

PRECYZYJNE DRUTY REZYSTYWNE ZE STOPÓW Cu-Ni-Mn I Ni-Cr-Al-Si

*)Tadeusz Kamionka, Marek Galanty

Przedstawiono wybrane wyniki badań nad wytworzeniem precyzyjnych drutów rezystywnych ze stopów CuNi44Mn, CuMn12Ni3 i NiCr20AlSi. Własności elektryczne i mechaniczne takich drutów zależą w dużym stopniu od sposobu ich wytwarzania, a szczególnie od warunków końcowej obróbki cieplnej.

Wykonano zabiegi obróbki cieplnej w szerokim zakresie temperatur, czasów wyżarzania i starzenia oraz prędkości przesuwu drutu w piecu przelotowym w atmosferze ochronnej. Zamieszczono wyniki badań własności elektrycznych (temperaturowy współczynnik rezystancji, rezystywność) i mechanicznych (R_m , A_{100}) drutów o średnicach 0,1 mm, 0,08 mm i 0,06 mm.

1. WSTĘP

Podstawowymi cechami, jakimi powinien charakteryzować się drut stosowany do wytwarzania precyzyjnych rezystorów drutowych, są przede wszystkim duża rezystywność (ρ), mały temperaturowy współczynnik rezystancji (TWR) przy możliwie wysokiej temperaturze pracy oraz możliwie mała siła termoelektryczna względem miedzi, a także wysokie własności wytrzymałościowe. Ponadto druty takie, szczególnie o średnicach mniejszych od 0,1 mm, powinny wykazywać dobrą odporność na utlenianie.

Wśród najczęściej stosowanych stopów na precyzyjne druty oporowe wymienić trzeba stopy na bazie miedzi z dodatkami niklu oraz manganu - znane pod nazwami konstantan (ok. 44% Ni, 1% Mn, 55% Cu) i manganin (ok. 12% Mn, 2% Ni, 86% Cu) - oraz stopy typu nichrom (ok. 78% Ni, 20% Cr, inne dodatki stopowe). Stopy te mają silnie zróżnicowane własności użytkowe.

Konstantan, charakteryzujący się wysoką wartością TWR, wykazuje stosunkowo dobrą odporność na utlenianie. Drut konstantanowy, występujący pod

*)AKADEMIA GÓRMICZO-HUTNICZA, Katedra Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych, Al Mickiewicza 30, 30-500 Kraków

nazwą ISOTAN f-my Isabellenhütte, cechuje wartość TWR mieszcząca się w przedziale od $-80 \cdot 10^{-6}$ 1/K do $+40 \cdot 10^{-6}$ 1/K i wytrzymałość na rozciąganie R_m nie mniejsza od 420 MPa.

Manganin, którego wartość TWR zbliżona jest do zera, przy porównywalnej z konstantanem rezystywności, posiada niskie własności wytrzymałościowe i niską, na ogół nie przekraczającą 323K temperaturę pracy. Odporność stopu na utlenianie jest niewielka. Własności wytrzymałościowe takiego stopu, wytwarzanego przez firmę Molecu Wire, określa wytrzymałość na rozciąganie R_m zawierająca się w granicach od 280 do 600 MPa, a wartość temperaturowego współczynnika rezystancji nie przekracza $\pm 15 \cdot 10^{-6}$ 1/K. Rezystywność stopu wynosi $\rho = 0,48 \mu\Omega \cdot m$.

Stopy na osnowie niklu, przy porównywalnym z manganinem TWR, wykazują prawie 3 razy wyższą rezystywność niż stopy na bazie miedzi i prawie 2,5-krotnie większą wytrzymałość na rozciąganie. Ich dopuszczalna temperatura pracy zbliżona jest do 423K, a odporność na działanie czynników chemicznych jest bardzo dobra. Reprezentantem tej grupy stopów może być NIKROTHAL LX f-my Kanthal. Drut z tego stopu, przy rezystywności $\rho = 1,33 \mu\Omega \cdot m$ wykazuje TWR nie większy od $\pm 10 \cdot 10^{-6}$ 1/K oraz wytrzymałość na rozciąganie $R_m = 1\ 400$ MPa.

