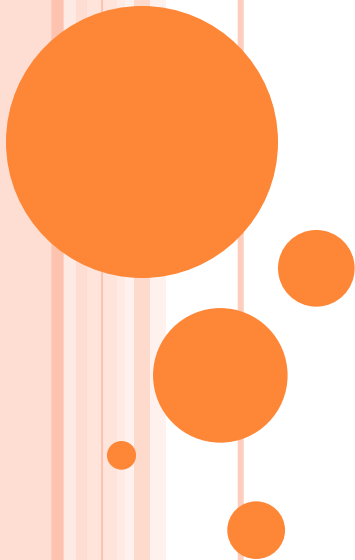


EKSPERTIZA POŽARA

Fizičko–hemijski metodi za ispitivanje tragova

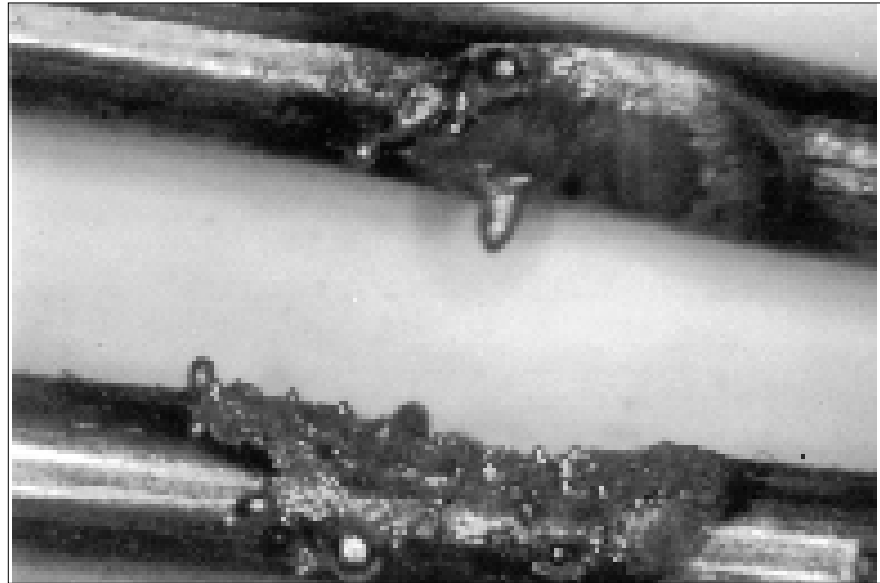
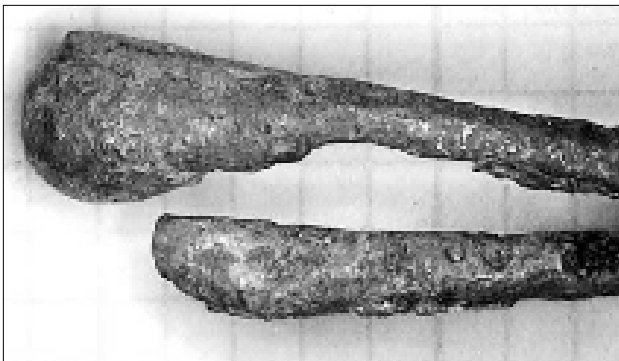
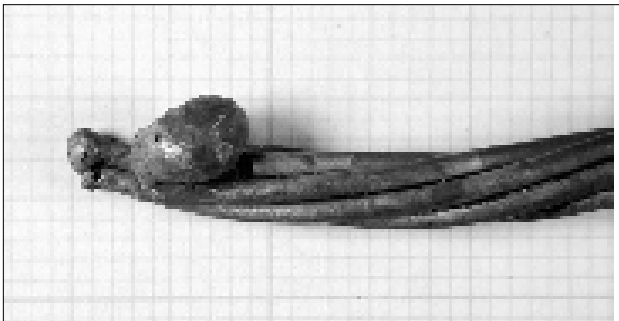
Rendgenska difrakcija

– primeri laboratorijske analize –



KRATAK SPOJ – Osnovne činjenice

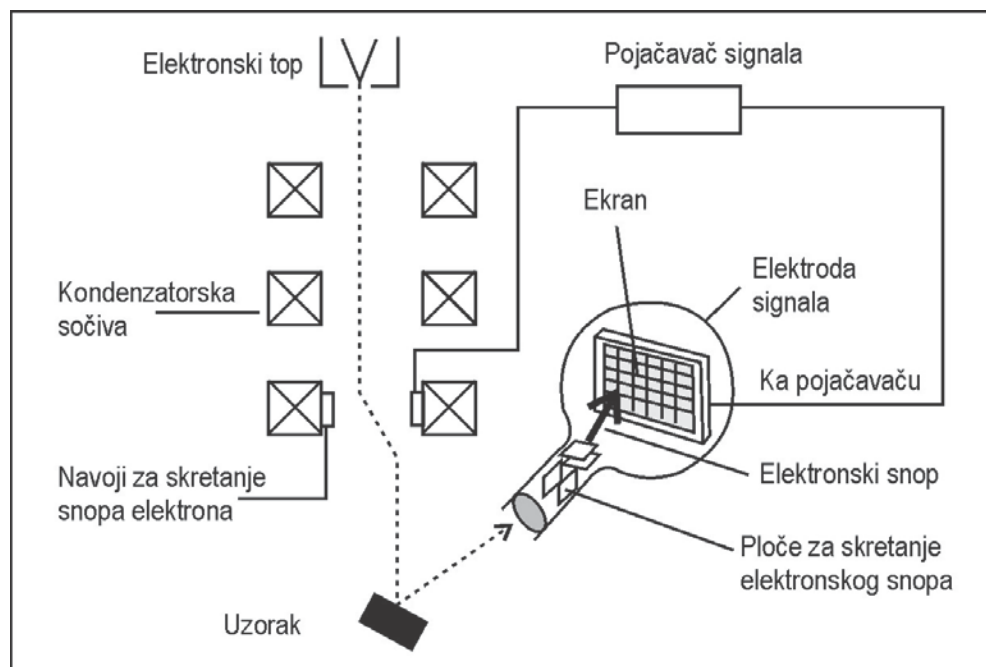
Topljenje do koga dolazi usled kratkog spoja, **razlikuje se** od topljenja koje nastaje usled delovanja toplote u toku požara. Topljenje koje nastaje usled delovanja požara širih je razmera i **nema oštro izraženu granicu**. Površina takvog provodnika izgleda kao da je prekrivena sitnim neravnim školjkama.



LABORATORIJSKO ISPITIVANJE KRATKIH SPOJEVA

Nezavisno od primenjenog laboratorijskog metoda za utvrđivanje uzroka požara za koji se sumnja da je povezan sa električnom strujom, krajnji **zaključak** se donosi na osnovu odnosa bakra i kiseonika u analiziranom uzorku, tj. potrebno je utvrditi da li je provodnik na kome je uočeno topljenje bio u atmosferi koja sadrži kiseonik ili ne.

