



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00886**

(22) Data de depozit: **22/11/2016**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/01/2020** BOPI nr. **1/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2018 BOPI nr. **5/2018**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **TSAKIRIS VIOLETA,
ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR. 18, BL. 23,
SC. B, ET. 4, AP. 66, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ENESCU ELENA, DRUMUL TABEREI
NR.64, BL.F 4, SC.5, AP.80, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **LUCACI MARIANA, BD.DINICU GOLESCU
NR.39, BL.5, SC.2, ET.5, AP.54, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **LUNGU MAGDALENA-VALENTINA,
BD.IULIU MANIU NR.65, BL.7 P, SC.7, ET.2,
AP.211, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **PATROI DELIA, STR. VATRA DORNEI
NR.11, BL.18 B+C, SC.2, ET.1, AP.49,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **CIRSTEA CRISTIANA DIANA,
STR. PORUMBACU NR. 1, BL. 24, SC. C,
ET. 7, AP. 151, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **TĂLPEANU DORINEL,
ALEEA BĂRBĂTEȘTI NR. 1, BL. 58, SC. 2,
ET. 1, AP. 26, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 102362; KR 20040035448 A

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A CONTACTELOR ELECTRICE
PE BAZĂ DE CARBURĂ DE WOLFRAM**



RO 132591 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a contactelor electrice pe bază de
2 carbură de wolfram, prin sinterizarea în plasmă a unor materiale compozite formate din
3 amestecuri de pulberi elementale de WC, Ag și Co, pentru a fi utilizate în construcția
4 camerelor de stingere în vid pentru contactoarele electromagnetice de joasă și medie
5 tensiune, capabile să funcționeze la curenți nominali de 200...630 A, în scopul înlocuirii
6 contactoarelor electromagnetice cu comutație în aer.

7 Se cunoaște faptul că pentru contactele electrice utilizate în construcția aparatelor
8 cu comutație în vid (întreruptoare, contactoare) sunt necesare anumite cerințe, cum ar fi:
9 curent tăiat redus, capacitate de conectare și deconectare mărită, rezistența la eroziune la
10 arc electric, tendința scăzută la sudare, conductivitate electrică și termică crescută,
11 caracteristici care sunt dependente de aliajul și metoda de fabricație a contactelor electrice,
12 și pot fi îndeplinite numai dacă pentru materialul de contact se obține o microstructură cu o
13 granulație fină și omogenă [1-4].

14 La deconectarea circuitelor inductive, la curenți mai mici de 100 A, datorită difuziei
15 rapide a vaporilor metalici în camera de stingere, arcul electric se stinge înainte de trecerea
16 curentului electric prin valoarea zero, și conduce la apariția fenomenului de smulgere de
17 curent și de supratensiune de comutație. Se constată experimental că, la valori mai mici de
18 5 A ale curentului tăiat, supratensiunea rezultată nu periclitează izolația rețelei [5].

19 Cele mai reprezentative materiale de contact pentru contacte electrice utilizate la
20 contactoarele cu comutație în vid sunt cele din sistemele W-Cu (Cu = 20-30%) și WC-Ag
21 (Ag = 40%), care pot fi obținute prin tehnica Metalurgiei Pulberilor (MP).

22 Se cunosc mai multe metode de realizare a contactelor electrice pentru comutație în
23 vid, și anume:

24 - amestecare pulberi (amestecare simplă, măcinare mecanică sau aliere mecanică)-
25 presare-sinterizare-represare [6-8];

26 - amestecare pulberi (amestecare simplă, măcinare mecanică sau aliere mecanică)-
27 presare-sinterizare-infiltrare [7-10];

28 - placarea electrochimică a carburii de wolfram cu argint, prin metode chimice, pentru
29 obținerea pulberii de WAg-presare-sinterizare în fază lichidă [11];

30 - amestecare pulberi-aliere mecanică-presare izostatică la cald [12].

