

Michał Lisowski

**Pomiary rezystywności
i przenikalności elektrycznej
dielektryków stałych**



**Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej
Wrocław 2004**

Publikacja dotowana przez Komitet Badań Naukowych
i Dziekana Wydziału Elektrycznego Politechniki Wrocławskiej
Pracę wykonano w ramach projektu badawczego nr 8T10A0521
finansowanego przez Komitet Badań Naukowych w latach 2001–2003

Recenzenci

Józef KĘDZIA
Brunon SZADKOWSKI

Opracowanie redakcyjne i korekta

Ewa SOBESTO

Projekt okładki

Zofia i Dariusz GODLEWSCY

© Copyright by Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2004

OFICyna WYDAWNICZA POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ
Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław

ISBN 83-7085-800-7

Drukarnia Oficyny Wydawniczej Politechniki Wrocławskiej. Zam. nr 516/2004.

Spis treści

| | |
|--|----|
| Przedmowa | 7 |
| 1. Wstęp | 9 |
| 2. Dielektryk w stałym polu elektrycznym | 13 |
| 2.1. Polaryzacja dielektryczna | 13 |
| 2.2. Energetyczny model przewodnictwa dielektryków | 18 |
| 2.3. Prądy w dielektryku | 20 |
| 2.4. Elektryzacja dielektryków | 25 |
| Literatura | 28 |
| 3. Dielektryk w przemiennym polu elektrycznym | 31 |
| Literatura | 36 |
| 4. Próbkki badanych materiałów i elektrody | 37 |
| 4.1. Przygotowanie próbek do badań | 38 |
| 4.1.1. Pobieranie próbek | 38 |
| 4.1.2. Warunki kondycjonowania i badania | 39 |
| 4.2. Elektrody | 40 |
| 4.2.1. Kontakt elektrody z dielektrykiem | 40 |
| 4.2.2. Materiały elektrod | 41 |
| 4.2.3. Geometria próbek i elektrod | 44 |
| 4.2.4. Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej | 48 |
| Literatura | 52 |
| 5. Pomiary rezystywności skrośnej | 53 |
| 5.1. Pomiar rezystancji skrośnej | 55 |
| 5.1.1. Wpływ rezystancji izolacji | 56 |
| 5.2. Wpływ czasu pomiaru | 57 |
| 5.3. Wpływ naelektryzowania próbki | 59 |
| 5.4. Metoda Badiana | 63 |
| 5.5. Metoda zmiennej polaryzacji | 64 |
| 5.6. Metoda zmiennej polaryzacji zaproponowana przez autora | 66 |
| 5.7. Wpływ temperatury i wilgotności | 67 |
| 5.8. Wpływ elektrod | 69 |
| 5.9. Redukcja zakłóceń | 69 |
| 5.10. Rezystywność skrośna próbek cylindrycznych | 71 |
| 5.11. Metoda wyznaczania rezystywności skrośnej ze stałej czasowej | 72 |
| Literatura | 74 |
| 6. Pomiary rezystywności powierzchniowej | 74 |
| 6.1. Pomiary rezystancji powierzchniowej | 78 |
| 6.1.1. Wpływ rezystancji skrośnej | 79 |

| | |
|--|-----|
| 6.1.2. Wpływ rezystancji izolacji | 79 |
| 6.2. Rezystywność powierzchniowa mierzona w układzie koncentrycznych elektrod pierścieniowych | 80 |
| 6.3. Wpływ czasu pomiaru | 83 |
| 6.4. Wpływ naelektryzowania powierzchni próbki | 83 |
| 6.5. Metoda zmiennej polaryzacji | 83 |
| 6.6. Wpływ elektrod | 84 |
| 6.7. Wpływ rezystancji izolacji dystansowej między elektrodami | 85 |
| 6.8. Wpływ stanu powierzchni próbki | 87 |
| 6.9. Wpływ temperatury i wilgotności | 88 |
| 6.10. Redukcja zakłóceń | 89 |
| Literatura | 89 |
| 7. Metody i układy pomiarowe dużych rezystancji | 91 |
| 7.1. Metody bezpośrednie | 91 |
| 7.2. Metoda galwanometryczna | 92 |
| 7.3. Metody elektrometryczne | 96 |
| 7.4. Metody mostkowe | 101 |
| 7.5. Metody pomiaru rezystancji przez porównanie z pojemnością kondensatora | 104 |
| Literatura | 109 |
| 8. Pomiary przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych | 111 |
| 8.1. Obliczanie pojemności geometrycznej C_o i pojemności brzegowych | 112 |
| 8.2. Minimalizacja wpływu pojemności rozproszenia | 115 |
| 8.3. Pomiary przenikalności elektrycznej przy użyciu kondensatora mikrometrycznego | 117 |
| 8.3.1. Dostrojenie układu przez zmianę odległości elektrod | 118 |
| 8.3.2. Dostrojenie układu przez dodanie pojemności kondensatora inkrementowego | 119 |
| 8.3.3. Dostrojenie układu przez dodanie pojemności kondensatora zewnętrznego | 119 |
| 8.4. Pomiary przenikalności elektrycznej przy użyciu elektrod bezstykowych | 120 |
| 8.4.1. Pomiary w powietrzu | 120 |
| 8.4.2. Pomiary w cieczy | 121 |
| 8.5. Metoda dwóch cieczy | 122 |
| Literatura | 122 |
| 9. Metody i układy pomiarowe przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych | 125 |
| 9.1. Pomiary w zakresie bardzo małych częstotliwości | 125 |
| 9.1.1. Metoda stałoprądowa czasowej odpowiedzi | 125 |
| 9.1.2. Metoda zmiennoprądowa rejestracji wartości chwilowych | 128 |
| 9.1.3. Metody mostkowe | 129 |
| 9.2. Pomiary w zakresie częstotliwości akustycznych | 131 |
| 9.2.1. Mostki czteroramienne bierne | 131 |
| 9.2.2. Mostki transformatorowe | 140 |
| 9.2.3. Metody napięciowo-prądowe pomiaru impedancji | 146 |
| 9.3. Pomiary w zakresie częstotliwości radiowych | 149 |
| 9.3.1. Metoda dostrojenia obwodu do rezonansu | 150 |
| 9.3.2. Metoda rozstrojenia obwodu | 151 |
| 9.3.3. Pomiar miernikiem dobroci | 152 |
| 9.4. Pomiary w zakresie częstotliwości mikrofalowych | 153 |
| Literatura | 154 |
| 10. Niepewność wyników pomiarów | 157 |

| | |
|--|-----|
| 10.1. Rozważania ogólne | 157 |
| 10.1.1. Przyczyny niepewności pomiarów | 159 |
| 10.1.2. Niepewność standardowa typu A | 160 |
| 10.1.3. Niepewność standardowa typu B | 161 |
| 10.1.4. Określenia złożonej niepewności standardowej | 162 |
| 10.1.5. Niepewność rozszerzona | 162 |
| 10.1.6. Niepewność rozszerzona typu A | 166 |
| 10.1.7. Niepewność rozszerzona typu B | 167 |
| 10.1.8. Niepewność średniej ważonej | 167 |
| 10.1.9. Niepewność wartości średniej w badaniach materiałowych | 168 |
| 10.1.10. Niepewność względna | 169 |
| 10.1.11. Bilans niepewności | 170 |
| 10.2. Niepewność wyników pomiarów rezystywności skrośnej dla próbek płaskich z koncentrycznymi elektrodami okrągłymi obliczana metodą klasyczną | 171 |
| 10.2.1. Niepewność pomiaru grubości próbki | 174 |
| 10.2.2. Niepewność pomiaru średnicy elektrody pomiarowej | 176 |
| 10.2.3. Niepewność pomiaru szerokości szczeliny | 177 |
| 10.2.4. Niepewność pomiaru rezystancji skrośnej | 178 |
| 10.2.5. Niepewność poprawki temperaturowej rezystywności skrośnej | 180 |
| 10.2.6. Niepewność poprawki wilgotnościowej rezystywności skrośnej | 181 |
| 10.2.7. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skrośnej | 182 |
| 10.2.8. Przykład 1: pomiary rezystywności skrośnej PTFE | 184 |
| 10.2.9. Przykład 2: pomiary rezystywności skrośnej poliamidu | 192 |
| 10.3. Niepewność wyników pomiarów rezystywności skrośnej dla próbek płaskich z elektrodami okrągłymi obliczana metodą uproszczoną | 197 |
| 10.3.1. Niepewność pomiaru grubości próbki | 198 |
| 10.3.2. Niepewność pomiaru średnicy elektrody pomiarowej | 198 |
| 10.3.3. Niepewność pomiaru szerokości szczeliny | 199 |
| 10.3.4. Niepewność pomiaru rezystancji skrośnej | 199 |
| 10.3.5. Niepewność poprawki temperaturowej rezystywności skrośnej | 200 |
| 10.3.6. Niepewność poprawki wilgotnościowej rezystywności skrośnej | 200 |
| 10.3.7. Bilans niepewności pomiarów rezystywności skrośnej próbek płaskich | 201 |
| 10.3.8. Przykład: pomiary rezystywności skrośnej poliamidu | 203 |
| 10.4. Niepewność pomiarów rezystywności skrośnej próbek cylindrycznych obliczana metodą klasyczną | 204 |
| 10.4.1. Bilans niepewności standardowych | 207 |
| 10.4.2. Przykład: pomiary rezystywności skrośnej polietylenowej koszulki termokurczliwej | 209 |
| 10.5. Niepewność pomiarów rezystywności skrośnej próbek cylindrycznych obliczana metodą uproszczoną | 211 |
| 10.5.1. Bilans niepewności | 211 |
| 10.5.2. Przykład: pomiary rezystywności skrośnej polietylenowej koszulki termokurczliwej | 213 |
| 10.6. Niepewność pomiarów rezystywności powierzchniowej próbek płaskich z koncentrycznymi elektrodami pierścieniowymi obliczana metodą klasyczną | 214 |
| 10.6.1. Bilans niepewności standardowych | 216 |
| 10.6.2. Przykład: rezystywność powierzchniowa PTFE | 217 |
| 10.6.3. Przykład: rezystywność powierzchniowa poliamidu | 221 |
| 10.7. Niepewność pomiarów rezystywności powierzchniowej płaskich próbek z koncentrycznymi elektrodami pierścieniowymi obliczana metodą uproszczoną | 222 |

| | |
|--|-----|
| 10.7.1. Bilans niepewności | 223 |
| 10.7.2. Przykład: rezystywność powierzchniowa poliamidu | 224 |
| 10.8. Niepewność pomiarów względnej przenikalności elektrycznej próbek płaskich obliczana metodą klasyczną | 224 |
| 10.8.1. Niepewność poprawki temperaturowej względnej przenikalności elektrycznej | 228 |
| 10.8.2. Niepewność poprawki wilgotnościowej względnej przenikalności elektrycznej ... | 229 |
| 10.8.3. Bilans niepewności standardowej złożonej względnej przenikalności elektrycznej dla próbek płaskich | 229 |
| 10.8.4. Przykład: pomiary względnej przenikalności elektrycznej poliamidu | 231 |
| 10.9. Niepewność pomiarów przenikalności elektrycznej obliczana metodą uproszczoną | 233 |
| 10.9.1. Przykład: pomiary względnej przenikalności elektrycznej poliamidu | 233 |
| 10.10. Niepewność pomiarów współczynnika strat dielektrycznych | 235 |
| 10.11. Podsumowanie | 237 |
| Literatura | 238 |

Przedmowa

Autor jest doktorem habilitowanym zatrudnionym w Instytucie Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej na stanowisku profesora nadzwyczajnego. W latach 2001–2003 kierował pracami zespołu badawczego realizującego projekt badawczy pod tytułem *Badania czynników wpływających na wiarygodność i niepewność wyników pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej materiałów dielektrycznych* w Oddziale Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego Instytutu Elektrotechniki we Wrocławiu. Wyniki tych oraz innych badań prowadzonych przez autora nad pomiarami przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych były podstawą opracowania tej monografii. Wieloletnie doświadczenie nabyte przez autora podczas licznych prac badawczych wykonywanych na potrzeby przemysłu materiałów elektrotechnicznych w akredytowanym laboratorium badawczym Oddziału Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego Instytutu Elektrotechniki ułatwiło napisanie tej monografii. Bardzo pomocne okazało się też wykształcenie metrologiczne autora i jego wieloletnie doświadczenie w zakresie pomiarów elektrycznych.

Podczas opracowywania tej monografii autor korzystał również z wiedzy, doświadczenia i pomocy kierowanego przez niego zespołu badawczego. Autor serdecznie dziękuje dr. inż. Ryszardowi Kacprzykowi za dyskusje i cenne uwagi, mgr. inż. Pawłowi Gałęzkiemu – za wykonanie rysunków i prace redakcyjne, a mgr. inż. Marii Adamowskiej – za trud włożony w korektę tekstu. Autor składa gorące podziękowania prof. dr. hab. inż. Józefowi Kędzi i prof. dr. hab. inż. Brunonowi Szadkowskiemu za wnikliwe i szczegółowe recenzje oraz cenne uwagi, które były bardzo pomocne w ostatecznym zredagowaniu tej książki.

Książka ta jest przeznaczona dla kadry inżynierskiej zatrudnionej w laboratoriach badawczych i zakładach przemysłowych materiałów elektrotechnicznych oraz dla studentów wyższych lat wydziałów elektrycznych i inżynierii materiałowej, specjalizujących się w zakresie technologii i diagnostyki materiałów elektrotechnicznych, a także metrologii elektrycznej.

1. Wstęp

Dielektryki stałe są bardzo ważną grupą materiałów elektrotechnicznych. Stosuje się je jako materiały izolacyjne w urządzeniach elektrycznych i elektronicznych, aby odizolować poszczególne części i przewody od siebie oraz od obudowy. Są one elementami montażowymi i nośnymi poddawanych naprężeniom mechanicznym, zmianom temperatury i różnym oddziaływaniom środowiska. Powinny zatem spełniać określone wymagania elektryczne, mechaniczne, cieplne i mieć odpowiednią odporność na działanie środowiska. Najważniejszymi parametrami elektrycznymi dielektryków są: rezystywność skrośna i powierzchniowa, przenikalność elektryczna i współczynnik strat dielektrycznych, wytrzymałość elektryczna, odporność na działanie łuku elektrycznego i powierzchniowych prądów pelzających oraz odporność na wyładowania niezupełne, a także podatność na elektryzację.

Rezystywność skrośna i powierzchniowa oraz przenikalność elektryczna i współczynnik strat dielektrycznych stanowią podstawowe parametry materiałów dielektrycznych niezbędne w ocenie ich przydatności do zastosowań technicznych. Aby je zmierzyć, próbkę dielektryka umieszcza się między okładkami kondensatora i dokonuje pomiaru jej rezystancji lub pojemności elektrycznej. Wartości rezystywności i przenikalności elektrycznej oblicza się na podstawie wyników pomiarów rezystancji i pojemności oraz wymiarów geometrycznych elektrod i badanej próbki. Określenie wymiarów geometrycznych na ogół nie stwarza większych problemów. Poważne problemy natomiast mogą pojawić się podczas pomiarów rezystancji i pojemności elektrycznej, gdyż rezystancja próbki dielektryka jest bardzo duża, a pojemność bardzo mała. Wartości prądów przepływających przez badaną próbkę są porównywalne z wartościami prądów pasożytniczych sprzężeń galwanicznych i pojemnościowych. Stąd też wyniki pomiarów mogą być obciążone bardzo dużymi błędami.

Czynniki wpływające na dokładność pomiarów rezystywności i przenikalności elektrycznej dielektryków można podzielić na dwie grupy:

- czynniki związane z badanym obiektem,
- czynniki metrologiczne związane ze stosowaną metodą i aparaturą pomiarową.

Wśród czynników związanych z badanym obiektem można wyróżnić:

- czynniki wpływające na właściwości materiału w objętości próbki, tj.: struktura materiału, ciśnienie (nacisk elektrod), temperatura, wilgotność, rodzaj i intensywność promieniowania oraz wpływ pola elektrycznego w postaci efektów nieliniowych,
- czynniki wpływające na właściwości obszarów przyelektrodowych, tj. rodzaj elektrod i sposób ich nanoszenia, stan powierzchni dielektryka przed naniesieniem elektrod, szeroko pojęte zjawiska elektrodowe rozumiane jako mechanizmy determinujące transport nośników ładunku przez interfazę dielektryk–elektroda oraz tworzenie się specyficznego rozkładu ładunku przestrzennego w obszarze przyelektrodowym,
- czynniki związane z występowaniem procesów przejściowych określonych przez polaryzację wolnorelaksacyjną, ewolucję ładunku przestrzennego oraz przez inne procesy fizyczne (elektrooczyszczanie, starzenie), zwykle zależne od wartości pola elektrycznego i czasu jego przyłożenia.

Wśród czynników metrologicznych należałoby wymienić: rodzaj stosowanej metody pomiarowej oraz aparatury, szумы i zakłócenia, prądy pasożytnicze i upływu, pojemności pasożytnicze, a także warunki pomiaru (napięcie, czas polaryzacji, po którym odczytuje się wynik, częstotliwość, temperatura, wilgotność).

Zminimalizowanie wpływu tych czynników na wyniki pomiarów jest bardzo trudne. Wymaga dużej wiedzy zarówno o technice pomiarów wielkości ekstremalnych, jak i o badanym obiekcie.

Monografia, łącznie ze wstępem, składa się z 10. rozdziałów. W rozdziale 2. omówiono zachowanie się dielektryka w stałym polu elektrycznym: polaryzację dielektryczną, przewodnictwo dielektryków (ze szczególnym uwzględnieniem prądów przewodnictwa, absorpcji i resorpcji), modele zastępcze kondensatora ze stratami w dielektryku oraz elektryzację dielektryków i jej wpływ na zmianę charakterystyki czasowej prądu absorpcji.

W rozdziale 3. opisano zachowanie się dielektryka w przemiennym polu elektrycznym. Przedstawiono model równoległy i szeregowy kondensatora zawierającego między elektrodami dielektryk rzeczywisty (stratny).

W rozdziale 4. scharakteryzowano strukturę materiałów dielektrycznych i jej wpływ na wyniki pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej oraz przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych. Omówiono przygotowanie próbek do badań oraz warunki środowiskowe ich kondycjonowania i badania. Szczegółowo przeanalizowano wpływ rodzaju materiału i sposobu nanoszenia elektrod na wyniki pomiarów. Omówiono zjawiska kontaktu elektrody z dielektrykiem, scharakteryzowano materiały stosowane na elektrody oraz ich wpływ na wyniki pomiarów rezystywności i przenikalności elektrycznej. Opisano geometrię stosowanych elektrod, zmianę efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej na skutek niejednorodności pola elektrycznego w szczelinie między elektrodą pomiarową a ochronną. Do wzorów określających efektywną powierzchnię elektrody pomiarowej wprowadzono współczynnik B , który jest funkcją stosunku szerokości szczeliny do grubości próbki.

W rozdziale 5. omówiono szczegółowo pomiary rezystywności skrośnej i dokonano analizy czynników wpływających na wyniki pomiarów. Scharakteryzowano pomiary ustalonej rezystywności skrośnej metodą Badiana. Zanalizowano pomiary rezystywności metodą zmiennej polaryzacji zaproponowaną przez firmę Keithley. Stwierdzono, że metoda ta daje błędne wyniki. Zaproponowano więc nową metodę zmiennej polaryzacji z rozładowywaniem próbki przed każdym krokiem pomiarowym. Metoda ta – jak wykazano – umożliwiła uzyskanie poprawnych wyników pomiarów. Przedstawiono wyniki badań wpływu elektrod na błąd pomiaru rezystywności skrośnej. Podano sposoby redukcji zakłóceń.

W rozdziale 6. szczegółowo omówiono pomiary rezystywności powierzchniowej. Scharakteryzowano czynniki wpływające na niedokładność pomiarów. Przedstawiono rozwiązanie konstrukcyjne zestawu elektrod pokrytych gumą przewodzącą. Zwrócono uwagę na wpływ stanu powierzchni próbki na wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej.

W rozdziale 7. opisano metody i układy do pomiaru dużych rezystancji i ich właściwości. Scharakteryzowano metody bezpośrednie i porównawcze.

W rozdziale 8. szczegółowo omówiono pomiary przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych. Podano wzory pozwalające obliczać pojemność geometryczną i brzegową. Opisano minimalizację pojemności rozproszenia. Podano sposoby pomiarów przenikalności elektrycznej z użyciem kondensatora mikrometrycznego i elektrod bezstykowych.

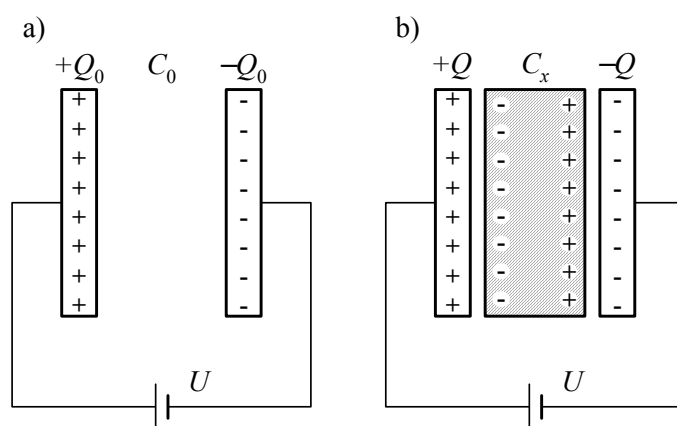
W rozdziale 9. przedstawiono metody i układy do pomiaru przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych w szerokim zakresie częstotliwości – od bardzo małych, poniżej 0,01 Hz, do bardzo dużych, powyżej 100 MHz.

Rozdział 10. poświęcono niepewności pomiarów: rezystywności skrośnej i powierzchniowej, przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych. Przedstawiono ogólne zasady obliczania niepewności pomiarów i opisano dwie metody szacowania niepewności: klasyczną i uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$.

2. Dielektryk w stałym polu elektrycznym

2.1. Polaryzacja dielektryczna

Umieszczenie dielektryka między elektrodami kondensatora próżniowego, podłączonego do źródła napięcia stałego U , powoduje jego polaryzację. Na powierzchni dielektryka pojawiają się ładunki elektryczne, które wytwarzają pole o kierunku przeciwnym do kierunku pola wywołującego polaryzację (rys. 2.1.1) [1, 4, 11, 13, 20, 23]. Dzięki temu przez obwód zaczyna przepływać prąd elektryczny, który jest sumą dwóch składowych, jednej zanikającej, osiągającej z czasem zero, i drugiej niezależnej od czasu. Pierwsza zanikająca składowa jest związana z polaryzowaniem się dielektryka, a druga – z jego przewodnictwem elektrycznym. Pojawienie się składowej zanikającej przepływu prądu oznacza, że początkowo zgromadzony na okładkach kondensatora próżniowego ładunek Q_0 zwiększył się po wypełnieniu go dielektrykiem do wartości Q . Wzrosła również pojemność kondensatora z wartości C_0 do wartości C_x , która wynosi:



Rys. 2.1.1. Kondensator próżniowy (a) oraz wypełniony dielektrykiem (b) podłączony do źródła napięcia stałego

$$C_x = \varepsilon_r C_o, \quad (2.1.1)$$

gdzie ε_r jest względną przenikalnością elektryczną.

Ładunek między okładkami kondensatora próżniowego ma wartość

$$Q_o = UC_o, \quad (2.1.2)$$

a po wypełnieniu tego kondensatora dielektrykiem zwiększa się do wartości Q

$$Q = UC_x = U\varepsilon_r C_o. \quad (2.1.3)$$

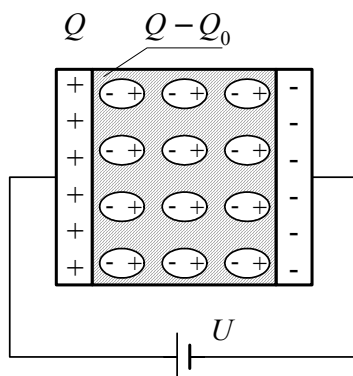
Z równań (2.1.2) i (2.1.3) wynika, że tylko ładunek Q_o , który jest częścią ładunku Q i nosi nazwę ładunku swobodnego, wynosi:

$$Q_o = \frac{Q}{\varepsilon_r}. \quad (2.1.4)$$

Pozostała część ładunku, nazywana ładunkiem związanym, zneutralizowana przez ładunki polaryzacyjne, jest równa:

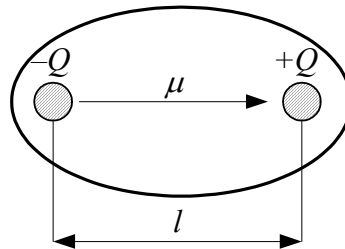
$$Q - Q_o = (\varepsilon_r - 1)Q_o. \quad (2.1.5)$$

W całej objętości dielektryka indukują się długie łańcuchy uporządkowanych dipoli elektrycznych łączących jego powierzchnie przy elektrodach (rys. 2.1.2).



Rys. 2.1.2. Polaryzacja dielektryka

Dipol jest to układ dwóch punktowych ładunków elektrycznych Q równych co do wartości bezwzględnej, ale przeciwnego znaku, znajdujących się w odległości l (rys. 2.1.3).



Rys. 2.1.3. Dipol elektryczny

Moment elektryczny dipola

$$\mu = Q \cdot l \quad (2.1.6)$$

jest wielkością wektorową o zwrocie od ładunku ujemnego do ładunku dodatniego (rys. 2.1.3).

Aby uniezależnić się od wymiarów kondensatora, w miejsce ładunków Q i Q_o wprowadza się ich gęstości powierzchniowe oznaczone odpowiednio przez σ oraz σ_o :

$$\sigma = \frac{Q}{S}, \quad \sigma_o = \frac{Q_o}{S}, \quad (2.1.7)$$

S jest powierzchnią elektrod kondensatora.

Gęstości σ ładunku całkowitego przyporządkowany jest wektor przesunięcia dielektrycznego D , czyli indukcji elektrycznej:

$$D\mathbf{n} = \sigma, \quad (2.1.8)$$

gdzie \mathbf{n} oznacza wektor jednostkowy normalny do powierzchni elektrody skierowany w głąb dielektryka.

Gęstości σ_o ładunku swobodnego przyporządkowany jest wektor natężenia pola elektrycznego E :

$$\varepsilon_o E\mathbf{n} = \sigma_o, \quad (2.1.9)$$

a gęstości ładunku związanego – wektor polaryzacji P :

$$P\mathbf{n} = \sigma - \sigma_o. \quad (2.1.10)$$

Z powyższych równań otrzymuje się podstawowe związki między przesunięciem D , natężeniem pola elektrycznego E i polaryzacją dielektryka P :

$$D = P + \varepsilon_o E = \varepsilon_r \varepsilon_o E = \varepsilon E, \quad (2.1.11)$$

$$P = (\varepsilon_r - 1) \varepsilon_o E = \chi \varepsilon_o E, \quad (2.1.12)$$

gdzie:

- ε_0 – przenikalność elektryczna próżni, $\varepsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12}$ F/m,
- $\varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0$ – bezwzględna przenikalność elektryczna (F/m),
- χ – podatność elektryczna dielektryka.

Między podatnością elektryczną χ a względną przenikalnością elektryczną ε_r zachodzi związek:

$$\chi = \varepsilon_r - 1 = \frac{P}{\varepsilon_0 E}. \quad (2.1.13)$$

Wartość wektora polaryzacji P jest liczbowo równa wartości momentu dipolowego przypadającego na jednostkę objętości dielektryka i wyraża się ją w C/m³. Moment ten jest związany z ładunkami indukowanymi na powierzchni dielektryka.

Rozróżnia się dwa podstawowe rodzaje polaryzacji wywołane działaniem zewnętrznego pola elektrycznego [4, 11, 13, 20, 23]:

- a) polaryzację sprężystą (nazywaną też indukowaną), do której należą:
 - polaryzacja elektronowa,
 - polaryzacja jonowa indukowana;
- b) polaryzację relaksacyjną, do której należą:
 - polaryzacja dipolowa,
 - polaryzacja jonowa relaksacyjna,
 - polaryzacja spontaniczna,
 - polaryzacja makroskopowa.

