

注：国家科技重大专项课题（No. 2017ZX06004004）；国家科技重大专项课题（No. 2019ZX06002020）；重庆市重点研发计划（No. cstc2017zdcy-zdyfX0079）；国机集团重大科技专项项目（No. SINOMAST-ZDZX-2019-03）

摘要：大型先进压水堆核电站重大专项——核级传感器用特种功能材料及元件自主化研制，其核级铂电阻元件研制已通过了分度、60年寿期加速寿命、上限温度稳定性等试验。但在性能验证过程中出现 R_0 值异常下降的故障现象。本文通过按核级铠装铂电阻抽真空和提高真空度抽真空对故障进行了复现和定位，发现了电阻异常下降的原因为“釉封不严”。由于釉封温度不够，釉与骨架未良好融合，残存微小气路，在真空及充气等工序过程中，微小气路作用于填充粉料，导致感温铂丝与填充粉料相对位置发生改变，产生“并丝”，造成铂电阻元件电阻值大幅下降的异常现象。本文通过采取针对性措施消除了故障，试验验证了故障原因。建议通过适当提高釉封温度以及二次封釉等工艺，解决釉封不严的现象，可避免电阻异常下降的故障，提高了铂电阻元件的可靠性。

关键词：失效分析；铂电阻元件；釉封

中图分类号：TH811

文献标识码：A

文章编号：1006-883X(2020)07-0007-05

收稿日期：2020-05-28

铂电阻元件阻值异常下降故障机理分析

张立新^{1, 2} 胡轶^{1, 2} 王华^{1, 2} 鞠华^{1, 2} 陈洁^{1, 2} 谭俊^{1, 2}

1. 重庆材料研究院有限公司，重庆 400707；2. 国家仪表功能材料工程技术研究中心，重庆 400707

一、引言

铂电阻元件作为铂电阻温度计的核心部件，广泛应用于温度的测量及控制^[1-5]。主要有丝绕元件、厚膜及薄膜三种类型。其中丝绕元件线性最好，稳定性最优，丝绕元件根据感温铂丝所处位置分为外绕和内绕结构。核级铠装铂电阻温度计通常采用铂丝内绕结构，具有体积小、抗污染等优点。大型先进压水堆核电站重大专项——核级传感器用特种功能材料及元件自主化研制，其核级铂电阻元件研制已通过了分度、60年寿期加速寿命、上限温度稳定性等试验。但在性能验证过程中出现电阻值异常大幅下降的故障情况，电阻温度系数基本正常。针对故障开展了解剖测试、故障定位、机理分析、故障复现、改进措施及验证等方面工作。

二、故障现象

核级铠装铂电阻通常采用冗余设计，电阻值异常下降的故障率达50%。表1列出3支铠装铂电阻数据，两组元件中均有一组 R_0 值大幅下降，远超A级允差， α 值基本正常。

表1 铠装铂电阻故障现象（单位： Ω ）

编号	A级精度	铠装数据	ΔR_0
CI-Z15-A	100.0000	99.8585	-0.1415
CI-Z15-B	100.0000	100.0605	0.0605
CI-Z16-A	100.0000	99.7472	-0.2528
CI-Z16-B	100.0000	100.0338	0.0338
CI-Z12-A	100.0000	99.9700	-0.0300
CI-Z12-B	100.0000	98.8940	-1.1060

三、故障定位

通过进一步解剖和试验,故障定位为铂电阻元件。对铂电阻元件进行 400℃、3h 试验发现,元件 R_0 值呈不稳定状态。根据文献中介绍,铂电阻元件出现故障包括受化学杂质污染、感温铂丝氧化,或出现淬火“空位”、冷加工引起的位错时^[6]会导致 R_0 值增加,电阻温度系数下降;铂电阻元件在制造过程中,若应力未完全消除,其 R 值及 W 值则不稳定,导致电阻值时高时低;感温铂丝处于还原性气氛或在高温下受周围材料污染也会引起阻值变化^[2],电阻温度系数下降。本次的故障现象罕见。

1、故障源排查

通过故障树分析法对可能导致此类故障的原因逐一分析。导致铂电阻元件电阻值减小、电阻温度系数不变的原因主要有主圈碰丝、主圈并丝以及绝缘填充物不致密等。

铂电阻元件感温铂丝为微细铂丝,呈螺旋状均匀分布在刚玉骨架孔内,且有氧化铝粉填充,多次热处理已消除应力^[7]。丝绕铂电阻元件因封装不严或填充物不致密,在受到轴向和径向的重复振动和冲击时,相邻铂丝相互接触或短路,最终使电阻值减小^[8],其电阻值下降呈每圈电阻的整数倍,解剖后对元件进行多次检测、统计发现,不符合电阻下降是每圈电阻值的整数倍的特征。通过 8 支双支式铠装铂电阻振动试验,15 组元件正常,1 组元件引线断。排除了主圈碰丝及填充粉不致密的故障原因。

