

Analiza przydatności metod pomiaru rezystancji powłok antyelektrostatycznych o nieregularnych kształtach

Streszczenie. Artykuł prezentuje wybrane metody badań własności rezystancyjnych powłok antyelektrostatycznych. Omówiono ich przydatność w warunkach przemysłowych. Wyszczególniono wady i zalety zaprezentowanych metod. Zaproponowano system pomiarowo-diagnostyczny, który pozwalałby na wykorzystanie potencjału pomiarowego omówionych metod przy jednoczesnej minimalizacji ich wad. Wskazano potrzebę oszacowania oraz kontroli rezystancji skrośnej i powierzchniowej warstw antyelektrostatycznych jako wykorzystywaną w celach normalizacji oraz spełnienia parametrów jakościowych i ekonomicznych.

Abstract. The paper presents selected research methods resistive properties of anti-static layers. Typical applications of anti-static layers, and the threat posed by static discharge are described. Discusses the usefulness in industrial conditions, and detailed the advantages and disadvantages presented methods. In chapter 3 discusses the method suggested in the Polish Standards [1], fig. 2; four-probe method, fig. 3; van der Pauw's method [6] fig. 4; comparative method, with a capacity of capacitor [4], and eddy currents [8]. As the main disadvantage of these methods are given the possibility of measuring only in specialized laboratories in the prepared samples. In section 3.6 the author suggests the creation of control and measurement systems to enable testing under operating conditions the object coated anti-static layers. More than a system would enable to carry out measurements on samples of irregular shape. The aim of the development of that system is to simplify the measurement techniques for antistatic coatings, while maintaining the required accuracy, making possible the appropriate selection of coating components and simultaneously lowering its prices. (**Analysis of suitability of methods to measure resistance of antistatic coatings with irregular shapes**).

Słowa kluczowe: elektryczność statyczna, powłoki antyelektrostatyczne, rezystancja skrośna, rezystancja powierzchniowa.

Keywords: anti-static layers, surface resistance, volume resistance, resistivity, static electricity, measurement methods.

doi:10.12915/pe.2014.04.26

Wstęp

Zagadnienia bezpieczeństwa pracy i eksploatacji urządzeń stwarzają szereg problemów związanych z wyładowaniami elektrostatycznymi. Występowanie w pomieszczeniach, obiektach, urządzeniach mechanicznych, elektrycznych oraz elektronicznych szkodliwych w skutkach wyładowań elektrostatycznych powoduje zapotrzebowanie na materiały zabezpieczające powierzchnie tych obiektów przed gromadzeniem się na nich ładunków nadmiarowych.

Podstawowymi parametrami charakteryzującymi powłoki służące odprowadzaniu nadmiarowego ładunku elektrostatycznego jest ich rezystancja skrośna i powierzchniowa. W danych katalogowych producentów takich powłok podaje się zazwyczaj uśrednioną wartość rezystancji skrośnej i powierzchniowej uzyskaną w pomiarach na certyfikowanym stanowisku wykonanym zgodnie z PN [1].

Dokładności parametrów podawanych przez producentów materiałów antyelektrostatycznych są wystarczające do zastosowań projektowych, jednak dla technologii nadzorujących proces kształtowania właściwości produkowanego materiału ochronnego niezbędne są daleko bardziej dokładne wartości.

Ponadto poszczególne metody charakteryzują się odmiennymi możliwościami zastosowań, skomplikowaniem procedury pomiarowej, mobilnością, czasochłonnością i pracochłonnością badań. W wielu przypadkach zastosowanie metody sugerowanej w PN jest ciężkie do zrealizowania lub wręcz niemożliwe.