W **polaryzacji sprężystej** powstanie momentu dipolowego pod wpływem pola elektrycznego jest spowodowane odsunięciem związanych sprężysto różnoimiennych ładunków od ich położenia równowagi. Po usunięciu zewnętrznego pola elektrycznego polaryzacja ta natychmiast ustępuje wskutek działania sprężystej siły zachowawczej. Polaryzacja sprężysta jest więc związana z tworzeniem się typowych dipoli indukowanych. Zachodzi ona bez strat energii.

Polaryzacja relaksacyjna polega na tym, że pod wpływem pola elektrycznego następuje przesunięcie ładunków związanych wbrew siłom oporu ośrodka, w tym również wbrew chaotycznemu ruchowi cieplnemu. Wskutek tego przesunięcia wytwarza się quasi-statyczny stan pewnego uporządkowania, któremu towarzyszy wystąpienie momentów dipolowych w przestrzeni dielektryka. Momenty dipolowe zanikają w chwili usunięcia dielektryka z obszaru działania pola elektrycznego, ponieważ ruch cieplny przywraca chaotyczny rozkład ładunków. Zarówno wytworzenie się takiego stanu uporządkowania, jak i późniejszy jego zanik następują z pewnym opóźnieniem (relaksacją) w stosunku do zmian zewnętrznego pola elektrycznego. Zjawisko relaksacji wyjaśnia powolne zanikanie prądu absorpcji w czasie po skokowym przyłożeniu stałego pola elektrycznego. Ponadto zjawisko to jest przyczyną powstawania tzw. potencjału powrotnego na okładkach kondensatora, które po naładowaniu na krótko

zwarto, a następnie rozwarło. Jeśli czas zwarcia był znacznie mniejszy niż stała czasowa relaksacji, to dielektryk nie zdążył się całkowicie zdepolaryzować i dlatego część ładunku związanego pozostaje na elektrodach kondensatora. Ładunek ten w miarę postępującej depolaryzacji uwalnia się i wytwarza potencjał. Napięcie między okładkami kondensatora początkowo narastające na skutek tego zjawiska po upływie pewnego czasu maleje w wyniku przepływu prądu przewodzenia. Polaryzacji relaksacyjnej towarzyszą straty energii.

Polaryzacja elektronowa występuje we wszystkich dielektrykach i trwa bardzo krótko, przez czas rzędu 10^{-15} s. Zewnętrzne pole elektryczne powoduje przesunięcia powłok elektronowych względem jądra atomu. Towarzyszące polaryzacji odkształcenie jest całkowicie sprężyste, tzn. praca konieczna do jego powstania nie zamienia się w ciepło, lecz zostaje zmagazynowana w polu elektrycznym. Powstałe dipole mają charakter indukowany. Po usunięciu zewnętrznego pola polaryzacja elektronowa natychmiast zanika.

Polaryzacja jonowa indukowana występuje tylko w materiałach, których cząsteczki są zbudowane z jonów. Polega na przesunięciu sprężystym różnoimiennych jonów w cząsteczce pod wpływem pola elektrycznego. Obserwuje się ją w ciałach krystalicznych o budowie jonowej. Ze względu na dużą masę jonów w stosunku do masy elektronów czas, w którym zachodzi zjawisko polaryzacji, jest nieco dłuższy i wynosi 10^{-13} s.

Polaryzacja dipolowa występuje w dielektrykach, których cząsteczki mają charakter trwałych dipoli. Zachodzi w gazach, cieczach i ciałach stałych. Zarówno jej intensywność, jak i czas relaksacji zależą od temperatury i stanu skupienia. Relaksacja najkrócej trwa w gazach, dłużej w cieczach, natomiast w ciałach stałych może być ona ekstremalnie długa. Stan polaryzacji wytworzony w elektretach może bez porządkującego działania zewnętrznego pola trwać dziesiątki lat. Przyjmuje się, że polaryzację dipolową cechuje czas relaksacji zawierający się w zakresie od 10^{-14} do 10^{10} s.

Polaryzacja jonowa relaksacyjna występuje w dielektrykach o budowie bezpostaciowej, zawierających cząsteczki o wiązaniach jonowych. Jony pod wpływem zewnętrznego pola elektrycznego przesuwają się, tworząc makroskopowy moment dipolowy. Czas relaksacji zawiera się w bardzo szerokich granicach.

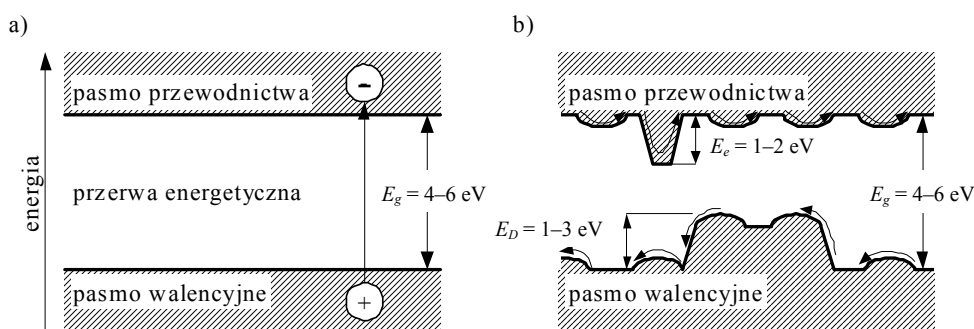
Polaryzacja spontaniczna zachodzi w pewnej grupie ciał, zwanych ferrodielektrykami. Występują w nich grupy cząstek jednakowo spolaryzowanych (domeny). Chaotyczny rozkład domen powoduje, że bez oddziaływania zewnętrznego pola elektrycznego dielektryk nie jest spolaryzowany. Obrót domen wywołany przez pole elektryczne powoduje gwałtowny wzrost polaryzacji. Zależność polaryzacji od zewnętrznego pola elektrycznego ma charakter nieliniowy. Występuje efekt nasycenia oraz histereza, podobnie jak w materiałach ferromagnetycznych.

Polaryzacja makroskopowa (ładunku przestrzennego) zachodzi w dielektrykach, w których istnieje pewna liczba ładunków swobodnych, mogących przemieszczać się pod wpływem pola elektrycznego. Zbierają się one na niedoskonałościach siatki kry-

stalicznej, zanieczyszczeniach, granicach ziaren i mikropełknięciach. Ten typ polaryzacji jest charakterystyczny dla ciał polikrystalicznych i dielektryków jonowych o strukturze bezpostaciowej. Polaryzacja makroskopowa zachodzi wolno, a czas jej relaksacji zależy od rodzaju materiału, warunków zewnętrznych i może trwać od milisekund do kilku godzin.

2.2. Energetyczny model przewodnictwa dielektryków

W idealnym dielektryku (bez defektów) nie tylko elektrony z głębszych powłok energetycznych, ale także wszystkie elektrony walencyjne są silnie związane z atomami. Takie elektrony nie mogą przenosić ładunku elektrycznego. Między pasmem przewodnictwa a pasmem walencyjnym istnieje obszar energii wzbronionej E_g (przerwa energetyczna), który dla dobrych dielektryków wynosi 4–6 eV (rys. 2.2.1a) [11]. Aby umożliwić przemieszczenie się elektronów z całkowicie zapełnionego pasma walencyjnego do pustego pasma przewodnictwa, należy – wykorzystując zewnętrzne czynniki – wykonać pracę przekraczającą szerokość przerwy energetycznej.



Rys. 2.2.1. Energetyczny model dielektryka: a) idealnego, b) rzeczywistego

W rzeczywistych materiałach dielektrycznych występują różne zaburzenia. Źródłem zaburzeń struktury krystalicznej są wszelkiego rodzaju domieszki, zakłócenia stechiometrii, powierzchnie graniczne i krawędzie, defekty punktowe i różnego rodzaju dyslokacje wewnątrz kryształu [11, 26]. Ze wszystkimi nieregularnościami sieci krystalicznej związane są lokalne wartości energii elektronów, scharakteryzowane w modelu pasmowym przez lokalne poziomy energetyczne leżące w przerwie energetycznej (rys. 2.2.1b). Poziomy lokalne pełnią w dielektrykach rolę pułapek nośników prądu elektrycznego. Pułapki bardzo silnie ograniczają ruchliwość nośników prądu. Nośniki te, przesuwane przez pole elektryczne, docierają po drodze do wielu pułapek, w których zostają uwięzione na dłuższy okres. Przeniesienie elektronu z poziomu

pułapkowego do pasma przewodnictwa wymaga jego termicznej aktywacji energią, która określa głębokość pułapki. Podobnie jest w przypadku ruchu dziury w paśmie walencyjnym. Taka sytuacja powstaje w dielektrykach amorficznych lub tylko częściowo krystalicznych, jakimi są polimery. W takich strukturach główną rolę odgrywają procesy pułapkowania i rozpraszania nośników prądu. Rozszczepianie się pasm na poszczególne poziomy uniemożliwia ruch elektronów w paśmie. Wówczas można przyjąć, że przewodnictwo elektryczne ma naturę hoppingową, tzn. że elektrony przeskakują od molekuly do molekuly w sposób aktywacyjny. W obrębie molekuł transport nośników odbywa się przede wszystkim wskutek przeskoków między poziomami energetycznymi najslabiej związanych elektronów.

Gdy pasma energetyczne rozszczepiają się na pojedyncze poziomy lokalne, wtedy stosując model pasmowy do opisu procesu transportu nośników termicznie uwalnianych z pułapek, otrzymuje się tylko pewne przybliżenie.

W temperaturze zera absolutnego każde ciało stałe z przerwą energetyczną E_g jest nieprzewodzące. W każdej temperaturze powyżej zera istnieje prawdopodobieństwo, że pewne elektrony będą termicznie pobudzone i przejdą przez pasmo zabronione do pasma przewodnictwa. Brak elektronu w paśmie walencyjnym jest równoważny pojawieniu się dziury (dodatniego ładunku) w tym paśmie. Liczba elektronów, które mogą być pobudzone przez pasmo zabronione w temperaturze T , jest proporcjonalna wykładniczo do $E_g/2kT$, gdzie k jest stałą Boltzmanna.

Dielektryki stałe w słabych polach elektrycznych wykazują oprócz przewodnictwa elektronowego przewodnictwo jonowe, które dominuje w większości materiałów w normalnych i podwyższonych temperaturach. Natomiast w niskich temperaturach, a także w normalnych i podwyższonych, przy natężeniach pola o wartościach przedprzebieciowych może dominować przewodnictwo elektronowe. Przewodnictwo jonowe jest związane z przemieszczaniem się defektów siatki krystalicznej w kierunku przyłożonego pola. Przemieszczanie to powodują przeskoki jonów lub węzłów opróżnionych nad barierą potencjalną, od jednego punktu defektu do drugiego. Przewodnictwo jonowe w dużym stopniu zależy od zanieczyszczeń, a zwłaszcza zanieczyszczeń związkami, które same łatwo ulegają dysocjacji (tzw. zanieczyszczenia jonowe) lub ją wywołują, np. woda.

Mechanizm transportu ładunków elektrycznych w dielektrykach jest bardzo złożony i zależy od wielu czynników, między innymi od rodzaju materiału dielektryka i jego defektów, ładunku przestrzennego w próbce, wielkości przyłożonego pola elektrycznego i jego zmian w czasie. Na temat mechanizmów przewodnictwa dielektryków ukazało się wiele publikacji, m.in. [6, 7, 8, 9, 11, 13, 14, 15, 17, 19, 20, 24, 25, 28, 30, 31]. Autorzy tych prac przedstawiają różne hipotezy odnośnie do przewodnictwa dielektryków. W dielektrykach wyróżnia się:

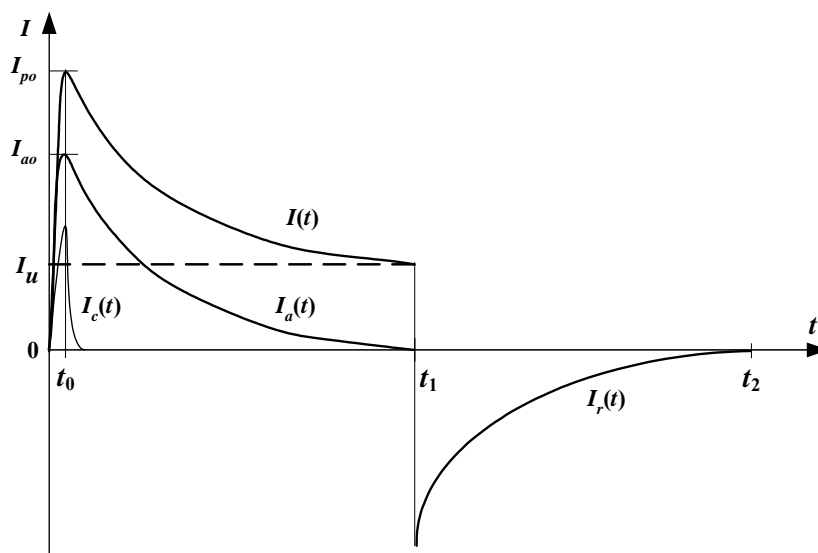
- przewodnictwo w zakresie małych pól elektrycznych [7, 8, 17, 19, 24, 25, 26, 28],
- przewodnictwo elektronowe [7, 8, 17, 19, 24, 25, 26, 28],
- przewodnictwo jonowe [7, 8, 17, 19, 24, 25, 26, 28],

- przewodnictwo w zakresie dużych pól elektrycznych [6, 26],
- przewodnictwo cienkich warstw [20, 21].

2.3. Prądy w dielektryku

Włączenie źródła napięcia stałego U , podłączonego do nienaładowanego kondensatora z dielektrykiem bez ładunku elektrycznego między okładkami, spowoduje krótkotrwały gwałtowny wzrost prądu w obwodzie aż do wartości maksymalnej I_{po} [2, 29] (rys. 2.3.1). Następnie prąd ten maleje do wartości ustalonej I_u . Prąd płynący przez kondensator $I(t)$ jest superpozycją trzech prądów: ładowania $I_c(t)$, przewodnictwa I_u i absorpcji $I_a(t)$, co można wyrazić wzorem:

$$I(t) = I_c(t) + I_u + I_a(t) . \quad (2.3.1)$$



Rys. 2.3.1. Zależność prądu $I(t)$ płynącego przez dielektryk od czasu przyłożenia napięcia stałego, a następnie po wyłączeniu napięcia i zwarcie próbki:

$I_c(t)$ – prąd ładowania, I_u – prąd przewodnictwa, I_a – prąd absorpcji, $I_r(t)$ prąd resorpcji

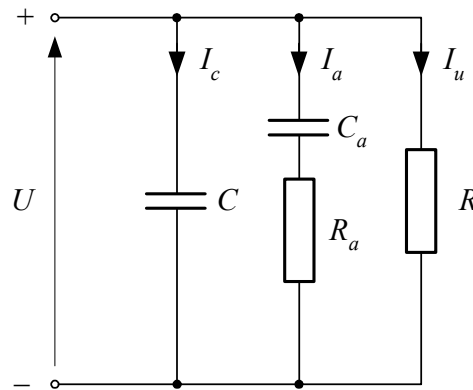
Prąd ładowania $I_c(t)$ wiąże się z polaryzacją sprężystą (jonową i elektronową), a jego energia jest wydatkowana na zmagazynowanie energii potencjalnej w polu elektrycznym kondensatora [13]. Polaryzacja sprężysta trwa bardzo krótko, bo od 10^{-15} do 10^{-12} s. Po tym czasie prąd ładowania $I_c(t)$ zanika, osiągając wartość zerową. Prąd przewodzenia I_u , spowodowany ruchem ładunków swobodnych (jonów

i elektronów), ma stałą wartość niezależną od czasu t . Prąd absorpcji $I_a(t)$, nazywany również prądem przejściowym [27], jest związany z polaryzacją relaksacyjną (orientacją dipoli). Czas polaryzacji relaksacyjnej wynosi od milisekund do kilku godzin, a nawet dłużej dla niektórych dielektryków.

Część energii prądu absorpcji $I_a(t)$ zamienia się w energię potencjalną odkształceń sprężystych dipoli, a część jest zużywana na pokonanie oporów, jaki stawia ośrodek obracającym się cząsteczkom dipolowym. Ta część energii zamienia się w ciepło w dielektryku.

Prąd upływu I_u , wywołany niezerową konduktywnością dielektryka, wytwarza straty w dielektryku, które w całości zamieniają się w ciepło.

Kondensator z dielektrykiem o jednej stałej relaksacyjnej można przedstawić w formie modelu zastępczego, który pokazano na rysunku 2.3.2 [22].



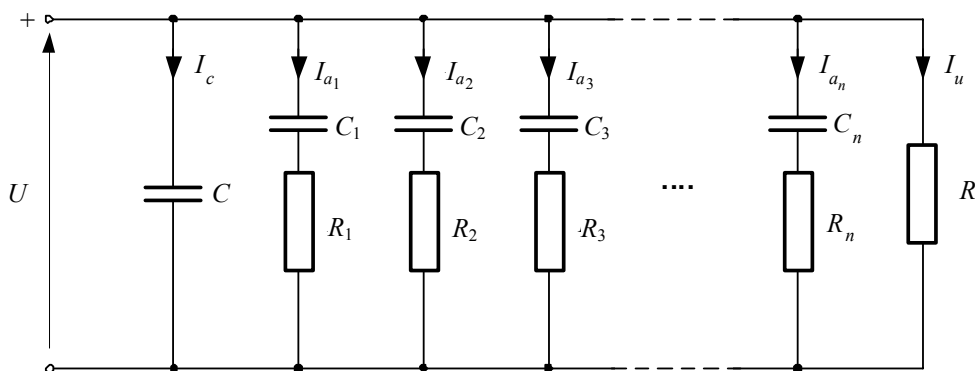
Rys. 2.3.2. Schemat zastępczy kondensatora ze stratami w dielektryku o jednej stałej relaksacyjnej

Na schemacie na rysunku 2.3.2 bezstratna pojemność C odpowiada pojemności kondensatora próżniowego powiększonej o pojemność odpowiadającą relaksacji sprężystej (indukowanej). Pojemność C_a odpowiada polaryzacji relaksacyjnej, a rezystancja R_a – stratom relaksacyjnym. Podczas polaryzacji sprężystej strat praktycznie nie ma. Rezystancja R odpowiada stratom przewodzenia dielektryka. Schemat kondensatora z dielektrykiem ma tylko jedną gałąź inercyjną C_a i R_a i odpowiada dielektrykowi z jednym tylko rodzajem polaryzacji relaksacyjnej. Prąd w tej gałęzi opisuje funkcja wykładnicza

$$I_a(t) = I_{a0} \exp\left(-\frac{t}{\tau_r}\right), \quad (2.3.2)$$

w której I_{a0} jest wartością początkową prądu I_a , a τ_r – stałą relaksacji.

W rzeczywistym dielektryku zwykle jednocześnie funkcjonuje wiele mechanizmów relaksacyjnych. Pełną charakterystykę rzeczywistego dielektryka można odwzorować, jeżeli w układzie zastosuje się wiele gałęzi równoległych szeregowego połączenia C_a i R_a o różnych stałych czasowych (rys. 2.3.3) [12].



Rys. 2.3.3. Schemat zastępczy kondensatora z rzeczywistym dielektrykiem o wielu stałych relaksacyjnych

Dla schematu z rysunku 2.3.3 sumaryczny prąd gałęzi inercyjnych

$$I_a(t) = \sum_{j=1}^{j=n} I_{a0j} \exp\left(-\frac{t}{\tau_j}\right) \quad (2.3.3)$$

może być równy prądowi absorpcji rzeczywistego dielektryka, wyrażonego wzorem Curie [2, 6, 9].

Wyłączenie źródła pola elektrycznego i zwarcie próbki dielektryka spowoduje pojawienie się w obwodzie prądu resorpcji I_r (rys. 2.3.1), który zazwyczaj jest lustrzanym odbiciem prądu absorpcji. Jednak dla krótkich czasów charakterystyki prądów absorpcji i resorpcji odbiegają od odbić lustrzanych [6].

Spadek prądu absorpcji i późniejszy quasi-ustalony stan przewodzenia prądu są na ogół uważane za przejaw różnych mechanizmów [6] takich jak:

- szybka i wolna orientacja dipoli,
- polaryzacja elektrod,
- zjawisko pułpkowania ładunku,
- wstrzykiwanie ładunku do objętości dielektryka,
- tunelowanie ładunku z elektrody do pustych pułapek,
- hoppingowanie nośników ładunków [11, 31].

Mechanizmy te i ich zastosowanie w polimerach, z wyjątkiem mechanizmu hoppingowego, zostały opisane przez Wintle'a [30].

Podobnie jak we wzorze (2.3.1), gęstość prądu płynącego przez dielektryk pod wpływem przyłożonego pola elektrycznego po zaniku prądu ładowania $I_c(t)$, czyli po czasie polaryzacji sprężystej t_o (rys. 2.3.1), można opisać zależnością:

$$J(t) = J_u + J_a(t) = \gamma E + \frac{\partial D}{\partial t}, \quad (2.3.4)$$

w której:

J_u – gęstość prądu ustalonego, wywołanego przez ruch ładunków swobodnych w polu elektrycznym,

$J_a(t)$ – gęstość prądu absorpcji malejąca w czasie do zera,

γ – konduktywność,

E – natężenie pola elektrycznego,

D – indukcja elektryczna.

Gęstość prądu ustalonego jest określona zależnością [6, 13, 26]:

$$J_u = \sum_{i=1}^m n_i q_i v_{ui}, \quad (2.3.5)$$

w której:

m – liczba ładunków,

n_i – koncentracja ładunków swobodnych o wartości q_i (zależna od struktury materiału),

v_{ui} – prędkość unoszenia określona zależnością:

$$v_{ui} = \mu_i E, \quad (2.3.6)$$

μ_i – ruchliwość ładunku.

Po uwzględnieniu wyrażenia (2.3.6) zależność (2.3.5) przyjmie postać

$$J_u = E \sum_{i=1}^m n_i q_i \mu_i. \quad (2.3.7)$$

Gęstość prądu ustalonego jest związana z natężeniem pola zależnością

$$J_u = \gamma E, \quad (2.3.8)$$

w której γ jest konduktywnością dielektryka.

Z porównania wyrażen (2.3.7) i (2.3.8) wynika, że konduktywność materiału wyraża się wzorem

$$\gamma = \sum_{i=1}^m n_i q_i \mu_i. \quad (2.3.9)$$

W praktyce najczęściej podaje się rezystywność ρ , która jest odwrotnością konduktywności

$$\rho = \frac{1}{\gamma}. \quad (2.3.10)$$

Warstwa powierzchniowa dielektryka, będącego w kontakcie ze środowiskiem również o właściwościach dielektrycznych, może mieć inne właściwości przewodzące niż pozostałe głębsze warstwy. Jest to spowodowane oddziaływaniem środowiska (wilgoć i zanieczyszczenia) na powierzchnię dielektryka. Dielektrykowi oprócz rezystywności samego materiału, nazywanej rezystywnością skrośną lub objętościową i oznaczanej symbolem ρ_v , mają też rezystywność powierzchniową oznaczaną symbolem ρ_s .

Rezystywność skrośną, zgodnie z normami IEC 93 oraz PN-88/E-04405 [32, 33], definiuje się jako iloraz natężenia stałego pola elektrycznego E i gęstości prądu ustalonego J_u płynącego wewnątrz materiału izolacyjnego ($\rho_v = E/J_u$). W praktyce jest ona określona jako rezystancja skrośna zredukowana do sześcienniej jednostki objętości. Jednostką rezystywności skrośnej w układzie SI jest Ωm . W praktyce używana jest również jednostka Ωcm .

Natomiast rezystywność powierzchniowa, zgodnie z normą IEC 93, jest zdefiniowana jako iloraz natężenia stałego pola elektrycznego i gęstości liniowego prądu w powierzchniowej warstwie materiału. W praktyce nazywa się ją rezystancją powierzchniową zredukowaną do pola kwadratu. Rozmiar kwadratu jest nieistotny. Jednostką rezystywności powierzchniowej w układzie SI jest Ω . W praktyce używa się czasami jednostki Ω/\square (om na kwadrat).

Umownie uważa się, że dielektrykami są materiały, których rezystywność skrośna ρ_v przekracza $10^8 \Omega\text{m}$ [2, 13].

Dla dielektryków stałych, charakteryzujących się pojedynczą stałą czasową relaksacji, zależność gęstości prądu absorpcji od czasu t działania zewnętrznego pola elektrycznego, analogicznie do zależności (2.3.2), wyraża się wzorem [2, 9]

$$J_a(t) = J_{a0} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right). \quad (2.3.11)$$

Gdy dielektryk charakteryzuje się wieloma stałymi czasowymi, wtedy gęstość prądu absorpcji $J_a(t)$ we wzorze (2.3.4) wyraża się wzorem Curie [2, 6, 9]

$$J_a(t) = At^{-n}, \quad (2.3.12)$$

w którym A oznacza stałą zależną od rodzaju dielektryka, a n jest wykładnikiem potęgi. Wartość n jest mniejsza od jedności dla czasów krótszych niż średni czas relaksacji danego mechanizmu polaryzacyjnego, natomiast dla czasów dłuższych przyjmuje

wartości większe od jedności. Różnica $1 - n = \alpha$ we wzorze Curie charakteryzuje szerokość widma relaksacji.

2.4. Elektryzacja dielektryków

Materiały dielektryczne są zdolne do gromadzenia i przechowywania ładunku elektrycznego nawet wtedy, gdy nie ma pola elektrycznego. Naelektryzowanie dielektryka może być niezamierzone i nastąpić podczas technologicznego procesu wytwarzania materiału, w czasie jego przechowywania, przygotowywania próbek do badań (nanoszenia elektrod) i podczas pomiarów w polu elektrycznym (np. rezystancji skrośnej lub powierzchniowej). Ładunek elektryczny zgromadzony w próbce badanego dielektryka może spowodować znaczne błędy pomiarów rezystancji dielektryków.

Przyczyną naelektryzowania dielektryka może być tryboelektryzacja, działania zewnętrznego pola elektrycznego lub przeniesienie ładunku elektrycznego z jednego ciała naelektryzowanego na drugie nienaelektryzowane [3, 10, 11].

Tryboelektryzacja powstaje podczas kontaktu dwóch różnych ciał w wyniku przechodzenia ładunków z jednego ciała na drugie. Złączone nienaelektryzowane ciała po rozdzieleniu są naładowane. Jest to efekt powstawania podwójnej warstwy ładunku na granicy kontaktu ciał o różnych pracach wyjścia elektronów (różnych poziomach Fermiego) [7]. Efekt tryboelektryzacji zostaje znacznie wzmocniony przez tarcie lub uderzenie. Jedną z przyczyn zwiększonej elektryzacji ciał podczas tarcia jest towarzyszące mu zwiększenie liczby punktów styku, co intensyfikuje powstawanie ładunków na zasadzie elektryzacji stykowej. Tarcie ułatwia przechodzenie ładunków z jednej powierzchni na drugą. Inną przyczyną wpływu tarcia na elektryzację jest wzrost temperatury powierzchni podczas tarcia. Temperatura poszczególnych części powierzchni ciała może osiągnąć taką wartość, że jony z części bardziej nagrzanym będą mogły przejść na drugą powierzchnię o niższej temperaturze. Sprzyja temu niejednorodność trących powierzchni, nawet jeżeli są one wykonane z tego samego materiału.

Elektryzacja stykowa dielektryków zależy od ich przenikalności elektrycznej. Spośród dwóch stykających się dielektryków dodatnio elektryzuje się dielektryk o większej przenikalności elektrycznej. Gęstość powierzchniowa ładunków jest proporcjonalna do różnicy przenikalności elektrycznych obu stykających się dielektryków. Podczas kontaktu dielektryków stałych z metalami metal ładuje się dodatnio lub ujemnie. Metale nieszlachetne wskutek kontaktu z dielektrykiem elektryzują się zwykle ujemnie, a szlachetne – dodatnio.