铂电阻元件感温铂丝主圈并丝是主圈多处形成电连接,相邻主圈不止一个点相碰,其电阻值下降幅度大且没规律,在 100℃ 检测时,其并丝情况未随温度变化发生改变,电阻温度系数不变。铠装样品经解剖后对元件多次检测,发现故障符合主圈并丝的特征。

2、故障原因分析

铂电阻元件的主要工艺流程为:绕丝→焊引线→组装→头部封釉→振动灌粉→调值→底部封釉→稳定化处理→检测。在铂电阻元件研制和考核过程中,通过了 0℃~400℃ 分度、500℃ 加速寿命试验、450℃ 上限温度稳定性试验等严酷的考核,从未发现并丝的故障现象,所以故障应是在后续铠装铂电阻制造工艺过程中发生的。

3、铠装工艺对比试验

采用核级铠装铂电阻工艺制造的 13 支铠装铂电阻中有 6 支、7 组出现电阻大幅下降的情况,数据见表 2。电阻温度系数 α 基本正常。

采用普通铠装工艺制成铠装铂电阻,检测结果见表 3,铠装铂电阻的电阻值和电阻温度系数均正常,未见故障现象出现。

核级铠装铂电阻是通过真空除湿、充气工序提高绝缘性能。普通铠装铂电阻是通过高温烘烤排除潮气,提高绝缘性能。两种铠装工艺的差别在于抽真空、充气处理过程,铠装工艺对比试验说明,故障发生在核级铠装铂电阻工艺的抽真空及充气工序中,故障定位为铂电阻元件在真空负压及充气下导致并丝。

表 2 $\Phi 6.4$ 核级铠装铂工艺性能验证

编号	R_0	ΔR_0	α
K1904002-A	100.0112	0.0112	0.0038567
K1904002-B	99.2214	-0.7786	0.0038567
K1904004-A	99.0194	-0.9806	0.0038398
K1904004-B	99.9638	-0.0362	0.0038535
K1904005-A	99.8409	-0.1591	0.0038555
K1904005-B	99.9714	-0.0286	0.0038567
K1904009-A	99.7489	-0.2511	/
K1904009-B	99.9793	-0.0207	/
K1904012-A	99.3094	-0.6906	/
K1904012-B	99.9717	-0.0283	/
K1904013-A	95.3563	-4.6437	/
K1904013-B	93.5212	-6.4788	/

表 3 普通铠装铂电阻工艺性能验证试验

编号	R_0	R_{100}	α
K1802002-A	99.9890	138.5500	0.0038565
K1802002-B	99.9664	138.5186	0.0038565
K1802003-A	100.0571	138.6417	0.0038563
K1802003-B	100.0791	138.6707	0.0038561
K1802004-A	99.9684	138.5189	0.0038563
K1802004-B	99.9701	138.5170	0.0038558
K1802005-A	99.9969	138.5498	0.0038554
K1802005-B	100.0044	138.5566	0.0038551
K1802006-A	99.9451	138.4821	0.0038558
K1802006-B	99.9468	138.4837	0.0038557

表4 核级铠装铂电阻电阻温度系数检测

编号	第一次	第二次测试			电阻变化
	R_0 (Ω)	R_0 (Ω)	R_{100} (Ω)	α	ΔR_0 (Ω)
K1904002-A	100.0112	100.0115	138.5827	0.0038567	0.0003
K1904002-B	99.2214	99.2215	137.4883	0.0038567	0.0001
K1904004-A	99.0194	98.7901	136.7217	0.0038396	-0.2293
K1904004-B	99.9638	99.9603	138.4803	0.0038535	-0.0035
K1904005-A	99.8409	99.8408	138.3348	0.0038555	-0.0001
K1904005-B	99.9714	99.9696	138.5213	0.0038563	-0.0018

四、机理分析

铂电阻元件在真空环境下,如果釉封不严,存在微小缝隙,即使元件水分子不侵入,填充粉不外漏,但由于气体分子较小,在抽真空负压的作用下元件内部存留的气体会被抽出,在充气过程中充入气体动能的作用下填充粉的堆积状态会发生改变,引起填充粉和感温铂丝相对位置发生变化。由于感温铂丝主圈间距只有0.12mm,在填充粉和感温铂丝相对位置改变时易造成微细铂丝多处并丝,导致电阻值无规律下降,且在100℃检测时不能恢复,电阻温度系数在正常范围内。