Da bi se sproveo postupak laboratorijskog ispitivanja vrste nastalog kratkog spoja, potrebno je na uzorku koji je uzet za ispitivanje prvo izvršiti **metalografsku pripremu**. Metalografska priprema omogućava ispitivanje uzorka optičkim i elektronskim mikroskopom (skenirajućim i transmisijom).



blok dijagram skenirajućeg el. mikroskopa

LABORATORIJSKO ISPITIVANJE KRATKIH SPOJEVA

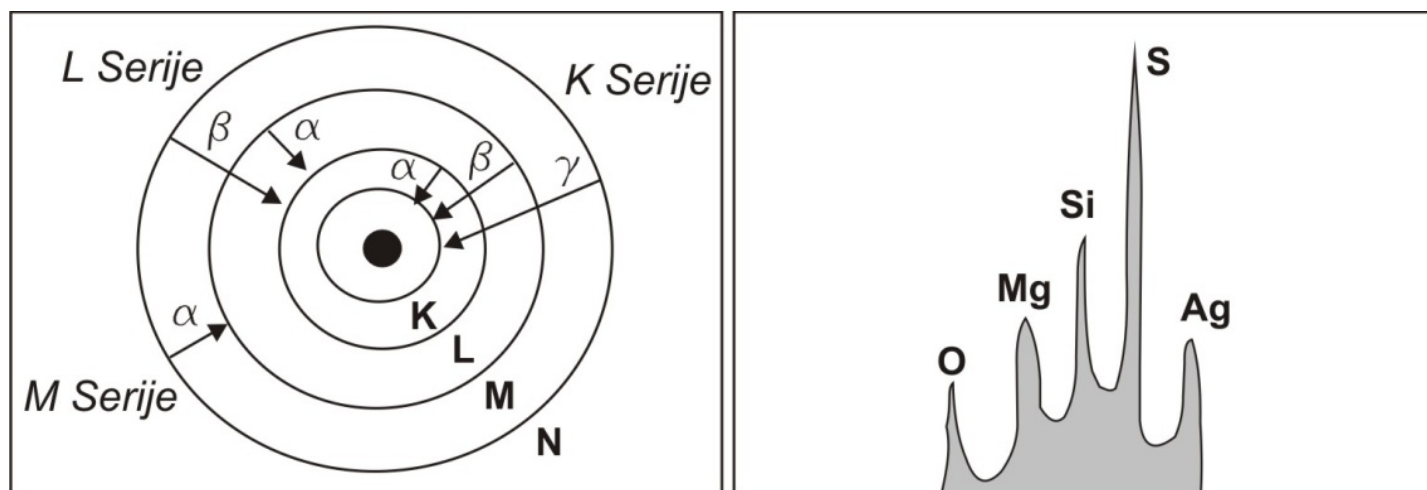


izgled skenirajućeg i transmisionog elektronskog mikroskopa i karakteristike pojedinih tipova

Uređaj	Transmisioni elektronski mikroskop	Elektronski mikroskop - odbijeni snop	Skenirajući elektronski mikroskop	Emisioni elektronski mikroskop	Optički (svetlosni) mikroskop
Zraci	primarni elektroni	primarni elektroni	primarni/sekundarni elektroni	sekundarni elektroni	svetlost
Uvećanje	10,000:1		100,000:1	12,000:1	1,500:1
Rezolucija	4×10^{-10} m	$200-500 \times 10^{-10}$ m	200×10^{-10} m	150×10^{-10} m	$2,000 \times 10^{-10}$ m

LABORATORIJSKO ISPITIVANJE KRATKIH SPOJEVA

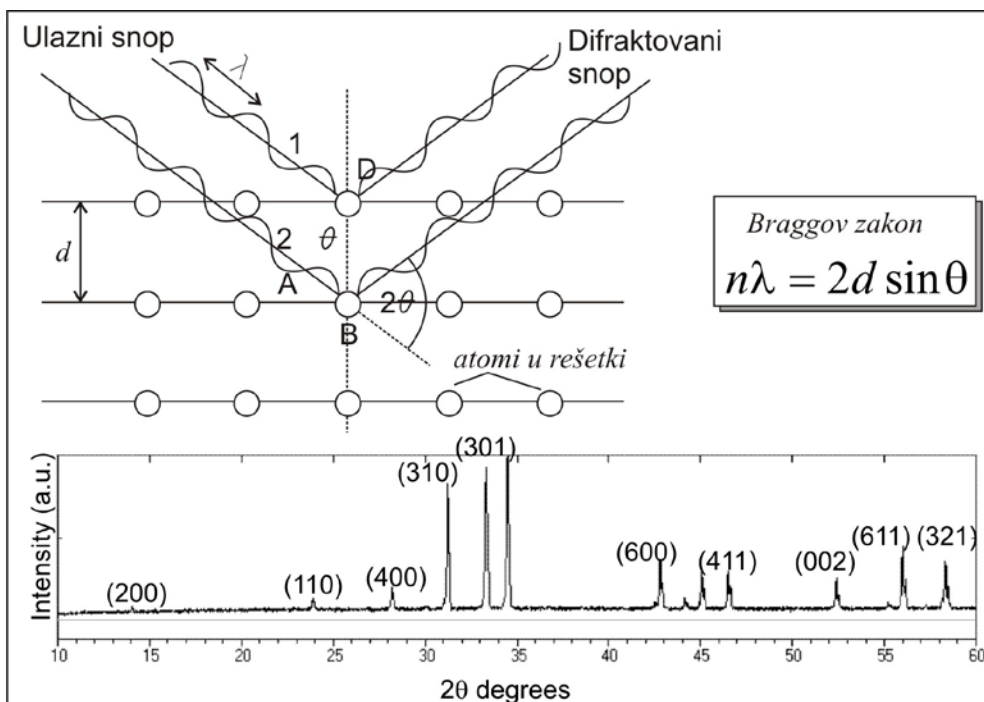
Sistem za EDAX analizu predstavlja integrisanu komponentu skenirajućeg elektronskog mikroskopa (SEM). Tokom EDAX analize uzorak se „bombarduje“ snopom elektrona unutar skenirajućeg elektronskog mikroskopa. EDAX analiza daje izlaz u obliku EDAX spektra, na kome je prikazana učestanost kojom je X-zrak apsorbovan za svaki energetska nivo. EDAX spektar normalno prikazuje pikove koji odgovaraju energetska nivoima apsorpcije većina X-zraka. Svaki od pikova je jedinstven za atom - odgovara pojedinom elementu u uzorku. Ukoliko je pik viši, veća je koncentracija elementa u uzorku.



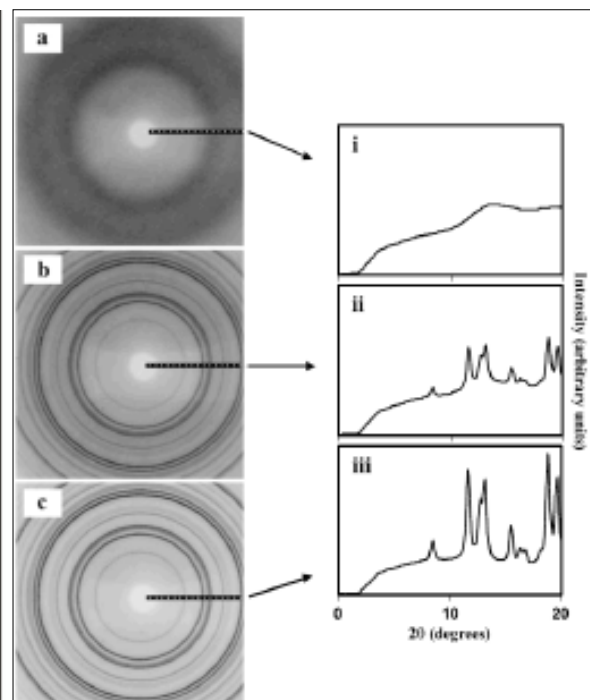
EDAX spektar i njegovi elementi

LABORATORIJSKO ISPITIVANJE KRATKIH SPOJEVA

Danas je široko rasprostranjena primena X-zračenja za strukturnu analizu uređenja atoma zahvaljući činjenici da talasi podležu fenomenu koji se naziva **difrakcija** koja se dešava pri uzajamnom delovanjem sa sistemima (tzv. *centrima difrakcije*) čija rastojanja su istog reda veličine kao i talasna dužina zračenja. Difrakcija X-zraka u čvrstim materijalima sa kristalnom strukturom se dešava zato što su razdaljine između atoma u opsegu od 10^{-10} m, što je blisko talasnoj dužini X-zraka.