Zjawisko elektryzacji podczas tarcia charakteryzuje się następującymi cechami:

- Elektryzacja przez tarcie może powodować powstawanie ładunków o dużej wartości.
- Do elektryzacji może dochodzić zarówno podczas tarcia tych samych, jak i różnych materiałów. Elektryzacja występuje również podczas tarcia dielektryka o metal oraz podczas tarcia i uderzania o powierzchnię rozdrobnionych materiałów, np. pyłów i cieczy.

- Ładunki powstające podczas tarcia nie są rozłożone równomiernie na powierzchniach trących. W różnych częściach powierzchni mogą mieć różną gęstość, a nawet różny znak.

- Skutek elektryzacji podczas tarcia zależy od gładkości powierzchni. Ten sam materiał może zajmować różne miejsca w szeregu tryboelektrycznym w zależności od stanu powierzchni.

- Jeżeli oprócz tarcia występuje równocześnie inna przyczyna elektryzacji, to zjawiska te w pewnym sensie nakładają się. I tak np. tarcie w polu elektrycznym może powodować powstanie większych lub mniejszych ładunków w zależności od kierunku pola.

Elektryzacja może również być skutkiem tarcia dielektryka o powietrze zawierające cząstki pyłów i skondensowanej pary wodnej.

Elektryzacja przez kontakt i tarcie jest elektryzacją naturalną, bez udziału zewnętrznego pola elektrycznego. Mogą jej ulec próbki dielektryka przygotowywane do pomiarów.

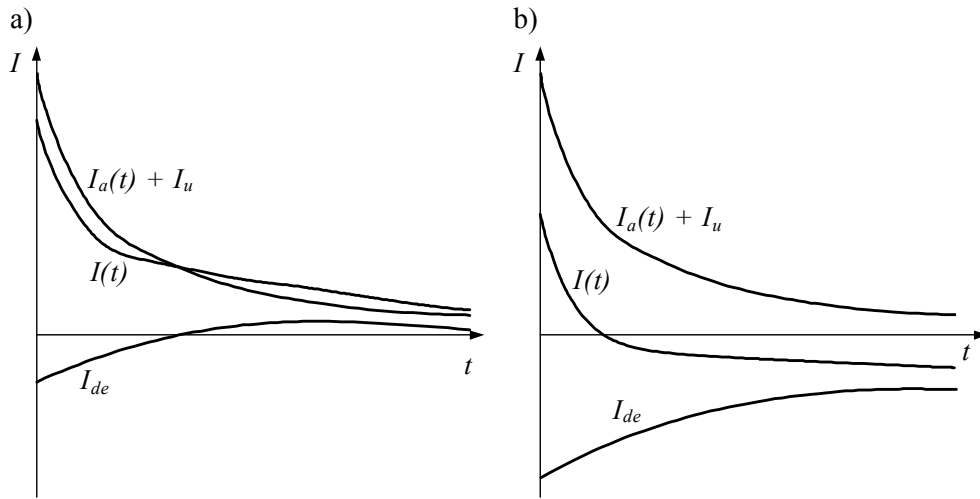
Naelektryzowanie dielektryka może nastąpić również w wyniku działania zewnętrznego pola elektrycznego, na przykład podczas pomiarów jego rezystancji. Dielektryk poddany działaniu zewnętrznego pola elektrycznego elektryzuje się. Gromadzi się w nim zarówno ładunek powierzchniowy, jak i przestrzenny. Po wyłączeniu źródła zewnętrznego pola elektrycznego w dielektryku pozostaje ładunek elektryczny, który z czasem zanika. Szybkość zaniku zależy od rezystywności dielektryka. W dielektrykach o bardzo dużych rezystywnościach ładunek może się utrzymywać przez wiele godzin, dni, a nawet tygodni. Wartość potencjału powierzchniowego pochodzącego od tego ładunku może przekraczać nawet 1000 V. W tym przypadku przyłożenie napięcia 1000 V do próbki dielektryka powoduje w obwodzie przepływ prądu w kierunku przeciwnym niż zwykle, kiedy dielektryk nie jest naładowany.

Przyczyną naelektryzowania próbki dielektryka może być również przeniesienie ładunku elektrycznego z ciała naelektryzowanego. Na przykład osoba naelektryzowana, która wykonuje badania, biorąc do ręki próbkę, może przenieść na nią swój ładunek i ją naelektryzować.

Ładunek zgromadzony w próbce jest źródłem prądu deelektryzacji $I_{de}(t)$, nazywanym też prądem tła [5]. Zatem prąd płynący przez naelektryzowaną próbkę pod wpływem przyłożonego do elektrod napięcia stałego

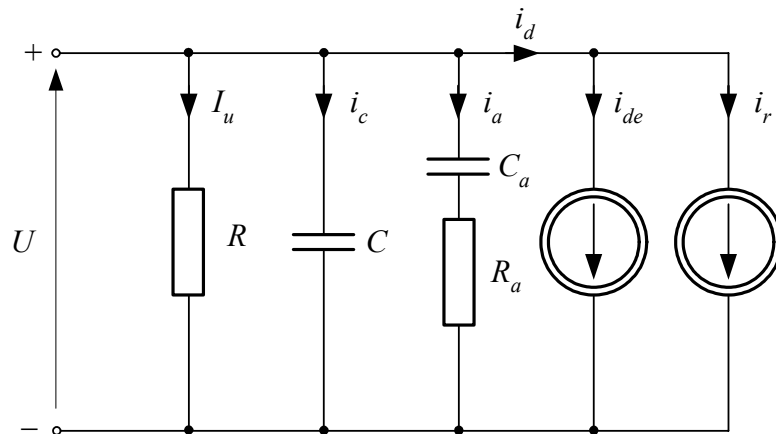
$$I(t) = I_c(t) + I_u + I_a(t) + I_{de}(t) \quad (2.4.1)$$

zawiera dodatkowo składową $I_{de}(t)$. Przed przyłożeniem napięcia do próbki istnienie tego prądu można stwierdzić, zwierając próbkę przez miernik prądu. Prąd deelektryzacji $I_{de}(t)$ może w długim okresie czasu zmieniać kierunek przepływu (rys. 2.4.1a). Może on mieć istotny wpływ na wypadkowy prąd $I(t)$ w próbce i nawet zmienić jego kierunek (rys. 2.4.1b).



Rys. 2.4.1. Wpływ prądu deelektryzacji na wypadkowy prąd w obwodzie próbki dielektryka:
a) prąd deelektryzacji I_{de} zmienia kierunek, b) prąd deelektryzacji I_{de} nie zmienia kierunku

Próbki przygotowane do badań rezystywności powinny być pozbawione ładunku elektrycznego, gdyż fałszuje on wyniki pomiarów. Deelektryzacji próbek dokonuje się przez zwarcie na dłuższy czas elektrod, między którymi umieszczono dielektryk, i ich uziemienie. Ta metoda nie zawsze jest skuteczna, zwłaszcza dla dielektryków o bardzo dużych rezystywnościach, np. PTFE. Dielektryki takie można rozładować, umieszczając zwartą próbkę dielektryka w podwyższonej temperaturze. Dla PTFE jest to ok. 250 °C. Tak wysoka temperatura może jednak spowodować zmiany strukturalne materiału.



Rys. 2.4.2. Uproszczony model zastępczy naelektryzowanej próbki dielektryka

Jeżeli wyłączy się źródło napięcia w obwodzie próbki i ponownie je włączy, np. zmieniając biegunowość napięcia, to do prądu deelektryzacji doda się prąd resorpcji $I_r(t)$ i równanie (2.4.1) przyjmie postać:

$$I(t) = I_c(t) + I_u + I_a(t) + I_{de}(t) + I_r(t). \quad (2.4.2)$$

Temu stanowi dielektryka odpowiada schemat zastępczy przedstawiony na rysunku 2.4.2.

Literatura

- [1] Baker-Jarvis J.A., *Generalized Dielectric Polarization Evolution Equation*, IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 7, No. 3 (2000), pp. 374–386.
- [2] Celiński Z., *Materiałoznawstwo elektrotechniczne*, Ofic. Wyd. Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 1998.
- [3] Chang J.S., Kelly A.J., Crowley J.M. et al., *Handbook of Electrostatic Processes*, Marcel Dekker, Inc., New York, Basel, Hong Kong, 1995.
- [4] Chełkowski A., *Fizyka dielektryków*, WNT, Warszawa, 1993.
- [5] Darie A., *Improving the repeatability of ultra-high resistance and resistivity measurement*, Keithley White Paper 6517A, www.keithley.com.
- [6] Das-Gupta D.K., *Conduction Mechanisms and High-Field Effects in Synthetic Insulating Polymers*, IEEE Trans Electr. Insul., Vol. 4 (1997), pp. 149–156.
- [7] Das-Gupta D.K., *Electrical properties of surfaces of polymeric insulators*, IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 27 (1992), pp. 909–923.
- [8] Das-Gupta D.K., Doughty K., *Dielectric and conduction process in polyetherether ketone (PEEK)*, IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. EI-22 (1987), pp. 1–7.
- [9] Das-Gupta D.K., Joyner K., *On the nature of absorption currents in polyethylene terephthalate (PET)*, J. Phys. D. Appl., Vol. 9 (1976), pp. 829–840.
- [10] Gajewski A.S., *Elektryczność statyczna – poznanie, pomiar, zapobieganie, eliminowanie*, Inst. Wyd. Związków Zawodowych, Warszawa, 1987.
- [11] Hilczer B., Małecki J., *Elektrety i piezopolimery*, PWN, Warszawa, 1992.
- [12] Iorga C., *Compartmental analysis of dielectric absorption in capacitors*, IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 7, No. 2 (2000), pp. 187–192.
- [13] Juchniewicz J., Lisiecki J. i in., *Wysokonapięciowe układy izolacyjne*, Wyd. Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 1980.
- [14] Kaneko K., Semi H., Mizutani T., Mori T., Ishioka M., *Charge Transport and Space Charge Formation in Low-Density Polyethylene*, Proceedings of the 6th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials, Xi'an, China, 2000, pp. 71–74.
- [15] Kao K.C., *Electrical Conduction and Breakdown in Insulating Polymers*, Proceedings of the 6th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials, Xi'an, China, 2000, pp. 1–17.
- [16] Kędzia J., Skubis J., Włóczyk A., Wolny S., *Laboratorium materiałoznawstwa elektrycznego*, Ofic. Wyd. Politechniki Opolskiej, Opole, 1998.
- [17] Kliem H., *Dielectric small-signal response by protons in amorphous insulators*, IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 24 (1989), pp. 185–197.
- [18] Kolbiński K., Słowikowski J., *Materiałoznawstwo elektrotechniczne*, WNT, Warszawa, 1978.

- [19] Krause L.J., Lugg P.S., Speckhard T.A., *Electronic conduction in polyimides*, J. Elektrochem. Soc., Vol. 136 (1989), pp. 1379–1385.
- [20] Lamb D.R., *Electrical conduction mechanisms in thin insulating films*, Spottiswoode, Ballantyne & Co Ltd. London and Colchester, 1967.
- [21] Lee H.K., Lee Y.H., Park Y.G., Jang D.U., Kang S.H., Park S.G., Lim K.J., *Electrical conduction characteristics in XLPE film evaporated different metal electrode in cathode*, Proc. of the 6th Intern. Conf. on Properties and Applications of Dielectric Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, China, 2000, pp. 509–512.
- [22] Maison A., *Opór właściwy skośny materiałów elektroizolacyjnych stałych w ujęciu normalizacji międzynarodowej, krajowej i zagranicznej*, Polimery – tworzywa wielocząsteczkowe, 1971, nr 5, s. 214–218.
- [23] Maison A., *Opór właściwy skośny polietylenu*, Przegląd Elektrotechniczny, 1967, nr 6, s. 223–227.
- [24] Motyl E., *O mechanizmie przewodnictwa elektrycznego w kaptynie HN*, Prace Nauk. Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 31, seria: Konferencje nr 8, 1996, s. 55–58.
- [25] Motyl E., Kacprzyk R., *On the electrical conduction in polyimide*, the 9th International Symposium on Electrets (ISE 9), Proceedings, Shanghai, 1996, pp. 608–613.
- [26] O'Dwyer J.J., *The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectrics*, Clarendon Press, Oxford, 1973.
- [27] Rutkowski J. i in., *Podstawy inżynierii materiałowej – laboratorium*, Ofic. Wyd. Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2003.
- [28] Sacher E., *Dielectric properties in polyamide film II, dc properties*, IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. EI-14 (1979), pp. 85–93.
- [29] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1968.
- [30] Wintle H.J., *Absorption Currents and Steady Currents in Polar Dielectrics*, J. Non-Cryst. Solids, Vol. 15, (1974), pp. 471–486.
- [31] Wintle H.J., *Charge Motion and Trapping in Insulators Surface and Bulk Effects*, IEEE Trans Electr. Insul., Vol. 6, No. 1 (1999), pp. 1–10.
- [32] IEC 93:1980 *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*.
- [33] PN-88/E4405 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Pomiary rezystancji*.

3. Dielektryk w przemiennym polu elektrycznym

Jeżeli kondensator o pojemności C_o z próżnią między okładkami podłączy się do źródła przemiennego napięcia sinusoidalnego

$$u = U_m \sin \omega t, \quad (3.1)$$

to między okładkami tego kondensatora wytworzy się również sinusoidalne pole elektryczne, związane z obecnością ładunku swobodnego

$$e = E_m \sin \omega t \quad (3.2)$$

i w obwodzie popłynie prąd

$$i_o = C_o \frac{du}{dt} = \omega C_o U_m \sin(\omega t + \pi/2), \quad (3.3)$$

którego gęstość na okładkach kondensatora wyniesie

$$j_o = \varepsilon_o \frac{dE}{dt} = \omega \varepsilon_o E_m \sin(\omega t + \pi/2). \quad (3.4)$$

We wzorach (3.1)–(3.4) zastosowano następujące oznaczenia:

U_m – amplituda napięcia,

E_m – amplituda natężenia pola,

$\omega = 2\pi f$ – pulsacja,

f – częstotliwość,

ε_o – przenikalność elektryczna próżni,

t – czas.

We wzorze (3.3) wyrażenie

$$\omega C_o U_m = I_{m_o} \quad (3.5)$$

określa amplitudę prądu, a we wzorze (3.4) wyrażenie

$$\omega \varepsilon_o E_m = J_{m_o} \quad (3.6)$$

amplitudę gęstości prądu.

Jeżeli między okładkami tego kondensatora umieści się dielektryk, to jego pojemność elektryczna wzrośnie ϵ_r razy i osiągnie wartość $C = \epsilon_r C_o$ [1, 2]. Gdyby dielektryk był idealny, tzn. bezstratny, wtedy wzrosłaby tylko amplituda prądu

$$I_m = \omega C U_m \quad (3.7)$$

oraz amplituda gęstości prądu

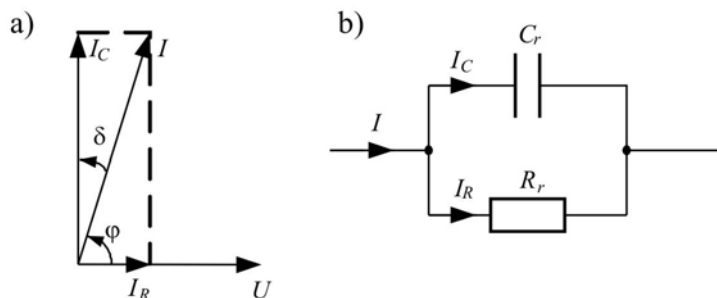
$$J_m = \omega \epsilon E_m, \quad (3.8)$$

a przesunięcie fazowe wynosiłoby nadal $\pi/2$ i w dielektryku nie byłoby strat energii.

W rzeczywistych dielektrykach zawsze występują pewne straty energii związane z przewodnictwem stałoprądowym (rozdział 2.3) i polaryzacją relaksacyjną w zmiennym polu elektrycznym. Prąd i płynący przez ten kondensator będzie przesunięty nie o $\pi/2$, lecz o $\pi/2 - \delta$ (rys. 3.1a), tzn.

$$i = I_m \sin(\omega t + \pi/2 - \delta). \quad (3.9)$$

Kąt δ jest nazywany kątem strat dielektrycznych, a kąt φ między prądem I a napięciem U – kątem fazowym. Wykresowi wskazowemu prądów w stratnym kondensatorze odpowiada schemat zastępczy pokazany na rysunku 3.1b. Na schemacie tym C_r jest idealną bezstratną pojemnością, a R_r – rezystancją odpowiadającą stratom w kondensatorze.



Rys. 3.1. Wykres wskazowy prądów kondensatora z dielektrykiem rzeczywistym między okładkami (a) i odpowiadający mu równoległy układ zastępczy (b)

Prąd I jest wielkością zespoloną wyrażoną wzorem

$$\underline{I} = I_R + jI_C = \underline{U}(G - j\omega C_r), \quad (3.10)$$

i analogicznie gęstość prądu jest też wielkością zespoloną wyrażoną zależnością

$$\underline{J} = J_R + jJ_C = \underline{E}(\gamma_{ac} - j\omega\epsilon_o\epsilon') \quad (3.11)$$

lub

$$\underline{J} = -j\underline{E}\omega\varepsilon_0\underline{\varepsilon}_r = -j\underline{E}\omega\varepsilon_0(\varepsilon' + j\varepsilon'') = \underline{E}\omega\varepsilon_0(\varepsilon'' - j\varepsilon'). \quad (3.12)$$

We wzorach (3.10)–(3.12) przyjęto następujące oznaczenia:

$j = \sqrt{-1}$ – operator na płaszczyźnie liczb zespolonych,

$G = 1/R_r$ – przewodność materiału,

γ_{ac} – konduktywność dielektryka przy prądzie przemiennym (wskutek strat relaksacyjnych konduktywność dielektryka przy prądzie przemiennym jest zawsze większa od konduktywności przy prądzie stałym),

ε_0 – przenikalność próżni, $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$ F/m,

$\underline{\varepsilon}_r$ – względna przenikalność zespolona:

$$\underline{\varepsilon}_r = \varepsilon' - j\varepsilon'' , \quad (3.13)$$

ε' – składowa czynna względnej zespolonej przenikalności elektrycznej,

ε'' – składowa bierna względnej zespolonej przenikalności elektrycznej.

Dla małych kątów strat δ składowa czynna względnej przenikalności

$$\varepsilon' = \varepsilon_r , \quad (3.14)$$

ε_r jest względną przenikalnością elektryczną określoną w polu stałym (zobacz podrozdział 2.1).

Składowa czynna ε' wyraża zdolność do gromadzenia energii przez kondensator w polu elektrycznym, a składowa bierna

$$\varepsilon'' = \frac{\gamma_{ac}}{\omega\varepsilon_0} \quad (3.15)$$

wyraża zdolność dielektryka do rozpraszania energii zmagazynowanej w polu elektrycznym, czyli do generowania strat.

Z przenikalnością elektryczną jest związana podatność elektryczna określona zależnością:

$$\underline{\chi} = \chi' - j\chi'' = \underline{\varepsilon} - 1. \quad (3.16)$$

Z wyrażen (3.13) i (3.16) wynika, że składowa czynna podatności elektrycznej

$$\chi' = \varepsilon' - 1, \quad (3.17)$$

a składowa bierna podatności elektrycznej

$$\chi'' = \varepsilon'' . \quad (3.18)$$

Stosunek ε'' do ε' wyraża współczynnik strat dielektrycznych:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} . \quad (3.19)$$

Wektory indukcji pola elektrycznego D i polaryzacji P w polu przemiennym są związane z polem elektrycznym przez składowe czynne przenikalności i podatności elektrycznej zależnościami:

$$D = \varepsilon' \varepsilon_0 E, \quad (3.20)$$

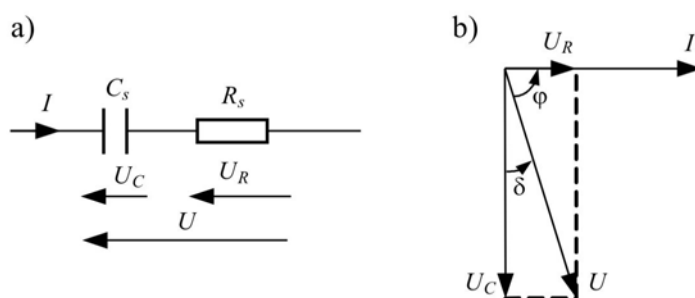
$$P = \chi' \varepsilon_0 E. \quad (3.21)$$

Dla materiałów izolacyjnych najczęściej podaje się nie kąt strat δ , ale tangens tego kąta. Nazywa się go współczynnikiem strat dielektrycznych i dla zastępczego układu równoległego (rys. 3.1) wyraża wzorem

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{I_R}{I_C} = \frac{1}{\omega R_r C_r}. \quad (3.22)$$

W literaturze $\operatorname{tg} \delta$ często oznacza się symbolem D ($D = \operatorname{tg} \delta$).

Aby opisać kondensator z dielektrykiem stratnym, stosuje się również szeregowy schemat zastępczy przedstawiony na rysunku 3.2.



Rys. 3.2. Szeregowy układ zastępczy kondensatora z dielektrykiem stratnym (a) i jego wykres wskazowy (b)

Obydwa zastępcze układy kondensatora stratnego z rysunków 3.1 i 3.2 są równoważne dla danej częstotliwości. Znając parametry jednego układu, np. szeregowego, można łatwo przeliczyć je na parametry układu równoległego, korzystając z zależności [3, 4, 5]:

$$C_s = \frac{C_s}{1 + \operatorname{tg}^2 \delta}, \quad (3.23)$$

$$R_r = \frac{1 + \operatorname{tg}^2 \delta}{\operatorname{tg}^2 \delta} \cdot R_s, \quad (3.24)$$

gdzie $\operatorname{tg} \delta$ jest współczynnikiem strat dielektrycznych obliczanym dla układu równoległego ze wzoru

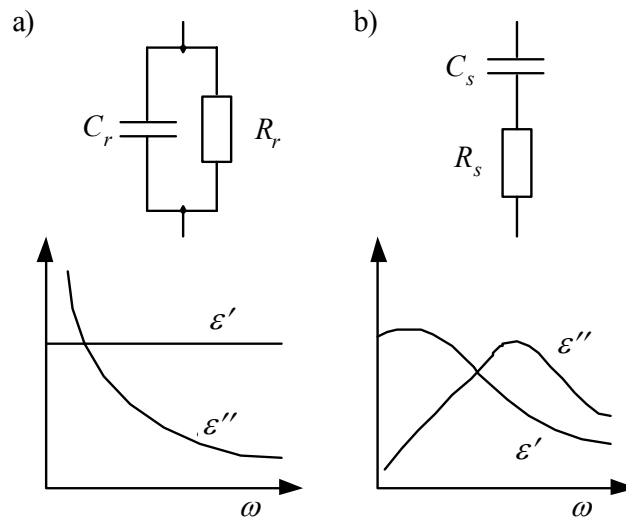
$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{\omega R_r C_r}, \quad (3.25)$$

a dla układu szeregowego ze wzoru

$$\operatorname{tg} \delta = \omega C_s R_s, \quad (3.26)$$

gdzie $\omega = 2\pi f$, a f oznacza częstotliwość.

Dla szerokiego pasma częstotliwości proste schematy zastępcze kondensatora rzeczywistego przedstawione na rysunkach 3.1 i 3.2 nie są jednak równoważne. Ich charakterystyki przenikalności zespolonej w funkcji częstotliwości istotnie się różnią (rys. 3.3) [2] i nie wykazują zgodności z rzeczywistymi, doświadczalnie zdjętymi charakterystykami dielektryków.



Rys. 3.3. Obwody zastępcze: równoległy (a) i szeregowy (b) pojemności z dielektrykiem stratnym i ich charakterystyki w funkcji częstotliwości [2]

Schematy zastępcze z rysunków 3.1 i 3.2 zupełnie nie odzwierciedlają rzeczywistego zachowania się kondensatora, do którego przyłożono impulsowo napięcie stałe. Układ szeregowy z rysunku 3.2 nie przewodzi prądu stałego, a w układzie równoległym z rysunku 3.1 brak jest członu inercyjnego odpowiedzialnego za prąd absorpcji.

Zastępczy model kondensatora powinien ujmować wszystkie procesy polaryzacyjne zachodzące w dielektryku, opisane w rozdziale 2.1. Poprawny model kondensatora

z dielektrykiem stratnym przy prądzie przemiennym jest identyczny z opisanym w podrozdziale 2.3.

Literatura

- [1] Chelkowski A., *Fizyka dielektryków*, WNT, Warszawa, 1993.
- [2] Hilczer B., Małecki J., *Elektrety i piezopolimery*, PWN, Warszawa, 1992.
- [3] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1968.
- [4] IEC 250:1969 *Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths*.
- [5] PN-86/E-04403 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Metody pomiaru przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych*.

4. Próbki badanych materiałów i elektrody

Materiały elektroizolacyjne stałe mogą mieć strukturę jednorodną lub niejednorodną [1, 11]. Strukturą jednorodną odznaczają się polimery czyste, a niejednorodną – polimery z wypełniaczami i inne materiały kompozytowe. Polimery mogą być bezpostaciowe (czysto amorficzne) lub semikrystaliczne (mieszana polimerów amorficznych z krystalicznymi) [14]. Postać amorficzną mają polimery takie jak: polichlorek winylu (PCV), polistyren (PS), polimetakrylan metylu (PMMA), poliwęglan (PC), polisulfony (PSU) oraz polifluorek fenylenu (PPO), a postać semikrystaliczną (częściowo krystaliczną) – polietylen (PE), polipropylen (PP) i poliamidy (PA). Po przetworzeniu na wtryskarce termoplastycznych polimerów semikrystalicznych (dwupostaciowych) faza amorficzna częściowo przechodzi z czasem w fazę krystaliczną, której udział zwiększa się z czasem. Objawia się to zmianami jej właściwości elektrycznych, w tym rezystywności i przenikalności elektrycznej.

Materiały dielektryczne mogą być izotropowe lub anizotropowe. Strukturę anizotropową mają materiały zawierające wypełniacze włókniste lub warstwowe. Materiały takie charakteryzują się anizotropią rezystywności i przenikalności elektrycznej. Strukturę warstwową mają laminaty włókniste, tekstolit, sklejkki drewniane itp. Poszczególne warstwy mogą mieć różną rezystywność skrośną i przenikalność elektryczną.

Wiele materiałów kompozytowych na skutek niedokładnego zhomogenizowania składników ma niejednorodną strukturę objętościową. Dlatego wartości rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej poszczególnych fragmentów tych materiałów mogą się różnić i to czasami znacznie.

Rezystywność i przenikalność elektryczna oraz współczynnik strat dielektrycznych materiałów dielektrycznych zależą od temperatury, natężenia pola elektrycznego i wilgotności. Przenikalność elektryczna oraz współczynnik strat dielektrycznych zależą również od częstotliwości. Właściwości te zmieniają się wraz ze starzeniem się materiału.

4.1. Przygotowanie próbek do badań

4.1.1. Pobieranie próbek

Zasadniczym warunkiem poprawnej oceny właściwości elektroizolacyjnych materiałów dielektrycznych jest powtarzalność wyników badań niezależnie od laboratorium i osób wykonujących badania. Ażeby warunek ten spełnić, należy:

- pobrać z partii produkcyjnej odpowiednią liczbę reprezentatywnych próbek materiału,
- ustalić odpowiedni proces technologiczny wytwarzania próbek identyczny z procesem produkcyjnym wyrobów, jeżeli zachodzi konieczność wykonania próbek do badań,
- dokonać odpowiedniej klimatyzacji próbek przed ich badaniami, aby zapewnić odtwarzalny stan ich właściwości i zachować te same warunki klimatyczne podczas badań.