釉封不严是由于釉料烧结温度不够,导致与元件骨架之间浸润不好,粘结不完全,在釉封层与骨架间残存一些微细的气体通路,导致抽真空、充气通过微细的气体通路作用到元件的填充粉。

项目组研制 $\Phi 3.0$ 双元件、 $\Phi 2.2$ 双元件、 $\Phi 1.6$ 单元件,其中 $\Phi 2.2$ 双元件出现故障机率较大,是因为其骨架感温铂丝孔横截面积相对最大,与釉料粘的骨架实体截面积相对最小,出现微细气体通路的可能性相对更大。

从表4可以看出,3支故障铠装铂电阻中,5组元件电阻温度系数正

常,说明故障元件未受到污染或应力作用。K1802004-A组元件电阻温度系数低,其主圈在0℃时未并丝,在100℃时热胀并丝,导致电阻温度系数下降,是个别情况,说明因主圈与填充粉相对位置变化导致并丝是呈不稳定状态。

五、故障复现

抽取14支铂电阻元件,按核级铠装铂电阻抽真空和提高真空度抽真空对故障进行复现。

故障复现情况见表5,19031037#元件在提高真空度除湿后变化达 -0.16Ω 。对该支元件进行复检, R_0 值为99.8804 Ω ,与提高真空度试验后相差 -0.0064Ω ,与提高真空度试

表5 400℃真空故障复现

编号	外径 (mm)	R_0 (Ω)	R_{100} (Ω)	温度系数	400℃真空 (Ω)	ΔR_0 (Ω)	400℃ (10^{-3}) 真空 (Ω)	ΔR_0 (Ω)
19033119-A	3	100.0333	138.5802	0.003853	100.0214	-0.0119	99.9998	-0.0114
19033119-B	3	100.0654	138.6204	0.003853	100.0641	-0.0013	100.0397	-0.0106
19033124-A	3	100.0031	138.5343	0.003853	99.9967	-0.0064	99.9742	-0.0135
19033124-B	3	100.0668	138.633	0.003854	100.0546	-0.0122	100.0337	-0.0147
19033129-A	3	100.058	138.6386	0.003856	100.0584	0.0004	100.0424	-0.0238
19033129-B	3	100.061	138.6466	0.003856	100.0615	0.0005	100.0363	-0.0124
19033133-A	3	100.069	138.6383	0.003854	100.0603	-0.0087	100.0453	-0.0127
19033133-B	3	100.013	138.5705	0.003855	100.0083	-0.0047	99.9921	-0.0137
19032012-A	2.2	100.0454	138.6135	0.003855	100.0286	-0.0168	100.0236	-0.0096
19032012-B	2.2	100.0775	138.6599	0.003855	100.0506	-0.0269	100.0453	-0.0149
19032016-A	2.2	100.0358	138.6014	0.003855	100.0301	-0.0057	100.0403	-0.002
19032016-B	2.2	100.0764	138.6491	0.003854	100.0391	-0.0373	100.0742	0.0328
19032023-A	2.2	100.0664	138.649	0.003856	100.0446	-0.0218	100.0211	-0.0285
19032023-B	2.2	100.0235	138.5835	0.003855	99.969	-0.0545	99.9959	-0.0129
19032026-A	2.2	100.0611	138.6239	0.003854	100.0376	-0.0235	100.0461	0.0142
19032026-B	2.2	100.0738	138.6556	0.003855	100.0537	-0.0201	100.0314	-0.0133
19032028-A	2.2	100.001	138.5714	0.003857	100.0265	0.0255	99.9989	-0.0338
19032028-B	2.2	100.0728	138.6532	0.003855	100.0411	-0.0317	100.0209	-0.0277
19032032-A	2.2	100.0427	138.6232	0.003856	99.9985	-0.0442	99.9981	-0.0035
19032032-B	2.2	100.0668	138.6503	0.003856	100.0482	-0.0186	100.0471	-0.002
19032033-A	2.2	100.0777	138.6619	0.003855	100.0611	-0.0166	100.0506	-0.0128
19032033-B	2.2	100.0067	138.5622	0.003855	99.9894	-0.0173	99.9698	-0.0172
19031037	1.6	100.0687	138.6583	0.003856	100.0486	-0.0201	99.8868	-0.1601
19031039	1.6	100.0786	138.6477	0.003854	100.0558	-0.0228	100.0579	0.0051
19031006	1.6	100.0716	138.6428	0.003854	100.0501	-0.0215	100.0474	-0.0043