Braggov zakon i primer difraktograma



Primer difraktograma uzoraka šećera (amorfna, delimično kristalna i kristalna struktura)

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja

Korišćene su dve grupe uzoraka:

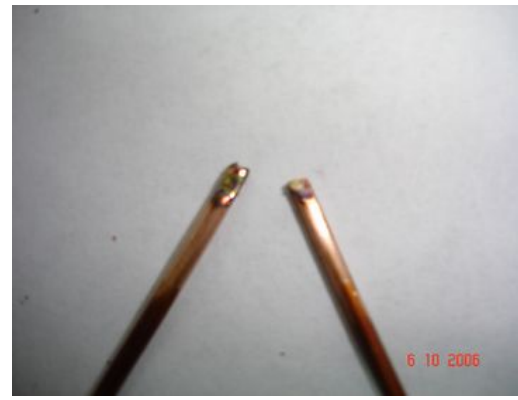
- o uzorci na kojima je simuliran kratak spoj u laboratorijskim uslovima,
- o uzorci koji su prikupljeni posle požara



deo pripremljenih uzoraka za mikroskop



boks u kome je simuliran kratak spoj



izgled prespojenih provodnika



pripremljeni uzorci za SEM sa EDAX-om

Metalografska priprema uzoraka je obuhvatila:

- o brušenje SiC papirima finoće 80, 120, 220, 360, 400, 600, 800 i 1000
- o poliranje dijamantskom pastom finoće 10, 5 i 1 μm
- o pranje poliranih uzoraka u etanolu u ultrazvučnoj kadi
- o nagrizanje u rastvoru HCl i FeCl_3 u etanolu

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja

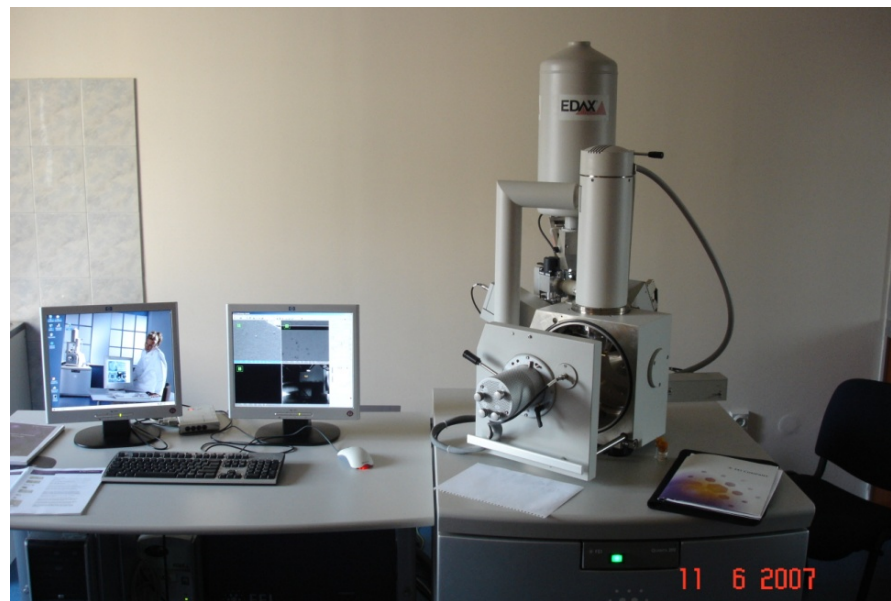
Za analizu su korišćena dva mikroskopa:

- PHILIPS XL 20 sa EDAX-om
- FEI QUANTA 200



Skenirajući elektronski mikroskop

PHILIPS XL 20 sa EDAX-om



Skenirajući elektronski mikroskop

FEI QUANTA 200 sa EDAX-om

SEM mikroskopi postižu uvećanja do 100000 puta, tj. moć razlaganja je od ~ 2 nm uz napone ubrzanja od 30 keV. Energodisperzionu spektroskopsku analizu (kvalitativnu i kvantitativnu) je moguće uraditi u tački po liniji i po površini, i to za elemente od rednog broja 4 tj. od Be. Osetljivost uređaja na prisustvo nekog elementa u uzorku iznosi 0.01%. Mikrografije strukture provodnika dobijene su pomoću ili skenirajućih ili rasutih elektrona, dok je energodisperziona analiza rađena po površini.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja

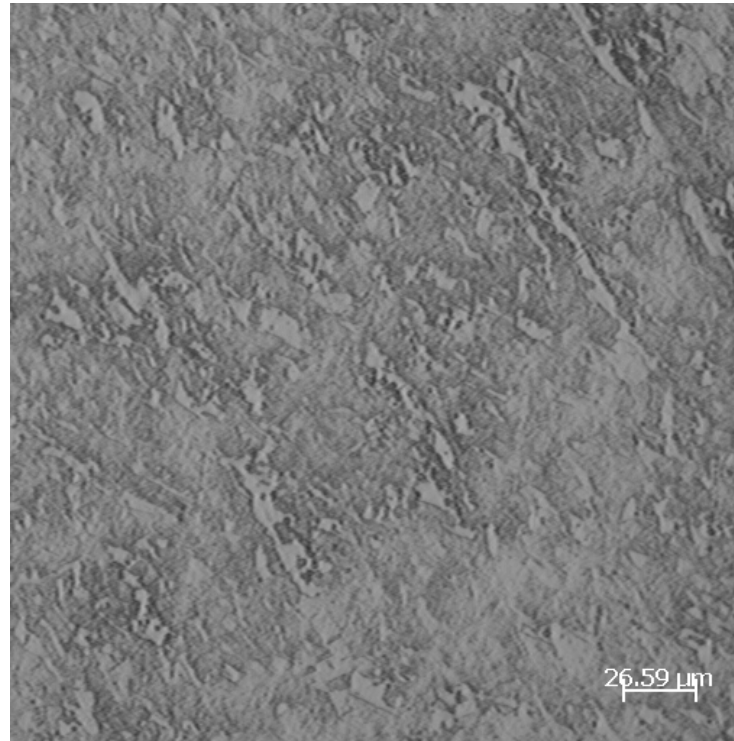
Strukturna analiza uzoraka koji su nastali kratkim spojem je izvršena rendgenskom difrakcionom analizom na difraktometru *Siemens D500* .