Szczegółowe własności precyzyjnych drutów oporowych z omawianych wcześniej stopów, produkowanych przez renomowane firmy, znaleźć można w literaturze [1, 2, 3, 4].

Jednym z najlepszych stopów do wytwarzania precyzyjnych drutów oporowych jest stop złota i chromu AuCr₂, nie znajdujący jednak powszechnego zastosowania z powodu wysokiej ceny.

Ostatnio coraz szerzej wykorzystywane są przy produkcji nowoczesnych precyzyjnych rezystorów stopy niklu z chromem i dodatkami Al, Cu, Fe, Ti, Si lub Co [5].

W artykule zostaną przedstawione niektóre wyniki kilkuletnich badań, mających na celu wytworzenie w krajowych warunkach przemysłowych drutów rezystywnych o średnicach 0,1 mm i mniejszych, charakteryzujących się określoną wartością temperaturowego współczynnika rezystancji. Zakres prac obejmował badania laboratoryjne począwszy od próżniowego wytopu stopów, ich przeróbkę plastyczną na gorąco i na zimno ze szczególnym uwzględnieniem doboru wielkości odkształceń, aż do uzyskania drutów o średnicy 0,06 mm. Dalszym etapem badań było opracowanie warunków i przeprowadzenie zabiegów końcowej obróbki cieplnej, w wyniku której druty rezystywne uzyskiwały żądane własności.

Pozytywne wyniki badań, prowadzonych w skali laboratoryjnej, były podstawą do wykonania badań na skalę przemysłową, w czasie których uzyskiwano próbną partię drutu nichromowego o średnicach 0,1 mm, 0,08 mm i 0,06 mm i zadowalających własnościach, potwierdzonych badaniami aplikacyjnymi.

2. METODYKA BADAŃ PRECYZYJNYCH DRUTÓW REZYSTYWNYCH

Badania nad otrzymaniem precyzyjnych drutów rezystywnych obejmowały trzy grupy stopów, a mianowicie: konstantany, manganiny i nichromy. Ich szczegółowe składy chemiczne zawiera tabela 1.

Tabela 1. Skład chemiczny badanych stopów oporowych.

Stop	Znak	Składniki stopowe, %						Zanieczyszczenia, %				
		Ni	Mn	Cu	Cr	Al	Si	Al	Fe	Si	Mn	Cu
A ^{*)}	CuNi44Mn	44,2	0,98	reszta	—	—	—	0,02	0,05	0,01	—	—
B ^{*)}	CuMn12Ni3	3,47	12,8	reszta	—	—	—	0,01	0,21	0,05	—	—
C ^{**)}	NiCr20AlSi	reszta	—	—	20,5	3,5	1,52	—	0,70	—	0,50	0,03

*) - wytop laboratoryjny,

***) - wytop przemysłowy

Wlewki ze stopów A, B i C (tab. 1), otrzymanych drogą próżniowego wytopu, przerabiano plastycznie wg zaprojektowanego schematu odkształceń aż do uzyskania drutu o wymaganej średnicy. Szczegółowa technologia wytopu i przeróbki plastycznej stopów na druty o średnicy 0,10 mm przedstawiona jest w pracach [6, 7]. Tak przygotowane druty rezystywne poddawano zabiegom końcowej obróbki cieplnej i jej parametry zależały od składu chemicznego stopu. Dla konstantanu (stop A) przeprowadzano wyżarzanie końcowe drutu ϕ 0,10 mm w temperaturach od 673K do 1073K w czasie od 1 do 12 godzin.