表 6 核级铠装工艺验证 1

编号	铠装前		铠装后		变化
	R_0 (Ω)	R_{100}/R_0	R_0 (Ω)	R_{100}/R_0	
1904250101A	100.0633	1.3850	100.0305	1.3851	-0.0328
1904250101B	100.0032	1.3851	99.9741	1.3851	-0.0291
1904250102A	100.0439	1.3850	100.0232	1.3851	-0.0207
1904250102B	100.0290	1.3850	100.0045	1.3852	-0.0245
1904250104A	100.0411	1.3850	100.0111	1.3851	-0.0300
1904250104B	100.0395	1.3850	100.0043	1.3851	-0.0352
1904250133A	100.0089	1.3850	99.9686	1.3850	-0.0403
1904250133B	99.9882	1.3850	99.9604	1.3850	-0.0278
1904250149A	99.9872	1.3850	99.9679	1.3852	-0.0193
1904250149B	99.9695	1.3850	99.9389	1.3851	-0.0306
1904250150A	99.9726	1.3850	99.9365	1.3850	-0.0361
1904250150B	100.0067	1.3850	99.9737	1.3850	-0.0330

验前 R_0 值相差 -0.17Ω 。与表 1 中 CI-Z15-A、表 2 中 K1904004-A、K1904005-A 的变化幅度相近，符合电阻值异常大幅下降的故障特征，故障得到复现。

六、改进措施及验证

1、措施

提高铂电阻元件釉料烧结温度 5°C ，并对元件再次涂釉、二次烧结封釉，确保釉料熔化并与骨架形成完全密封，以隔离真空和充气工序对填充粉的影响。

2、验证

实施以上改进措施制作铂电阻元件，通过试验以验证措施的有效性。

(1) 提高温度、真空度验证

抽取三个规格各 6 支铂电阻元件进行提高温度、提高真空度抽真空、充气试验。18 支铂元件提高温度进行真空、充气试验后检测，30 组 R_0 全部是 A 级，均未出现故障现象。说明元件未受真空、充气工艺过程影响。

(2) 核级铠装工艺验证 1

抽取 6 支 $\Phi 2.2$ 双元件，按照核级铠装铂电阻工艺制成铠装铂电阻，进行试

验验证，结果见表 6。

12 组元件的 R_0 值均减小 $0.02\sim 0.04\Omega$ 是由于铠装时引线铂丝剪短所致。未出现电阻异常大幅下降现象。

(3) 核级铠装工艺验证 2

抽取 10 支 $\Phi 2.2$ 双元件按照核级铠装铂电阻工艺制成铠装铂电阻进行验证，在真空充气工序前后进行检测，检测结果见表 7。

拉制封头后及抽真空充气后，9 支铠装铂电阻的 R_0 值及温度系数 α 均满足 A 级精度要求，真空充气工序前后 R_0 变化均小于 0.01Ω 。说明核级铠装工艺中的抽真空充气工序对电阻值及电阻温度系数未产生影响，未出现电阻异常大幅下降的现象。

七、结论

1、本文针对核级铂电阻元件研制过程中，出现

表 7 核级铠装工艺验证 2

编号	拉制封头后		等级	抽真空充气后	
	R_0 (Ω)	温度系数 α		R_0 (Ω)	ΔR_0 (Ω)
K19052031-A	100.0439	0.00385	A 级	100.0386	-0.0053
K19052031-B	100.0461	0.003849	A 级	100.0381	-0.0080
K19052032-A	断	/	/	/	/
K19052032-B	断	/	/	/	/
K19052033-A	99.9511	0.003851	A 级	99.9556	0.0045
K19052033-B	99.9953	0.003851	A 级	99.9935	-0.0018
K19052034-A	100.0212	0.00385	A 级	100.0153	-0.0059
K19052034-B	100.0378	0.00385	A 级	100.0307	-0.0071
K19052035-A	100.0275	0.003847	A 级	100.0193	-0.0082
K19052035-B	100.0128	0.003851	A 级	100.0067	-0.0061
K19052036-A	100.0147	0.003849	A 级	100.0173	0.0026
K19052036-B	100.0019	0.003852	A 级	100.0061	0.0042
K19052037-A	100.0465	0.003846	A 级	100.0452	-0.0013
K19052037-B	100.0167	0.003854	A 级	100.0208	0.0041
K19052038-A	99.9998	0.003854	A 级	99.9889	-0.0109
K19052038-B	100.0327	0.003845	A 级	100.0177	-0.0150
K19052039-A	100.0426	0.00385	A 级	100.0352	-0.0074
K19052039-B	100.0404	0.00385	A 级	100.0314	-0.0090
K19052040-A	100.0336	0.003849	A 级	100.0316	-0.0020
K19052040-B	100.0281	0.003851	A 级	100.0214	-0.0067