Difraktometar Siemens D500 je projektovan za određivanje kristalografske strukture materijala i sastoji se od izvora monohromatskog rendgenskog zračenja kome se izlaže materijal i meri ugao difrakcije koji nastaje kao posledica same veličine kristalne rešetke i rastojanja između čvorova u kristalnoj rešetki.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja

Primer mikrofotografije neoštećenog Cu provodnika. Uzorak je isečen iz neoštećenog (u fabričkom stanju) provodnika.

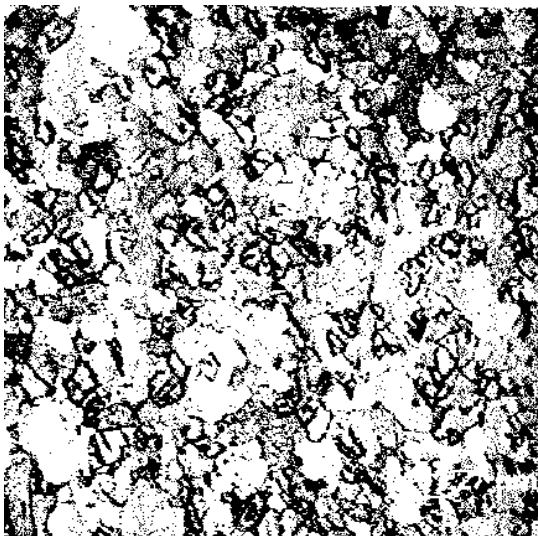


Sa mikrofotografije je očigledno da nema nikakvih oštećenja i da mikrostrukturu čine osna sitna zrna Cu poređana u ravni.

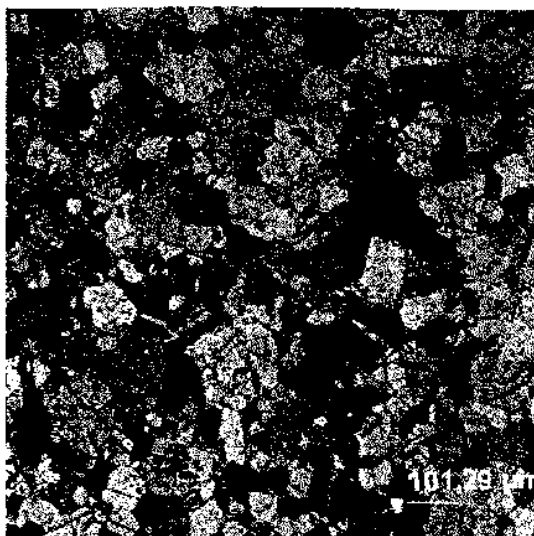
Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 1

Za ispitivanje su dobijeni uzorci koji su uzeti sa mesta požara: bakarni provodnici (za ispitivanje su obeleženi kao UO, U1 i U2) i čelične limene cevi (obeležene kao U3, U4 i U5).

Primenjeni metodi ispitivanja su bili: vizuelno ispitivanje, mikrostrukturno ispitivanje optičkim mikroskopom i rendgenska strukturna analiza pomoću rendgenske difrakcije. Mikrostrukturna ispitivanja su vršena optičkim mikroskopom *Carl Zeiss Axioplan 25 C*, pri različitim uvećanjima, dok je za rendgenostrukturnu analizu korišćen uređaj za rendgensku difrakciju - difraktometar *Siemens D500*. Sva ispitivanja obavljena su sa Ni filtrovanim $\text{CuK}\alpha$ zračenjem i to u opsegu uglova 2θ od 10 do 90°. Za identifikaciju prisutnih faza korišćena je JCP baza podataka za standarde.

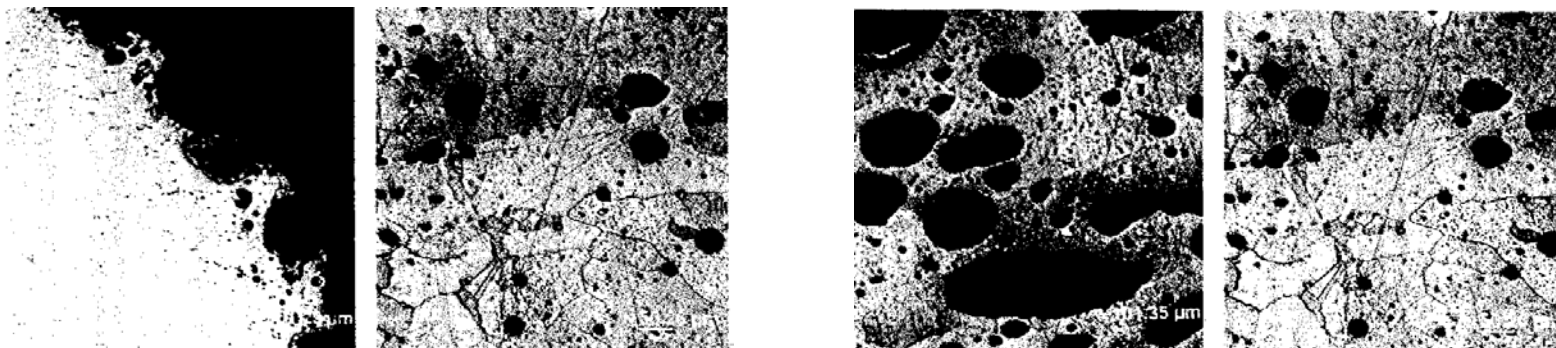


Uzorci U0
strukturu čine poligonalna zrna Cu



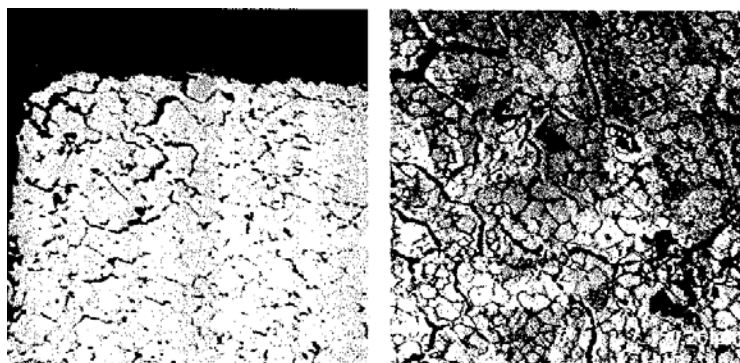
Uzorak U1
zapaža se uticaj visoke temperature

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 1



Uzorak U2,1

Zapaža se da je došlo do stapanja materijala ($T > 1083^{\circ}\text{C}$), u kapljici stopljenog bakra zapažaju se „krateri“ nastali dejstvom električnog luka. U strukturi se **ne zapaža prisustvo oksida bakra** Cu_2O .



