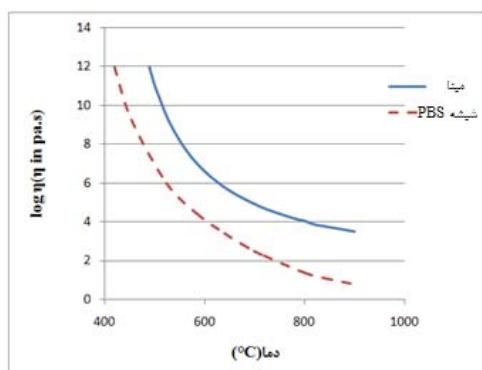
که در آن،  $a_1, a_2, a_3, \dots$  و  $a_n$  درصد وزنی اکسیدهای موجود در لعاب و  $\gamma_1, \gamma_2, \dots$  و  $\gamma_n$  ضریب‌های کشش سطحی اکسیدها در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  می‌باشدند. کشش سطحی در بقیه‌ی دماها ( $F_T$ ), با استفاده از رابطه‌ی (۷) محاسبه می‌شود [21]:

$$\gamma_{GFT} = \gamma_{g900} - 0.04(F_T - 900) \quad (7)$$

که در آن،  $\gamma_{GFT}$  کشش سطحی در دمای دلخواه  $F_T$  می‌باشد. برای تعیین زاویه‌ی تماس بین نمونه‌ی  $E_{6-3\text{Cr}}$  و پایه‌ی چینی، از تصویرهای تهیه شده با میکروسکوپ حرارتی استفاده شد (شکل‌های (۳) و (۵)).

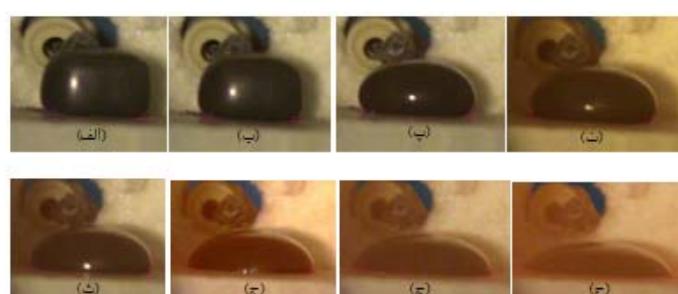
در شکل (۶)، تغییرات زاویه‌ی تماس (ترشوندگی) و کشش سطحی مذاب با دما نشان داده شده است. همان‌گونه که انتظار می‌رود، روند تغییرات کشش سطحی و زاویه‌ی تماس با دما عکس یک‌دیگرند. مشاهده می‌شود که کشش سطحی با افزایش دما به صورت خطی کاهش می‌یابد.

افزایش دهنده [۱۴]. با توجه به نتایج در شکل (۴)، گرانروی مینای مذاب در پیک دمایی پخت ( $840^{\circ}\text{C}$ )  $10^{3.781}$  Pa.s می‌باشد. گرانروی به دست آمده در این دما، در بازه‌ی گرانروی ایده‌آل برای مذاب‌ها در پیک دمایی پخت (یعنی  $10^{3-4}$  Pa.s) [15] قرار دارد و تقریباً با گرانروی مناسب برای نقطه‌ی کاری (یعنی  $10^3$  Pa.s) برابر است [۲۰].

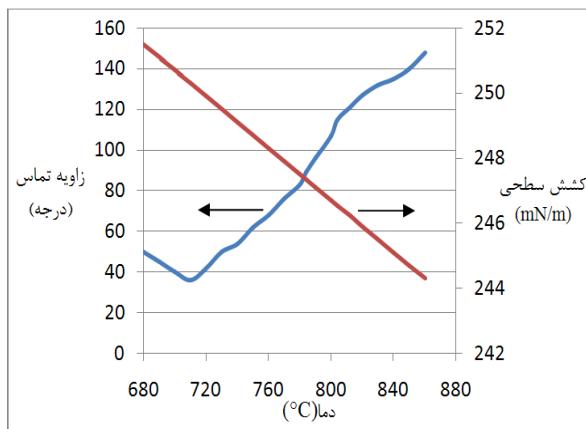


شکل ۴ تغییرات گرانروی نمونه‌ی  $E_{6-3\text{Cr}}$  با دما در مقایسه با شیشه‌ی بُروسیلیکات سرب

دماهای نرم‌شوندگی و ذوب به دست آمده نشان می‌دهند که مینا دارای محدوده دمایی پخت وسیعی است ( $840-860^{\circ}\text{C}$ ). این برای مینا یک مزیت به حساب می‌آید، زیرا امکان پخت آن در یک محدوده دمایی وسیع، بدون ایجاد عیب، فراهم می‌شود [۱۴].