31 Dezavantajele legate de procedeele cunoscute de realizare a contactelor electrice
32 sunt evidențiate în continuare:

33 - metoda de obținere a contactelor electrice pentru comutație în vid, urmărindu-se
34 etapele fluxului tehnologic: amestecare-presare-sinterizare-represare, deși este ieftină,
35 prezintă inconvenientul că materialul de contact are un grad ridicat de porozitate remanentă
36 și incluziuni gazoase;

37 - utilizarea metodei de obținere a contactelor electrice pentru comutație în vid prin
38 amestecare-presare-sinterizare-infiltrare asigură cele mai bune proprietăți electrice pentru
39 materialele de contact, un grad mare de densificare (97%), însă necesită energie termică
40 ridicată, ceea ce implică un preț de cost mai ridicat al contactelor electrice. De asemenea,
41 prin implicarea procesului de infiltrare în procedeu de obținere a contactelor electrice apar
42 o serie de inconveniente, cum ar fi: dificultate în obținerea unor compoziții fixe, acestea
43 variind între anumite limite, sau posibilitatea inducerii defectelor structurale în materialul de
44 contact, ceea ce duce la obținerea unor caracteristici diferite;

45 - prin procedeu de obținere a contactelor electrice pentru aparatura de comutație în
46 vid, prin presarea pulberilor WAg rezultate prin placarea electrochimică a carburii de wolfram
47 cu argint prin metode chimice, urmată de sinterizarea în faza lichidă, apare posibilitatea
48 formării unor depozite (de exemplu, pe pereții vasului), fiind astfel dificil de controlat
49 conținutul final al compozitului WAg;

RO 132591 B1

- procedeul de obținere a contactelor electrice prin amestecare pulberi-aliere mecanică-presare izostatică la cald (Hot Isostatic Press-HIP) conduce la obținerea de contacte cu proprietăți electrice ridicate, însă având în vedere viteza destul de redusă de încălzire a cuptoarelor destinate preselor la cald, care necesită temperaturi ridicate de sinterizare, rata de productivitate este redusă.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unor contacte electrice din sistemul WC-Ag, cu microstructuri omogene și granulație fină, și cu proprietăți fizico-mecanice, electrice și funcționale ridicate (valoarea curentului mediu tăiat mai mică de 5 A), care pot fi utilizate pentru contactoare cu comutație în vid, atât pentru tensiuni joase, cât și pentru tensiuni medii.

Procedeul conform invenției rezolvă această problemă prin aceea că, în scopul obținerii de contacte electrice din sistemul WC-Ag, cu un conținut de 40% Ag și de Co (0%, 0,5% și 2%) și rest WC, în procente gravimetrice, cu performanțe superioare din punct de vedere al proprietăților fizico-mecanice, electrice și funcționale, folosește pulberi elementale foarte fine de WC (2...4 μm), Ag (< 63 μm) și Co (< 15 μm), pulberi care se amestecă mecanic, și apoi se supun operației de omogenizare într-un omogenizator automat, la o viteză de rotație a tobei de 40 rpm și o durată de omogenizare de 5...7 h, în condițiile în care, în timpul procesului de omogenizare a pulberilor, se folosesc bile din oțel austenitic de diametru 5 mm; raportul de masă bile:pulberi este de 1:1, după care amestecul astfel omogenizat se introduce într-o matriță de grafit și se sinterizează în plasmă, în vid (600 hPa), la o presiune de presare de 50 MPa, temperaturi de 920...925°C și un palier de sinterizare de 3...5 min, cu o viteză de încălzire de 100°C/min și viteza de răcire de 100°C/min.

Un procedeu modern de fabricație a contactelor electrice, cu performanțe funcționale superioare, este tehnica de sinterizare în plasmă SPS (Spark Plasma Sintering), care permite obținerea oricărei compoziții, densități apropiate de densitatea teoretică, și microstructuri care păstrează proprietățile inițiale ale componentelor [13-18]. De exemplu, materialul W-15% Cu sinterizat în plasmă la o temperatură de sinterizare de 1300°C prezintă următoarele proprietăți: densitatea relativă: 99,60%, densitatea realizată: 16,39 g/cm³; rezistență la rupere transversală 1400,9 MPa; duritate Rockwell: 45,2 HRC și conductivitate termică: 196 W/mK [18].