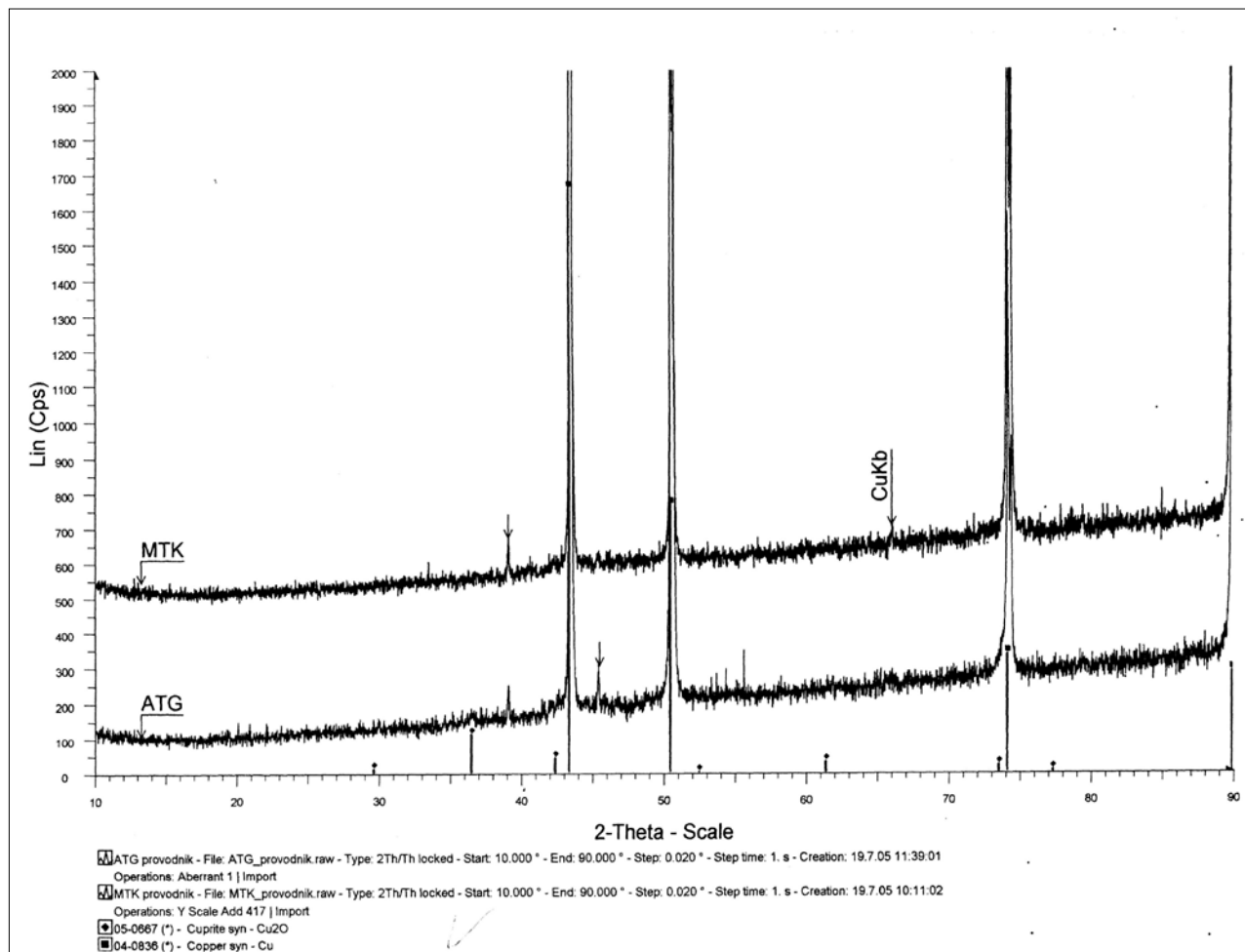
Uzorak U2,2

Zapaža se da je došlo do stapanja provodnika, odn. struktura stopljene kapljice je dendritna (slika desno). U međudendritnom prostoru se zapaža Cu_2O koji je izdvojen, što ukazuje na temperaturu višu od 1083°C i prisustvo kiseonika u atmosferi, tj.

ukazuje na *primarni kratak spoj*.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 1

Urađena je rendgenska strukturna analiza bakarnih provodnika i dobijeni su difraktogrami



Difraktogrami uzoraka U1 (MTK) i U2,2 (ATG)

Na difraktogramima uzorka U2,2 (ATG) se uočavaju pikovi koji odgovaraju oksidu bakra Cu₂O

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 1

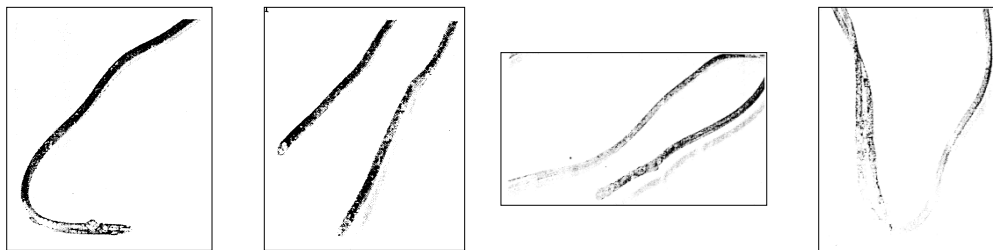
Zaključci ispitivanja:

- Do promene u strukturi materijala provodnika došlo je usled dejstva visoke temperature. U ispitanim uzorcima U0 i U1 došlo je do stapanja materijala. U ovim provodnicima nije uočeno prisustvo Cu_2O , tj. ove promene nastale su kao *posledica sekundarnog kratkog spoja* u toku požara,
- U ispitanim uzorcima U2,1 i U2,3 došlo je do stapanja materijala. U ovim provodnicima nije uočeno prisustvo Cu_2O , tj. ove promene nastale su kao *posledica sekundarnog kratkog spoja* u toku požara,
- U uzorku U2,2 došlo je do stapanja materija i u provodniku je prisutan Cu_2O , što ukazuje na to da je u ovom provodniku došlo do *primarnog kratkog spoja*.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 2

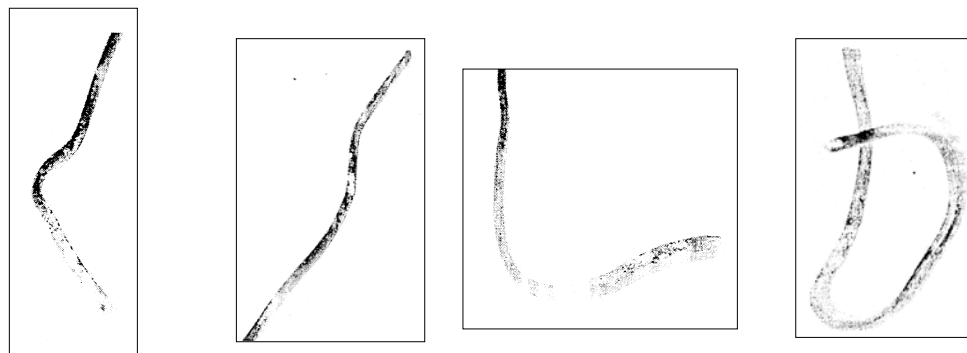
Za ispitivanje su dobijene četiri grupe uzoraka **uzetih sa mesta požara**. Prvu grupu uzoraka čine četiri bakarna provodnika preseka 10 mm^2 . **Uzorci su uzeti od stuba do mesta prekida**. Uzorci su obeleženi sa 1-1, 1-2, 1-3 i 1-4.

Uzorci 1-1, 1-2, 1-3, 1-4
(s leva na desno)



Drugu grupu uzoraka čine četiri bakarna provodnika preseka 10 mm^2 . **Uzorci su uzeti od mesta prekida do glavnog razvodnog ormara**. Uzorci su obeleženi sa 2-1, 2-2, 2-3 i 2-4.