شکل ۵ تصویرهای میکروسکوپ حرارتی از نمونه‌ی  $E_{6-3\text{Cr}}$  ذوب شده بر روی پایه‌ی چینی برای تعیین زاویه‌ی تماس؛ (الف)  $780^{\circ}\text{C}$ ، (ب)  $800^{\circ}\text{C}$ ، (ث)  $820^{\circ}\text{C}$ ، (ج)  $840^{\circ}\text{C}$ ، (د)  $860^{\circ}\text{C}$ ، (ه)  $880^{\circ}\text{C}$ ، (ز)  $900^{\circ}\text{C}$  و (ب)  $920^{\circ}\text{C}$

شکل ۶ تغییرات زاویه‌ی تماس و کشش سطحی مربوط به مینای E<sub>6-3C</sub> با دما

می‌یابند. در این مرحله از فرایند، نیروهای تماسی فصل مشترک مینا-زیرپایه افزایش می‌یابند. زاویه‌ی تماس بین مینا و زیرپایه به دلیل ترشوندگی افزایش می‌یابد، تا این‌که زاویه‌ی تماس به  $90^{\circ}$  (نیم‌کره) برسد. هنگامی که دما از مقدار مربوط به حالت نیم‌کره فراتر می‌رود، زاویه‌ی تماس از  $90^{\circ}$  بیشتر می‌شود [16]. زاویه‌ی تماس با سطح در دمای  $784^{\circ}\text{C}$  تقریباً  $90^{\circ}$  می‌باشد که نشان‌دهنده‌ی حالت نیم‌کره است. پوشش در دمای پخت ( $840^{\circ}\text{C}$ ) کاملاً ذوب می‌شود و زاویه‌ی تماس نیز برابر با  $135^{\circ}$  می‌باشد که نشان‌دهنده‌ی ترشوندگی مناسب سطح توسط مذاب است. باید توجه کرد که زاویه‌ی تماس در نقطه‌ی ذوب به بیشترین مقدار خود می‌رسد و سطح را کاملاً می‌پوشاند. مقادیر کشش سطحی محاسبه شده با مقادیر اندازه‌گیری شده توسط شارتیسیس و همکاران در مورد شیشه‌های سیلیکات سربی اختلاف چندانی ندارند [19]. بالا بودن کشش سطحی را می‌توان به نوع ترکیب مینا مربوط دانست. به طور کلی، میناهایی که گران‌روی بالایی دارند از کشش سطحی بالایی نیز برخوردارند. با توجه به این‌که مینا دارای مقدار زیادی اکسید آلمینیم است و اکسید آلمینیم پس از اکسید منیزیم بالاترین ضریب دیتزل (Dietzel factor) کشش سطحی را دارد

نمودار تغییرات زاویه‌ی تماس با دما نشان می‌دهد که با افزایش دما در محدوده دمایی  $710^{\circ}\text{C}$  تا  $780^{\circ}\text{C}$  (از نقطه‌ی نرم‌شوندگی تا دمایی که نمونه کروی شکل می‌شود)، زاویه‌ی تماس کاهش می‌یابد و در دمای  $710^{\circ}\text{C}$  به کمترین مقدار خود ( $36^{\circ}\text{درجه}$ ) می‌رسد. در واقع در این حالت، سطح تر نمی‌شود. دلیل این پدیده آن است که مینا در طول فرایند ذوب شدن، فازی از جنس ماده‌ی مرکب تشکیل می‌دهد که مخلوطی از جامد و مایع است. هنگامی که فاز مذاب ظاهر می‌شود، انقباض (گرد شدگی) کمی را می‌توان در ناحیه‌ی تماس بین مینا و زیرپایه مشاهده کرد (شکل ۳-۳). با افزایش دما در مرحله‌ی اولیه‌ی ذوب شدن (از شروع نرم‌شدن تا رسیدن به حداقل زاویه‌ی تماس)، زاویه‌ی تماس بین مینا و زیرپایه کاهش می‌یابد و شکل نمونه به سمت کروی پیش می‌رود. بیشترین میزان کروی شدن زمانی است که زاویه‌ی تماس به کمترین مقدار خود می‌رسد. در این دما، مقدار مذاب ایجاد شده که به نیروهای فصل مشترک داخلی جامد-مایع واپس است، به اندازه‌ای است که می‌تواند بیشترین همبستگی را در نمونه ایجاد کند. با افزایش بیشتر دما که با افزایش مقدار مذاب و کاهش گران‌روی همراه است، نیروهای فصل مشترک داخلی کمتر می‌شود و در نتیجه، نیروهای همبستگی کاهش