Drut ϕ 0,10 mm z manganinu (stop B) poddawany był dwuetapowej końcowej obróbce cieplnej, składającej się z procesu przesycań i starzenia sztucznego. Przesycań odbywało się z temperatury 823K. Czas wygrzewania przed przesycańiem był zmieniany i wynosił 5 godzin oraz 2,5 godziny. Sztuczne starzenie drutu manganinowego prowadzono na dwa sposoby. Pierwszy polegał na wygrzewaniu w temperaturze 413K w czasie od 24 do 120 godzin. Drugi zaś sposób to starzenie w trakcie 1 do 4 cykli. Każdy cykl starzenia trwał 24 godziny i składał się z nagrzewania od temperatury pokojowej do temperatury 413K, wygrzania w tej temperaturze oraz chłodzenia do temperatury pokojowej. Zarówno nagrzewanie jak i chłodzenie odbywały się z określonymi prędkościami.

Druty z nichromu (stop C) o średnicach końcowych 0,10 mm, 0,08 mm i 0,06 mm były obrabiane cieplnie w przemysłowym piecu przelotowym, w którym drut był nagrzewany do temperatury od 1123K do 1563K, a następnie schładzany na wybiegu pieca do temperatury otoczenia. Prędkość przesuwu drutu w piecu zmieniano w granicach od 0,55 m/s do 1,5 m/s.

Wszystkie druty, po skończonych zabiegach końcowej obróbki cieplnej, poddawano badaniom, mającym na celu wyznaczenie podstawowych własności wyrobu. Mierzono i wyznaczano następujące parametry drutów:

- rezystancje 1 mb drutu w temperaturze 293K,
- rezystywność drutu w temperaturze 293K,
- temperaturowy współczynnik rezystancji,
- własności mechaniczne drutów.

Temperaturowy współczynnik rezystancji dla każdego drutu wyznaczano z zależności:

$$TWR_t = \frac{R_t - R_o}{R_o (t - t_o)}$$

- gdzie: R_t - rezystancja odcinka drutu w temperaturze badania,
 R_o - rezystancja odcinka drutu w temperaturze odniesienia,
 t - temperatura badania,
 t_o - temperatura odniesienia.

Temperatura odniesienia była w każdym przypadku ta sama i wynosiła 293K. Temperatury badania pokrywały się z najniższymi i najwyższymi temperaturami pracy drutów z poszczególnych stopów i wynosiły 218K, 313K, 373K oraz 423K. Specjalnie przygotowane próbki drutów rezystywnych umieszczano w komorze klimatyzacyjnej f-my Heraeus, pozwalającej na utrzymanie zaprogramowanej temperatury z dokładnością $\pm 0,5K$. Pomiarów rezystancji dokonywano miernikiem cyfrowym Solatron f-my Schlumberger, umożliwiającym odczyt z dokładnością do 0,001 Ω . Dokładny opis sposobu wyznaczania wartości TWR zawarty jest w pracy [6].

Własności mechaniczne drutów ustalano w oparciu o wyniki statycznej próby rozciągania drutów, prowadzonej wg zaleceń normy PN-83/H-04316, na maszynie wytrzymałościowej f-my Instron. Wyznaczano średnią wartość wytrzymałości na rozciąganie R_m oraz całkowite wydłużenie względne drutów A_{100} .

3. WŁASNOŚCI PRECYZYJNYCH DRUTÓW OPOROWYCH

W wyniku przeprowadzonych badań uzyskano bogaty materiał doświadczalny, umożliwiający zaprojektowanie procesów technologicznych produkcji precyzyjnych drutów oporowych. Poniżej przedstawiono niektóre z otrzymanych rezultatów.

Wyniki badań drutu $\phi 0.10$ mm ze stopu CuNi44Mn przedstawiono na rys. 1 oraz w tabeli 2.

Tabela 2. Rezystancja 1 mb drutu konstantanowego $\phi 0,10$ mm i jego rezystywność po końcowym wyżarzaniu.