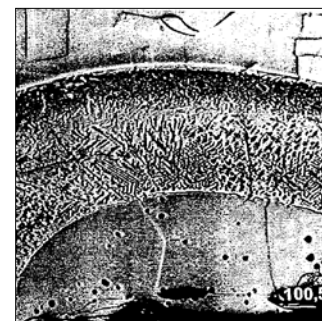
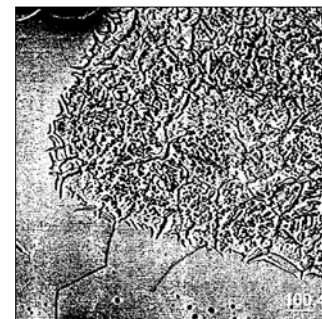
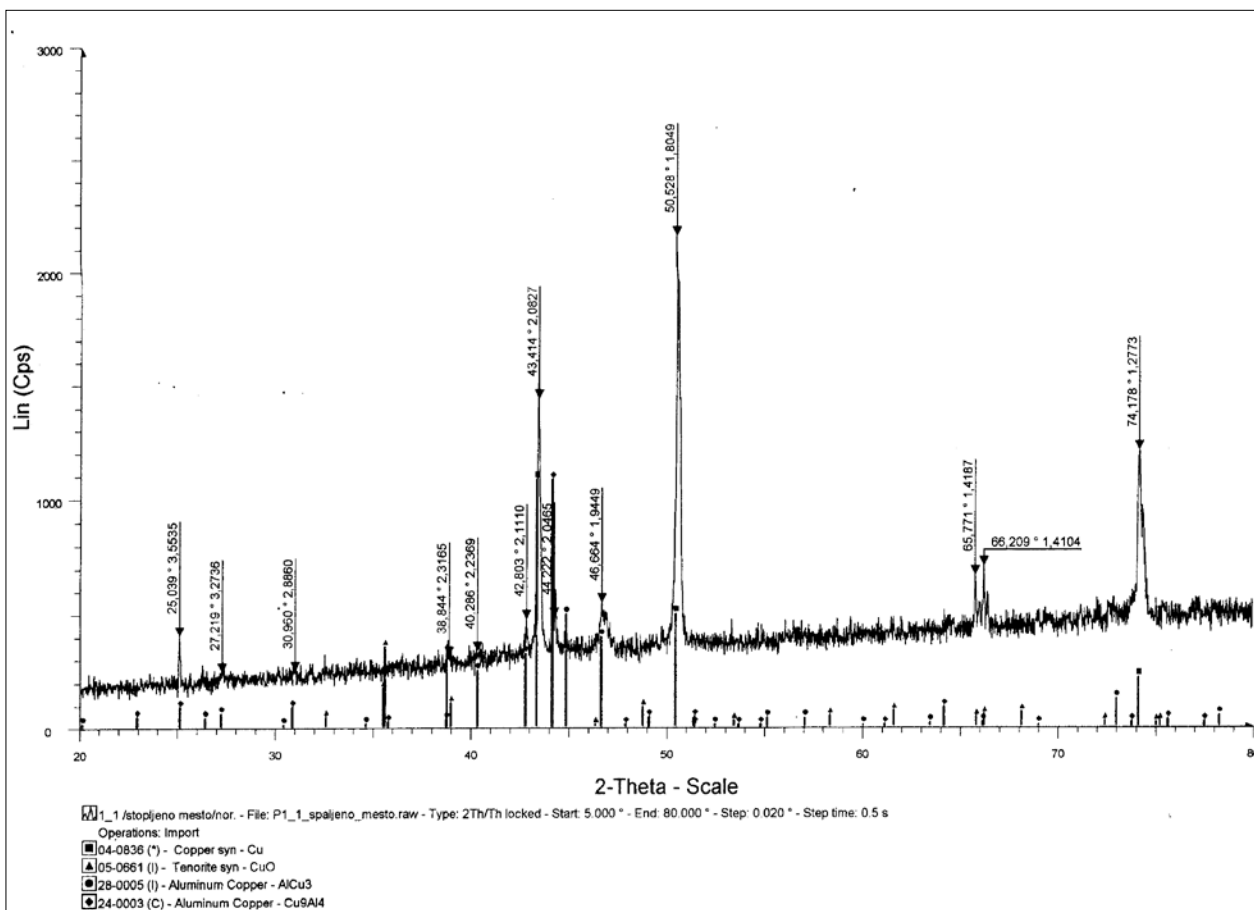
Uzorci 2-1, 2-2, 2-3, 2-4
(s leva na desno)



Na sličan način su formirana još dve grupe uzoraka. Treću grupu uzoraka su činili bakarni provodnici preseka $2,5 \text{ mm}^2$ **uzeti ispod glavnog razvodnog ormara GRO**, obeleženi sa 3-1 i 3-2. Četvrtu grupu uzorka su činili **bakarni provodnici** od $5 \times 2,5 \text{ mm}^2$, i ovi uzorci su obeleženi sa 4-1 i 4-2.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 2

Primenjeni metodi ispitivanja su bili: vizuelno ispitivanje, mikrostrukturno ispitivanje optičkim mikroskopom i rendgenska strukturna analiza pomoću rendgenske difrakcije. Mikrostrukturna ispitivanja su vršena optičkim mikroskopom *Carl Zeiss Axioplan 25 C*, a za rendgenostrukturnu analizu korišćen je difraktometar *Siemens D500*. Sva ispitivanja obavljena su sa Ni filtrovanim $\text{CuK}\alpha$ zračenjem i to u opsegu uglova 2θ od 10 do 80°. Za identifikaciju prisutnih faza korišćena je JCP baza podataka za standarde.

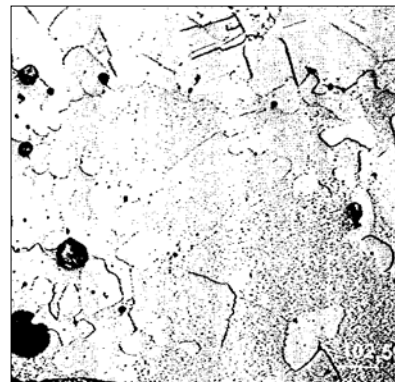
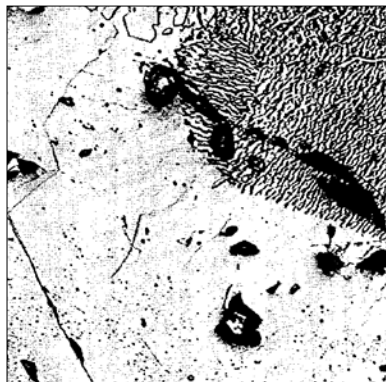


Difraktogram (levo) i optička mikroskopija uzorka 1-1 (slike desno).