Liczba reprezentatywnych próbek pobranych do badań powinna być dostatecznie duża, ażeby można było zastosować analizę statystyczną do interpretacji uzyskanych wyników. Minimalną liczbę badanych próbek tego samego materiału określają normy wyrobów. Normy PN-88/E-04405 i PN-86/E-04403 zalecają minimalną liczbę badanych próbek materiału nie mniejszą niż 3, jeżeli w normach wyrobów nie ustalono inaczej.

Laboratoria często otrzymują materiały do badań w postaci granulatu. Konieczne jest wtedy wykonanie próbek metodą wtrysku lub wytłaczania [13]. Gdy wytwarza się próbki, należy zwrócić uwagę na takie parametry procesu jak temperatura i ciśnienie, które wpływają na stan materiału próbki. Po wtrysku materiał najczęściej jest w stanie nieustalonym (udział dwóch faz: krystalicznej i amorficznej). Powoduje to konieczność kondycjonowania próbek (oddziaływanie na nie odpowiednią temperaturą, ciśnieniem, wilgotnością przez określony czas). Celem kondycjonowania jest uspokojenie i ujednorodnienie struktury materiału, aby można było przeprowadzić pomiar w warunkach zbliżonych do normalnej pracy badanego materiału. Technologia wykonania próbek i sposób ich kondycjonowania powinny być zgodne z odpowiednimi normami wyrobów lub uzgodnione ze zleceniodawcą.

Próbki materiału izolacyjnego przygotowane do pomiarów powinny mieć odpowiedni kształt umożliwiający naniesienie elektrod i łatwe wykonanie obliczeń rezystywności lub przenikalności elektrycznej. Najczęściej pomiary wykonuje się na próbkach płaskich, o gładkich równoległych powierzchniach, na które nanosi się elektrody. Jeżeli przedmiotem badań jest materiał, z którego wykonane są rury, to można z nich wyciąć próbki i na nie nanieść odpowiednie elektrody. Pomiary rezystywności powierzchniowej można również wykonać na próbkach prętowych.

4.1.2. Warunki kondycjonowania i badania

Bezpośrednio przed badaniami próbki powinny być kondycjonowane w znormalizowanych warunkach otoczenia podanych w polskiej normie PN-72/E-04400 [19] oraz normach międzynarodowych IEC 212:1971 [16], PN-EN ISO 291:1999 [25] i w tych warunkach należy wykonywać pomiary. Normy PN-72/E-04400 i IEC 212:1971 podają różne znormalizowane wartości temperatury i wilgotności. Są to między innymi warunki:

- pokojowe – temperatura powietrza 15–35 °C i jego wilgotność 45–75 %,
- normalne A – temperatura powietrza 20±2 °C i jego wilgotność 65±5 %,
- normalne B – temperatura powietrza 23±2 °C i jego wilgotność 50±5 %,
- normalne C – temperatura powietrza 27±2 °C i jego wilgotność 65±5 %,

przy czym są zalecane znormalizowane warunki normalne B.

Norma PN-EN ISO 291 natomiast podaje dwa rodzaje znormalizowanych warunków kondycjonowania i badania:

- 23/50 – temperatura powietrza 23 °C i jego wilgotność 50 %,
- 27/65 – temperatura powietrza 27 °C i jego wilgotność 65 %

oraz dwie klasy warunków znormalizowanych. Klasy te określają dopuszczalne odchylenia od znormalizowanej temperatury i wilgotności:

- klasa 1 – tolerancja temperatury ±1 °C, tolerancja wilgotności:
 - a) dla znormalizowanych warunków 23/50 – ±5 %,
 - b) dla znormalizowanych warunków 27/65 – ±10 %;
- klasa 2 – tolerancja temperatury ±2 °C, tolerancja wilgotności:
 - a) dla znormalizowanych warunków 23/50 – ±10 %,
 - b) dla znormalizowanych warunków 27/65 – ±10 %.

W normie PN-EN ISO 291 podano, że jeżeli w normach wyrobów nie ustalono inaczej, to należy zapewnić warunki kondycjonowania i badania 23/50. Warunki 27/65 są dostosowane do klimatu tropikalnego. Jeżeli wilgotność i temperatura nie wpływają na badane właściwości, to nie muszą być zachowane tolerancje wilgotności i temperatury. Kondycjonowanie i badania wykonuje się wtedy w temperaturze pokojowej, tj. od 18 °C do 28 °C, zachowując naturalną wilgotność powietrza, która nie jest regulowana

Czas kondycjonowania powinien być określony w odpowiednich specyfikacjach dla danego materiału. Jeżeli go nie określono, to według normy PN-EN ISO 291 należy przyjąć:

- a) nie mniej niż 88 h dla warunków 23/50 i 27/65,
- b) nie mniej niż 4 h dla temperatury pokojowej od 18 °C do 28 °C.

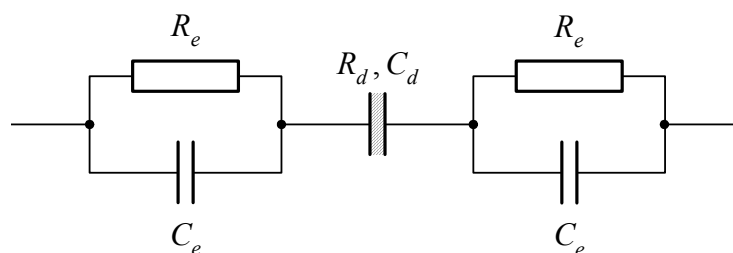
Jeżeli w odpowiednich specyfikacjach dla danego materiału nie podano inaczej, to próbki należy badać w tych samych warunkach, w których były kondycjonowane. Próbki powinny być poddane badaniom natychmiast po wyjęciu ich z komory do klimatyzowania.

4.2. Elektrody

Pomiary rezystywności i przenikalności elektrycznej wymagają umieszczenia dielektryka między elektrodami przewodzącymi, najczęściej metalowymi. Elektrody te mogą mieć istotny wpływ na wyniki pomiarów.

4.2.1. Kontakt elektrody z dielektrykiem

Każdy materiał izolacyjny zawiera drobiny zanieczyszczeń. Tworzy on warstwę o właściwościach odpowiadających właściwościom półprzewodników, czyli poziomom akceptorowym i donorowym. Podczas kontaktu metalu i dielektryka następuje wyrównanie poziomów Fermiego [4, 7, 12]. Elektrony przechodzą z metalu do wolnych poziomów akceptorowych na powierzchni i w warstwie dielektryka. Ładunek przestrzenny, uformowany przez elektrony przechodzące z metalu do dielektryka, powoduje obniżenie pasm energetycznych izolatora. Powierzchnia dielektryka ma wiele stanów powierzchniowych rozłożonych w szerokim przedziale energii. Elektrony przechodzące z metalu zajmują te stany, a tylko nieznaczna ich liczba wnika w głąb dielektryka i zajmuje jego stany akceptorowe. Na granicy faz metal–dielektryk powstaje podwójna warstwa ładunku elektrycznego tworząca barierę potencjału [5]. Warstwa ta charakteryzuje się pojemnością elektryczną C_e i rezystancją kontaktu elektroda–dielektryk R_e (rys. 4.2.1). Jej struktura zależy przede wszystkim od wymiany ładunku pomiędzy pierwszą, najbliższą elektrodą, warstwą jonów a elektrodą. Jeśli rezystancja przejścia między pierwszą warstwą jonów i elektrodą jest większa od rezystancji pomiędzy dwiema sąsiednimi warstwami dielektryka, to elektroda jest blokująca. Jeśli zaś jest jej równa lub od niej mniejsza, to mamy do czynienia z elektrodą odwracalną [2].



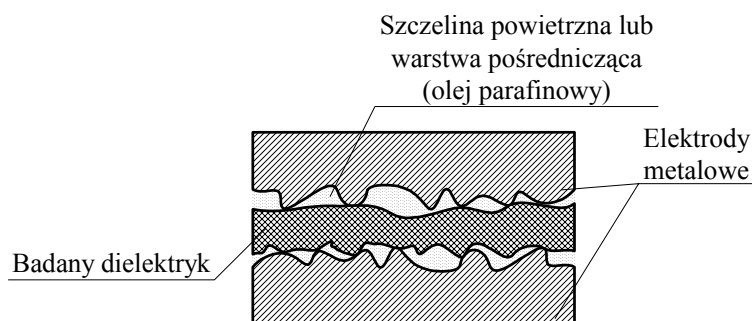
Rys. 4.2.1. Schemat obwodu zastępczego dla próbki dielektryka z elektrodami:

C_e, R_e – pojemność i rezystancja warstwy podwójnej elektroda–próbka,

C_d, R_d – pojemność i rezystancja próbki dielektryka

Oprócz zjawisk energetycznych na kontakt metal–dielektryk istotny wpływ ma sposób nanoszenia elektrod. Podczas naparowania próżniowego elektrod powstaje

warstwa pośrednia. Cząsteczki metalu dzięki swej energii kinetycznej i temperaturze wnikają na pewną głębokość do dielektryka, tworząc rodzaj mieszaniny dielektryk–metal o zupełnie odmiennych właściwościach. Warstwa pośrednia może się również tworzyć w następstwie chemicznej lub mechanicznej obróbki powierzchni dokonywanej przed właściwym nanoszeniem elektrod.



Rys. 4.2.2. Przyleganie elektrod do badanego dielektryka

Może również wystąpić dyfuzja atomów z elektrody do materiału mimo występowania średnich pól elektrycznych wykluczających typowe efekty emisyjne [6, 9]. Pole lokalne przy elektrodzie może się znacznie różnić od pola wyliczonego na podstawie grubości próbki i przyłożonego napięcia [8]. Podczas dyfuzji pierwiastków z elektrody do dielektryka istotną rolę odgrywa rodzaj materiału, z jakiego wykonano elektrody (energia wyjścia). Warstwa pośrednia może się także tworzyć w wyniku złego przylegania elektrod do próbki (szczelina powietrzna) bądź może stanowić ją warstewka oleju parafinowego służąca do naklejania elektrod (rys. 4.2.2). Szczelina powietrzna lub warstwa pośrednia pomiędzy elektrodą a badanym materiałem powoduje szczególnie dużą niedokładność w pomiarach właściwości dielektrycznych, gdy badany materiał izolacyjny ma małą grubość [10] (np. folie izolacyjne).

4.2.2. Materiały elektrod

Elektrody powinny być wykonane z materiału, który umożliwia dokładny kontakt z powierzchnią próbki oraz nie wprowadza znaczącego błędu wynikającego z rezystancji kontaktu elektrody z dielektrykiem. Materiał elektrody powinien być odporny na korozję w warunkach wykonywania badań. Rodzaje materiałów stosowanych na elektrody podają normy dotyczące pomiarów rezystywności (PN-88/E-04405 [21], IEC 93:1980 [15], ASTM D 257-99 [27]) i przenikalności elektrycznej (PN-86/E-04403 [20], IEC 250:1969 [17] ASTM D 150-99 [26]). Jako materiał na elektrody można zastosować:

- srebrne lakiery przewodzące,
- metale nanoszone metodą natryskową,
- metale naparowywane w próżni lub napyłane katodowo,
- metale nanoszone metodą wypalania,
- folie metalowe,
- grafit koloidalny,
- gumę przewodzącą,
- ciecze przewodzące,
- obrobiony mechanicznie metal (masywne elektrody dociskowe).

Srebrne lakiery przewodzące o wysokiej przewodności, schnące w temperaturze pokojowej lub podwyższonej są wystarczająco porowate, aby umożliwić dyfuzję wilgoci przez ich warstwę. Dlatego mogą być naniesione na próbki przed kondycjonowaniem. Jest to szczególnie przydatne podczas badania zarówno wpływu wilgotności na rezystancję, jak i zmian w funkcji temperatury. Przed zastosowaniem lakieru przewodzącego należy sprawdzić, czy rozpuszczalnik zawarty w nim nie zmieni właściwości elektrycznych materiału. Uzyskanie gładkich krawędzi elektrod może być trudne, gdy lakier jest nanoszony pędzlem. To ograniczenie można pokonać, natryskując lakier przy zastosowaniu matryc dociskowych. Przewodność elektrod ze srebrnych lakierów może być jednak niewystarczająca.

Elektrody **naniesione metodą metalizacji natryskowej** wykonuje się z aluminium, srebra, cynku lub miedzi. Rozpylany metal może być stosowany, jeśli odznacza się zadowalającą adhezją do badanej próbki. Elektrody porowate mogą być naniesione na próbki przed kondycjonowaniem. Tego typu elektrody nie nadają się do pomiaru rezystywności powierzchniowej, ponieważ powierzchnia próbek wymaga wstępnej obróbki mechanicznej, która zmienia właściwości powierzchniowe dielektryka.

Naparowanie w próżni lub napyłanie katodowe metalu (srebra, złota, platyny, aluminium, miedzi) umożliwia uzyskanie najlepszych elektrod, które cechują się najmniejszymi rezystancjami i pojemnościami kontaktowymi z dielektrykiem. Umożliwiają one przenikanie wilgoci do dielektryka i są odporne na podwyższone temperatury. Elektrody te stosuje się do badań materiałów nie zmieniających właściwości w warunkach nanoszenia tą metodą.

Elektrody **nanoszone metodą wypalania metalu** (srebra lub złota) służą do badania szkła, ceramiki i miki. Zwykle nanosi się srebro, ale w wysokiej temperaturze i wilgotności pod wpływem różnicy potencjałów ulega ono migracji. Złoto w tym przypadku jest lepsze.

Elektrody z **folii metalowej** o grubości od 6 do 80 μm nanosi się na badaną próbkę, używając przy tym minimalnej ilości wazeliny (parafiny), smaru silnikowego, oleju lub innego odpowiedniego materiału jako spoiwa. Takie elektrody powinny być nanoszone pod odpowiednim naciskiem, który eliminuje wszystkie nierów-

ności i wyciska nadmiar spoiwa w kierunku krawędzi folii, skąd może ono być usunięte czystą tkaniną. Jedną z efektywniejszych metod jest toczenie twardego, wąskiego wałka (10–15 mm szerokości) po powierzchni folii na zewnątrz aż do momentu, gdy nierówności nie zostaną z niej usunięte. Technika ta może być z powodzeniem stosowana, gdy próbki mają bardzo płaskie powierzchnie. Jeśli zachowa się szczególną ostrożność, to warstewka spoiwa może być zmniejszona do grubości 2,5 μm [27]. Ponieważ warstwa spoiwa jest połączona w szereg z próbką, więc zawsze będzie powodować zawyżanie wartości mierzonej rezystancji i zaniżanie pomiaru przenikalności elektrycznej (w szereg z pojemnością dielektryka dodaje się pojemność tej warstewki i zmniejsza wypadkową pojemność). Warstewka ta może również zmieniać wartość mierzonego współczynnika strat dielektrycznych. Błąd ten może być znaczący w przypadku próbek o grubości mniejszej niż 250 μm oraz o małej rezystywności [27], przenikalności i stratności dielektrycznej. Również twarde wałki mogą spowodować wciśnięcie ostrych cząstek w cienką warstewkę (50 μm) lub nawet jej przebicie. Elektrody foliowe nie są porowate i gdy już zostaną naniesione, uniemożliwiają kondycjonowanie (klimatyzowanie) próbki. Spoiwo może utracić swoją przyczepność w podwyższonej temperaturze. Próbka z układem trójelektrodowym zwykle nie może być stosowana do pomiarów rezystancji powierzchniowej, gdyż smar pozostający na powierzchni szczeliny będzie fałszował wyniki pomiarów. Może być trudno usunąć go z powierzchni szczeliny, nie uszkadzając jednocześnie przylegających krawędzi elektrod.

Grafit koloidalny rozcieńczony w wodzie lub innym odpowiednim nośniku może być naniesiony pędzelkiem lub rozpylaczem (sprayem) na nieporowate powierzchnie materiału izolacyjnego, a następnie suszony w normalnych warunkach atmosferycznych. Można używać taśm maskujących lub obejm dociskowych. Grafit koloidalny może być materiałem elektrodowym tylko wtedy, gdy spełnione są wszystkie następujące warunki:

- powłoka grafitowa dobrze przylega do materiału i nie łuszczy się,
- badany materiał nie absorbuje wody,
- kondycjonowanie (klimatyzowanie) oraz wykonywanie pomiarów odbywa się w atmosferze suchej.

Grafit koloidalny jednak nie jest zalecany, gdyż ma dużą rezystancję i może fałszować wyniki pomiarów niezbyt wysokich rezystywności oraz być przyczyną znaczącego wzrostu mierzonego współczynnika strat dielektrycznych, zwłaszcza przy niskich częstotliwościach. Rezystancja grafitu może powodować znaczne zwiększenie kąta stratności i jeżeli podczas nanoszenia przechodzi on z zawiesiny w stan płynny, to może wnikać do próbki.

Elektrody pokryte **gumą przewodzącą** mogą być szybko i łatwo nakładane na próbkę i usuwane z niej. Ponieważ elektrody są nakładane na czas pomiaru, więc nie uniemożliwiają one kondycjonowania (klimatyzowania) próbki. Materiał z gumy

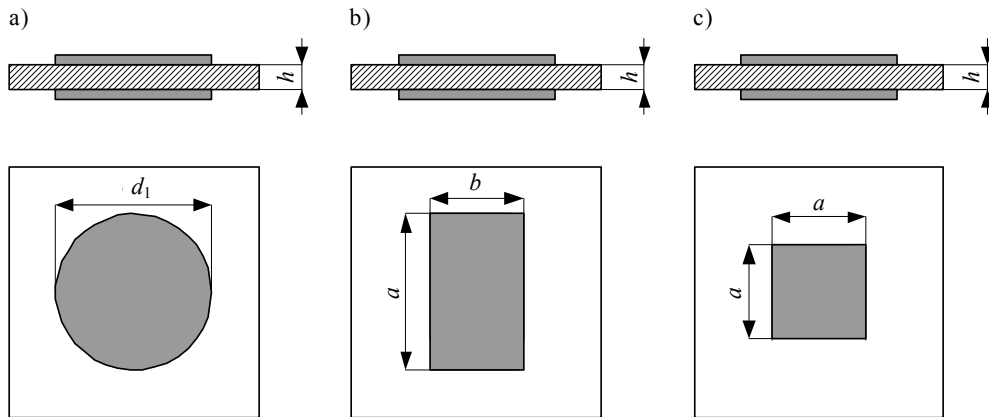
przewodzącej powinien być wystarczająco miękki, aby wejść w ścisły kontakt z próbką po zastosowaniu umiarkowanego ciśnienia. Jednak wyniki pomiarów rezystywności otrzymywane przy użyciu tych elektrod są zawsze większe o kilkadziesiąt, a czasami nawet o kilkaset procent niż wartości otrzymane przy elektrodach naparowanych srebrem. Elektrody pokryte gumą przewodzącą zawierają celki pomiarowe firmy Keithley, model 8009, i Agilent (Hewlett-Packard), model 16008B, do pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej. Elektrody z gumy przewodzącej nie powinny być stosowane do pomiarów przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych, gdyż całkowicie fałszują wyniki pomiarów.

Elektrody z ciekłego metalu zapewniają dobry kontakt z badanym dielektrykiem. Ten rodzaj elektrod wymaga specjalnych pierścieni osłonowych, ostrych od strony próbki. Najczęściej stosuje się rtęć, ale nie jest ona zalecana ze względu na efekty toksyczne. Zamiast rtęci można używać stopu Wooda (25% Pb, 12% Cd, 12,5% Sn, 50% Bi) charakteryzującego się bardzo niską temperaturą topnienia (ok. 60 °C) lub innego niskotopliwego stopu. Stopy te często zawierają kadm, który – podobnie jak rtęć – jest toksyczny. Można ewentualnie stosować roztwory przewodzące, ale pod warunkiem, że stwierdzi się brak ich oddziaływania na wyniki pomiarów. Ponadto pojawiają się trudności z uzyskaniem szczelności osłon tych elektrod. Z tych względów elektrody te praktycznie nie są obecnie stosowane.

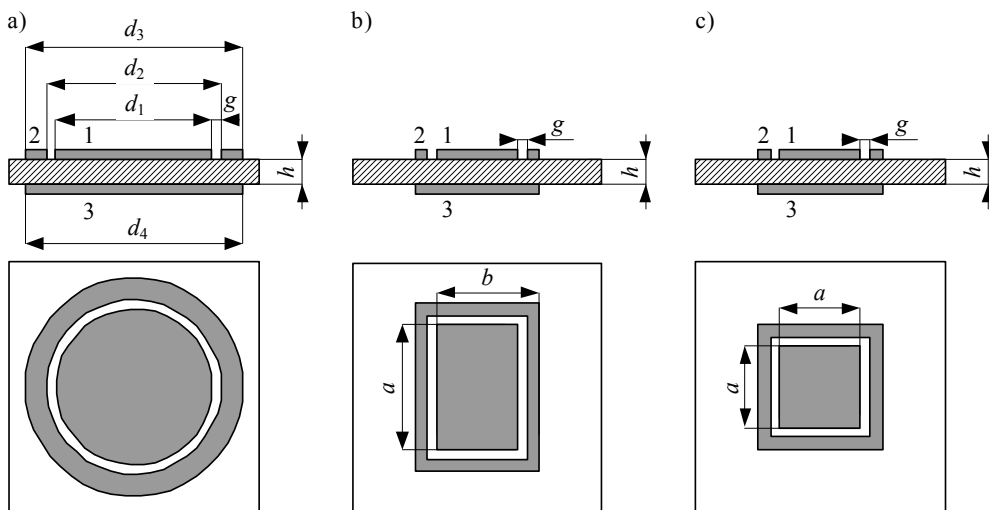
Elektrody dociskowe masywne wykonane z litego metalu (mosiądzu chromowanego lub stali nierdzewnej) o oszlifowanych powierzchniach kontaktowych z badaną próbką są wygodnym w użyciu zestawem pomiarowym. W normie dotyczącej ochrony przed elektrycznością statyczną PN-93/E-05203 [22] zaleca się je do pomiarów rezystancji skrośnej i powierzchniowej próbek stałych materiałów sztywnych oraz włóknistych i folii, a w normie PN-EN 1149-1/2 [23] – do pomiarów rezystancji skrośnej i powierzchniowej odzieży ochronnej. Nie są one rekomendowane w normach dotyczących pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej materiałów elektroizolacyjnych, tj. w normie IEC 93 [15], PN-88/E-04405 [21], ASTM D 257 [27]. Elektrody metalowe dociskowe mogą być używane do pomiarów rezystywności i przenikalności elektrycznej próbek materiałów elastycznych (gumy, elastomerów, tkanin) dobrze przylegających do elektrod metalowych. Nie powinny one jednak być stosowane do badania materiałów sztywnych, które nie przylegają dokładnie do powierzchni elektrod. Na części powierzchni pod elektrodami występują pęcherze powietrzne, które fałszują znacząco wyniki pomiarów.

4.2.3. Geometria próbek i elektrod

Na próbkach płaskich mogą być stosowane elektrody okrągłe, prostokątne i kwadratowe w układzie dwuelektrodowym (rys. 4.2.3) lub trójelektrodowym (rys. 4.2.4).

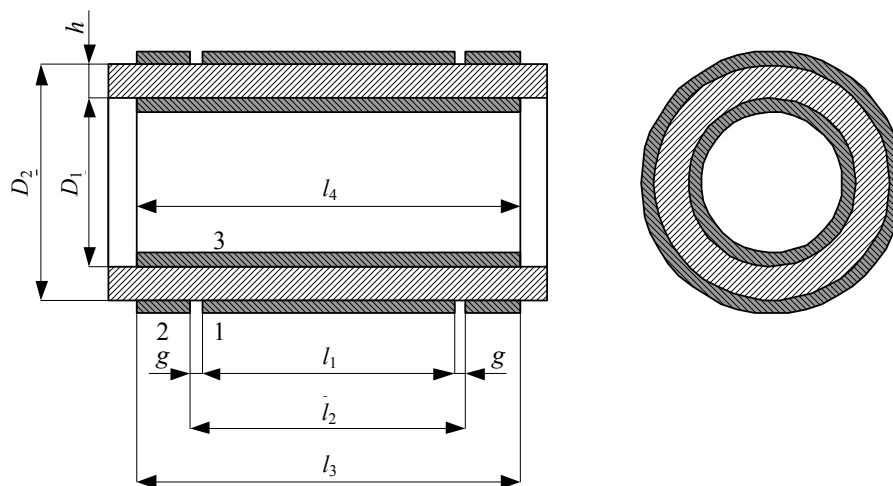


Rys. 4.2.3. Układy dwuelektrodowe: a) elektrody okrągłe,
b) elektrody prostokątne, c) elektrody kwadratowe



Rys. 4.2.4. Układy trójelektrodowe: a) okrągłe, b) prostokątne, c) kwadratowe;
1 – elektroda pomiarowa, 2 – elektroda wykorzystywana w pomiarach rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej jako elektroda ochronna, a w pomiarach rezystywności powierzchniowej – jako elektroda napięciowa, 3 – elektroda wykorzystywana jako napięciowa w pomiarach rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej, a w pomiarach rezystywności powierzchniowej – jako elektroda ochronna

Również na próbkach cylindrycznych mogą być używane układy dwu- i trójelektrodowe. Układ trójelektrodowy na próbce cylindrycznej przedstawiono na rysunku 4.2.5.



Rys. 4.2.5. Układ trójelektrodowy na próbce cylindrycznej

Elektrody bez dodatkowej elektrody pierścieniowej mogą służyć do pomiarów rezystywności skrośnej ρ_v w przypadku, gdy prąd powierzchniowy ma pomijalnie małą wartość w stosunku do prądu skrośnego, oraz do pomiarów przenikalności elektrycznej ε i współczynnika strat dielektrycznych, kiedy pojemności brzegowe są pomijalnie małe w stosunku do dużej pojemności próbki, a więc dla próbek cienkich (folii). Jeżeli są trudności z ustawieniem elektrod dokładnie naprzeciw siebie po obu stronach próbki, to jedna z elektrod powinna być większa od drugiej. Wówczas w obliczeniach rezystywności lub przenikalności należy uwzględnić powierzchnię tej mniejszej elektrody. Ponieważ korzystanie z układu dwuelektrodowego zawsze powoduje powstawanie pewnych błędów związanych z brakiem elektrody ochronnej, nie jest on zalecany przez normy.

Normy zalecają stosowanie układu trójelektrodowego. Na próbki płaskie najczęściej nanosi się układ elektrod okrągłych (rys. 4.2.4a). Elektroda znajdująca się w środku elektrody pierścieniowej jest zawsze używana jako elektroda pomiarowa, łączona z miernikiem prądu lub z zaciskiem LO miernika rezystancji. W pomiarach rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej elektroda pierścieniowa jest elektrodą ochronną. W pomiarach rezystywności powierzchniowej elektroda pierścieniowa jest elektrodą napięciową, a elektroda po drugiej stronie próbki – elektrodą ochronną. W pomiarach rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej ochronna elektroda pierścieniowa eliminuje zniekształcone pole brzegowe przy elektrodzie pomiarowej. Warunkiem skuteczności pierścienia ochronnego jest taki dobór jego potencjału, ażeby niewiele różnił się od potencjału elektrody pomiarowej. Szczelina na powierzchni próbki, pomiędzy elektrodą pomiarową a elektrodą pierścieniową, powinna mieć jednakową szerokość.