Lp.	Rezystancja 1mb	Rezystywność	Temperatura wyżarzania	Czas wyżarzania
	Ω	$\mu\Omega \cdot m$	K	godz.
1	65,423	0,514	umocniony	
2	61,189	0,480	773	1
3	62,001	0,487	873	1
4	62,432	0,490	973	1
5	62,127	0,488	1073	1
6	61,533	0,483	673	2
7	61,133	0,480	673	4
8	60,952	0,479	673	6
9	61,100	0,480	673	8
10	60,836	0,478	673	10
11	60,775	0,477	673	12

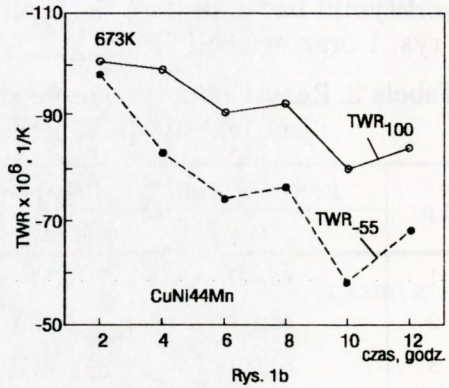
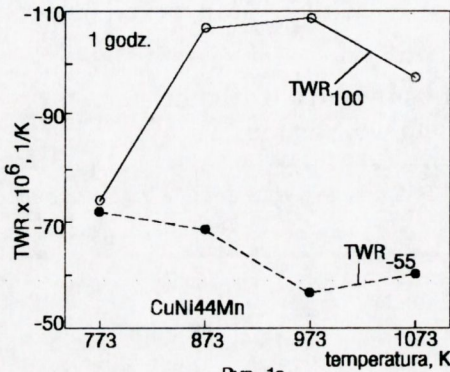
Analizując wartości rezystancji 1 mb drutu zauważyć można, że najwyższą rezystancję wykazuje drut po przeróbce plastycznej na zimno, odkształcony gniotem 99,5%.

Rezystancja drutu umocnionego jest zbyt wysoka, niekorzystne są również jego własności plastyczne. Ten sam drut, po wyżarzeniu końcowym przez 1 godzinę w temperaturze 973K charakteryzuje się opornością równą nominalnej dla drutu ISOTAN ($R_{1mb} = 62,4 \Omega$) i wysokim temperaturowym współczynnikiem rezystancji $TWR = -108 \cdot 10^{-6} 1/K$ (rys. 1a).

Zmieniając warunki wyżarzania końcowego - temperatura 673K, czas 10 godzin - doprowadzono do obniżenia wartości TWR do poziomu wymaganego dla drutów ISOTAN (rys. 1b) ($TWR < -80 \cdot 10^{-6} 1/K$), a także do nieznacznego

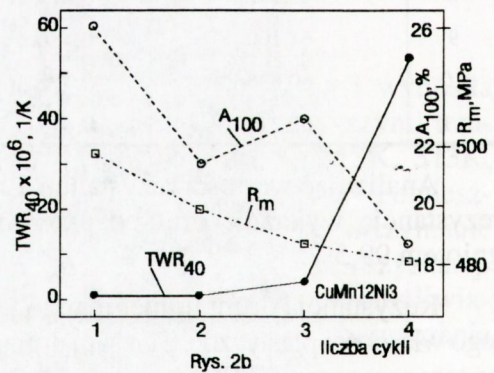
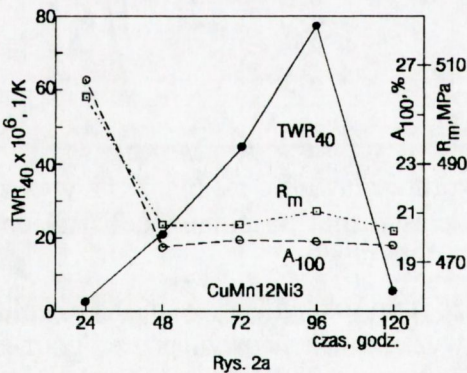
zmniejszenia rezystancji 1 mb drutu do wartości 60,836 Ω (tab. 2), mieszczącej się w $\pm 8\%$ polu tolerancji tego parametru.