备注：K19052032A/B 在拉制过程中断。

R_0 值异常下降的罕见故障现象, 采取故障树分析法对故障原因逐一分析、排查、定位, 并验证和复现, 有效找出故障原因;

2、铂电阻元件电阻值异常下降的机理是由于釉封与陶瓷骨架间存有微细气体通路, 在抽真空及充气作用下, 元件的填充粉与感温丝主圈相对位置发生变化, 导致并丝, 引起电阻值异常、大幅下降, 且不稳定;

3、通过适当提高釉封温度以及二次封釉等工艺, 解决釉封不严的问题, 可避免电阻异常下降的故障, 提高了铂电阻元件的可靠性;

4、为在真空或压力等类似工作环境中, 铂电阻元件的失效分析有一定借鉴作用。

参考文献

- [1] 郑保, 成鹏展, 张建兰. 提高铂电阻温度计测量精度的方法研究 [J]. 计测技术, 2006, 26(1):56-59.
- [2] 王崇愿, 朱鹏飞, 宋平. 阶跃温度及水流速度对工业铂热电阻热响应时间的影响 [J]. 上海计量测试, 2019(4):33-35.
- [3] Jin Zhijun, Qiu Ping, Liu Wei, 等. Study on Annealing Temperature and Annealing Time of Precision Platinum Resistance Thermometers[J]. 计量与测试技术, 2019, 046(004):1-2.
- [4] 单战虎. 核电站铂热电阻测量性能影响因素分析 [J]. 化工自动化及仪表, 2013, 40(9): 1150-1154.
- [5] 刘理云, 曾喆昭. 核电厂反应堆冷却剂系统旁路温度高精度测量方法研究 [J]. 传感技术学报, 2016, 29(04): 622-626.
- [6] 《功能材料及其应用手册》编写组. 功能材料及其应用手册 [M]. 机械工业出版社, 1991.
- [7] 高天云. 某抽水蓄能电站机组 RTD 常见故障原因剖析 [J]. 电子产品可靠性与环境试验, 2002(2): 6-10.
- [8] 高天云. 天荒坪抽水蓄能电站热电阻失效机理分析 [J]. 自动化仪表, 2003, 24(2): 19-21.

The Analysis for Failures Reason of the Platinum Resistance Elements

ZHANG Li-xin^{1,2}, HU Yi^{1,2}, WANG Hua^{1,2}, JU Hua^{1,2},

CHEN Jie^{1,2}, TAN Jun^{1,2}

(1. Chongqing Materials Research Institute Co., Ltd., Chongqing 400707, China; 2. National Instrument Functional Materials Engineering Technology Research Center, Chongqing 400707, China)

Abstract: In this paper the phenomenon of the R_0 decreased abnormally during the development of high quality platinum resistance elements was investigated. It was because of the imperfectly sealed of glaze. During the vacuum and inflation process of the manufacture of platinum resistance elements, the position of the platinum wires and the sealed glaze was changed due to the float of the glaze. That generated a parallel connection of platinum wires and resulted into the large decrease of resistance. Taking appropriate measurement and testing verification, the fault was eliminated.

Key words: failures analysis; platinum resistance elements; sealed of glaze.

作者简介

张立新: 重庆材料研究院有限公司, 高级工程师, 高性能矿物绝缘电缆创新团队首席专家, 传感器部部长, 主要从事高性能矿物绝缘电缆技术、温度传感器技术、加热器技术研究。

通信地址: 重庆市北碚区蔡家工业园

邮编: 400770

邮箱: 2607283107@qq.com

胡轶: 重庆材料研究院有限公司, 高级工程师, 主要从事铂电阻元件研究及开发。

王华: 重庆材料研究院有限公司, 教授级高级工程师, 主要从事航空、航天、核电等领域传感器研究及开发。

鞠华: 重庆材料研究院有限公司, 高级工程师, 主要从事核电铂电阻温度计产品研究与开发。

陈洁: 重庆材料研究院有限公司, 高级工程师, 主要从事核电传感器及元件产品研究与开发。

谭俊: 重庆材料研究院有限公司, 工程师, 主要从事铂电阻元件研究及开发。