Procesul de sinterizare în plasmă este activat într-un câmp electric, ceea ce conduce la obținerea de materiale de contact cu grad mare de densificare. În acest caz, atât matrița, cât și materialul de sinterizat sunt încălzite la trecerea directă a unui curent electric pulsant, care se propagă prin sistemul piston-probă-matriță, la tensiune joasă, astfel încât sunt posibile durate de ciclu foarte scurte, de ordinul câtorva minute. În timpul procesului SPS, în zonele de contact dintre particulele de pulberi apar microarcuri electrice, induse de impulsurile scurte de curent (câteva milisecunde), în condițiile în care intensitatea câmpului electric este suficient de înaltă. Prin urmare, temperatura și presiunea cresc rapid, local, în zona acestor microarcuri, iar gazele adsorbite și umiditatea sunt eliminate.

Obiectul invenției este găsirea unui procedeu simplu și rapid pentru realizarea unor contacte electrice pe bază de carbură de wolfram, cu microstructuri omogene și granulație fină, având proprietăți fizico-mecanice, electrice și funcționale ridicate, astfel încât să poată fi utilizate la contactoare cu comutație în vid cu funcționare la curenți nominali de 200...630 A, în scopul înlocuirii contactoarelor electromagnetice clasice (cu comutație în aer) de 200...630 A.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- permite realizarea unor contacte electrice pentru comutație în vid cu microstructură fină și uniform dispersată, cu caracteristici funcționale ridicate;

- permite efectuarea concomitentă a operațiilor de presare-sinterizare prin tehnica sinterizării în plasmă;

- asigură viteza de încălzire ridicată pentru sinterizarea compactului presat și, respectiv, viteza mare de răcire a comprimatului sintetizat (de ordinul sutelor de grade pe minut); permite temperaturi mari de sinterizare într-un timp foarte scurt;

RO 132591 B1

1 - asigură un grad ridicat de densificare;
2 - este eficient prin consum mic de energie, datorită procesării rapide și încălzirii
3 localizate;
4 - asigură reproductibilitatea compoziției chimice și a proprietăților fizico-mecanice și
5 funcționale ale contactelor electrice; conferă siguranța în exploatare și fiabilitate;
6 - prin utilizarea de impulsuri scurte de curent continuu în procesul SPS, se produce
7 o activare suplimentară a sinterizării, datorită proceselor care se desfășoară în punctele de
8 contact ale particulelor de pulbere (încălzire prin efect Joule, formarea de plasmă, migrarea
9 electronilor etc.), astfel încât se poate lucra la temperaturi și/sau presiuni de presare
10 semnificativ mai mici decât la presarea la cald convențională, respectiv, sinterizarea
11 convențională;
12 - permite realizarea de contacte electrice care pot fi utilizate pentru contactoare cu
13 comutație în vid, atât pentru tensiuni joase, cât și pentru tensiuni medii;
14 - permite realizarea unui material compozit care să asigure reducerea curenților de
15 tăiere și limitarea supratensiunii de comutație;
16 - asigură creșterea duratei de viață a contactului electric și, implicit, a ansamblului