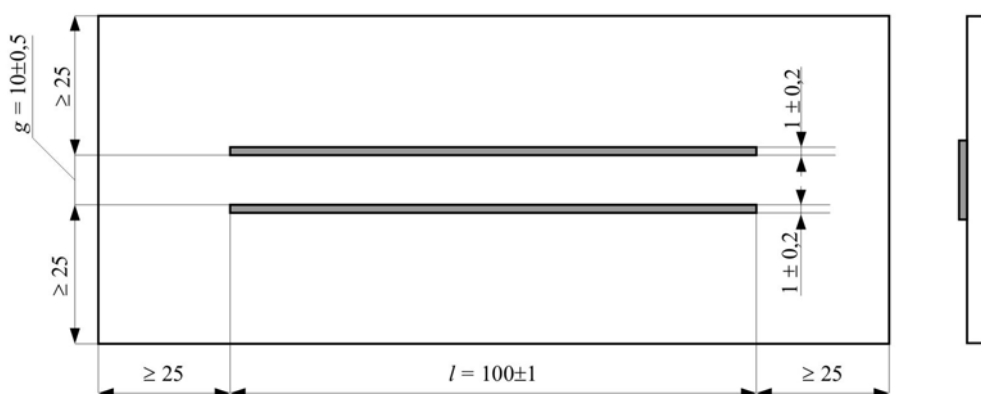
Podczas pomiarów rezystywności skrośnej oraz przenikalności elektrycznej szerokość szczeliny g powinna być jak najmniejsza. Zaleca się, ażeby była ona nie większa niż podwójna grubość próbki. Jednak ze względów technicznych nie stosuje się szczelin mniejszych od 1 mm.

Według zaleceń norm IEC 93 [15] i ASTM D 257 [27] podczas pomiarów rezystywności skrośnej średnica d_1 (rys. 4.2.4a) oraz długość l_1 (rys. 4.2.5) elektrody pomiarowej powinny być nie mniejsze niż 10 grubości próbki, a w praktyce nie mniejsze niż 25 mm. Średnica d_4 oraz długość l_4 elektrody napięciowej (3), a także zewnętrzna średnica d_3 elektrody ochronnej oraz jej długość l_3 powinny mieć wymiary:

$$d_4 = d_3 \geq d_2 + 2h ,$$

$$l_4 = l_3 \geq l_2 + 2h .$$

Do pomiarów rezystywności powierzchniowej można stosować układ trójelektrodowy przedstawiony na rysunkach 4.2.4 i 4.2.5. Wówczas mierzona jest rezystancja powierzchniowa szczeliny g , a elektroda 1 jest elektrodą pomiarową, 2 – napięciową, 3 – ochronną. Szerokość szczeliny g powinna być równa co najmniej dwukrotnej grubości próbki. Szczelina o szerokości 1 mm jest zwykle najmniejszą, jaką można wykonać. Średnica d_1 lub długość l_1 elektrody pomiarowej powinna być nie mniejsza niż 10-krotna grubość próbki h , a w praktyce nie mniejsza niż 25 mm. Alternatywnie mogą być stosowane elektrody prostoliniowe pokazane na rysunku 4.2.6. Do ich wykonania używa się najczęściej wysoko przewodzących lakierów srebrnych.



Rys. 4.2.6. Elektrody prostoliniowe do pomiarów rezystywności powierzchniowej

Norma IEC 93 zaleca stosowanie do pomiarów rezystywności powierzchniowej, w celach porównawczych, elektrod okrągłych (rys. 4.2.4a) o wymiarach $d_1 = 50$ mm, $d_2 = 60$ mm oraz $d_3 = 80$ mm.

Norma PN-88/E-04405 zaleca do pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej wybór elektrody pomiarowej o średnicy d_1 z szeregu: 25, 50, 75, 100 mm.

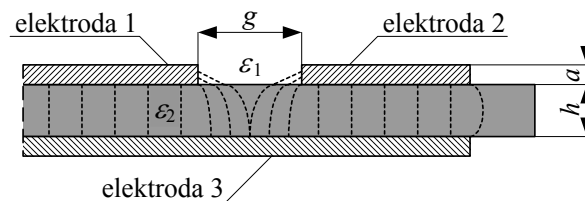
Normy międzynarodowa IEC 250 i amerykańska ASTM D 150-99 nie precyzują minimalnych wymiarów elektrod do pomiarów przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych. Elektrody powinny mieć takie wymiary, aby mierzona pojemność była dostatecznie duża, możliwa do zmierzenia przez przyrządy pomiarowe. Zwykle jest to co najmniej 10 pF. Natomiast polska norma PN-86/E-04403 zaleca elektrodę pomiarową o średnicy z szeregu: 10, 25, 50, 75, 100 mm.

W normach dotyczących ochrony przed elektrycznością statyczną również można znaleźć opis zestawów elektrod do pomiarów rezystancji skrośnej i powierzchniowej, przeważnie znacznie różniących się od opisanych w tym rozdziale. Norma PN-92/E-05203 do pomiarów rezystancji skrośnej i powierzchniowej próbek materiałów sztywnych o płaskiej powierzchni zaleca masywne elektrody metalowe [22]. Taki rodzaj elektrod nie powinien być stosowany w przypadku materiałów sztywnych, ponieważ ich próbki nigdy nie są idealnie płaskie i elektrody te nie przylegają do nich całą powierzchnią. Powoduje to bardzo duże błędy pomiarów. Norma PN-92/E-05203 podaje również rozwiązanie konstrukcyjne elektrod dociskowych do pomiarów rezystancji powierzchniowej i skrośnej materiałów włóknistych i folii. O ile zastosowanie tych elektrod do badania materiałów tekstylnych jest uzasadnione, o tyle użycie ich do badania folii powinno być zakazane. Ta sama norma PN-92/E-05203 i norma PN-EN 50014:1997 [24] zalecają do pomiarów rezystancji powierzchniowej elektrody prostoliniowe (nazywane w tych normach paskowymi) przedstawione na rysunku 4.2.6, ale bez elektrody ochronnej. Gdy brak jest elektrody ochronnej, wtedy w wyniku pomiaru znaczący udział ma rezystancja skrośna. Jeżeli jednak pomiary wykonuje się nie na próbkach materiału, ale na gotowych wyrobach, np. na podłodze, to nie da się zastosować elektrody ochronnej i jej brak jest uzasadniony. Norma IEC 1340-4-1:1995 [18] do pomiarów rezystancji powierzchniowej i skrośnej wykładzin podłogowych i gotowych podłóg zaleca stosowanie okrągłych elektrod z gumy przewodzącej połączonej z elektrodą metalową za pośrednictwem elastycznej pianki przewodzącej. Takie rozwiązanie zapewnia dobre przyleganie elektrod nawet do niezbyt gładkich powierzchni. Normy PN-EN 1149-1/2:1999 dotyczące pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej odzieży ochronnej podają opis rozwiązań konstrukcyjnych zestawów masywnych elektrod metalowych dociskowych. Ponieważ badane próbki odzieży są elastyczne, więc stosowanie tego typu elektrod jest prawidłowe.

4.2.4. Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej

Aby obliczyć rezystywność skrośną i przenikalność elektryczną, trzeba znać wartość rezystancji lub pojemności między elektrodami umieszczonymi na próbce, grubość próbki h i efektywną powierzchnię elektrody pomiarowej A . Efektywna po-

wierzchnia elektrody pomiarowej jest zawsze większa od geometrycznej powierzchni tej elektrody. Jest to spowodowane rozszerzaniem się linii pola elektrycznego poza obszar elektrody pomiarowej. Efekt ten występuje również w układach trójelektrodowych, jak pokazano na rysunku 4.2.7, ponieważ szczelina g nie jest nieskończenie mała. Przeważnie ma ona grubość 1–2 mm.



Rys. 4.2.7. Rozkład linii pola na wskroś dielektryka w układzie trójelektrodowym

Zwykle przyjmuje się, że efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej zwiększa się do połowy szczeliny g z każdej strony tej elektrody. W rzeczywistości – na skutek załamania się linii pola elektrycznego w szczelinie – efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej jest mniejsza i do jej obliczeń należy przyjmować mniej niż połowę szczeliny g . Efektywna powierzchnia dla elektrod:

- okrągłych

$$A = \frac{\pi(d_1 + Bg)^2}{4}, \quad (4.2.1)$$

- prostokątnych

$$A = (a + Bg)(b + Bg), \quad (4.2.2)$$

- kwadratowych

$$A = (a + Bg)^2, \quad (4.2.3)$$

- rurowych

$$A = \pi(d_o - h)(l_1 + Bg), \quad (4.2.4)$$

gdzie:

- d_1 – średnica elektrody pomiarowej (1),
- g – szerokość szczeliny między elektrodą pomiarową (1) a elektrodą ochronną (2),
- a i b – boki elektrody pomiarowej prostokątnej lub kwadratowej (rys. 4.2.4),
- B – współczynnik ujmujący powiększenie efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej.

W normach dotyczących pomiarów rezystywności skrośnej PN-88/E-04405 [21] i IEC 93:1980 [15] we wzorach (4.2.1)–(4.2.4) przyjęto współczynnik $B = 1$. W normie

amerykańskiej ASTM D 257-99 [27], odnoszącej się do pomiarów rezystywności skrośnej, w części głównej w tabeli 1, podającej wzory pozwalające obliczać rezystywność skrośną, również przyjęto współczynnik $B = 1$, natomiast w dodatku X2 tej normy stwierdzono, że efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej różni się od jej rzeczywistej powierzchni i współczynnik B wyrażono zależnością:

$$B = 1 - \frac{4}{\pi} \frac{h}{g} \cdot \ln \cosh \left(\frac{\pi}{4} \frac{g}{h} \right), \quad (4.2.5)$$

w której g jest szerokością szczeliny, a h grubością próbki.

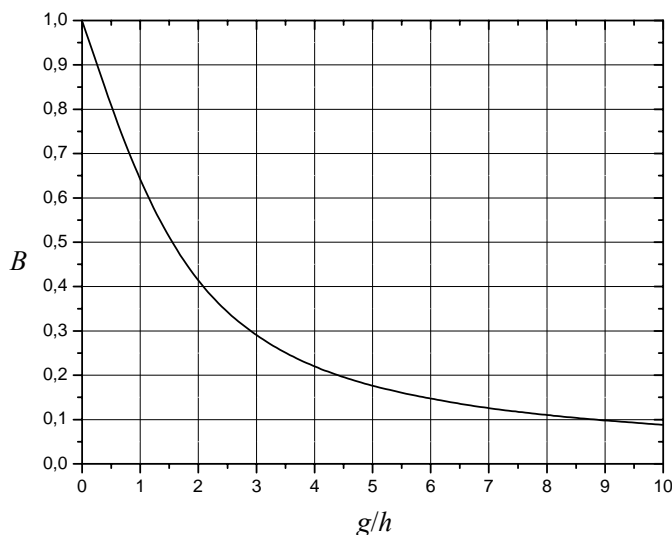
W normie amerykańskiej ASTM 150 [26], która opisuje pomiary przenikalności elektrycznej, we wzorach umożliwiającym obliczanie efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej uwzględniono współczynnik B w postaci wyrażenia (4.2.5).

Normy PN-86/E-04403 [20] i ST SEW 3164-81 [28] dawnego RWPG, dotyczące pomiarów przenikalności elektrycznej, uwzględniają współczynnik B . Dla cienkich elektrod o grubości $a \ll h$ podano tam wzór:

$$B = 1 - 2,932 \frac{h}{g} \lg \cosh \left(0,7854 \frac{g}{h} \right), \quad (4.2.6)$$

a dla grubych elektrod o $a > h$ przyjęto $B = 1$. Jeżeli zamieni się logarytm dziesiętny na logarytm normalny i przyjmie, że liczba $\pi = 3,141$, to okazuje się, że wzór (4.2.6) jest identyczny ze wzorem (4.2.5).

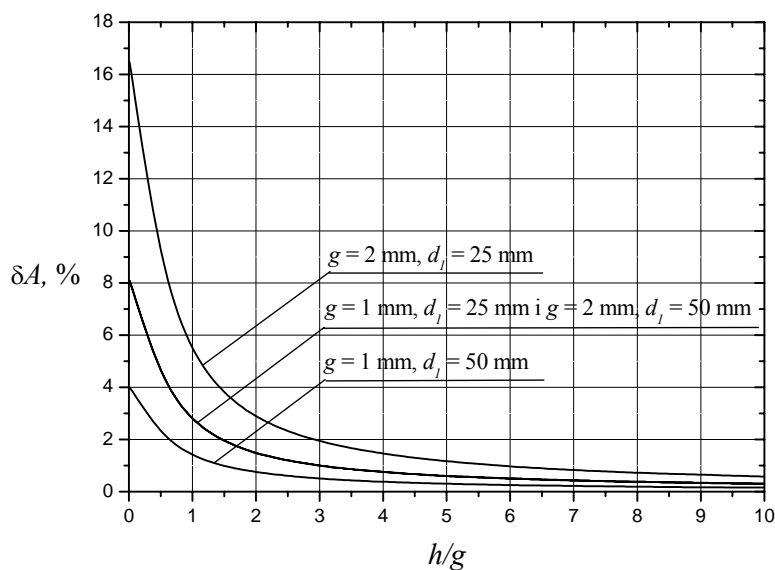
Natomiast w normie międzynarodowej IEC 250:1969 [17], dotyczącej pomiarów przenikalności elektrycznej, przyjęto współczynnik $B = 1$.



Rys. 4.2.8. Zależności współczynnika B od stosunku szerokości szczeliny g do grubości próbki h

Zależność (4.2.5) jako funkcję $B = f(g/h)$ pokazano na rysunku 4.2.8. Dla bardzo grubych próbek, kiedy $h \gg g$, wartość $B \rightarrow 1$. Dla bardzo cienkich próbek, kiedy $h \ll g$, wartość $B \rightarrow 0$. Na przykład, jeżeli $h = 0,1 g$, a więc przy szerokości szczeliny $g = 1 \text{ mm}$ dla folii o grubości $h = 100 \mu\text{m}$, B przyjmuje wartość poniżej 0,1. Zatem przyjęcie $B = 1$ może mieć istotny wpływ na wyniki obliczeń efektywnej powierzchni A , a więc i na wynik pomiarów rezystywności skrośnej i przenikalności elektrycznej, szczególnie cienkich materiałów takich jak folie.

Zakładając poprawność wzoru (4.2.5)¹, na rysunku 4.2.9 przedstawiono wykresy względnych błędów obliczenia efektywnej powierzchni δA , spowodowanych przyjęciem współczynnika $B = 1$ w funkcji stosunku grubości próbki h do szerokości szczeliny g . Wykresy te sporządzono dla dwóch wartości średnicy elektrody pomiarowej $d_l = 25 \text{ mm}$ i 50 mm i dwóch szerokości szczeliny $g = 1 \text{ mm}$ i 2 mm . Należy zauważyć, że dla próbek o grubości mniejszej od szerokości szczeliny błędy przekraczają 1 %, a dla bardzo cienkich próbek mogą dochodzić do 16 %. Zatem dla cienkich folii, na które naporowuje się elektrody metalowe (np. srebrne), można przyjąć do obliczeń powierzchni efektywnej A wartość współczynnika $B = 0$, ale absolutnie nie powinno się przyjmować wartości $B = 1$.



Rys. 4.2.9. Względny błąd obliczenia efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej spowodowany przyjęciem współczynnika $B = 1$

¹ W normie ASTM 257-99 [27] podano wzór (4.2.5) z odwołaniem się do artykułu Endicotta [3], który dotyczy pomiarów przenikalności elektrycznej. W publikacji tej zależność (4.2.5) podano, nie wyprowadzając jej, ale odwołując się do rozprawy doktorskiej W.G. Ammeya z 1947 r. obronionej na Jon Hopkins University. Niestety, autor niniejszej monografii nie mógł się z tą rozprawą zapoznać, gdyż była ona dla niego niedostępna.

Literatura

- [1] Blicharski M., *Wstęp do inżynierii materiałowej*, WNT, Warszawa, 1998.
- [2] Bogusz W., Krok F., *Elektrolity stałe – właściwości elektryczne i sposoby ich pomiaru*, WNT, Warszawa, 1995.
- [3] Endicott H.S., *Guard-gap correction for guarded electrode measurements and exact equations for the two-fluid method of measuring permittivity and loss*, Journal of Testing and Evaluation, Vol. 4 (1976), No. 3, pp. 188–195.
- [4] Gajewski A.S., *Elektryczność statyczna – poznanie, pomiar, zapobieganie, eliminowanie*, Inst. Wyd. Związków Zawodowych, Warszawa, 1987.
- [5] Ieda M., Sawa G., Nakamura S., Nishio Y., *A spontaneous current from the metal (1)-polymer-metal (2) system*, J. Appl. Physics., Vol. 46 (1975), No. 6, pp. 2796–2798.
- [6] Lathan R.V. (ed.) et al., *High voltage vacuum Insulation: Basic concepts and technological practice*, Academic Press, London, 1995.
- [7] Mizutani T., Takai Y., Osawa T., Ieda M., *Barrier heights and surface states of metal-polymer (PET) contacts*, J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 9 (1976), pp. 2253–2259.
- [8] Motyl E., *Ładunek przestrzenny w izolacji uwarstwionej*, Materiały V Sem. Tech. „Materiały i układy elektroizolacyjne w przemyśle”, Ustroń–Jaszowiec, 2000, s. 81–86.
- [9] O’Dwyer J.J., *The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectrics*, Clarendon Press, Oxford, 1973.
- [10] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1968.
- [11] Siciński Z i in., *Materiały elektroizolacyjne*, WNT, Warszawa, 1965.
- [12] Simorda J., Staroba J., *Elektryczność statyczna w przemyśle*, WNT, Warszawa, 1970.
- [13] Szelezyngir W., *Tworzywa sztuczne. Chemia, technologia wytwarzania, właściwości, przetwórstwo, zastosowanie*, tom 1 i 2, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, Rzeszów, 1998.
- [14] Żuchowska D., *Polimery konstrukcyjne*, WNT, Warszawa, 1995.
- [15] IEC 93:1980 *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials.*
- [16] IEC 212: 1971 *Standard conditions for use prior to and during the testing of solid electrical insulating materials.*
- [17] IEC 250:1969 *Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths.*
- [18] IEC 1340-4-1:1995 *Standard test methods for specific applications. Electrostatic behavior of floor covering and installed floors.*
- [19] PN-72/E-04400 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Przygotowanie próbek do badań. Znormalizowane warunki otoczenia.*
- [20] PN-86/E-04403 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Metody pomiaru przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych.*
- [21] PN-88/E-04405 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Pomiary rezystancji.*
- [22] PN-93/E-05203 *Ochrona przed elektrycznością statyczną. Materiały i wyroby stosowane w obiektach oraz strefach zagrożonych wybuchem. Metody badania oporu elektrycznego właściwego i oporu upływu.*
- [23] PN-EN 1149-1/2:1999 *Odzież ochronna. Właściwości elektrostatyczne. Rezystywność powierzchniowa (metody badania).*
- [24] PN-EN 50014+AC:1997 *Urządzenia elektryczne w przestrzeniach zagrożonych wybuchem. Wymagania ogólne.*

- [25] PN-EN ISO 291+AC1:1999 *Tworzywa sztuczne. Znormalizowane warunki kondycjonowania i badania.*
- [26] ASTM D 150-99 *Standard test methods for a-c loss characteristics and permittivity (dielectric constant) of solid electrical insulation.*
- [27] ASTM D 257-99 *Standard test methods for dc resistance or conductance of insulating materials.*
- [28] Norma byłego RWPG: ST SEW 3164-81 *Materialy elektroizolacyjne twarde. Metody określenia dielektrycznej przenikalności i tangensa kąta dielektrycznych potęg.*

5. Pomiary rezystywności skrośnej

Rezystywność skrośną ρ_v definiuje się jako iloraz natężenia stałego pola elektrycznego E i gęstości prądu ustalonego J_{vu} płynącego wewnątrz materiału izolacyjnego, czyli

$$\rho_v = \frac{E}{J_{vu}}. \quad (5.1)$$

W praktyce rezystywność skrośna jest to rezystancja skrośna odniesiona do jednostki objętości próbki, czyli do powierzchni elektrody pomiarowej i grubości próbki [16, 17, 20]. Oblicza się ją ze wzoru

$$\rho_v = R_v \frac{A}{h}, \quad (5.2)$$

w którym:

A – efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej obliczana ze wzorów (4.2.1)–(4.2.4) podanych w podrozdziale 4.2.4,

h – grubość próbki,

R_v – rezystancja skrośna.

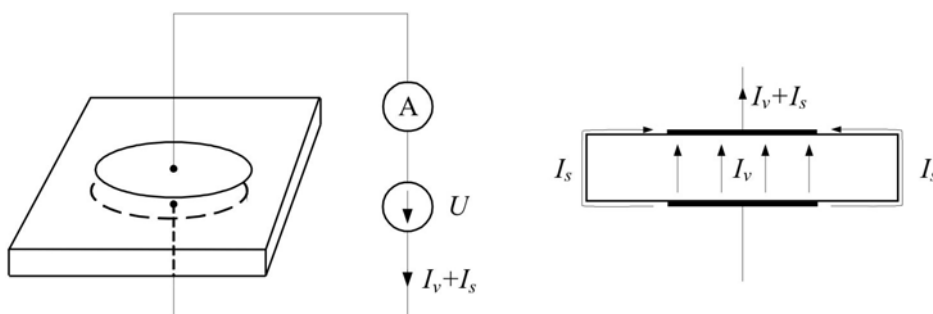
Rezystywność skrośną ρ_v mierzy się więc zawsze metodą pośrednią, tzn. przez pomiar rezystancji skrośnej R_v , efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej A i grubości próbki h . Wymiary geometryczne elektrod i próbki na ogół określa się bez większych problemów. Poprawny pomiar rezystancji skrośnej może natomiast być kłopotliwy. Jest to spowodowane zarówno samą naturą dielektryka, jak i metodą pomiaru, a także niedoskonałością aparatury pomiarowej. Problemy uwidaczniają się szczególnie jaskrawo podczas pomiarów dielektryków o ekstremalnie dużych rezystywnościach, np. politetrafluoroetylen (PTFE) [6, 14].

We wstępie do rozdziału 4 stwierdzono, że materiały izolacyjne mogą być mniej lub bardziej niejednorodne i różnić się rezystywnością poszczególnych fragmentów próbki. Zmierzona rezystywność skrośna, obliczona ze wzoru (5.2), jest zawsze wartością średnią z objętości, przez którą przepływa mierzony prąd. To uśrednienie jest tym mniejsze, im mniejsza jest efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A i grubość próbki h . Poszczególne próbki mogą mieć więc różną rezystywność. Dlatego aby uzyskać informację o wartości średniej rezystywności i niejednorodności materiału, pomiary wykonuje się na wielu reprezentatywnych próbkach. Im większa jest niejednorodność materiału, tym większa powinna być liczba badanych próbek.

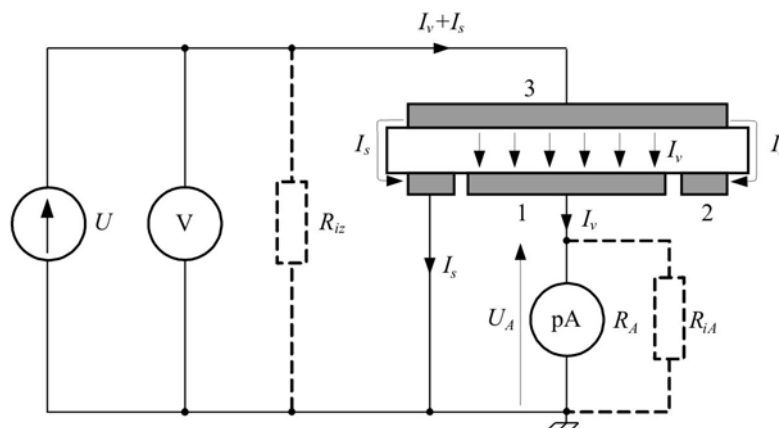
5.1. Pomiar rezystancji skrośnej

Rezystancję skrośną R_v definiuje się jako iloraz wartości napięcia stałego U , przyłożonego między dwiema elektrodami umieszczonymi na dwóch przeciwległych powierzchniach próbki, i prądu skrośnego ustalonego I_v płynącego między tymi elektrodami. Pomija się w tym przypadku prąd płynący po powierzchni próbki I_s [16, 17]. Można to wyrazić wzorem:

$$R_v = \frac{U}{I_v}. \quad (5.1.1)$$



Rys. 5.1.1. Prądy skrośny I_v i powierzchniowy I_s podczas pomiaru rezystancji skrośnej w układzie dwuelektrodowym



Rys. 5.1.2. Schemat układu do pomiaru rezystywności skrośnej w układzie trójelektrodowym. Elektrody: 1 – pomiarowa, 2 – ochronna, 3 – napięciowa

Gdy rezystancję skrośną mierzy się w układzie dwuelektrodowym, wtedy prąd powierzchniowy zafałszowuje wyniki pomiarów, gdyż zmierzony prąd jest sumą prądów skrośnego I_v i powierzchniowego I_s (rys. 5.1.1).

Zastosowanie elektrody ochronnej (2) połączonej z masą źródła napięcia U powoduje, że prąd powierzchniowy I_s teoretycznie nie płynie przez miernik prądu. Natomiast między elektrodami 1 (pomiarową) i 3 (napięciową) płynie tylko prąd skrośny I_v (rys. 5.1.2).

5.1.1. Wpływ rezystancji izolacji

W rzeczywistości miernik prądu ma nie zerową, lecz skończoną wartość rezystancji R_A . Rezystancja ta jest ilorazem napięcia wejściowego miernika prądu U_A i mierzonego prądu I_v ($R_A = U_A / I_v$). Jej wartość jest tym większa, im mniejszy jest zakres pomiarowy miernika prądu. Dla najlepszego na rynku elektrometru 6517A firmy Keithley napięcie wejściowe $\leq 20 \mu\text{V}$ dla zakresów: 20 pA, 2 nA, 20 nA, 2 μA i 20 μA [3], czyli dla zakresu 20 pA rezystancja wejściowa wynosi 1 M Ω . Dla innych mierników małych prądów rezystancja ta jest znacznie wyższa i często osiąga wartość rzędu 1 G Ω . Rezystancja miernika prądu jest bocznikowana rezystancją upływu izolacji R_{iA} (rys. 5.1.2), na którą składa się rezystancja upływu izolacji ekranowanego kabla koncentrycznego, łączącego miernik z elektrodą pomiarową próbki, i innych elementów izolacji wejścia miernika oraz rezystancja powierzchniowa R_s badanej próbki między elektrodami 1 i 2 (rys. 5.1.2). Rezystancja powierzchniowa R_s może mieć szczególnie istotny wpływ na wyniki pomiarów rezystywności materiałów antystatycznych i uwarstwionych, których rezystancja powierzchniowa może być znacznie mniejsza od rezystancji skrośnej. Może to spowodować znaczne błędy w pomiarach rezystancji skrośnej. Rezystancja upływu R_{iA} powinna być co najmniej 100 razy większa od rezystancji miernika prądu R_A . Wówczas błąd pomiaru prądu spowodowany bocznikowaniem miernika prądu tą rezystancją nie przekroczy 1 %.

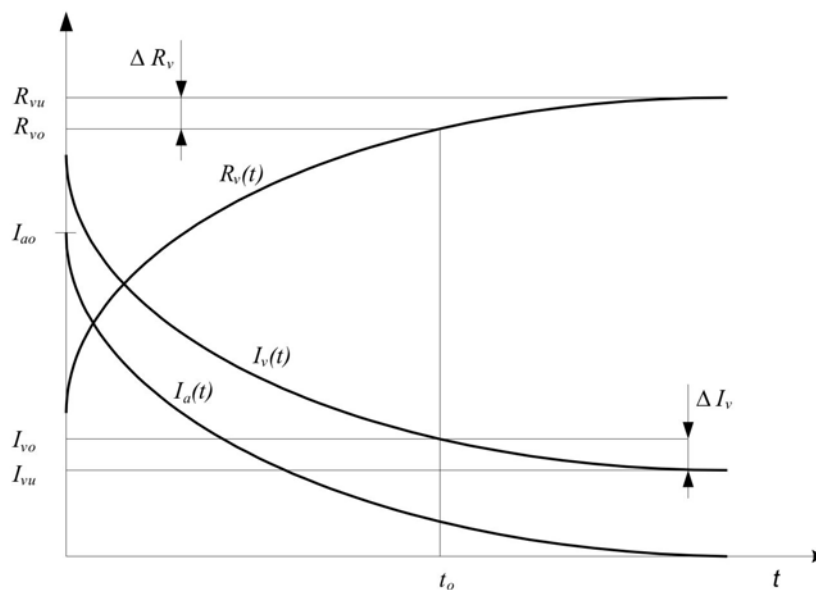
Rezystancja upływu izolacji od strony źródła zasilającego R_{iz} bocznikuje tylko źródło napięcia. Prąd płynący przez tę izolację obciąża jedynie to źródło, ale nie wpływa na wartość mierzonego prądu skrośnego I_v .