Własności drutu $\phi 0,098$ mm ze stopu CuMn12Ni3 zaprezentowano na rys. 2 i 3 oraz w tabeli 3. Zauważalne jest dość silne zróżnicowanie własności drutu od warunków przesycania, a także od sposobu prowadzenia procesu starzenia. Ogólnie można stwierdzić, że druty krócej wygrzewane przed przesycaniem



Rys. 1.

Wpływ temperatury końcowego wyżarzania w czasie 1h (a) i czasu końcowego wyżarzania w temperaturze 673K (b) na zmianę wartości TWR₁₀₀ i TWR₅₅ dla drutu $\phi 0,10$ z konstantanu.



Rys. 2.

Wpływ czasu starzenia w temperaturze 413K (a) oraz liczby cykli starzenia (b) na zmianę wartości TWR₄₀, zmianę własności wytrzymałościowych R_m i własności plastycznych A₁₀₀ dla drutów $\phi 0,10$ z manganinu.

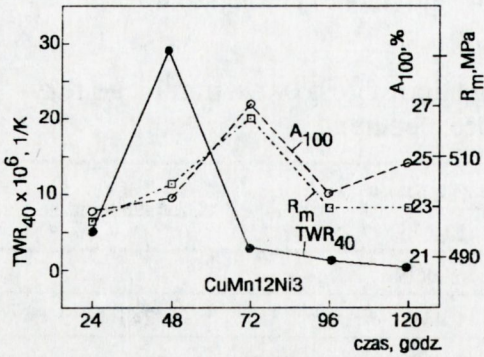
Materiał wsadowy wygrzewano przed przesycaniem przez 5h w temperaturze 823K.

wykazywały większe wartości rezystancji 1 mb (tab. 3) i mniejsze wartości TWR po starzeniu (rys. 2 i 3).

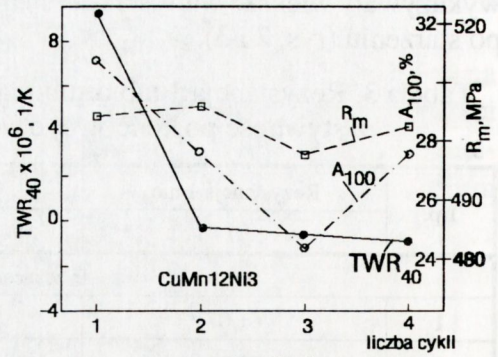
Tabela 3. Rezystancja 1 mb drutu manganinowego ϕ 0,098 mm i jego rezystywność po końcowej obróbce cieplnej.

Lp.	Rezystancja 1 mb	Rezystywność	Czas starzenia
	Ω	$\mu\Omega \times m$	
Przesycanie 823 K/5h			
1	61,07	0,461	24h
2	60,86	0,459	48h
3	56,98	0,430	72h
4	52,96	0,399	96h
5	59,86	0,451	120h
6	61,15	0,461	1 cykl
7	58,79	0,553	2 cykle
8	60,52	0,456	3 cykle
9	55,22	0,416	4 cykle
Przesycanie 823 K/(2h 30 min)			
1	56,17	0,424	24h
2	61,76	0,466	48h
3	61,31	0,462	72h
4	62,12	0,469	96h
5	61,39	0,463	120h
6	59,88	0,452	1 cykl
7	61,18	0,461	2 cykle
8	55,25	0,417	3 cykle
9	61,93	0,467	4 cykle