Typowe zastosowania powłok antyelektrostatycznych

Elektryczność statyczna jest jednym z najczęstszych źródeł zapłonu palnych i wybuchowych mieszanin występujących w zakładach przemysłowych. W klasyfikacji tego typu zagrożeń zajmuje ona 3 miejsce, tuż za tarciami mechanicznymi oraz tleniem [2]. W praktyce do wybuchu może dojść wszędzie tam gdzie mamy do czynienia z przetwarzaniem, transportem, magazynowaniem i/lub wytwarzaniem palnych substancji, w obiektach takich jak kopalnie węgla kamiennego, rafinerie, zakłady chemiczne, lakiernie, magazyny itp. Prawdopodobieństwo wystąpienia

wybuchu wzrasta wraz z ilością operacji jakim te substancje są poddawane.

Aby zobrazować powagę zagrożenia, w tab. 1. przedstawiono wartości minimalnych energii zapłonu MIE (minimum ignition energy) wybranych substancji stosowanych w procesach technologicznych. Zapłon pewnych substancji może spowodować nawet przeskok iskry między człowiekiem a obsługiwanym obiektem (uwolniona energia może wynieść 90 mJ dla napięcia 30 kV).

Tabela 1. Wartości dolnej (DGW) i górnej granicy (GGW) wybuchowości oraz minimalnej energii zapłonu dla wybranych mieszanin paliwo-powietrze i paliwo-tlen [2].

Paliwo	Mieszanina z powietrzem		E _{min} [mJ]	Mieszanina z tlenem	
	DGW [% obj.]	GGW [% obj.]		DGW [% obj.]	GGW [% obj.]
Acetylen	2,5	80,0	0,02	2,5	98,0
Metan	5,3	14,0	0,28	5,1	61,0
Etan	3,2	12,5	0,27	3,0	66,0
Propan	2,4	9,5	0,26	2,3	55,0
Butan	1,9	8,4	0,25	1,8	48,0
Benzen	1,0	7,8	0,24	-	-
Wodór	4,1	74,2	0,02	4,0	94,0

Silne pola elektrostatyczne mogą powodować zakłócenia w działaniu aparatury kontrolno-pomiarowej, komputerów oraz we wszelkich urządzeniach elektronicznych zawierających elementy półprzewodnikowe.

Kolejnym negatywnym zjawiskiem jest fizjologiczne oddziaływanie ładunku elektrostatycznego na człowieka. [3].

Metody pomiaru rezystancji skrośnej i powierzchniowej powłok antyelektrostatycznych

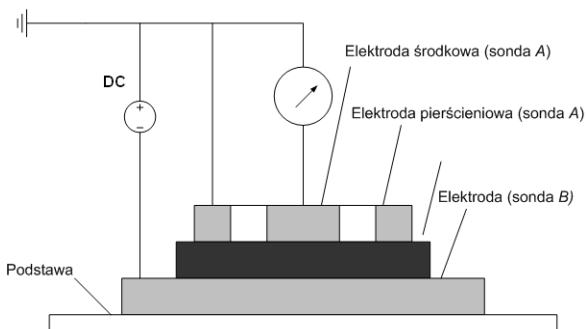
Powszechnie stosowanych jest kilka metod pomiaru rezystancji powłok antyelektrostatycznych. Ich przydatność w procesie badawczym wynika z zastosowanej koncepcji, możliwości aparaturowej oraz możliwości finansowych jednostki badawczej.

Metoda pomiarów wg PN [1].

W normach krajowych pomiar rezystancji skośnej i powierzchniowej materiałów stałych używanych do zapobiegania gromadzeniu się ładunku elektrostatycznego opisany jest w [1].

Rezystywność skośną ρ mierzy się metodą pośrednią, tzn. przez pomiar rezystancji skośnej R_v , „efektywnej” powierzchni elektrody pomiarowej A i grubości próbki h . Wymiary geometryczne elektrod i próbki określone są także w PN. Dokładny pomiar rezystancji skośnej jest trudny i kłopotliwy. Jest to spowodowane między innymi samą naturą materiału, metodą pomiaru, a także niedoskonałością aparatury pomiarowej [4]. Bardzo istotną cechą tych materiałów jest niejednorodność własności.