Gdyby jednak ktoś uziemił źródło napięcia nie od strony miernika prądu (rys. 5.1.2), ale od strony elektrody napięciowej próbki, wówczas rezystancja izolacji R_{iA} będzie bocznikowała mierzoną rezystancję i przy dużych mierzonych rezystancjach – fałszowała wyniki pomiarów [5].

5.2. Wpływ czasu pomiaru

Jak wykazano w podrozdziale 2.3, prąd płynący przez próbkę I_v pod wpływem przyłożonego napięcia U początkowo w ciągu 10^{-15} – 10^{-12} s gwałtownie zwiększa

swoją wartość wskutek prądu ładowania, a następnie zmniejsza się w funkcji czasu asymptotycznie do wartości ustalonej I_{vu} (rys. 2.3.1 i 5.2.1). Dla dielektryków o dużych rezystywnościach – np. PTFE – czas, po którym prąd skośny $I_v(t)$ osiąga wartość ustaloną I_{vu} , może wynosić wiele minut, godzin, dni, miesięcy, a nawet lat. Aby zapewnić prawidłowe działanie przyrządu, należy na czas trwania prądu ładowania doprowadzić napięcie do próbki przy zwartych zaciskach miernika prądu.



Rys. 5.2.1. Zależność prądu skośnego i rezystancji skośnej od czasu pomiaru

Ponieważ nieustaloną rezystancję skośną R_v definiuje się jako iloraz napięcia U przez prąd I_v , zwiększa się ona asymptotycznie w funkcji czasu, dążąc do wartości ustalonej R_{vu} (rys. 5.2.1). Analogiczny przebieg ma charakterystyka rezystywności. Jeżeli prąd skośny nie ustali się w ciągu 60 s, to przyjmując zalecenia norm IEC 93 i PN-88/E-04405, dla materiałów o rezystywności skośnej powyżej $10^{10} \Omega\text{m}$ należy odczytać wartość rezystancji skośnej po 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 min od włączenia napięcia. Dlatego podając wyniki pomiarów rezystywności nieustalonej, trzeba podać czas, do którego się one odnoszą. W przypadku, gdy wymagany jest pomiar wartości rezystancji ustalonej, należy przedłużyć czas pomiaru znacznie ponad podane w normach 100 min.

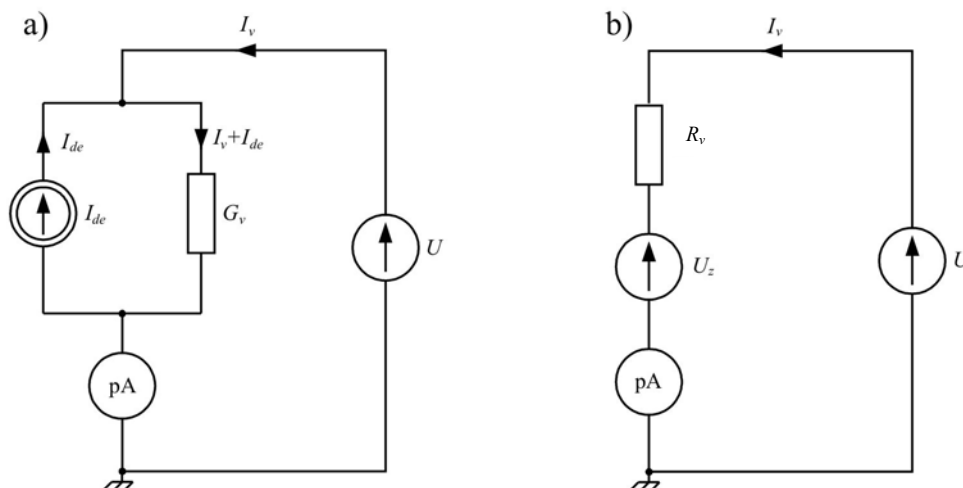
Najlepiej jest rejestrować mierzoną rezystywność przez cały czas pomiarów i podawać ją w postaci charakterystyki czasowej. Często jednak normy wyrobów wymagają, żeby pomiar rezystywności wykonać tylko po 1 minucie od włączenia źródła napięcia. Nie jest to rezystywność skośna *sensu stricto*, zgodna z definicją

normy IEC 93, którą określa się dla wartości ustalonej prądu skośnego. Polska norma PN-88/E-04405 nazywa tę rezystywność *nieustaloną rezystywnością skośną* [17].

Wykonanie pomiaru w czasie t_o powoduje, że prąd skośny I_{vo} różni się od prądu ustalonego I_{vu} o wartość ΔI_v , a zmierzona rezystancja skośna R_{vo} różni się od prawdziwej rezystancji skośnej R_{vu} , odpowiadającej wartości prądu ustalonego (rys. 5.2.1).

5.3. Wpływ naelektryzowania próbki

W podrozdziale 2.4 wykazano, że przed pomiarem próbka dielektryka może być naelektryzowana i mieć wewnętrzny ładunek elektryczny, który bardzo wolno zanika. Ładunek ten jest źródłem prądu deelektryzacji I_{de} (rys. 5.3.1a), które można zastąpić źródłem zastępczego napięcia U_z (rys. 5.3.1b) [7,8]. Obydwa układy są równoważne.



Rys. 5.3.1. Uproszczony układ do pomiaru rezystancji skośnej z uwzględnieniem ładunku zgromadzonego w dielektryku: a) układ zastępczy dielektryka równoległy, b) układ szeregowy po zastosowaniu twierdzenia Thevenina

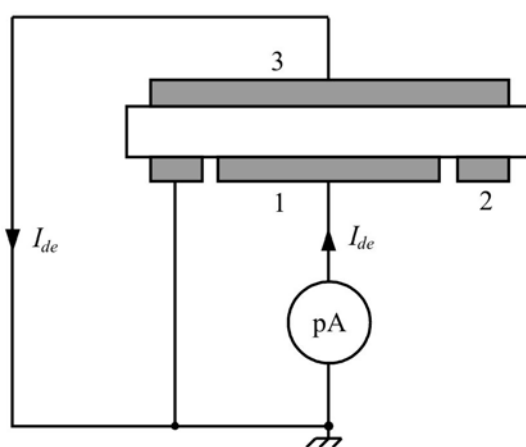
Mierzona rezystancja skośna w układzie przedstawionym na rysunku 5.3.1a wynosi

$$R_v = \frac{1}{G_v} = \frac{U}{I_v - I_{de}}, \quad (5.3.1)$$

a w układzie na rysunku 5.3.1b

$$R_v = \frac{U - U_z}{I_v} \quad (5.3.2)$$

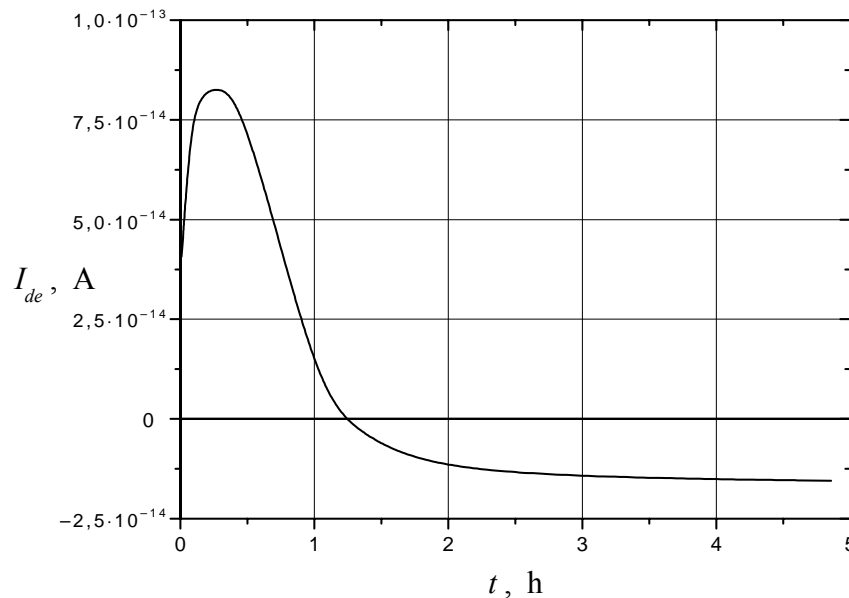
Napięcie zastępcze U_z można zmierzyć w próbce dielektryka z tylko jedną elektrodą. Jeśli elektrody znajdują się po obydwu stronach próbki, to można łatwo zmierzyć prąd I_{de} , zwierając (przed przyłożeniem napięcia) elektrody przez miernik prądu w sposób pokazany na rysunku 5.3.2.



Rys. 5.3.2. Pomiar prądu deelektryzacji

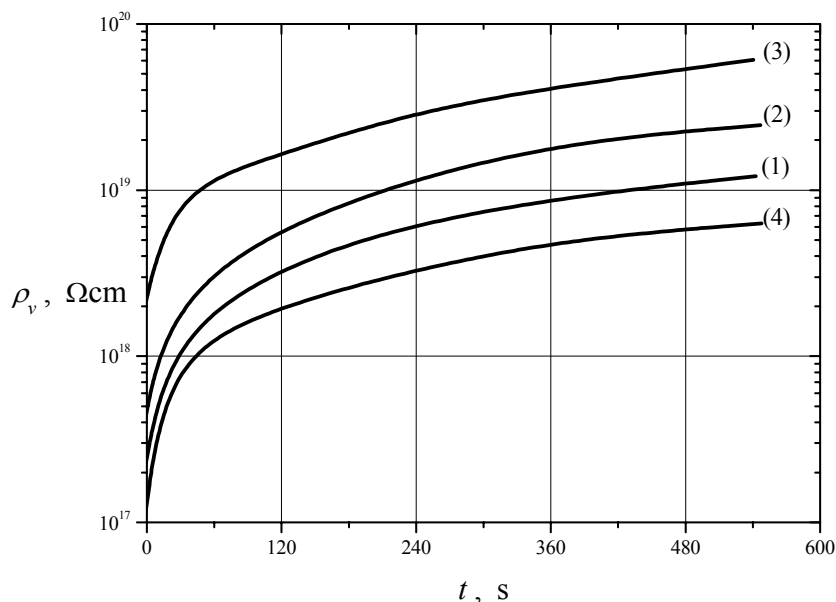
Jak wykazano w podrozdziale 2.4, prąd I_{de} nie jest stały w czasie t i w okresie między pomiarem jego wartości a pomiarem rezystancji skrośnej może ulec zmianie. Dlatego trudno go ująć w postaci poprawki. Charakterystyka czasowa tego prądu ma czasami zadziwiający przebieg. Przykład takiej charakterystyki zarejestrowanej komputerowo w czasie 5 h dla próbki PTFE przedstawiono na rysunku 5.3.3 [9, 10]. Prąd deelektryzacji początkowo narasta, osiągając maksimum, a następnie maleje i zmienia kierunek przepływu. Nawet po pięciu godzinach nie zmierza do wartości zerowej.

Ładunek zgromadzony w próbce może być tak duży, że wskazania miernika prądu lub rezystancji mogą być ujemne. Oznacza to, że napięcie zastępcze U_z jest większe od przyłożonego napięcia U , często wynoszącego 1000 V. W tym przypadku mierzący łatwo zorientuje się, że otrzymał nonsensowny wynik pomiaru. Gorzej, jeżeli napięcie zastępcze jest mniejsze od napięcia pomiarowego, gdyż wskazania miernika są dodatnie, a osoba niezorientowana wykonująca pomiary może ten wynik uznać za poprawny.



Rys. 5.3.3. Charakterystyka prądu deelektryzacji próbki PTFE

Przykład, jak naelektryzowanie próbki PTFE wpływa na wyniki pomiarów rezystywności, pokazano na rysunku 5.3.4 [9, 10]. Na próbkę naparowano z jednej strony elektrodą srebrną, a elektrodą pomiarową i ochronną były elektrody dociskowe pokryte gumą przewodzącą. Najpierw próbkę, która nie była jeszcze poddawana pomiarom, dokładnie zdeelektryzowano, czyli praktycznie całkowicie pozbawiono ładunku elektrycznego wskutek jej długotrwałego zwarcia przez elektrometr mierzący prąd. Następnie umieszczono ją w ekranowanej komorze i elektrometrem 6517A firmy Keithley, współpracującym z komputerem, zmierzono rezystywność skrośną ρ_v w funkcji czasu, obliczając programowo jej wartość ze wzoru (5.2), a rezystancję skrośną – ze wzoru (5.1.1). Pomiary wykonywano przy napięciu $U = 1000$ V. Po zakończeniu pomiarów znowu rozładowywano próbkę, zdjęto elektrodę pomiarową z pierścieniem ochronnym i na jej miejscu umieszczono elektrodę ulotową. Celowo naelektryzowano próbkę metodą wyładowania koronowego. Usunięto elektrodę ulotową, a na jej miejscu nad próbką umieszczono detektor pola elektrycznego i metodą kompensacyjną zmierzono wartość napięcia zastępczego U_z . Następnie powtórzono pomiary rezystywności w funkcji czasu. Charakterystyka rezystywności próbki naelektryzowanej ujemnie ($U_z < 0$) przyjmuje wyższe wartości niż charakterystyka próbki nienaelektryzowanej, i to tym wyższe, im większa jest wartość ujemnego napięcia zastępczego (krzywe 2 i 3 na rys. 5.3.4). W przypadku naelektryzowania próbki dodatnio ($U_z > 0$) charakterystyka rezystywności przebiega poniżej charakterystyki próbki nieelektryzowanej.



Rys. 5.3.4. Wpływ naelektryzowania próbki PTFE na wyniki pomiarów rezystywności: bez elektryzacji (1), po naelektryzowaniu, gdy $U_z = -300$ V (2), $-U_z = -790$ V (3), $-U_z = +400$ V(4)

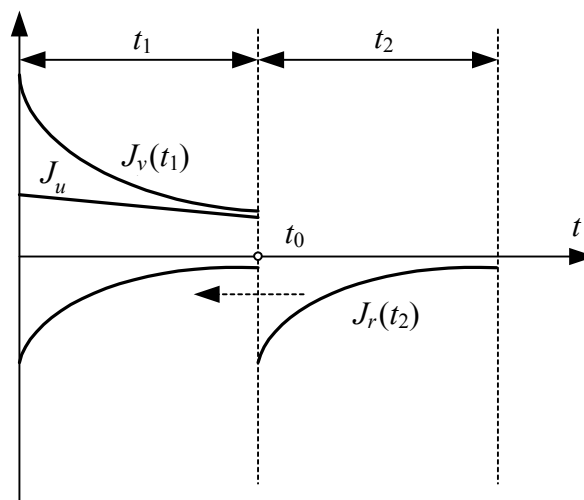
Norma IEC 93 [16] zaleca deelektryzację próbki przed pomiarem przez zwarcie jej elektrod i pomiar prądu deelektryzacji tak długo, aż osiągnie on wartość całkowicie ustaloną, małą w porównaniu z oczekiwaną ustaloną wartością prądu skrośnego lub w porównaniu z prądem po 100 minutach, podczas przyłożenia napięcia. Może to trwać kilka godzin. Czasami zwarcie elektrod próbki na kilka dni nie daje zadowalających efektów. Zdarza się, że po długim zwarciu elektrod i umieszczeniu próbki w układzie pomiarowym prąd skrośny nadal płynie w kierunku przeciwnym, nawet jeśli przyłoży się do próbki napięcie 1000 V. Próbkę taką można jedynie rozładować w realnym czasie, umieszczając ją ze zwartymi elektrodami w podwyższonej temperaturze.

Polska norma PN-88/E -04405 [17] zaleca, aby próbkę rozładowywać tak długo, aż prąd rozładowania zmniejszy się do wartości 10-krotnie mniejszej od oczekiwanej wartości prądu podczas pomiaru. Należy zauważyć, że przy takim rozładowaniu próbki błąd pomiaru prądu spowodowany przez ładunek zgromadzony w próbce wynosi 10 %.

Jeżeli rozładowanie próbki w realnym czasie staje się niemożliwe, a prąd deelektryzacji I_{de} ma już wartość ustaloną, to można zaprzestać dalszej deelektryzacji, rozwrzeć elektrody próbki i włączyć źródło napięcia. Wówczas wynik pomiaru oblicza się ze wzoru (5.3.1). Należy jednak pamiętać, że prąd I_{de} może mieć wartość dodatnią, czyli zgodną z kierunkiem prądu I_v , lub ujemną, czyli przeciwną do kierunku prądu I_v .

5.4. Metoda Badiana

Aby skrócić czas pomiarów rezystywności i nie czekać, aż ustali się wartość prądu absorpcji, Badian zaproponował obliczenie rezystywności skośnej z charakterystyk gęstości prądów absorpcji i resorpcji zdjętych w krótkim czasie [1]. W metodzie tej w czasie t_1 rejestruje się wartość prądu skośnego $J_v(t_1)$, a w czasie t_2 – wartość prądu resorpcji $J_r(t_2)$. Czas pomiaru prądu resorpcji powinien być równy czasowi pomiaru prądu skośnego, czyli $t_1 = t_2$. Metodę tę ilustruje rysunek 5.4.1



Rys. 5.4.1. Graficzna ilustracja metody Badiana

Gęstość prądu skośnego w czasie t_1

$$J_v(t_1) = J_u + J_a(t_1) = \gamma E + \frac{\partial D}{\partial t_1} \quad (5.4.1)$$

jest sumą gęstości ustalonego prądu skośnego J_u i gęstości prądu absorpcji $J_a(t_1)$. Badian założył, że gęstość prądu resorpcji jest zwierciadlanym odbiciem prądu absorpcji, czyli

$$J_r(t_2) = -J_a(t_1) \quad (5.4.2)$$

Zatem gęstość ustalonego prądu skośnego

$$J_u = J_v(t_1) + J_r(t_2) \quad \text{lub} \quad J_u = |J_v(t_1)| - |J_r(t_2)|, \quad (5.4.3)$$

a rezystywność skośna

$$\rho_v = \frac{E}{J_v(t_1) + J_r(t_2)} = \frac{E}{|J_v(t_1)| - |J_r(t_2)|}. \quad (5.4.4)$$

Analogicznie ustalona rezystancja skrośna wynosi

$$R_v = \frac{U}{I_v(t_1) + I_r(t_2)} = \frac{U}{|I_v(t_1)| - |I_r(t_2)|}. \quad (5.4.5)$$

Trzeba pamiętać, że przed pomiarami rezystywności metodą Badiana próbkę należy dokładnie rozładować, gdyż wyniki pomiarów będą obarczone znacznymi, nieznanymi błędami spowodowanymi przez ładunek zgromadzony w próbce.

Metoda Badiana umożliwiła uzyskanie tylko ekwiwalentnych wartości ustalonych rezystywności skrośnej, które mogą znacznie się różnić od rzeczywistych wartości ustalonych. Różnice te są na ogół tym mniejsze, im dłuższy jest czas pomiaru $t_1 = t_2$. Dlatego metoda ta nie uzyskała powszechnej aprobaty i nie jest zalecana w normach.

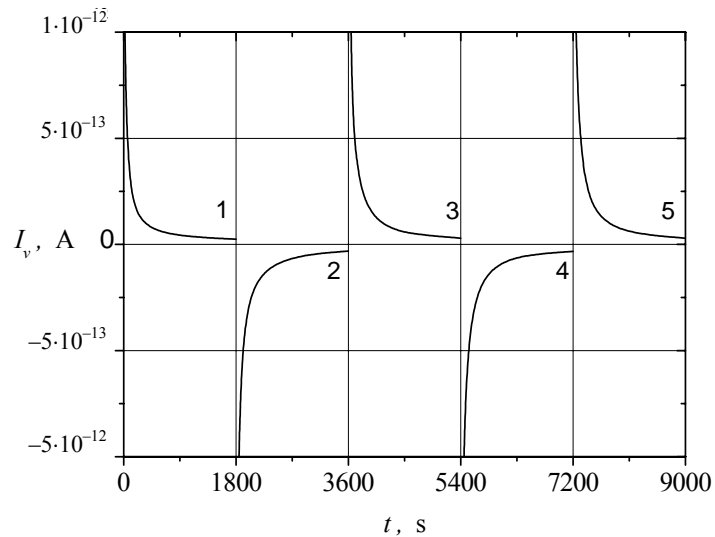
5.5. Metoda zmiennej polaryzacji

Jeśli ładunek elektryczny zgromadzony w próbce nie ulegałby zmianie w czasie pomiaru, to jego wpływ można by wyeliminować, wykonując pomiary rezystywności przy napięciu pomiarowym U o dodatniej i ujemnej polaryzacji. Wynikiem pomiaru powinna być wówczas wartość średnia [7].

Firma KEITHLEY oferuje program *Keithley 6517 Hi-R Test* do pomiaru rezystancji przy cyklicznej zmianie polaryzacji napięcia [2, 4]. W czasie pierwszego kroku, gdy polaryzacja napięcia jest dodatnia w zadanym czasie, rejestruje się charakterystykę czasową prądu skrośnego. W drugim kroku zmienia się polaryzację napięcia, zachowując niezmienną jego wartość, i rejestruje się charakterystykę prądu skrośnego w takim samym czasie jak w pierwszym kroku. W trzecim kroku znowu zmienia się polaryzację napięcia i rejestruje charakterystykę prądu skrośnego. Kroki te są dalej powtarzane, a ich liczbę zadaje obsługujący program. Na rysunku 5.5.1 przykładowo przedstawiono wyniki cyklicznych pomiarów prądów skrośnych dla folii PET o grubości 100 μm .

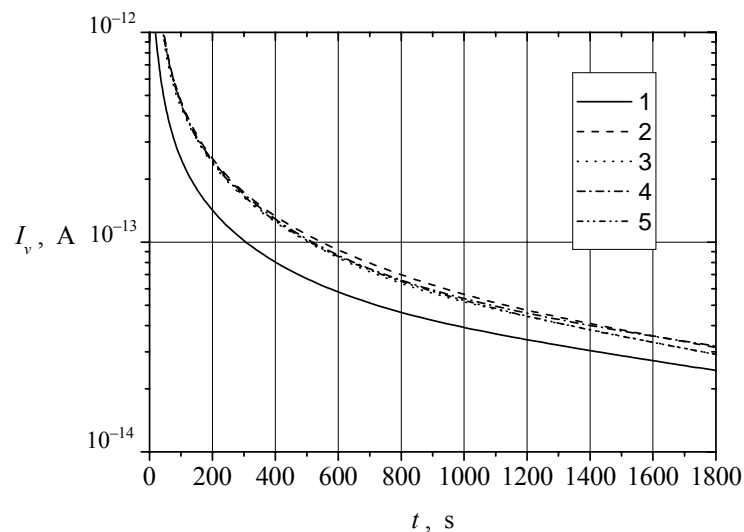
Jako wynik pomiaru prądu program *Keithley 6517 Hi-R Test* oblicza średnią ważoną końcowych wartości prądu każdego kroku z czterech ostatnich cykli pomiarowych ze wzoru:

$$I_{\text{sr}} = \frac{I_1 + 3(-I_2) + 3(I_3) + (-I_4)}{8}. \quad (5.5.1)$$



Rys. 5.5.1. Zależności prądów skośnych próbek folii PET otrzymane przy użyciu programu *Keithley 6517 Hi-R Test* podczas kolejnych kroków (1, 2, 3, 4, 5) przy napięciu polaryzacji $U = \pm 100$ V

Na rysunku 5.5.2 dla porównania pokazano charakterystyki prądów skośnych w poszczególnych krokach pomiarowych. Ponieważ przed badaniem próbka folii była dokładnie zdelektryzowana, w charakterystyce $I_v(t)$ pierwszego kroku brak jest wpływu ładunku.



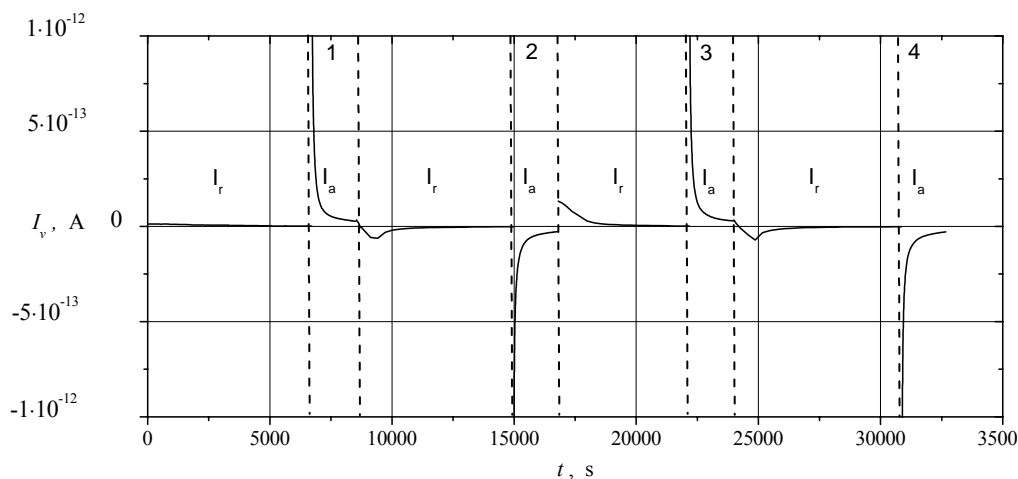
Rys. 5.5.2. Nałożone charakterystyki czasowe prądów skośnych pięciu kolejnych kroków pomiarowych dla folii PET przy napięciu pomiarowym $U = \pm 100$ V

Podczas polaryzacji do próbki zostaje wprowadzony ładunek elektryczny. Po zmianie polaryzacji napięcia U (stosownie do wspomnianej procedury) ładunek zgromadzony w próbce w czasie drugiego kroku będzie powodował inny przebieg charakterystyki prądu skośnego niż podczas pierwszego kroku. Na rysunku 5.5.2 wyraźnie widać, że charakterystyka czasowa prądu skośnego pierwszego kroku różni się znacznie od charakterystyk kolejnych cykli. Z tego powodu wartość prądu skośnego określona wzorem (5.5.1), służąca do obliczania rezystywności skośnej przez program *Keithley 6517 Hi-R Test*, jest nieprawdziwa.

Opisana metoda rzeczywiście umożliwia wyeliminowanie z wyników pomiarów prądu deelektryzacji (prądu tła), ale nie eliminuje niekorzystnego wpływu prądu resorpcji na uzyskiwane wyniki. Błędy stąd wynikające mogą być znaczące i tym większe, im krócej cykl trwa. O tym firma Keithley, niestety, nie informuje użytkowników programu.