17 cameră-contact și a rezistenței la eroziune a materialului de contact electric.
18 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției în legătură cu fig. 1...5, care
19 reprezintă:
20 - fig. 1, etapele fluxului tehnologic pentru obținerea materialelor compozite din
21 sistemul WC-Ag, cu și fără adaos de Co, prin metoda MP care implică procesul SPS;
22 - fig. 2, aspectul morfologic inițial al pulberii de WC, cu rol de matrice în materialul de
23 contact, x 20000;
24 - fig. 3, aspectul morfologic inițial al pulberii de Ag, x 5000;
25 - fig. 4, aspectul morfologic inițial al pulberii de Co, x 5000;
26 - fig. 5, aspectul microstructural al materialului compozit WC-40% Ag, sinterizat prin
27 SPS la 925°C/5 min, în secțiune longitudinală și în stare neatacată;
28 - fig. 6, aspectul microstructural al materialului compozit WC-40% Ag cu 2% Co,
29 sinterizat prin SPS la 925°C/5 min, în secțiune longitudinală și în stare neatacată.
30 Procedul conform invenției, de realizare a contactelor electrice pe bază de WC,
31 conținând 58...60% WC, 0...2% Co și 40% Ag (procente gravimetrice), urmărește etapele
32 fluxului tehnologic din fig. 1 și folosește amestecuri mecanice de pulberi foarte fine, uniform
33 distribuite, constând din pulberi elementale de WC, cu o dimensiune de grăunte cuprinsă în
34 intervalul 2...4 μm și având un conținut total de carbon de 6,11%, densitate 15,63 g/cm³,
35 punct de topire 2870°C (fig. 2), pulberi de Ag de puritate 99,9% și cu o dimensiune de
36 grăunte mai mică de 63 μm, densitate 10,5 g/cm³, punct de topire 961°C (fig. 3) și pulberi de
37 Co de puritate 99,9% și cu o dimensiune de grăunte mai mică de 15 μm, densitate 8,9 g/cm³,
38 punct de topire 1495°C (fig. 4), care se supun operației de omogenizare mecanică într-un
39 omogenizator automat, la o viteză de rotație a tobei de 40 rpm și o durată de omogenizare
40 de 5...7 h. În timpul omogenizării amestecurilor fine din materiale de contact WC-Ag și WC-
41 Ag-Co se folosesc bile din oțel inoxidabil, de diametru 5 mm, la un raport de masă
42 pulberi:bile de 1:1. Amestecurile de pulberi omogenizate se sinterizează prin tehnica SPS,
43 în vid (600 hPa), la o presiune de presare de 50 MPa, la temperaturi de sinterizare de
44 920...925°C, la o viteză de urcare a temperaturii de 100°C/min și un timp de menținere pe
45 palierul de sinterizare de 3...5 min, cu o viteză de răcire de 100°C/min, la o durată de impuls
46 de 12 ms, durată pauză impuls de 2 ms și cu pauză suplimentară de 2 ms la 24 impulsuri,
47 obținându-se contacte electrice sub formă de piese cilindrice de diametru 20^{+0,5} mm și
48 înălțime 3^{+0,5} mm, cu microstructuri omogene și granulație fină, uniform distribuită în matricea
49 de bază (fig. 5 și 6), cu un grad de densificare ridicat (96,66...97,63%), valori ridicate ale
50 durității Vickers (178,5...207,5 HV) și ale modulului de elasticitate (153,8...206,6 GPa), valori
51 ridicate ale conductivității electrice (19,5...21,75 m/Ω·mm²) și ale caracteristicilor funcționale
(valori foarte reduse ale curentului mediu tăiat: 0,39...0,59 A).