Drut wygrzewany przed przesycaaniem przez 5 godzin wykazuje stabilizację własności mechanicznych już po 48-godzinnym starzeniu, a TWR₄₀ zmienia się wyraźnie z wydłużeniem czasu starzenia (rys. 2a). Podczas starzenia tak przesyconego drutu w dobowych cyklach zauważa się już po pierwszym cyklu stabilizację wartości TWR₄₀ na poziomie $1 \cdot 10^{-6}$ 1/K oraz ciągłe zmniejszanie się wartości R_m i wydłużenia A_{100} wraz ze wzrostem liczby cykli starzenia (rys. 2b). Po skróceniu czasu wygrzewania drutu przed przesycaaniem do 2,5 godz. nastąpi-



Rys. 3a



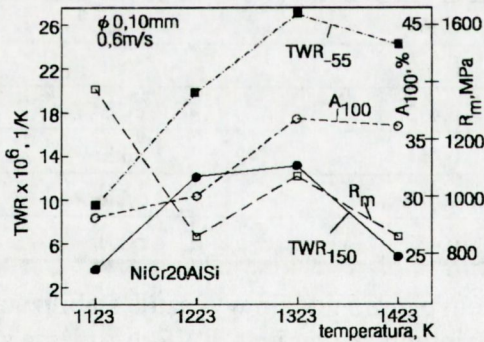
Rys. 3b

Rys. 3.

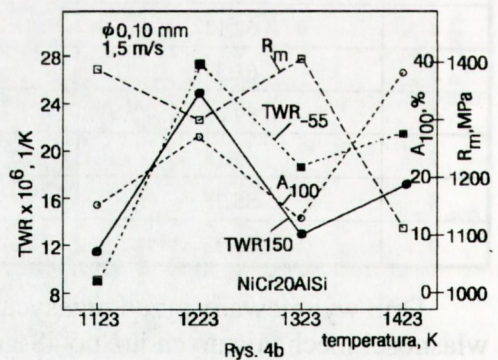
Wpływ czasu starzenia w temperaturze 413K (a) oraz liczby cykli starzenia (b) na zmianę wartości TWR₄₀, zmianę własności wytrzymałościowych R_m i własności plastycznych A₁₀₀ dla drutów ϕ 0,10 z manganinu.

Materiał wsadowy wygrzewano przed przesycaniem przez 2,5h w temperaturze 823K.

ło ustalenie wartości TWR₄₀ na poziomie ok. $(2..3) \cdot 10^{-6}$ 1/K dopiero po 72 godzinach starzenia (rys. 3a). Stosując starzenie drutu w cyklach dobowych już po 2 cyklach wartość TWR₄₀ ustala się w pobliżu zera i nie zmienia się po trzech i czterech cyklach (rys. 3b).



Rys. 4a



Rys. 4b

Rys. 4

Wpływ temperatury przesycania na zmianę wartości TWR₁₅₀ i TWR₋₅₅ oraz na zmianę własności wytrzymałościowych R_m i plastycznych A₁₀₀ dla drutu ϕ 0,10 mm z nichromu przy prędkości przesuwu 0,6 m/s (a) i 1,5 m/s (b) w piecu przelotowym.

Tabela 4. Rezystancja 1 mb drutu ze stopu NiCr20AlSi ϕ 0,10 mm i jego rezystywność po końcowej obróbce cieplnej w piecu przelotowym.

Lp.	Średnica rzeczywista	Rezystancja 1mb	Rezystywność	Temperatura obróbki	Prędkość przesuwu
	mm	Ω	$\mu\Omega \cdot m$	K	m/s
1	0,102	156,56	1,28	1123	0,6
2	0,102	164,60	1,34	1223	0,6
3	0,107	141,48	1,27	1323	0,6
4	0,107	145,13	1,31	1423	0,6
5	0,102	154,40	1,26	1123	1,5
6	0,102	151,45	1,24	1223	1,5
7	0,107	140,84	1,27	1323	1,5
8	0,107	139,71	1,26	1423	1,5

Reasumując można stwierdzić, że dla drutów wygrzewanych przed przesycaaniem zarówno przez 5 godzin, jak i przez 2,5 godz. ustalono doświadczalnie sposób i warunki starzenia, w wyniku których uzyskano parametry wymagane dla drutów ϕ 0,10mm o firmowej nazwie MANGANIN [2]: $TWR < \pm 10 \cdot 10^{-6} 1/K$, $R_{1mb} = 54,7\Omega \pm 8\%$, $R_{mmin} = 390$ MPa.