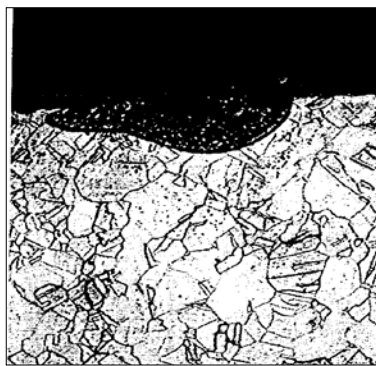
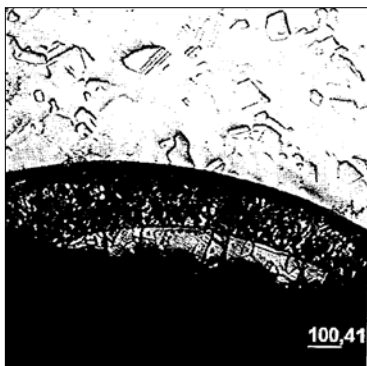
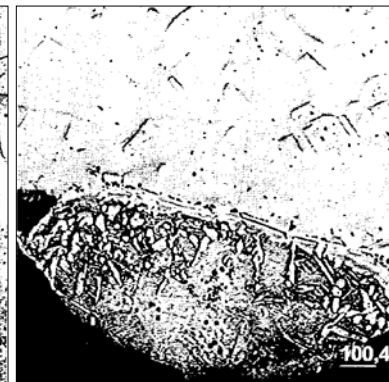
Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 2



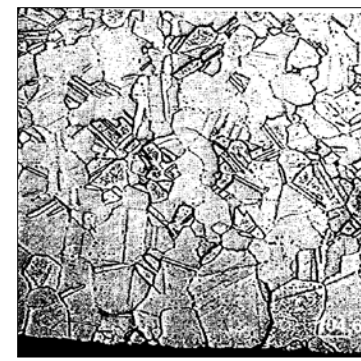
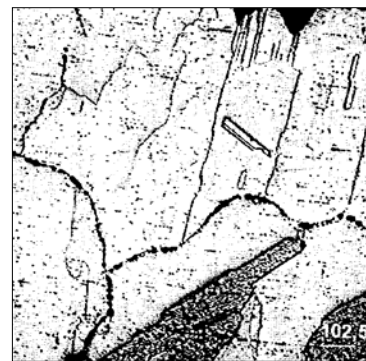
Uzorak 1-2



Uzorak 1-3

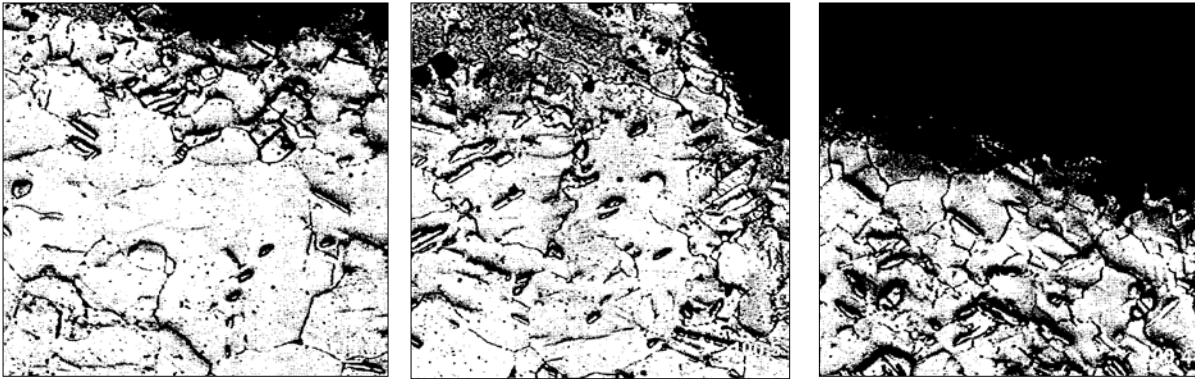


Uzorci 2-1 i 2-2

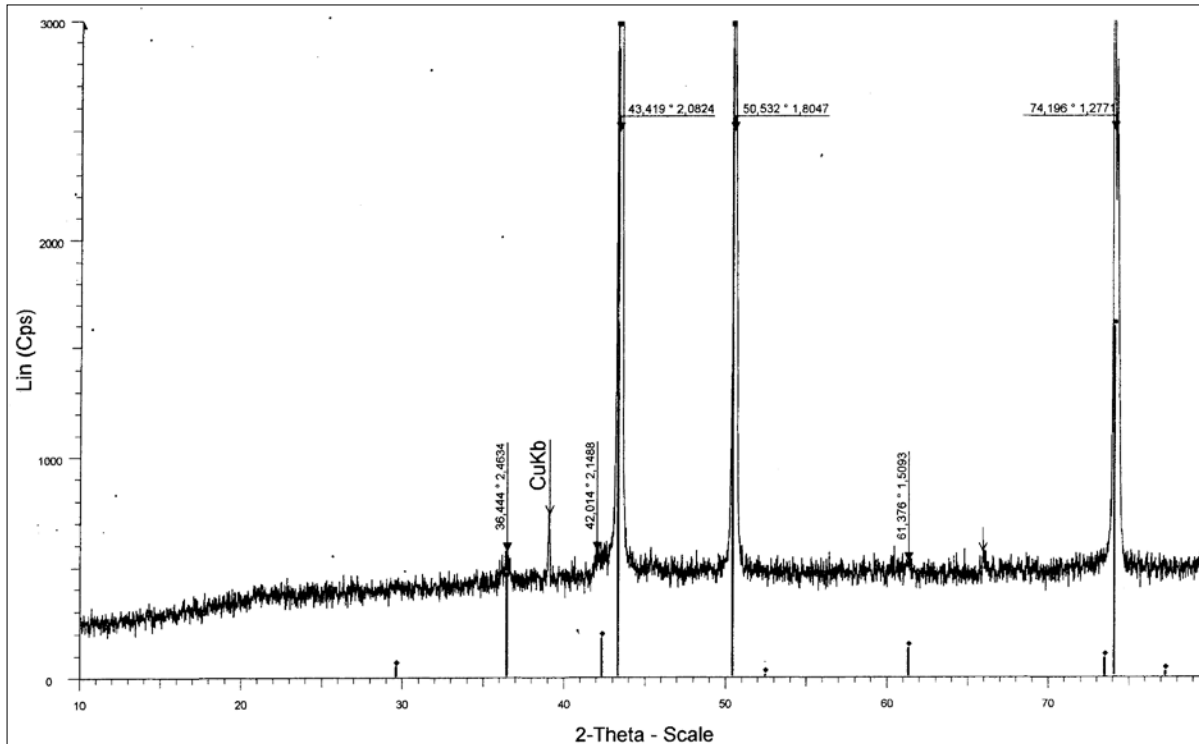


Uzorci 3-1 i 3-2

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 2



Optička mikroskopija
uzorka 4-1



Difraktogram uzorka 4-1



Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 2

Zaključci ispitivanja:

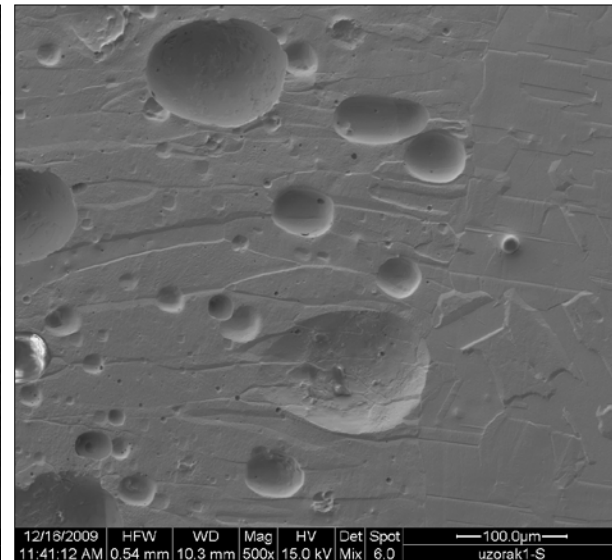
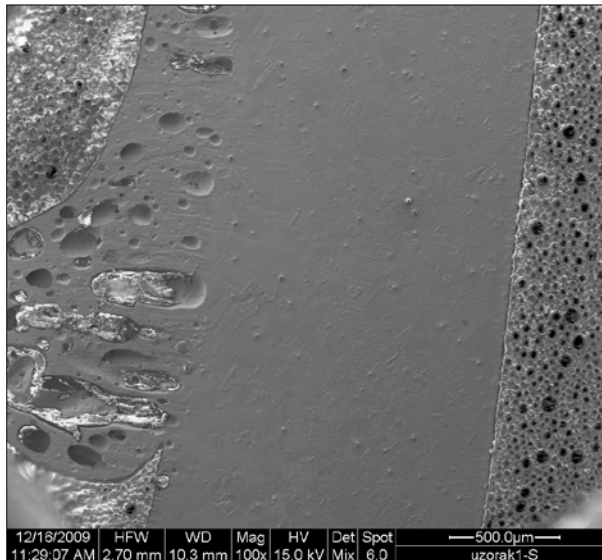
- U ispitivanim uzorcima kod provodnika sa oznakama 1-1, 1-3, 3-1, 3-2, 4-1 i 4-2 u strukturi provodnika otkriveno je prisustvo Cu_2O što ukazuje da su se promene uočene na ovim provodnicima dogodile u prisustvu kiseonika, **dakle prethodile su požaru**,
- Na provodnicima 1-1, 1-3, 3-1, 3-2, 4-1 i 4-2 uočene su promene koje odgovaraju **primarnom kratkom spoju** na ovim provodnicima. Primarni kratki spoj na bilo kojem od gore pomenutih provodnika mogao je biti uzorak požara. Na osnovu izvršenih mikrostrukturnih ispitivanja na ovim provodnicima nije moguće utvrditi vremenski redosled promena na pomenutim provodnicima, tj. **nije moguće odrediti da li se primarni kratki spoj na pojedinim provodnicima odigrao istovremeno ili sa nekim malim vremenskim pomeranjem**.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 3

Za ispitivanje je uzeta trofazna utičnica sa pripadajućim provodnicima oštećena požarom. Ispitivanje je trebalo da pokaže da li su promene na utičnici i pripadajućim provodnicima mogle izazvati požar.

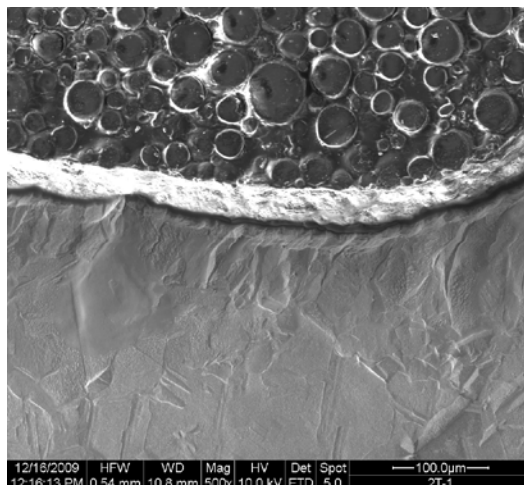
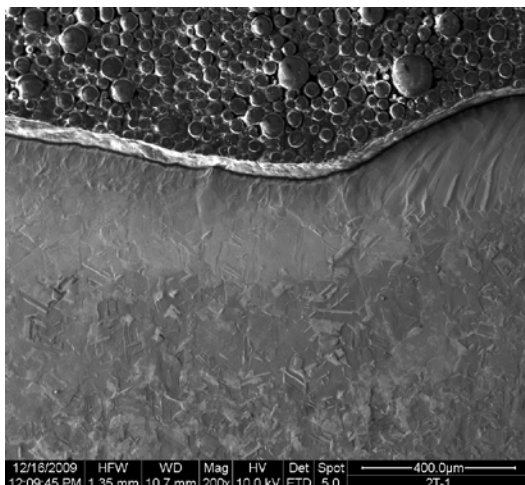


Izgled provodnika (levo) i mikrostruktura provodnika (desno)



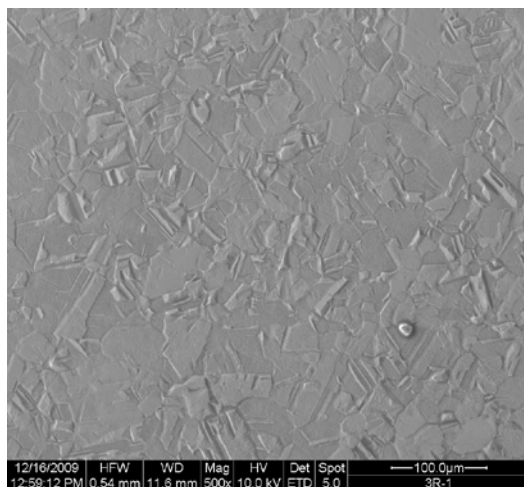
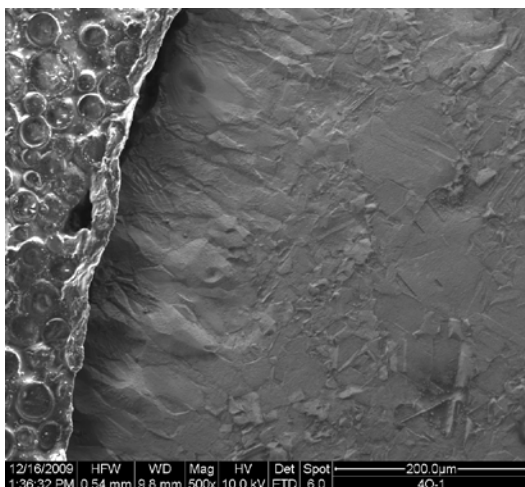
Sa mikrofotografije se jasno vidi granica provodnika i materijala nanetog lukom odnosno materijala koji je bio tečan. U očvrsloj kapljici zapažaju se pore nastale usled zarobljenih gasova. Pošto su mikrofotografije dobijene pomoću odbijenih elektrona, koji su osetljivi na atomski sastav materijala koji se posmatra, sa mikrofotografije se vidi da je materijal po preseku jednorodan, tj. da je u pitanju Cu.

Primeri laboratorijskog ispitivanja vrste kratkog spoja – Primer 3



Izgled mikrostrukture drugog provodnika sa koga je odnet materijal.

Sa slike desno se vidi da je došlo do topljenja u uskoj zoni iz koje je odnet materijal lukom. Sa mikrofotografija se takođe vidi da je materijal jednorodan po preseku.



Izgled mikrostrukture trećeg i četvrtog provodnika sa koga je odnet materijal.

Sa slike levo se vidi da je došlo do topljenja u uskoj zoni iz koje je odnet materijal lukom.

Sa slike desnose vidi da nije došlo do topoljenja provodnika (uočava se samo zrnasta struktura bakra).

Promene na ispitivanim provodnicima dogodile su se kada u atmosferi nije bilo O₂ odnosno u toku požara, te ga nisu mogle izazvati. To znači sve promene nastale kao *posledica sekundarnog kratkog spoja.*

Adresa za kontakt:

**Dr Milan Blagojević, red. prof.
Fakultet zaštite na radu u Nišu
18106 Niš, Čarnojevića 10a**

E-mail:

milan.blagojevic@znrfa.ni.ac.rs