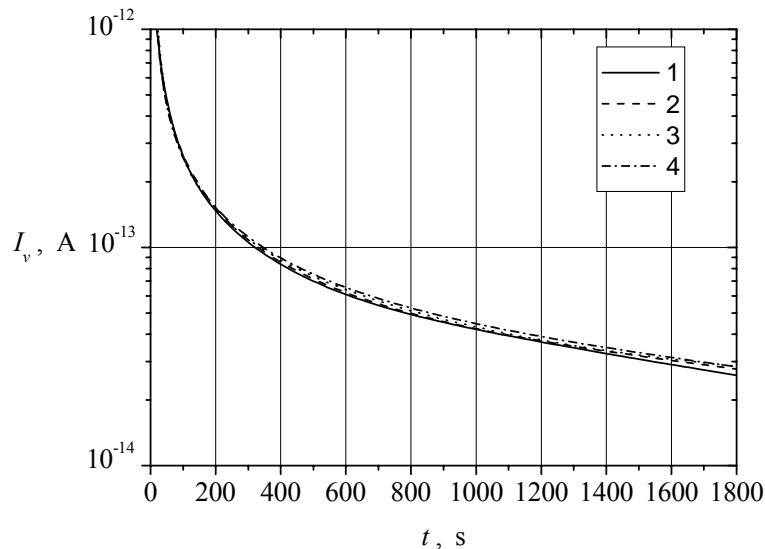
5.6. Metoda zmiennej polaryzacji zaproponowana przez autora

Aby poprawnie wykonywać pomiary rezystywności metodą zmiany polaryzacji napięcia przyłożonego do próbki, autor zaproponował istotną modyfikację metody zawartej w programie Keithley [9, 10]. Modyfikacja ta polega na tym, że przed każdym przyłożeniem napięcia polaryzującego do próbki zwiera się ją i mierzy wartość prądu resorpcji. Przykładowy przebieg pomiaru dla folii PET przedstawiono na rysunku 5.6.1, na rysunku 5.6.2 pokazano natomiast nałożone charakterystyki cza-



Rys. 5.6.1. Czasowe zależności prądów skośnych próbek folii PET otrzymane metodą zmiennej polaryzacji z rozładowaniem próbki przed każdym krokiem przy napięciu polaryzacji $U = \pm 100$ V

sowe prądów skośnych w poszczególnych krokach pomiarowych. Charakterystyki te praktycznie pokrywają się, można je więc uśrednić i określić nie tylko wartość poprawną dla pożądanego czasu t , ale i wartości średnie prądu skośnego. Wartości te można przyjąć do obliczania poprawnych wyników rezystywności skośnych.



Rys. 5.6.2. Nałożone czasowe charakterystyki prądów skośnych czterech kolejnych kroków dla próbek folii PET otrzymane metodą zmiennej polaryzacji przy napięciu $U = \pm 100$ V

Zaproponowana metoda pomiaru rezystywności eliminuje wpływ zarówno ładunku elektrycznego, który został zgromadzony w próbce przed pomiarami, podczas jej wytwarzania i przechowywania, i jest źródłem prądu deelektyzacji, jak i ładunku powstałego bezpośrednio przed pomiarem i będącego źródłem prądu resorpcji. Spełnia ona zalecenia normy IEC 93, ażeby pomiary rezystywności wykonywać przy obydwóch polaryzacjach napięcia. Pozwala ona również uzyskać wynik średni z wielokrotnego powtórzenia pomiarów dla tej samej próbki, co znacząco zwiększa dokładność pomiarów rezystywności i czyni je bardziej wiarygodnymi. Metoda ta jest realizowana automatycznie przez specjalnie opracowany program umożliwiający współpracę elektrometru 6517A firmy Keithley z komputerem.

5.7. Wpływ temperatury i wilgotności

Na wyniki pomiarów rezystywności dielektryków znacząco wpływa temperatura próbki i jej wilgotność. Jeżeli kondycjonowanie próbki, a następnie pomiary są wyko-

nywane w innych warunkach środowiskowych od wymaganych (zobacz podrozdział 4.1.2), to zmiany te teoretycznie można ująć w postaci poprawek. Wówczas wzór (5.2) przyjmie postać

$$\rho_v = \frac{A}{h} R_v + \Delta\rho_{vT} + \Delta\rho_{vW}, \quad (5.7.1)$$

gdzie:

$\Delta\rho_{vT}$ – poprawka temperaturowa rezystywności skrośnej uwzględniająca zmianę temperatury próbki,

$\Delta\rho_{vW}$ – poprawka wilgotnościowa rezystywności skrośnej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki.

Dla określenia tych poprawek niezbędna jest znajomość charakterystyk zmian rezystywności skrośnej w funkcji temperatury i wilgotności. Poprawkę temperaturową rezystywności skrośnej, która uwzględnia odchylenia ΔT temperatury próbki od temperatury normalnej, wyznacza się ze wzoru

$$\Delta\rho_{vT} = k_{Tv} \Delta T, \quad (5.7.2)$$

a poprawkę wilgotnościową zmiany rezystancji skrośnej, która uwzględnia odchylenia ΔW wilgotności powietrza otaczającego próbkę od wilgotności normalnej, wyznacza się ze wzoru

$$\Delta\rho_{vW} = k_{Wv} \Delta W, \quad (5.7.3)$$

gdzie:

k_{Tv} – temperaturowy współczynnik zmian rezystywności skrośnej,

ΔT – różnica między temperaturą otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a temperaturą, dla której określa się rezystywność skrośną,

k_{Wv} – wilgotnościowy współczynnik zmian rezystywności skrośnej,

ΔW – różnica między wilgotnością względną otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a wilgotnością względną, dla której określa się rezystywność skrośną.

W praktyce rzadko kiedy współczynniki temperaturowy k_{Tv} i wilgotnościowy k_{Wv} są określone z taką dokładnością, że mogą służyć do obliczenia poprawek. Należy więc zadbać o to, ażeby pomiary były wykonywane w normalnych unormowanych warunkach podanych w podrozdziale 4.1.2.

Jeżeli pomiary wykonuje się w normalnych warunkach otoczenia, tzn. najczęściej 23/50 (temperatura 23 °C i wilgotność powietrza 50 %), to należy przyjąć, że wartości tych poprawek są równe zeru. Jeżeli w laboratorium temperatura waha się, na przykład w granicach (23±2)°C, a wilgotność powietrza zmienia się w granicach (50±10)%, to te zerowe poprawki są określone z niepewnościami, które należy oszacować (zobacz podrozdziały 10.2.5 i 10.2.6).

5.8. Wpływ elektrod

Pomiary rezystywności skrośnej i powierzchniowej wymagają umieszczenia dielektryka między elektrodami przewodzącymi, najczęściej metalowymi. W konsekwencji mierzy się rezystancję obiektu utworzonego z dielektryka i nałożonych elektrod, która może czasem znacznie się różnić od rezystancji próbki. Ta rezystancja kontaktu metal–elektroda jest spowodowana utworzeniem się:

- bariery potencjału na granicy dwóch materiałów o różnych poziomach energetycznych Fermiego,
- warstwy pośredniej w wyniku nanoszenia elektrod,
- szczelin powietrznych w wyniku niedokładnego przylegania elektrod do dielektryka.

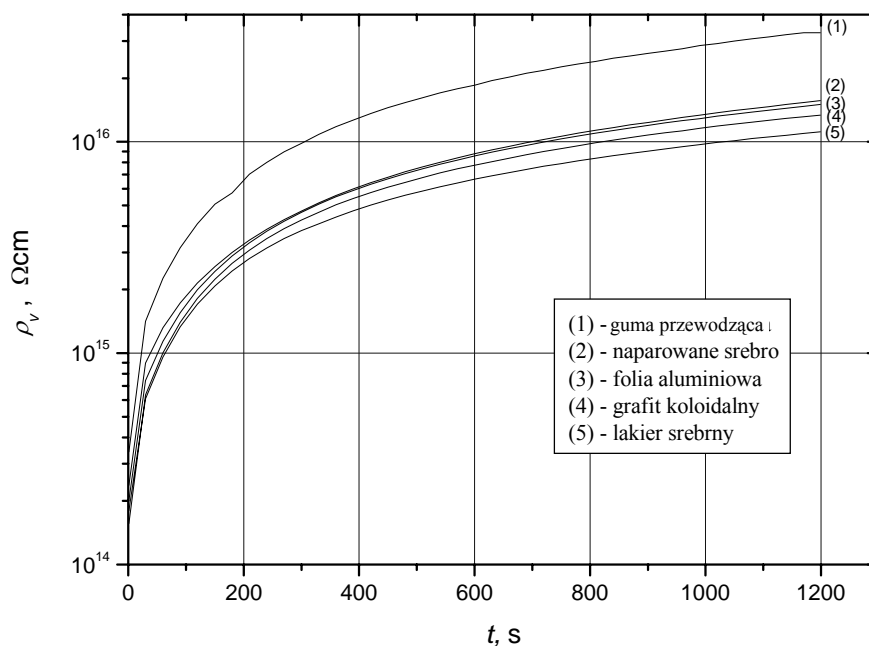
Zjawiska te bardziej szczegółowo omówiono w podrozdziale 4.2.1.

Wpływ różnych elektrod na wyniki pomiarów rezystywności skrośnej badał między innymi Maison [15]. Badania takie były również wykonywane pod kierunkiem autora [11–13]. Najmniejszą rezystancję kontaktu metal–dielektryk uzyskuje się dla elektrod naporowanych srebrem lub złotem, przy czym w badaniach realizowanych pod kierunkiem autora ze względów ekonomicznych stosowano srebro. Rezystancja kontaktowa tych elektrod wynosi kilka k Ω . Zmierzoną ją w następujący sposób. Na próbki płaskiego materiału półprzewodzącego naporowano próżniowo elektrody srebrne, każda o średnicy pomiarowej 50 mm, i zmierzono rezystancję skrośną trzech próbek. Z tego samego materiału wycięto próbki paskowe i zmierzono ich rezystywność metodą czteroelektrodową według normy PN-EN ISO 3915:2002 [19]. Następnie obliczono rezystancję, jaką powinna mieć badana próbka, przyjmując, że jej rezystywność jest równa wartości średniej z wyników uzyskanych dla elektrod paskowych. Różnica między rezystancją zmierzoną a obliczoną jest rezystancją elektrod. Rezystancja elektrod rzędu kilku k Ω może znacząco zafałszować wyniki pomiarów w przypadku materiałów półprzewodzących, w przypadku zaś materiałów dielektrycznych o rezystywnościach skrośnych przekraczających 10⁸ Ω cm ma ona już pomijalnie mały wpływ.

Dla przykładu na rysunku 5.8.1 przedstawiono charakterystyki rezystywności skrośnej tej samej próbki tworzywa Polylac ABS o grubości 1,37 mm, ale z elektrodami z różnych materiałów. W tabeli 5.8.1 zestawiono wartości średnie wyników pomiarów rezystywności tych trzech próbek po czasie polaryzacji 20 minut i względne różnice w tych wynikach, które porównano z wynikami uzyskanymi dla elektrod naporowanych srebrem.

Wyniki pomiarów rezystywności skrośnej otrzymane dla próbek z naniesionymi elektrodami z lakieru srebrnego, grafitu koloidalnego i z folii aluminiowej różnią się od wyników dla próbek z elektrodami naporowanymi srebrem o około 20 %, natomiast dla próbek z elektrodami z gumy przewodzącej różnica ta wynosi ponad 100 %.

Można zauważyć małą różnicę w wynikach (7 %) dla próbek z naklejanymi elektrodami z folii aluminiowej, co uzasadnia się tym, że próbka jest stosunkowo gruba (1,37 mm) i cienka warstwa oleju parafinowego o rezystancji znacznie mniejszej niż próbki nie wpływa na końcowy wynik pomiarów.



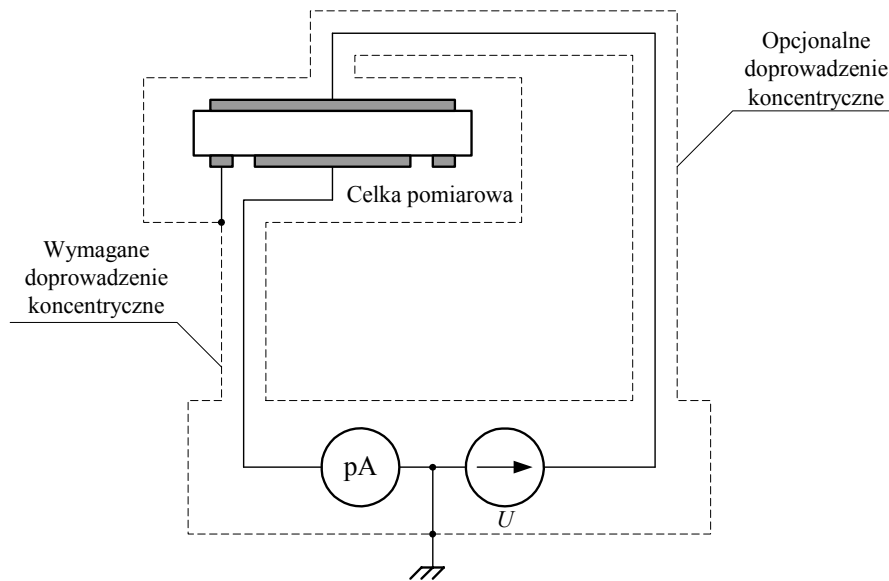
Rys. 5.8.1. Przykładowe charakterystyki rezystywności skrośnej tworzywa Polylac ABS otrzymane przy elektrodach z różnych materiałów

Tabela 5.8.1. Wartości rezystywności skrośnej ρ_v tworzywa Polylac ABS po czasie polaryzacji 1200 s przy elektrodach z różnych materiałów i względne różnice wyników pomiarów $\delta\rho_v$ w odniesieniu do wyników uzyskanych przy elektrodach naporowanych srebrem

| Rodzaj materiału elektrod | ρ_v | $\delta\rho_v$ |
|--|---------------------|----------------|
| | Ωcm | % |
| Guma przewodząca (celka Keithley 8009) | $3,2 \cdot 10^{16}$ | +110 |
| Folia aluminiowa | $1,6 \cdot 10^{16}$ | +7 |
| Grafit koloidalny | $1,3 \cdot 10^{16}$ | -13 |
| Przewodzący lakier srebrny | $1,2 \cdot 10^{16}$ | -20 |
| Naporowane srebro | $1,5 \cdot 10^{16}$ | - |

5.9. Redukcja zakłóceń

Mierniki dużych rezystancji reagują na zmiany pojemności względem otoczenia. Zmiany pojemności spowodowane poruszeniem przewodu lub zbliżeniem ręki do przyrządu indukują ładunki elektryczne, które wpływają do wejścia prądowego miernika i zakłócają wskazania miernika. Zakłócenia ustępują po ustabilizowaniu się pojemności sprzęgających.



Rys. 5.9.1. Układ ekranowania podczas pomiaru rezystancji skrośnej

Zakłócenia spowodowane przez różne urządzenia pracujące w laboratorium lub w pobliżu niego mogą być również przenoszone drogą elektromagnetyczną. Aby im zapobiec, badaną próbkę z elektrodami umieszcza się w ekranowanej celce (klatce Faradaya). Na rysunku 5.9.1 pokazano system ekranowania podczas pomiarów rezystywności skrośnej. Elektroda pomiarowa powinna być połączona z miernikiem prądu jedynie przewodem ekranowanym. Do połączenia elektrody napięciowej ze źródłem napięcia można opcjonalnie zastosować również przewód ekranowany, ale nie jest to konieczne.

Zakłócenia mogą się również przenosić przez sieć zasilającą lub wspólne uziemienie. Ażeby zakłócenia te zminimalizować, badane obiekty należy umieszczać w ekranowanych celkach, a połączenia wykonywać przewodami ekranowanymi, na wejściu zasilania stosować filtry przeciwzakłóceńowe lub zasilac mierniki z niezależnego źródła, np. UPS lub akumulatora, oraz masę miernika połączyć z uziemieniem indywidualnym, do którego nie są przyłączone inne urządzenia zakłócające.

5.10. Rezystywność skośna próbek cylindrycznych

Dla układu trójelektrodowego na próbce cylindrycznej (rys. 4.2.5) rezystywność skośna jest definiowana zależnością:

$$\rho_v = \frac{E}{J_v}, \quad (5.10.1)$$

w której E jest natężeniem pola elektrycznego między elektrodami, a J_v – gęstością prądu skośnego.

Gęstość prądu skośnego między elektrodami 1 i 3 (rys. 4.2.5) na powierzchni walcowej o promieniu r , gdzie $D_1/2 \geq r \geq D_2/2$, jest określona wzorem:

$$J_v = \frac{I_v}{2\pi r(l_1 + Bg)}, \quad (5.10.2)$$

w którym:

I_v – prąd skośny,

l_1 – długość elektrody pomiarowej (rys. 4.2.5),

g – szerokość szczeliny między elektrodą pomiarową 1 a elektrodą ochronną 2 (rys. 4.2.5),

B – współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej.

Przekształcając wzór (5.10.1) z uwzględnieniem wyrażenia (5.10.2), otrzymuje się zależność określającą natężenie pola elektrycznego E na powierzchni walca o promieniu r :

$$E = \rho_v \frac{I_v}{2\pi r(l_1 + Bg)}. \quad (5.10.3)$$

Napięcie U między elektrodami określa się, całkując natężenia pola E po promieniu r :

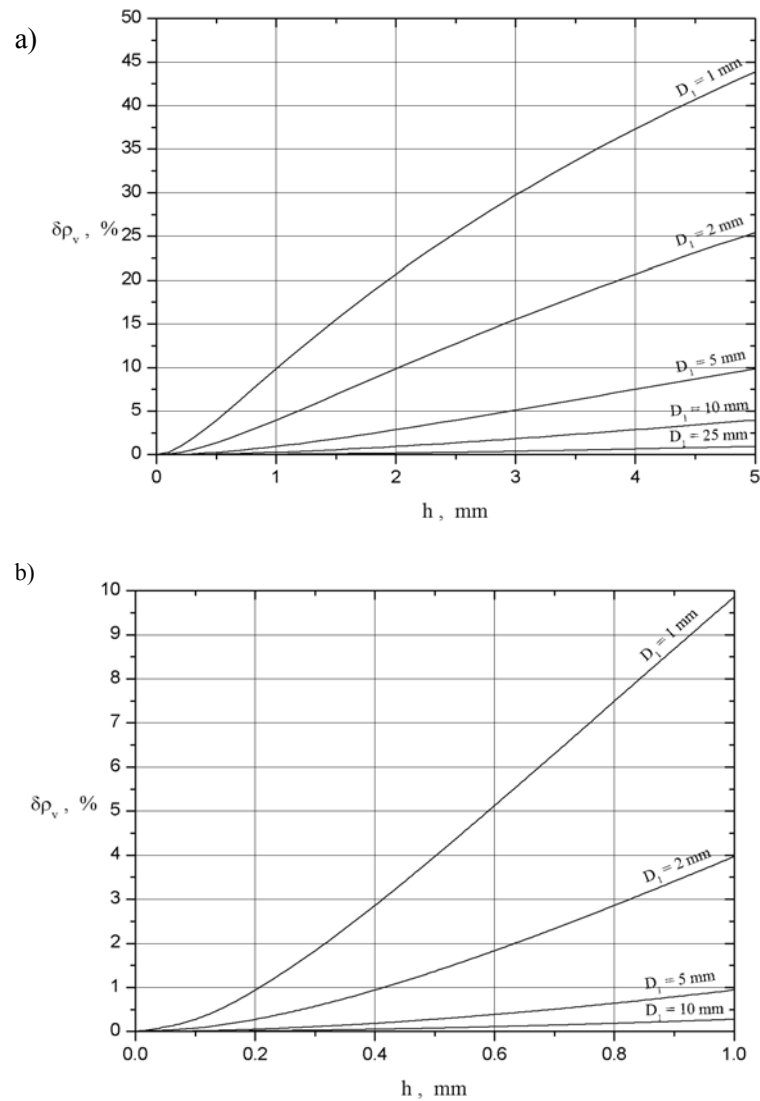
$$U = \int_{D_1/2}^{D_2/2} E dr = \frac{\rho_v I_v}{2\pi(l_1 + Bg)} \int_{D_1/2}^{D_2/2} \frac{1}{r} dr = \frac{\rho_v I_v}{2\pi(l_1 + Bg)} \ln \frac{D_2}{D_1}. \quad (5.10.4)$$

Uwzględniając, że rezystancja skośna jest określona wzorem:

$$R_v = \frac{U}{I_v}, \quad (5.10.5)$$

otrzymuje się poprawny wzór definiujący rezystywność skośną próbek walcowych:

$$\rho_v = R_v \frac{2\pi(l_1 + Bg)}{\ln \frac{D_2}{D_1}}. \quad (5.10.6)$$



Rys. 5.10.1. Błąd względny obliczenia rezystywności skośnej ρ_v próbek cylindrycznych ze wzoru (5.2) po podstawieniu do niego efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej ze wzoru (5.10.7) w funkcji grubości próbki h (a) i powiększenie tego wykresu w zakresie $h \leq 1$ mm (b)

Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej 1 (rys. 4.2.5) jest większa od jej powierzchni geometrycznej. Normy IEC 93:1980 [16], PN-88/E-04405 [17] i ASTM D 257-99 [20] podają do jej obliczania wzór uproszczony:

$$A = \pi(D_1 + h)(l_1 + g), \quad (5.10.7)$$

a do obliczania rezystywności skośnej – wzór (5.2). Sposób obliczeń rezystywności skośnej próbek walcowych zalecany w normach wprowadza błąd do wyniku pomiaru rezystywności powierzchniowej.

Przyjmując, że wartości obliczone ze wzoru (5.10.6) są prawdziwe, a wartości obliczone ze wzoru (5.2) – przybliżone, błąd przybliżenia można wyrazić wzorem:

$$\delta\rho_v = \frac{D_1 + h}{2h} \ln \frac{D_1 + 2h}{D_1} - 1. \quad (5.10.8)$$

Względne wartości tego błędu $\delta\rho_v$ jako funkcję grubości próbki h przedstawiono na rysunku 5.10.1.

5.11. Metoda wyznaczania rezystywności skośnej ze stałej czasowej

W przypadku cienkich próbek głównym źródłem niepewności pomiaru rezystywności skośnej jest niepewność pomiaru grubości próbki. Pomiar grubości bardzo cienkich próbek folii klasycznymi metodami mikrometrycznymi mogą okazać się niemożliwe. Wówczas rezystywność skośną folii można wyznaczyć pośrednio ze stałej czasowej $\tau = RC$, a więc – ze wzoru [18]

$$\rho_v = \frac{R_v C}{\varepsilon_o \varepsilon_r}, \quad (5.11.1)$$

w którym:

- R_v – zmierzona rezystancja skośna próbki,
- C – zmierzona pojemność elektryczna próbki,
- ε_r – przenikalność elektryczna materiału próbki,
- ε_o – przenikalność próżni.

Literatura

- [1] Badian L.A., *An attempt for accurate determination and measurement of conductivity σ of dielectrics*, Bulletin de L'Academie Polonaise des Science: Electrotechnics, Vol. 25, No. 1, 1977, pp. 7–12.
- [2] Daire, *Improving the Repeatability of Ultra-High Resistance and Resistivity Measurements*, White paper, Keithley Instruments, Inc., www.keithley.com.
- [3] Keithley: *Model 6517 electrometer / high resistance meter. Getting started manual*.
- [4] Keithley Instruments, Inc., *Model 6524 high resistance measurement software. User's manual*, 1997.
- [5] Kędzia J., Skubis J., Włóczyk A., Wolny S., *Laboratorium materiałoznawstwa elektrycznego*, Ofic. Wyd. Politechniki Opolskiej, Opole, 1998.

- [6] Lisowski M., Adamowska M., Łuszczkiewicz W., *Problemy pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej*, Materiały Joint IMEKO TC-1 & XXXIV MKM Conference 2002, Vol. III. Referaty grantowe, Wrocław, 2002, pp. 91–102.
- [7] Lisowski M., Galik G., Lachowski A., *Influence of the electric charge on the reliability of the PTFE of volume and surface resistivity measurements*, International Conference on Advances in Processing, Testing and Applications of Dielectric Materials. APTADM '2001, Wrocław, Przegląd Elektrotechniczny, 2001, Z. spec., pp. 259–262.
- [8] Lisowski M., Galik G., Lachowski A., *Szacowanie niepewności wyników pomiarów rezystywności skrośnej materiałów dielektrycznych*, Krajowy Kongresu Metrologii KKM'2001. Materiały Kongresu, t. 2. Warszawa, 2001, pp. 361–364.
- [9] Lisowski M., Gałęzki P., Adamowska M., *Eliminacja wpływu ładunku elektrycznego na wyniki pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej*, V Konferencja Naukowa: „Postępy w Elektrotechnologii”, 2003, Prace Naukowe Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 38, Konferencje nr 13, Oficyna Wydaw. Politech. Wroc., Wrocław, 2003, s. 129–132.
- [10] Lisowski M., Kacprzyk R., Motyl E., Gałęzki P., *Space charge influence on the results of volume resistivity measurements in solid dielectrics*, Proceedings, XVII IMEKO World Congress Metrology in the 3rd Millennium, 2003, Dubrovnik, Croatia, pp. 837–840.
- [11] Lisowski M., Mączka T., *Czynniki wpływające na wyniki pomiarów podstawowych wielkości elektrycznych tworzyw sztucznych i sposoby ich minimalizacji*, Przegląd Elektrotechniczny, Vol. 74, (1998), nr 5, s. 136–140.
- [12] Lisowski M., Mączka T., Talik S., *Wpływ elektrod na niejednoznaczność wyników pomiarów rezystywności półprzewodzących tworzyw sztucznych*, Materiały Krajowego Kongresu Metrologii KKM'98, Gdańsk, 1998, s. 381–384.
- [13] Lisowski M., Murach G., Mączka T., *Problemy określania niepewności wyników pomiarów w badaniach podstawowych właściwości elektrycznych tworzyw sztucznych*, Materiały V Sympozjum Klubu PF ISO 900 „Metrologia w systemach Jakości – 2”, Mikołajki, 1997, s. III.E/63–III.E/74.
- [14] Lisowski M., Rzońca R., *Właściwości elektryczne tarflenu*, V Konferencja Naukowa: „Postępy w Elektrotechnologii”, 2003, Prace Naukowe Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 38, Konferencje nr 13, Oficyna Wydaw. Politech. Wroc., Wrocław, 2003, s. 137–142.
- [15] Maison A., *Wpływ elektrod na badania relaksacji dielektrycznej*, Przegląd Elektrotechniczny, Vol. 44 (1968), nr 2, s. 59–62.
- [16] IEC 93:1980 *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*.
- [17] PN-88/E-04405 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Pomiar rezystancji*.
- [18] PN-EN 60674-1:2002 *Folie z tworzyw sztucznych do celów elektrycznych*.
- [19] PN-EN ISO 3915:2002 *Tworzywa sztuczne. Pomiar rezystywności przewodzących tworzyw sztucznych*.
- [20] ASTM D 257-99 *Standard test methods for dc resistance or conductance of insulating materials*.

6. Pomiar rezystywności powierzchniowej

Rezystywność powierzchniowa ρ_s jest to iloraz natężenia stałego pola elektrycznego E i gęstości liniowego prądu J_s w wierzchniej warstwie materiału, czyli

$$\rho_s = \frac{E}{J_s}. \quad (6.1)$$

Określa się ją jako rezystancję powierzchniową zredukowaną do pola kwadratu. Rozmiar kwadratu nie ma znaczenia. W praktyce rezystywność powierzchniowa jest to rezystancja powierzchniowa odniesiona do wymiarów próbki [5, 7, 10]. Jej wartość oblicza się z zależności

$$\rho_s = R_s \cdot \frac{l}{g}, \quad (6.2)$$

w której l jest efektywną długością elektrody pomiarowej, a g – odległością między elektrodami.

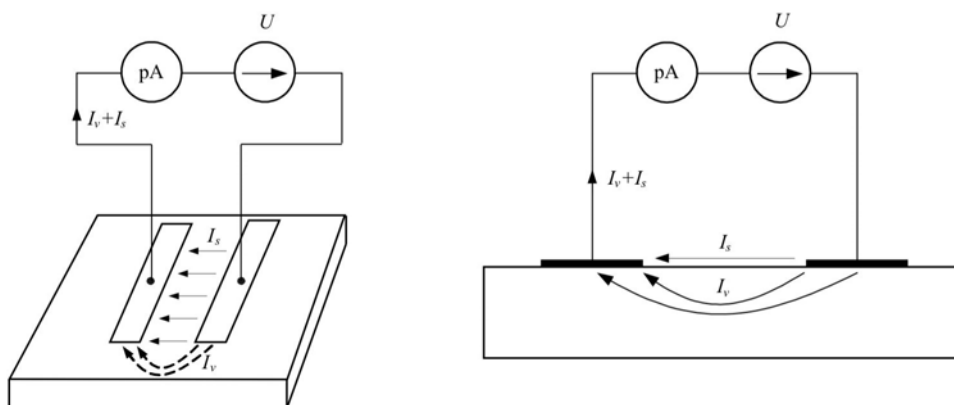
Rezystywność powierzchniową, podobnie jak i rezystywność skośną, określa się zawsze metodą pośrednią, mierząc rezystancję powierzchniową R_s , efektywną długość elektrody pomiarowej l i szerokość szczeliny g . Podobnie jak w pomiarach rezystywności skośnej, wyznaczenie wymiarów geometrycznych elektrod i próbki w tym przypadku także nie stwarza większych problemów. Uzyskanie natomiast wiarygodnych powtarzalnych wyników rezystancji powierzchniowej jest znacznie trudniejsze niż rezystancji skośnej. Dzieje się tak dlatego, że na stan powierzchni dielektryka i zmiany jego rezystancji powierzchniowej ma głównie wpływ otaczające środowisko. Problemy te uwidaczniają się szczególnie jaskrawo w pomiarach dielektryków o ekstremalnie dużych rezystywnościach [1, 2].