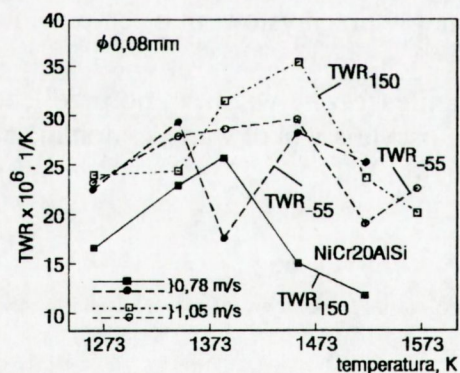
W tabelach 4, 5 i 6 oraz na rys. 4, 5 i 6 przedstawiono własności drutów o średnicach odpowiednio 0,1mm, 0,08mm i 0,06mm ze stopu NiCr20AlSi po końcowej obróbce cieplnej przeprowadzonej w przemysłowym piecu przelotowym.

Wartości rezystancji 1 mb drutu, zamieszczone w tab. 4, po przeliczeniu do jednakowej średnicy ϕ 0,100 mm oscylują wokół wartości nominalnej $R_{1mb} = 168 \Omega \pm 8\%$ drutu o nazwie ISAOHM [2].

Tabela 5. Rezystancja 1 mb drutu ze stopu NiCr20AlSi ϕ 0,08 mm, jego rezystywność, a także wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie po końcowej obróbce cieplnej w piecu przelotowym.

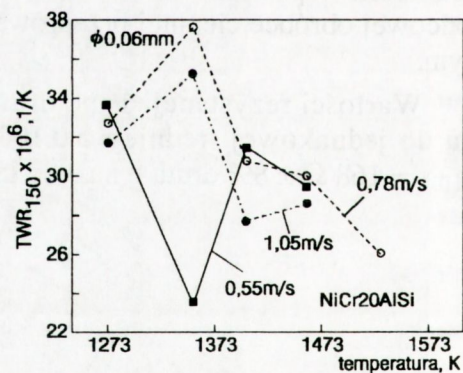
Lp.	Rezystancja 1 mb	Rezystywność	Wytrzymałość R_m	Wydłużenie A_{100}	Temperatura obróbki	Prędkość przesuwu
	Ω	$\mu\Omega \cdot m$	MPa	%	K	m/s
1	245,40	1,23	1278	19,2	1263	0,78
2	243,01	1,22	—	—	1353	0,78
3	244,90	1,23	—	—	1403	0,78
4	250,49	1,26	1011	33,0	1463	0,78
5	253,42	1,27	912	31,7	1523	0,78
6	243,72	1,23	—	—	1263	1,05
7	243,34	1,22	—	—	1353	1,05
8	242,80	1,22	—	—	1403	1,05
9	248,77	1,25	—	—	1463	1,05
10	255,51	1,28	—	—	1523	1,05
11	258,28	1,30	793	28,2	1563	1,05

Dla drutu ϕ 0,08 mm wszystkie wartości rezystancji 1 mb drutu mieszczą się w wymaganym przedziale, nieco poniżej wartości nominalnej ustalonej dla drutu ISA-OHM. Daje się zauważyć tendencja wzrostu rezystancji ze wzrostem temperatury



Rys. 5

Wpływ temperatury przesycającej na zmianę wartości TWR_{150} i TWR_{55} przy różnych prędkościach przesuwu w piecu przelotowym dla drutu ϕ 0,08 z nichromu.