Rezystywność powierzchniową, podobnie jak i rezystywność skośną, określa się także metodą pośrednią, mierząc rezystancję powierzchniową R_s , efektywną długość elektrody pomiarowej d i szerokość szczeliny g (rys.1).



Rys.1. Podstawowe połączenie elektrod do pomiarów rezystancji skośnej [1]

Uzyskanie wiarygodnych powtarzalnych wyników rezystancji powierzchniowej jest znacznie trudniejsze niż rezystancji skośnej. Dzieje się tak dlatego, że na stan powierzchni powłoki i zmiany jej rezystancji powierzchniowej ma znaczny wpływ otaczające środowisko (wilgotność, temperatura, zapylenie, wycieki, i inne).

Metoda opisana w normie PN-EN-61340-2-3 pozwala na pomiary rezystancji, rezystywności skośnej i powierzchniowej w zakresie od $10^4 \Omega$ do $10^{12} \Omega$ umożliwiając tym samym sprawdzenie kryteriów właściwości antyelektrostatycznych [1].

Niemniej wadami metod pomiarowych proponowanych w PN są:

1. odtwarzalność wartości pomiaru $\pm 10\%$,
2. pomiary tylko w warunkach laboratoryjnych,
3. brak możliwości pomiarów poligonowych,
4. brak możliwości pomiarów na powierzchniach o nieregularnych kształtach,
5. brak możliwości automatycznego opracowania i archiwizacji wyników pomiarów,
6. czasochłonność pomiarów,
7. pracochłonność przygotowania próbek.
8. Znaczne błędy pomiarowe, spowodowane:
 - oszacowaniem efektywnej powierzchni elektrody,
 - zjawiskami zachodzącymi między elektrodą a próbka,

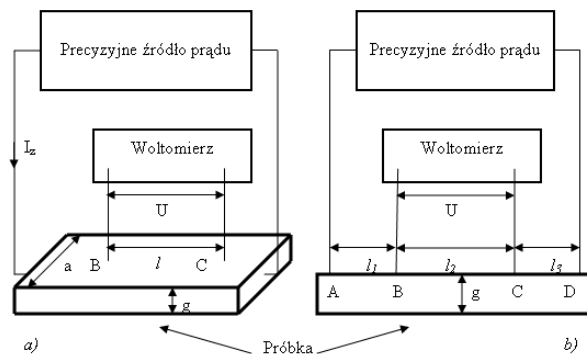
Metoda czteropunktowa z elektrometrem [4]

Najprostszym sposobem pomiaru rezystywności niektórych materiałów jest przygotowanie próbki w kształcie prostokątnego pręta i podłączenie do jej osobnych elektrod prądowych oraz napięciowych, jak pokazano na rysunku 2. Wartość rezystywności otrzymamy z:

$$(1) \quad \rho = \frac{V_B - V_C}{i} \frac{S}{l_{BC}}$$

gdzie l_{BC} jest odległością pomiędzy punktami B i C, a S jest przekrojem poprzecznym próbki w kierunku przepływu prądu.

W opisaney metodzie wymagana jest dokładna wiedza na temat miejsca przyłożenia elektrod oraz geometrii próbki. Ponadto, aby równanie (1) było prawdziwe, konieczne jest aby gęstość prądu była równa w każdym punkcie próbki oraz powierzchnie o równym potencjale były płaszczyznami równoległymi do elektrod prądowych [5].



Rys.2. Konwencjonalna metoda czteropunktowa do pomiaru rezystywności próbki. Prąd płynie od A do D, spadek napięcia jest zmierzony między B a C.

Metodę tą charakteryzują:

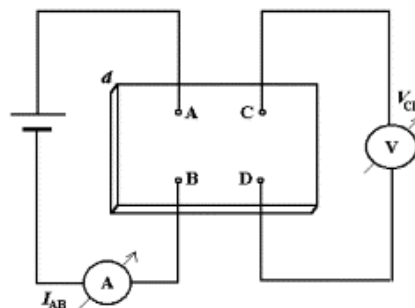
- prosty układ pomiarowy,
- uniwersalność zastosowań
- możliwość zastosowania różnych elektrod (ostrzowe, koncentryczne, paskowe, itd..)