مینای  $E_6$  حاوی ۳ درصد وزنی اکسید کروم دارای خواص مناسب است. نتایج نشان دادند که شرایط پخت برای مینای انتخاب شده، توقف به مدت ۲ دقیقه در دمای  $840^{\circ}\text{C}$  می‌باشد. بررسی رفتار ذوب پوشش با استفاده از میکروسکوپ حرارتی و کاربرد معادله‌ی VFT<sup>۳۷۸۱</sup>، گرانروی مینا در دمای پخت را برابر با  $10\text{ Pa.s}$  تعیین کرد که در محدوده‌ی گرانروی ایده‌آل برای میناهای در دمای پخت قرار دارد. کشش سطحی مینای مذاب  $245/1\text{ mN/m}$  و زاویه‌ی تماس با سطح  $135^{\circ}$  بود که ترشوندگی مناسبی را می‌توانند ایجاد کنند.

و نیز، با توجه به حضور اکسید کروم با تأثیری مشابه با اکسید آلمینیم در افزایش کشش سطحی، این رفتار منطقی به نظر می‌رسد. البته با وجود بالا بودن کشش سطحی مینا، مشاهده می‌شود که ترکتندگی مینا قابل‌توجه است. از سوی دیگر، بالا بودن کشش سطحی می‌تواند میزان تبخیر و فراریت اجزای مینا را کاهش دهد [۱۹].

### نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، پس از بررسی پوشش‌های مختلف، پوشش مناسب بر اساس دمای پخت و اتصال به زیرپایه انتخاب شد. نتایج تحقیق نشان دادند که

### مراجع

1. Marbaker, E., "Coatings for Wire-Wound Resistors", Am. Ceram. Soc, Vol. 28, pp. 329-342, (1945).
2. Jones, D., "Navy electricity and electronics training", naval education and training professional development and technology center, Washington, D.C., (1998).
3. Hailing, J., "Power wire-wound resistors", electronics and power, Vol. 29, pp. 244-245, (1983).
4. Hubertus, J., deceased, J., "wire-wound resistor", US patent NO.4406994, (1983).
5. Deyrup, A. J., "Enamels for resistors", US patent NO.2425032, (1944).
6. Costa, U., Electrical resistor with a polycrystalline ceramic cover and process for Manufacture, US patent NO. 3919682, (1975).
7. ASM Handbook. Vol. 2, "Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials", pp. 822-839, (2000).
8. Hong, F., Holland, D., "Studies of interface reactions between glass ceramic coatings and metals", Non-crystalline solids, Vol. 112, pp. 357-363, (1989).
9. Grunling, H., Schneider, K., "Coating in industrial gas turbines: experience and further requirements", thin solid films, Vol. 184, pp. 1-15, (1981).
10. Hong, F., Holland, D., "Bonding glass ceramics to high temperature alloys, surface and coating technology", Vol. 39, pp. 19-27, (1989).
11. Goodman, G., "Porcelain enamel", US patent NO. 2481474, (1949).
12. Cahill, R., "Process for wire-wound resistor", US patent NO.2994945, (1957).
13. Zubekhin, A., Manysheva, E. and Ochkurova, L., "technological species of devitrified composite heat-resistant coatings for nichrome alloys", glass and ceramics, Vol. 57, pp. 30-33, (2000).

۱۴. میر محمد عباسیان، "صنعت لعاب سازی و رنگ های آن"، انتشارات گوتنبرگ، صفحه ۶۶-۶۴ (۱۳۷۹).
15. Ahmed, M., Earl, D., "Characterizing glaze-melting behavior via HSM", Am. Ceram. Soc. Bull, Vol. 81, pp. 47-51, (2002).
16. Dumitache, R., "melting behavior of feldspar porcelain glazes", U.P.B. Sci. Bull, Vol. 68, pp. 3-16, (2006).
17. Prabhu, A., Gary, L. and Vest, R., "viscosity and surface tension of a molten lead borosilicate glass", Am. Ceram. Soc, Vol. 58, pp. 144-145, (1975).
18. Fujino, S., Hwang, C. and Morinaga, Kenji., "density, surface tension and viscosity of PbO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> glass melts", Am. Ceram. Soc, Vol. 187, pp. 10-16, (2004).
19. Shartsiss, L., Spinner, S. and Smock, A., "Surface Tension of Compositions in the Systems PbO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and PbO-SiO<sub>2</sub>", Am. Ceram. Soc, Vol. 31, pp. 23-27, (1948).
۲۰. واهاک مارقوسیان، "شیشه: ساختار، خواص و کاربرد"، انتشارات دانشگاه علم و صنعت ایران، چاپ دوم، صفحه ۲۲۵-۲۱۸ (۱۳۸۶).
21. Dietzel, A., "Emaillierung Wissenschaftliche Grundlagen and Grundzuge der Technologie", Springer Verlag., Berlin, pp. 352-358, (1981).