Rys. 6

Wpływ temperatury przesycającej na zmianę wartości TWR_{150} przy różnych prędkościach przesuwu w piecu przelotowym dla drutu ϕ 0,06 z nichromu.

przy ustalonej prędkości przesuwu drutu w piecu podczas obróbki końcowej (tab. 5).

Tabela 6. Rezystancja 1 mb drutu ze stopu NiCr20AlSi ϕ 0,06 mm, jego rezystywność, a także wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie po końcowej obróbce cieplnej w piecu przelotowym.

Lp.	Rezystancja 1 mb	Rezystywność	Wytrzymałość R_m	Wydłużenie A_{100}	Temperatura obróbki	Prędkość przesuwu
	Ω	$\mu\Omega \cdot m$	MPa	%	K	m/s
1	400,57	1,13	1224	23,5	1263	0,55
2	404,82	1,14	1202	24,1	1353	0,55
3	406,56	1,15	—	—	1403	0,55
4	430,60	1,22	—	—	1463	0,55
5	398,50	1,13	1227	21,2	1263	0,78
6	400,11	1,13	—	—	1353	0,78
7	407,54	1,15	—	—	1403	0,78
8	412,43	1,17	972	23,1	1463	0,78
9	472,72	1,34	672	16,0	1523	0,78
10	399,93	1,13	—	—	1263	1,05
11	396,51	1,12	—	—	1353	1,05
12	403,72	1,14	—	—	1403	1,05
13	413,81	1,17	1227	21,2	1463	1,05

Taką samą prawidłowość obserwuje się w przypadku drutu ϕ 0,06 mm przy jednoczesnym wyraźnym obniżeniu wartości rezystywności. W przebadanych zakresach prędkości przesuwu drutu i temperatury obróbki cieplnej nie stwierdzono jednoznacznej zależności pomiędzy własnościami końcowymi drutu a warunkami obróbki cieplnej (rys. 4 - 6). Drut obrabiany według tych warunków spełnia wymagania stawiane wyrobom pod nazwą ISAOHM w wykonaniu standardowym.

Podsumowując uzyskane wyniki należy stwierdzić, że zasadniczy cel pracy, jakim było opracowanie warunków i wyprodukowanie w kraju drutów

oporowych o parametrach nie odbiegających od produktów uznanych firm, został osiągnięty. W czasie prób przemysłowych wykonano serię próbną drutów o średnicach 0,10 mm, 0,08 mm i 0,06 mm ze stopu NiCr20AlSi, z których wytworzono w zakładzie produkcyjnym rezystory i poddano je pełnym cykлом badawczym. Wyniki tych badań wykazały przydatność drutów z serii próbnej do produkcji niektórych typów precyzyjnych rezystorów.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Kamionka T., Galanty M.: Własności drutów rezystywnych ze stopów NiCrAlSi w zależności od sposobu wytwarzania. *Rudy i Metale Nieżelazne* 37, 1992, 8, 220-225
- [2] Katalog wyrobów f-my Isabellenhütte Heusler GmbH KG Dillenburg
- [3] Katalog wyrobów f-my Molecu Wire 1990
- [4] Katalog firmowy: KANTHAL Precision Wire 1990
- [5] Köster W., Heusler J.: *Metall*.22, 1968, 1, s. 1 - 8
- [6] Kamionka T., [i in.]: Sprawozdanie IPPiM AGH nr 3.3.5.2. Kraków 1988
- [7] Kamionka T., Galanty M.: Stabilność rezystancji drutów ze stopów CuMnNi w zależności od sposobu wytwarzania. *Metalurgia i Odlewnictwo. Zeszyty Naukowe AGH* 16, 1990, 4, 563 - 582
- [8] Gabrielian D. I.: *Precyzyjnyje splawy*. Moskwa: Metallurgija, 1972