RO 132591 B1

Bibliografie	1
[1]. Slade, G.: <i>Electric Contacts for Power Interruption: A Review</i> . 20 th ICEC, 2000, p. 239-245.	3
[2]. Ludwar, W.F. Rieder, <i>Proc. 13-th Int. Conf. on Electric Contacts</i> , Lausanne, 1986, p. 156.	5
[3]. Kim J C and Moon I H., <i>Sintering of Nanostructured W-Cu Alloys Prepared by Mechanical Alloying[J]. NanoStructured Materials</i> , 2002, 335(1-2): 283-290.	7
[4]. Z. Qiaoxin, S. Xiaoliang, Y. Hua, D. Xinglong, <i>Microstructure and Properties of W-15 Cu Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering Process</i> , Journal of Wuhan University of Technology-Mater, Sci. Ed, Jun 2008, p. 401.	9 11
[5]. Hortopan, G., <i>Aparate electrice de comutație - vol. 2</i> , Editura Tehnică, București, 1996.	13
[6]. Peter Kläusler, Frank H Mueller, Oswald Schrott, Hans Hauser, <i>WC-Ag Contact Materials with Improved Homogeneity-Robert Grill</i> , RM20, pp. 200-211 (6).	15
[7]. Tsutomu Okutomi, Atsushi Yamamotu, Tsuneyo Seki, Tadaaki Sekiguchi - <i>Contacts material</i> , US Patent 6024896 (Feb 15, 2000).	17
[8]. Tsutomu Okutomi, Atsushi Yamamotu, Tsuneyo Seki, Tadaaki Sekiguchi, <i>Contacts material</i> , European patent Application EP 0863521 A2 (06.03.1998).	19
[9]. Masaru Kato, Hitoshi Takeuchi, Toshiaki Horiuchi, <i>Contact for vacuum interrupter</i> , US Patent no. 4299889 (Nov. 10, 1981).	21
[10]. V. Tsakiris, M. Lungu, E. Enescu, D. Pavelescu, G. Dumitrescu, A. Radulian, V. Braic, <i>W-Cu composite materials for electrical contacts used in vacuum contactors</i> , <i>Optoelectronics and Advanced Materials</i> , Vol. 15, No. 9-10, September - October 2013, pp. 1090-1094.	23 25
[11]. Hula, RC - <i>Diploma Thesis</i> , Vienna, TU, 2007.	
[12]. V. Tsakiris, M. Lungu, E. Enescu, D. Pavelescu, Ghe. Dumitrescu, A. Radulian, N. Mocioi, <i>Nanostructured W-Cu electrical contact materials processed by hot isostatic pressing</i> , <i>Acta Physica Polonica A</i> , Vol. 125 (2014), No. 2, p. 348-352.	27 29
[13]. Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, <i>The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method</i> , Journal of Materials Science, Vol. 41 (2006), pp. 763-777.	31
[14]. R. Orru, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti, G. Cao, <i>Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering</i> , <i>Mat. Sci. Eng. R</i> , Vol. 63 (2009), pp. 127-287.	33 35
[15]. M. Mulukutla, A. Singh, S.P. Harimkar, <i>Spark Plasma Sintering for Multi-scale Surface Engineering of Materials</i> , <i>JOM</i> , Vol. 62, Nr. 6 (2010), pp. 65-71.	37
[16]. J.J. Raharijaona, J.M. Missiaen, and D. Bouvard - <i>A Phenomenological Analysis of Sintering Mechanisms of W-Cu from the Effect of Copper Content on Densification Kinetics</i> , <i>Metallurgical And Materials Transactions A</i> , Vol. 42A, August 2011, pp. 2411-2419.	39
[17]. Wenge Chen, Zhanying Kang, and Bingjun DING - <i>Preparation and Arc Breakdown Behavior of Nanocrystalline W-Cu Electrical Contact Materials</i> , Journal of Materials Science and Technology, Vol. 21, No. 6, 2005, pp. 875-878.	41 43
[18]. Zhang Qiaoxin, Shi Xiaoliang, Yang Hua, DU AN Xinglong - <i>Microstructure and Properties of W-15Cu Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering Process</i> , Journal of Wuhan University of Technology-Mater, Sci. Ed, Jun 2008, p. 401.	45 47

RO 132591 B1

Revendicări

1

3

1. Procedeu de obținere a contactelor electrice pe bază de carbură de wolfram, având compoziția cu 58...60% WC, 0...2% Co și 40% Ag (procente gravimetrice), **caracterizat prin aceea că**, pentru obținerea de contacte electrice din sistemul WC-Ag, cu și fără adaos de Co, se folosesc pulberi elementale foarte fine de WC de dimensiune 2...4 μm , Ag < 63 μm și Co < 15 μm , pulberi care se amestecă mecanic și se omogenizează într-un omogenizator automat, la o viteză de rotație a tobei de 40 rpm și o durată de omogenizare de 5...7 h, după care amestecurile astfel omogenizate se introduc în matrițe de grafit și se sinterizează în plasmă, în vid, la 600 hPa, la o presiune de presare de 50 MPa, temperaturi de sinterizare de 920...925°C, la o viteză de urcare a temperaturii de 100°C/min și un timp de menținere pe palierul de sinterizare de 3...5 min, cu o viteză de răcire de 100°C/min, la o durată de impuls de 12 ms, durată pauză impuls de 2 ms și cu pauză suplimentară de 2 ms la 24 impulsuri, obținându-se contacte electrice sub formă de piese cilindrice de diametru $20^{+0,5}$ mm și înălțime $3^{+0,5}$ mm, cu microstructuri omogene și granulație fină uniform distribuită în matricea de bază.

5

7

9

11

13

15

17

2. Procedeu de obținere a contactelor electrice conform cu revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** piesele cilindrice obținute au un grad de densificare de 96,66...97,63%, duritate Vickers de 178,5...207,5 HV, modul de elasticitate de 153,8...206,6 GPa, valori ale conductivității electrice de 19,5...21,75 $\text{m}/\Omega\cdot\text{mm}^2$, și ale caracteristicilor funcționale ale curentului mediu tăiat: 0,39...0,59 A.