Jednocześnie metoda posiada wady:

- pomiary z użyciem dwóch różnych par elektrod,
- pomiary na przygotowanej próbce o znanym kształcie i wymiarach,
- umieszczenia elektrod w jednej osi,
- wymagane bardzo stabilne źródło prądu.

Metoda Van der Pauwa [6]

Główną zaletą metody pomiarowej Van der Pauwa w pomiarach rezystywności jest to, że pozwala ona pominąć problemy związane z brakiem wystarczającej wiedzy o geometrii badanej próbki. Technika ta została opracowana aby mierzyć oporność cienkich i płaskich próbek półprzewodników. Wg autorów może również znaleźć zastosowanie przy pomiarach cienkich warstw antyelektrostatycznych.



Rys.3. Przykład usytuowania styków na powierzchni próbki. Przepływu prądu z A do B, napięcie jest mierzone przez C i D: opór $R_{AB,CD}$ jest dany przez $(V_D - V_C)/I_{AB}$ [7]

L.J. Van der Pauw wykazał [6], że rezystywność niektórych materiałów może być określona w próbkach o

dowolnym kształcie (rys.3), przy zachowaniu następujących warunków:

1. Styki umiejscowione są na krawędzi próbki.
2. Rozmiary Styków są wystarczająco małe.
3. Próbką jest jednorodna, co jest niezbędne by geometria 3D mogła być zredukowana do 2D.
4. Powierzchnia próbki nie posiada szczelin.

Niektóre z tych wymagań są trudne do spełnienia doświadczalnie. Jeżeli wspomniane wymagania można uznać za spełnione lub wpływ ich jest pomijalny, to:

$$(2) \quad \exp\left(-\pi \frac{R_{AB,CD}d}{\rho}\right) + \exp\left(-\pi \frac{R_{BC,AD}d}{\rho}\right) = 1$$

gdzie

$$(3) \quad R_{AB,CD} = \frac{V_D - V_C}{i_{AB}}$$

i i_{AB} jest prądem wprowadzanym przez kontakt A i wyprowadzany z kontaktu B, rys 3. Podobny stosunek określa $R_{BC,AD}$.

Jeżeli próbka ma oś symetrii i elektrody A i D są umieszczone na tej osi, a kontakty B i C są symetryczne względem niej. To w tym przypadku równaniu jest znacznie prostsze i wtedy:

$$(4) \quad \rho = \frac{\pi d}{\ln 2} R_{AB,CD}$$

W ogólnym przypadku rozmieszczenia elektrod można zapisać:

$$(5) \quad \rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right)$$

gdzie współczynnik korelacji f może być obliczony przez wykorzystywanie związku:

$$(6) \quad \frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = \frac{f}{\ln 2} \operatorname{arccos} h\left(\frac{\exp(\ln 2 / f)}{2}\right)$$

Wartości funkcji f są zestawiane w postaci tabularycznej dla dowolnego stosunku rezystancji $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$ [7].

Metoda Van der Pauwa pierwotnie była opracowana do pomiarów rezystywności materiałów jednorodnych. Jednak, gdy nie ma pewności co do tego założenia wskazana jest pewna modyfikacja metody. Uzyskuje się ją poprzez permutacje pomiarów z czterech styków. Ponadto, przez zamianę biegunowości uzyskuje się 8 możliwych kombinacji.