19

21

23

3. Procedeu de obținere a contactelor electrice conform cu revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** pentru omogenizare se folosesc bile din oțel inoxidabil, de diametru 5 mm și într-un raport bile:pulberi de 1:1.

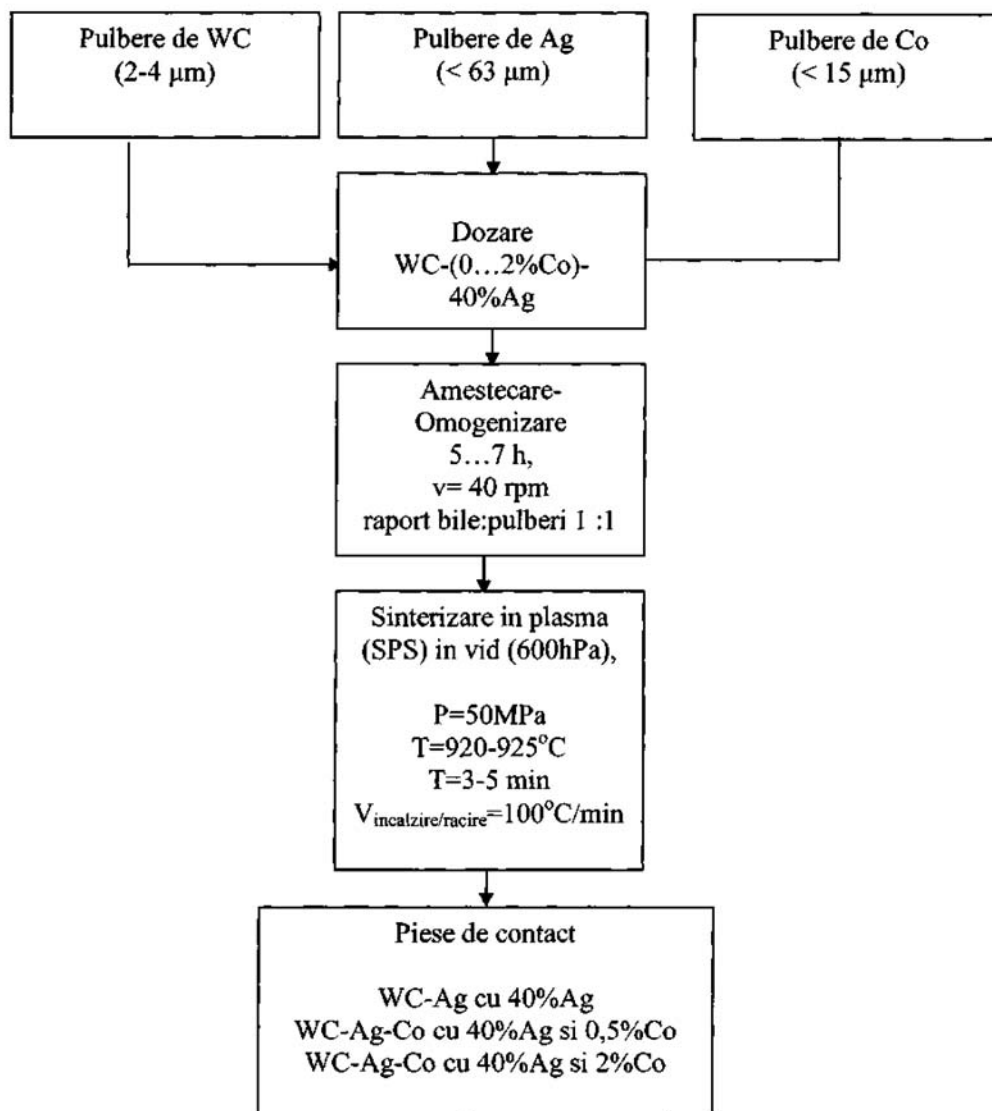


Fig. 1

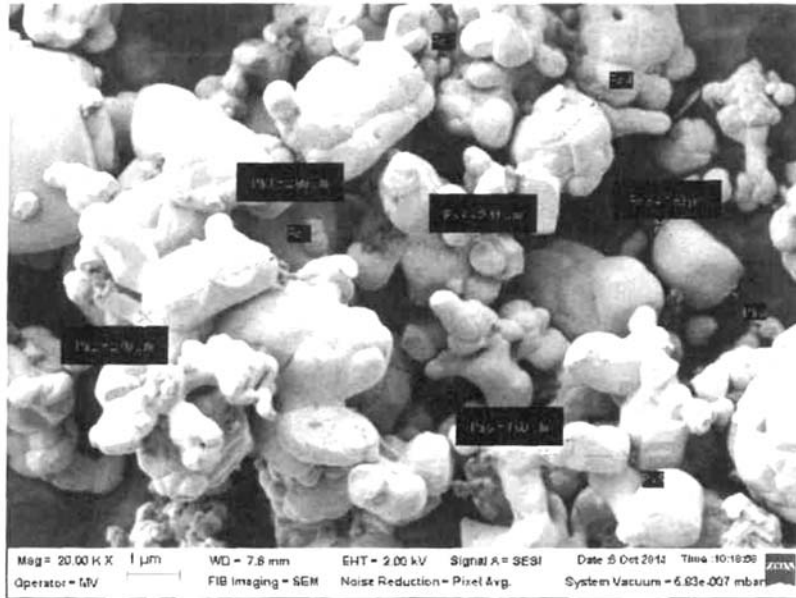


Fig. 2