Metoda porównawcza z pojemnością kondensatora [4]

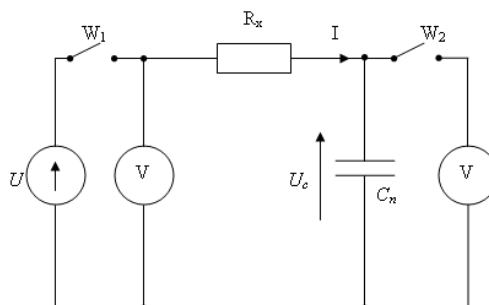
Metody pomiaru dużej rezystancji przez porównanie jej z pojemnością kondensatora polegają na pomiarze czasu ładowania lub rozładowania kondensatora wzorcowego prądem płynącym przez mierzoną rezystancję [3]. Schemat układu pomiarowego z ładowaniem kondensatora przedstawiono na rysunku 4.

Jeżeli pojemność pasywna C_x mierzonego rezystora jest pomijalnie mała w porównaniu z pojemnością kondensatora wzorcowego C_n ($C_x \ll C_n$), a kondensator

wzorcowy jest bezstratny i rozładowany, to po włączeniu wyłącznika W_1 (wyłącznik W_2 rozarty) prąd ładowania kondensatora C_n , płynący przez rezystor R_x , jest funkcją czasu t i wynosi

$$(7) \quad I = \frac{U}{R_x} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$$

gdzie $\tau = C_n R_x$ jest stałą czasową ładowania kondensatora C_n ; t - ładunek zgromadzony na kondensatorze w czasie t_1



Rys.4. Pomiar rezystancji warstwy metodą ładowania kondensatora wzorcowego

W uproszczeniu można zapisać, że ładunek zgromadzony na kondensatorze w czasie t_1 wynosi:

$$(8) \quad Q = -\frac{U}{R_x} t_1$$

Po czasie t_1 na krótko włącza się wyłącznik W_2 i woltomierz o bardzo dużej rezystancji wejściowej (elektrostatyczny) mierzy na kondensatorze C_n napięcie U_c . Napięcie to umożliwia wyznaczenie ładunku zgromadzonego na kondensatorze C_n z zależności:

$$(9) \quad Q = C_n U_c$$

Z porównania zależności (8) i (9) otrzymuje się zależność określającą mierzoną rezystancję:

$$(10) \quad R_x = \frac{U t_1}{C_n U_c}$$

Błąd pomiaru będzie pomijalnie mały, jeżeli stała czasowa mierzonego rezystora $\tau_x = R_x C_x$ będzie dużo mniejsza od stałej czasowej $\tau = R_x C_n$ ładowania lub rozładowania kondensatora wzorcowego. Gdy wartości rezystancji mierzonej są duże, warunek ten jest trudny do spełnienia, co ma miejsce w naszym przypadku [4].

Metoda prądów wirowych [8]

Powłoki przewodzące prąd elektryczny mogą być badane również metodą prądów wirowych. Można nią badać warstwy metaliczne jak i kompozyty przewodzące prąd. Metoda ta ogranicza się jedynie do powłok naniesionych na powierzchni nieprzewodzącej, co można uznać za jej główną wadę. Metoda pozwala zwłaszcza na wyszukiwanie różnic fizycznych właściwości materiału badanego za pomocą zmiennego pola magnetycznego. Zaletą stosowania metody prądów wirowych jest brak kontaktu elementu pomiarowego z powierzchnią badaną, natomiast wadę stanowią skomplikowane zależności w tym na rezystywność warstwy wierzchniej [8].

Wnioski

Opisane powyżej metody pomiaru rezystancji skrośnej i powierzchniowej są najczęściej stosowanymi w warunkach produkcyjnych. W szczególnych przypadkach lub w badaniach laboratoryjnych istnieje możliwość zastosowania różnych wariantów podanych metod lub metod bardziej wyspecjalizowanych.

Przydatność wymienionych metod uzależniona jest od procesu produkcyjnego oraz akceptowalnej niepewności pomiaru.

Wszystkie przedstawione metody pomiarowe są metodami stacjonarnymi. Ich zastosowanie wymaga zintegrowania z linią produkcyjną lub osobnych stanowisk pomiarowych w laboratorium [10].