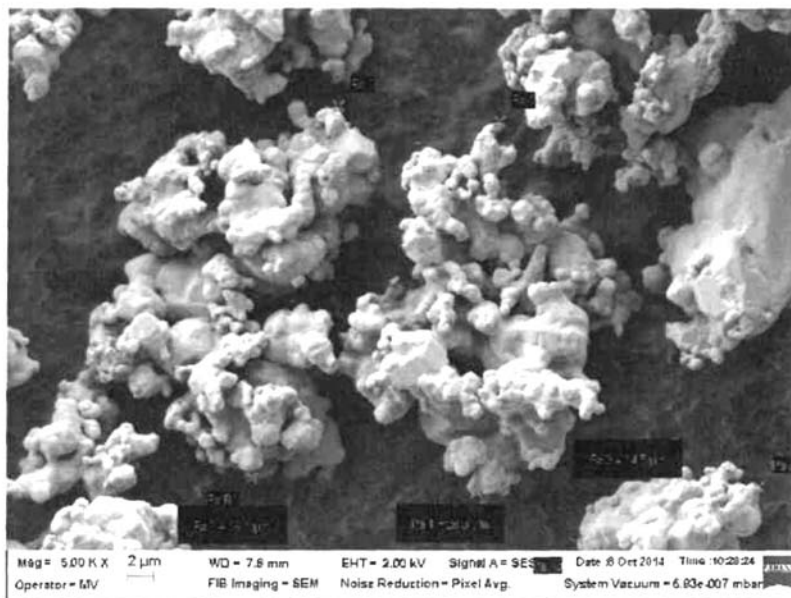


Fig. 3

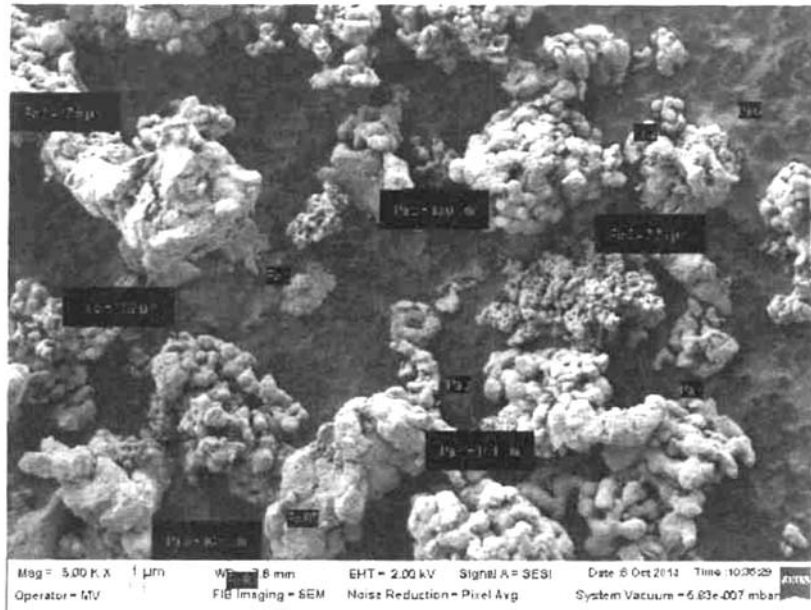


Fig. 4

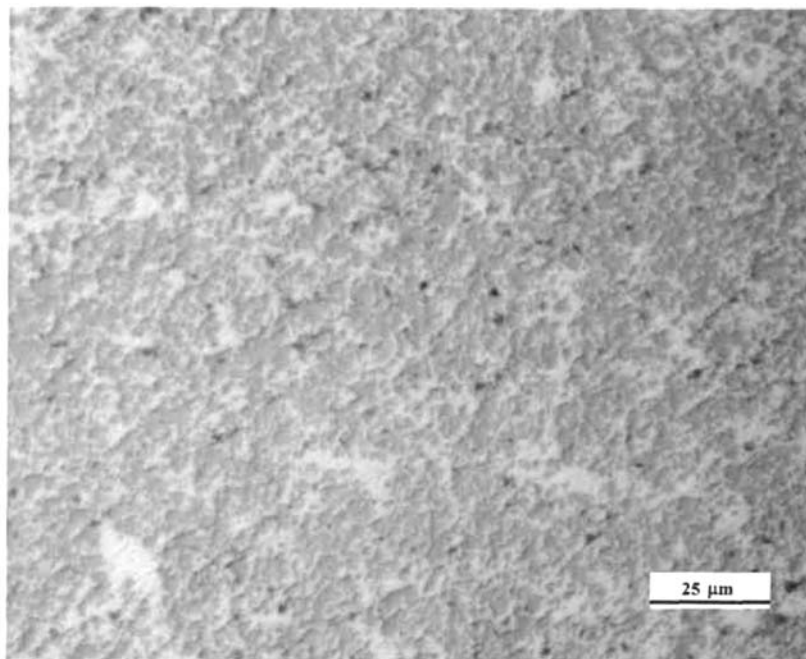


Fig. 5

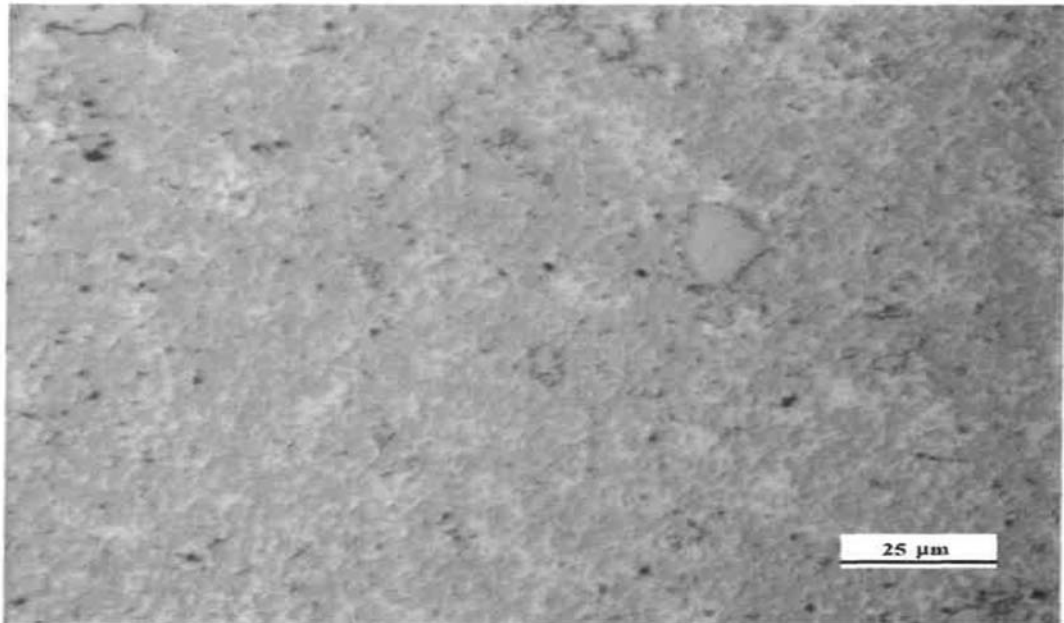


Fig. 6