Analizując zalety i wady przedstawionych wyżej metod pomiarowych stwierdzono, że istnieje zapotrzebowanie na opracowanie teoretyczne oraz wykorzystanie praktyczne uniwersalnego systemu kontrolno-pomiarowego, którego zadaniami byłoby [9]:

- zwiększenie dokładności pomiarów,
- skrócenie czasu pomiarów,
- możliwość wykonywania pomiarów na elementach o nieregularnym kształcie,
- możliwość pomiarów okresowych w miejscu pracy,
- możliwość doboru wielkości i kształtu elektrod do badanego obiektu.

Proponowana metoda wykorzysta szereg zalet z wcześniej omówionych, np. ilości wyników z metody Van der Pauwa, eliminacji wpływu niejednorodności, które mogą się przydarzyć dla metody, minimalizacji rezystancji przejścia pomiędzy elektrodami a warstwą wierzchnią, eliminacji niepowtarzalności pomiarów w tych samych punktach przyłożenia elektrod. Elektrody można bowiem zostawić na stałe ze względu na ich niski koszt.

Zastosowanie kilku niewielkich par elektrod umożliwi uzyskanie za jednym montażem dużej liczby pomiarów bez uszkodzenia powierzchni przesuwanymi obciążnikami ($\pm 2,5$ kg wg PN). Proponuje się w ogóle rezygnację z docisku masą na rzecz klejenia specjalnie dobranymi żelami lub docisku magnetycznego [1]. Dzięki takiemu mocowaniu uzyska się możliwość pomiarów w orientacji pionowej lub od spodu badanego obiektu. Elektrody mogą być większe i mniejsze, tym samym dostosowujemy się do kształtu powierzchni malowanego elementu.

Opracowanie systemu kontrolno-pomiarowego do badania powłok antyelektrostatycznych ma na celu ułatwić procesy weryfikacji właściwości stosowanych wyrobów w warunkach ich zastosowania.

Zebranie danych pomiarowych umożliwi analizę i pozwoli na zaobserwowanie zmian parametrów warstwy antyelektrostatycznej w zależności od zmiennych w czasie (np. doba, tydzień, miesiąc) czynników środowiskowych, a także porównanie wyników z danymi ze stanowiska wyznaczonego na podstawie PN.

LITERATURA

- [1] Polski Komitet Normalizacyjny, PN-EN-61340-2-3
- [2] Matuszewski K., Najważniejsze zagrożenia powodujące katastrofy w polskich podziemnych zakładach górniczych, *Zarządzanie i Ekonomia*, 10/2009
- [3] Chwałeba A., Metrologia elektryczna, *WNT*, Warszawa 2007
- [4] Lisowski M., Pomiary rezystywności i przenikalności elektrycznej dielektryków stałych, *Oficyna Wydawnicza PWr*, Wrocław 2004
- [5] Bowlerv N., Huanghdshg Y., Electrical conductivity measurement of metal plates using broadband eddy-current and four-point methods, *Measurement Science and Technology*, 16 (2005) 2193–2200
- [6] Van der Pauw L.J., A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effects of Discs of Arbitrary Shape, *Philips Research Reports*, 1958
- [7] Daghero D., extracted from the PhD, Resistivity measurements: the conventional and Van der Pauw techniques
- [8] Stec W., Badanie cienkich warstw przewodzących metodą prądów wirowych, *Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej, Elektrotechnika z. 22*. Rzeszów 2002
- [9] Borowik L., Jakubas A., Metody kontroli właściwości materiałów służących zabezpieczeniu przed elektrycznością statyczną, *Śląskie Wiadomości Elektryczne 4/2010*
- [10] Stec W., Metoda bezstykowego wyznaczania rezystancji cienkich warstw przewodzących. Rozprawa doktorska, AGH, Kraków 2008

Lech BOROWIK, Adam JAKUBAS

Politechnika Częstochowska, Instytut Telekomunikacji i Kompatybilności Elektromagnetycznej, Zakład Metrologii