Materiały dielektryczne mogą mieć niejednorodną powierzchnię o różnej rezystywności powierzchniowej. Ujawnia się to szczególnie wyraźnie w przypadku materiałów kompozytowych. Zmierzona rezystywność powierzchniowa jest zawsze wartością uśrednioną z całej powierzchni efektywnej próbki. Pomiar rezystywności powierzchniowej wykonuje się na kilku próbkach tego samego materiału; jeżeli w normach wyrobów nie podano inaczej – na co najmniej trzech. Ze względu na niejednorod-

ność zarówno materiału, jak i stanu powierzchni próbki wyniki pomiarów rezystywności poszczególnych próbek mogą się różnić.

6.1. Pomiary rezystancji powierzchniowej

Rezystancję powierzchniową R_s definiuje się jako iloraz wartości napięcia stałego U przyłożonego między dwiema elektrodami, umieszczonymi na powierzchni próbki, i prądu powierzchniowego I_s między tymi elektrodami. W powierzchniowej warstwie próbki, przez którą przepływa prąd powierzchniowy, są zwykle jakieś zanieczyszczenia i wilgoć. Prąd płynie nie tylko po powierzchni próbki, ale także częściowo w jej objętości (rys. 6.1.1).

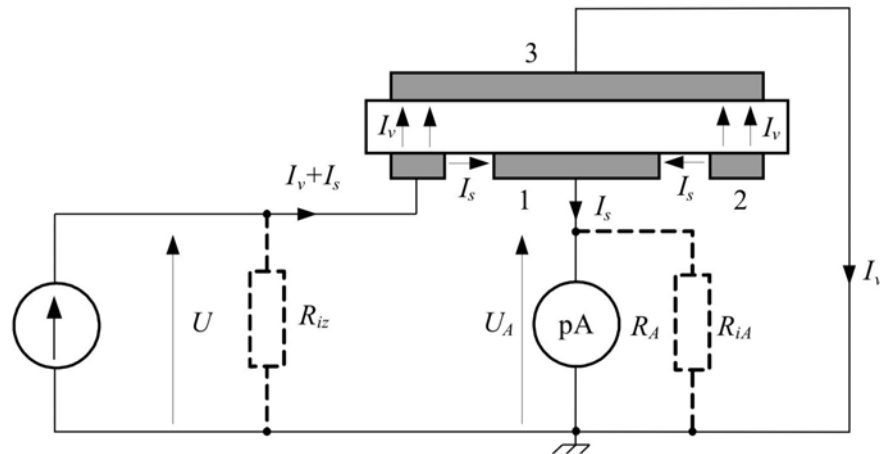


Rys. 6.1.1. Rozpływ prądów podczas pomiaru rezystancji powierzchniowej w układzie dwuelektrodowym

W przypadku, gdy rezystancję powierzchniową mierzy się w układzie dwuelektrodowym, prąd skośny I_v zafałszowuje wyniki pomiarów, gdyż prąd mierzony przez pikoamperomierz jest sumą prądu powierzchniowego I_s i skośnego I_v (rys. 6.1.1).

Zastosowanie układu trójelektrodowego, w którym elektroda ochronna (3) jest połączona z masą źródła napięcia U , powoduje, że prąd skośny I_v teoretycznie nie płynie przez miernik prądu. Natomiast między elektrodami 1 (pomiarową) i 2 (napięciową) płynie tylko prąd powierzchniowy I_s (rys. 6.1.2).

Do pomiarów rezystancji powierzchniowej stosuje się zwykle ten sam układ elektrod co i do pomiarów rezystywności skośnej, przy czym elektroda 2 jest elektrodą napięciową, a elektroda 3 – ochronną. Często stosuje się elektrody prostoliniowe, nazywane też paskowymi (rys. 4.2.6).



Rys. 6.1.2. Schemat układu do pomiaru rezystancji powierzchniowej w układzie trójelektrodowym.
Elektrody: 1 – pomiarowa, 2 – napięciowa, 3 – ochronna

6.1.1. Wpływ rezystancji skrośnej

Podczas pomiaru rezystywności powierzchniowej pole elektryczne zawsze w jakimś stopniu wnika w głąb materiału i powoduje przepływ prądu nie tylko po powierzchni materiału, ale także w jego głębszych warstwach. Rezystancja powierzchniowa jest więc zawsze bocznikowana przez jakąś rezystancję skrośną. To wnikanie pola elektrycznego będzie tym większe, im większa jest odległość między elektrodami. W konsekwencji, gdy brak elektrody ochronnej, mierzy się już nie rezystancję powierzchniową, ale rezystancję izolacji, która jest wypadkową rezystancji powierzchniowej i skrośnej. Według norm IEC 167:1964 [6] i PN-88/E-04405 [7], mierząc rezystancję między elektrodami paskowymi naniesionymi na powierzchnię materiału i odległymi od siebie o 10 mm, ale bez elektrody ochronnej (rys. 4.2.6), mierzy się rezystancję izolacji, a nie – jak błędnie przyjęto w normach dotyczących ochrony elektrostatycznej PN-93/E-05203 [8] i PN-EN 50014+A1:1997 [9] – rezystancję powierzchniową. Wpływ rezystancji skrośnej można zminimalizować, jeżeli zastosuje się elektrodę ochronną po drugiej stronie badanej próbki. Wówczas prąd skrośny I_v będzie służył do tej elektrody (rys. 6.1.2).

6.1.2. Wpływ rezystancji izolacji

Rezystancja izolacji wpływa w taki sam sposób na wyniki pomiarów rezystancji powierzchniowej jak i skrośnej (por. podrozdział 5.1.1). Rezystancja upływu izolacji od strony źródła zasilającego R_{iz} bocznikuje tylko źródło napięcia. Prąd płynący przez

tę izolację obciąża jedynie to źródło, ale nie wpływa na wartość mierzonego prądu powierzchniowego I_s (rys. 6.1.2). Rezystancja miernika prądu natomiast jest bocznikowana przez rezystancję upływu izolacji R_{iA} , na którą składa się rezystancja upływu izolacji ekranowanego kabla koncentrycznego, łączącego miernik z elektrodą pomiarową próbki, i innych elementów izolacji wejścia miernika oraz rezystancja skrośna R_v badanej próbki. Rezystancja skrośna R_v najczęściej nie ma znaczącego wpływu, gdyż na ogół jest większa od rezystancji powierzchniowej. Rezystancja upływu R_{iA} powinna być co najmniej 100 razy większa od rezystancji miernika prądu R_A . Wówczas błąd pomiaru prądu spowodowany bocznikowaniem miernika prądu przez tę rezystancję wynosi nie więcej niż 1 %.

6.2. Rezystywność powierzchniowa mierzona w układzie koncentrycznych elektrod pierścieniowych

Układ koncentrycznych elektrod pierścieniowych jest najczęściej stosowany zarówno w pomiarach rezystywności powierzchniowej, jak i skrośnej. Wiele firm produkuje takie zestawy elektrod do pomiarów rezystywności powierzchniowej tkanin i wykładzin podłogowych, np. zestaw opisany w publikacji [4]. Dla układu koncentrycznych elektrod pierścieniowych (okrągłych) pokazanych na rysunku 4.2.4 rezystywność powierzchniowa jest definiowana zależnością

$$\rho_s = \frac{E}{J_s}, \quad (6.2.1)$$

w której E jest natężeniem powierzchniowym pola elektrycznego, a J_s – gęstością prądu powierzchniowego.

Gęstość prądu powierzchniowego między elektrodami pierścieniowymi (rys. 6.2.1) o promieniach R_1 i R_2 wzdłuż obwodu o promieniu r jest określona wzorem

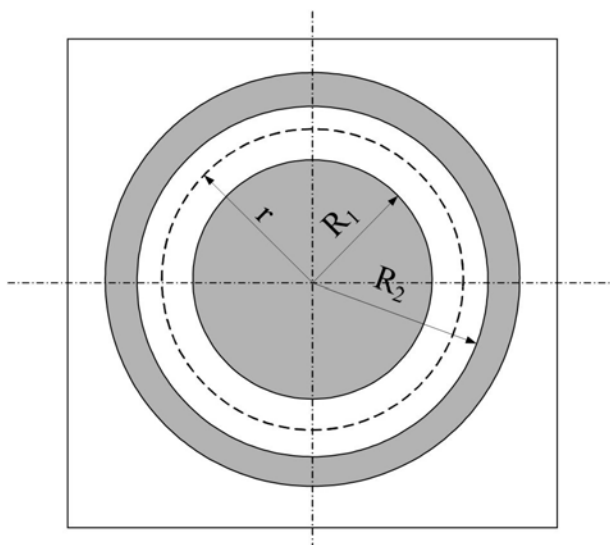
$$J_s = \frac{I_s}{2\pi r}, \quad (6.2.2)$$

w którym I_s jest prądem powierzchniowym.

Ze wzoru (6.2.1), po uwzględnieniu wyrażenia (6.2.2), otrzymuje się zależność określającą natężenie pola elektrycznego E na obwodzie o promieniu r

$$E = \frac{\rho_s I_s}{2\pi r}. \quad (6.2.3)$$

Napięcie U między elektrodami o promieniach R_1 i R_2 wylicza się, całkując natężenie pola E po promieniu r



Rys. 6.2.1. Układ elektrod pierścieniowych do pomiarów rezystywności powierzchniowej

$$U = \int_{R_1}^{R_2} E \, dr = \int_{R_1}^{R_2} \frac{\rho_s I_s}{2\pi r} \, dr = \frac{\rho_s I_s}{2\pi} \int_{R_1}^{R_2} \frac{1}{r} \, dr = \frac{\rho_s I_s}{2\pi} \ln \frac{R_2}{R_1}. \quad (6.2.4)$$

Przyjmując, że rezystancja powierzchniowa jest określona wzorem

$$R_s = \frac{U}{I_s} \quad (6.2.5)$$

otrzymuje się poprawny wzór służący do obliczenia rezystywności powierzchniowej koncentrycznych elektrod kołowych

$$\rho_s = R_s \frac{2\pi}{\ln \frac{R_2}{R_1}} \quad (6.2.6)$$

lub

$$\rho_s = R_s \frac{2\pi}{\ln \frac{d_2}{d_1}}, \quad (6.2.7)$$

gdzie d_1 i d_2 są średnicami elektrod ($d_1 = 2R_1$, $d_2 = 2R_2$).

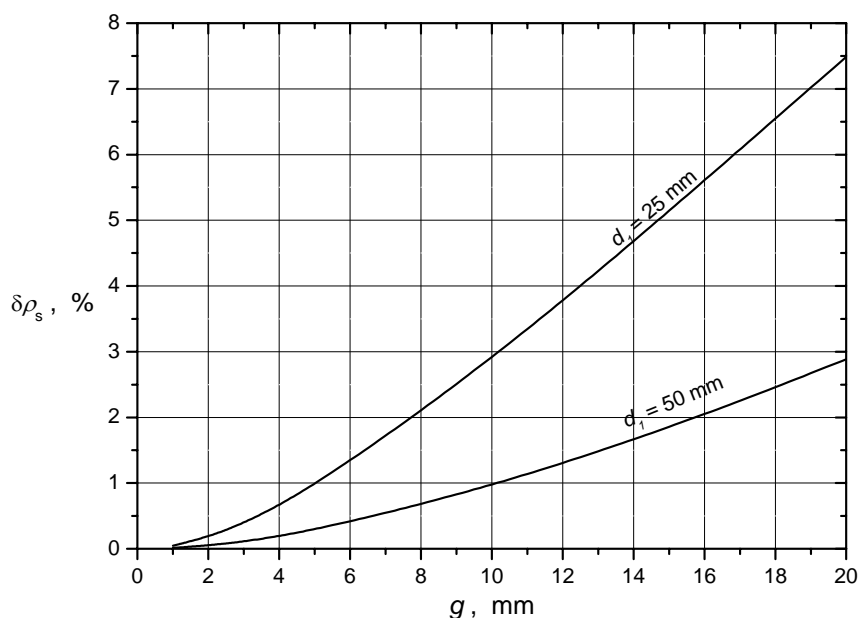
Dla elektrod okrągłych efektywna długość l jest większa od obwodu elektrody pomiarowej. Zgodnie z normami IEC 93:1980 [5], PN-88/E-04405 [7], ASTM D 257-99 [10] oblicza się ją ze wzoru przybliżonego

$$l = \pi(d_1 + g), \quad (6.2.8)$$

a rezystywność powierzchniową – ze wzoru (6.2). Ten sposób obliczeń – zalecany w normach – jest przyczyną błędu otrzymanej wartości rezystywności powierzchniowej.

Przyjmując, że wartości obliczone ze wzoru (6.2.7) są prawdziwe, a wartości obliczone ze wzoru (6.2) przybliżone, błąd przybliżenia można wyrazić zależnością:

$$\delta\rho_s = \frac{d_1 + g}{2g} \ln \frac{d_1 + 2g}{d_1} - 1. \quad (6.2.9)$$



Rys. 6.2.2. Błąd względny $\delta\rho_s$ obliczenia rezystywności powierzchniowej ρ_s ze wzoru (6.1) przy podstawieniu do niego efektywnej długości l ze wzoru (6.2.2)

Względne wartości tego błędu $\delta\rho_s$ jako funkcja szerokości szczeliny dla $g = d_2 - d_1$ przedstawiono na rys. 6.2.2. Dla szerokości szczeliny $g = 10$ mm (zalecanej) i średnicy elektrody pomiarowej $d_1 = 25$ mm błąd ten wynosi 2,9 %, a dla średnicy $d_1 = 50$ mm – 1 %. Jeżeli jednak szerokość szczeliny będzie niewielka tj. 1–2 mm (najczęściej szerokość szczeliny ma taką wartość), to przy średnicy elektrody pomiarowej $d_1 = 50$ mm błąd ten będzie mniejszy niż 0,1 %, a więc pomijalnie mały.

6.3. Wpływ czasu pomiaru

Przyłożenie napięcia stałego do elektrod umieszczonych na powierzchni próbki spowoduje przepływ prądu powierzchniowego $I_s(t)$, zmieniającego się w czasie analogicznie jak prąd skośny $I_v(t)$ (zobacz podrozdział 5.2). Czas ustalania się prądu powierzchniowego jest jednak znacznie krótszy niż czas ustalania się prądu skośnego. Chcąc mieć pełny obraz charakterystyki czasowej zmian prądu powierzchniowego, należy go rejestrować aż do ustalenia się jego wartości. Charakterystyki czasowe rezystancji powierzchniowej $R_s(t)$ lub rezystywności powierzchniowej $\rho_s(t)$ mają analogiczny przebieg jak $R_v(t)$ i $\rho_v(t)$. Normy dotyczące pomiarów rezystywności [5, 7, 10] zalecają podawanie wyników pomiarów rezystywności powierzchniowej tylko po 1 min od przyłożenia napięcia do próbki, nawet gdyby to była wartość nieustalona.

6.4. Wpływ naelektryzowania powierzchni próbki

Naelektryzowanie powierzchni próbki może mieć znaczący wpływ na wynik pomiaru rezystancji powierzchniowej, podobnie jak naelektryzowanie próbki w pomiarach rezystancji skośnej. Przed pomiarem próbka powinna być poddana deelektryzacji w analogiczny sposób jak przed pomiarem rezystywności skośnej. Należy zewrzeć elektrodę pomiarową z napięciową przez miernik prądu i rejestrować wartość prądu deelektryzacji do czasu, aż osiągnie on wartość ustaloną pomijalnie małą w porównaniu ze spodziewanym prądem powierzchniowym po 1 minucie od włączenia napięcia. Jeżeli rozładowanie próbki w realnym czasie jest już niemożliwe, a prąd deelektryzacji I_{de} ma wartość praktycznie ustaloną, to można zaprzestać deelektryzacji, włączyć źródło napięcia i dokonać pomiaru prądu powierzchniowego. Wówczas wynik pomiaru rezystywności powierzchniowej oblicza się ze wzoru

$$R_s = \frac{U}{I_s - I_{de}}. \quad (6.4.1)$$

Obliczając rezystywność powierzchniową ze wzoru (6.4.1), należy zwrócić uwagę na znak prądu I_{de} . Ma on wartość dodatnią, jeżeli płynie w kierunku przeciwnym do prądu I_s , a ujemną, gdy płynie w kierunku zgodnym z prądem I_s .

6.5. Metoda zmiennej polaryzacji

Program *Keithley 6517 Hi-R* umożliwia także pomiary rezystywności powierzchniowej metodą cyklicznej zmiany polaryzacji. Program ten nadaje się zarówno do

pomiaru rezystywności powierzchniowej, jak i skośnej. Metoda ta nie eliminuje wpływu ładunku pozostałego na powierzchni próbki podczas polaryzacji w czasie kroku pomiarowego, który poprzedza zmianę biegunowości napięcia, co opisano w podrozdziale 5.5.

Z powodzeniem natomiast można stosować zaproponowaną przez autora metodę zmiennej polaryzacji z rozładowywaniem próbki po każdym kroku pomiarowym (por. podrozdział 5.6).

6.6. Wpływ elektrod

Elektrody mogą mieć istotny wpływ na wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej. Istotne jest zastosowanie elektrody ochronnej, aby zminimalizować wpływ rezystywności skośnej. Również powierzchnia kontaktu elektrody z próbką jest nie bez znaczenia. Teoretycznie prąd powierzchniowy ma przepływać tylko do krawędzi elektrod. Krawędzie te powinny być gładkie i dobrze przylegać do próbki. W rzeczywistości prąd przepływa nie tylko po powierzchni próbki, ale także w jej przypowierzchniowych warstwach bardziej oddalonych od powierzchni (rys. 6.1.1). Gdy stosuje się elektrody paskowe (rys. 4.2.6), wówczas na ich końcach następują nieznaczne zniekształcenia (uwypuklenie na zewnątrz) linii pola elektrycznego.

Do pomiarów rezystancji powierzchniowej absolutnie nie powinno się używać elektrod metalowych naklejanych, na przykład za pomocą oleju parafinowego, gdyż olej lub inny środek klejący pozostają na powierzchni próbki i w efekcie mierzy się jego rezystancję, a nie rezystancję powierzchniową badanego materiału.

Dla przykładu w tabeli 6.6.1 zestawiono wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej jako wartości średnich z trzech próbek i względnych różnic wyników pomiarów w odniesieniu do elektrod naporowanych srebrem. Szerokość szczeliny pomiarowej g (odległość między elektrodami) dla wszystkich rodzajów elektrod wynosiła 2 mm. Otrzymane wyniki dość znacznie różnią się od siebie. Największa różnica, o rząd wartości, występuje dla elektrod z folii aluminiowej, gdyż na ich powierzchni pozostała trudna do usunięcia warstwa oleju parafinowego. Dowodzi to, że elektrody z folii metalowej naklejane, na przykład za pośrednictwem oleju parafinowego, nie powinny być stosowane do pomiarów rezystywności powierzchniowej tworzyw sztywnych.

Również duża jest wartość różnicy dla elektrod dociskowych w celce Keithley 8009 (65 %). W celce tej tylko elektroda pomiarowa została pokryta gumą przewodzącą, pierścień natomiast, który jest elektrodą napięciową, ma zakończenie trapezowe. Ponieważ przylega on niedokładnie do nieidealnie płaskiej próbki, więc powstają znaczne błędy pomiarów.

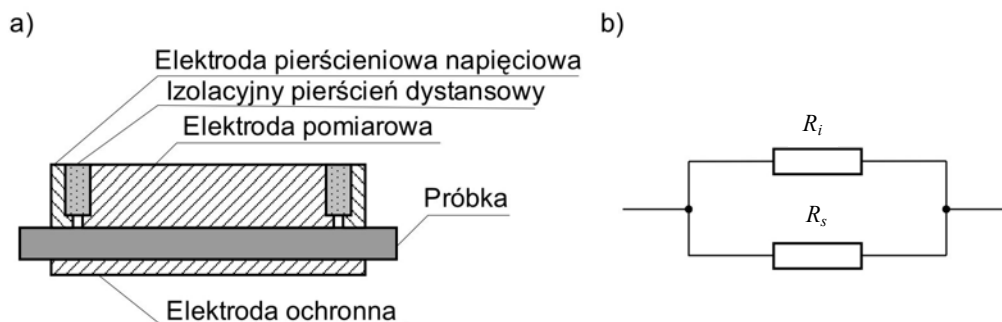
Tabela 6.6.1. Zestawienie wyników pomiarów uśrednionych wartości rezystywności powierzchniowej ρ_s dla próbek tworzywa Polylac ABS przy elektrodach z różnych materiałów i względne różnice $\delta\rho_s$ odniesione do wyników dla próbek z elektrodami naporowanymi srebrem

| Rodzaj materiału elektrod | ρ_s | $\delta\rho_s$ |
|--|---------------------|----------------|
| | Ω | % |
| Guma przewodząca (celka Keithley 8009) | $3,2 \cdot 10^{16}$ | -65 |
| Folia aluminiowa | $7,7 \cdot 10^{15}$ | -92 |
| Grafit koloidalny | $5,6 \cdot 10^{16}$ | -40 |
| Przewodzący lakier srebrny | $3,6 \cdot 10^{16}$ | -60 |
| Naparowane srebro | $9,2 \cdot 10^{16}$ | - |

Również elektrody z przewodzącego lakieru srebrnego powodowały 60 % różnice w wynikach pomiarów rezystywności powierzchniowej. Było to spowodowane trudnością w uzyskaniu gładkich krawędzi elektrod, gdyż lakier podciekał pod powierzchnię matrycy. Podobne zjawisko występowało podczas nanoszenia elektrod z grafitu koloidalnego. Niewątpliwie najbardziej wiarygodne są tu wyniki uzyskane dzięki zastosowaniu elektrod naporowanych srebrem. Charakteryzują się one bardzo gładkimi krawędziami, a powierzchnia próbki podczas ich nanoszenia nie jest zanieczyszczana.

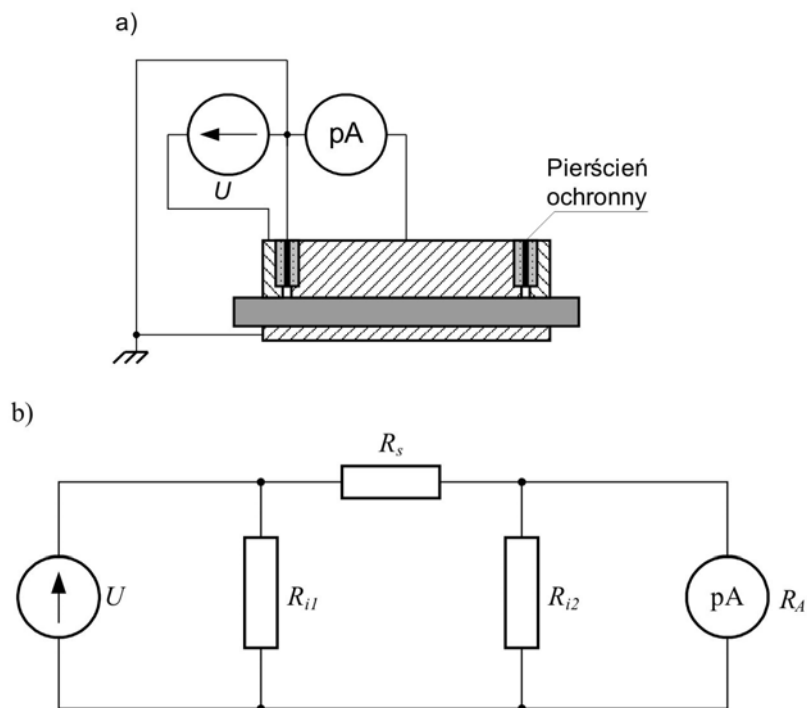
6.7. Wpływ rezystancji izolacji dystansowej między elektrodami

W zestawach elektrod dociskowych stała odległość między elektrodami jest utrzymywana przez izolacyjny pierścień dystansowy (rys. 6.7.1). Rezystancja izolacji R_i tego pierścienia bocznikuje mierzoną rezystancję powierzchniową R_s i jest źródłem



Rys. 6.7.1. Zestaw elektrod dociskowych z pierścieniem dystansowym (a) i schemat bocznikowania rezystancji powierzchniowej R_s rezystancją izolacji R_i tego pierścienia (b)

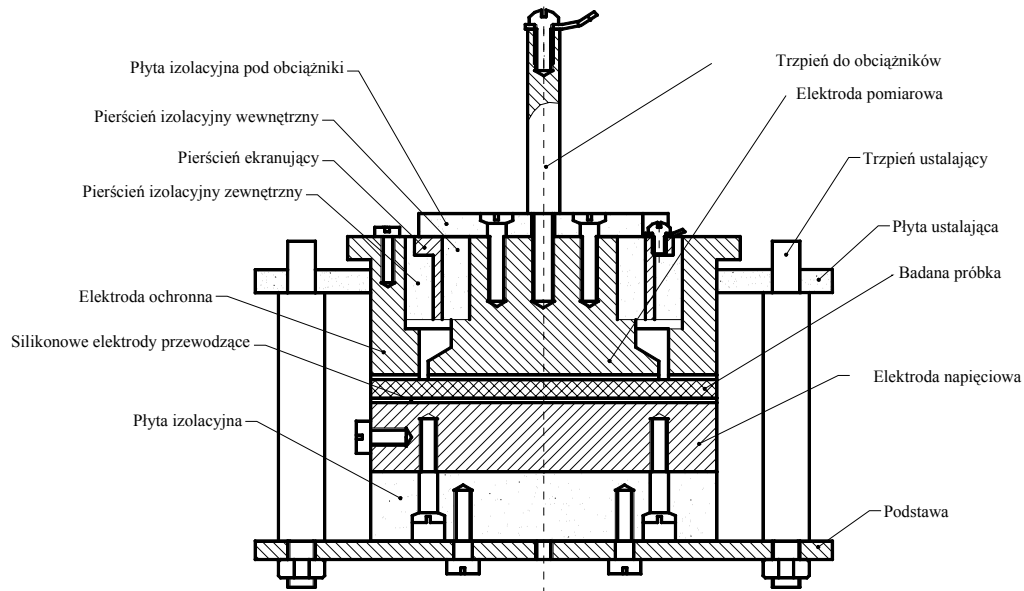
błędu pomiaru. Błąd ten jest pomijalnie mały, gdy $R_s \ll R_i$. Jeżeli mierzona rezystancja powierzchniowa ma dużą wartość, która zbliża się do wartości rezystancji izolacji pierścienia, to udział błędu spowodowanego tym bocznikowaniem może być znaczący. Aby tego niekorzystnego zjawiska uniknąć, należy zastosować pierścień dystansowy z dodatkowym pierścieniem ochronnym [3] (rys. 6.7.2).



Rys. 6.7.2. Elektrody dociskowe z pierścieniem ochronnym w izolacji dystansowej (a) i schemat układu pomiarowego uwzględniający izolację pierścienia dystansowego (b)

Metalowy pierścień ochronny (rys. 6.7.2a) rozdziela izolację pierścienia dystansowego na dwie części o rezystancjach R_{i1} i R_{i2} (rys. 6.7.2b). Rezystancja R_{i1} bocznikuje źródło napięcia U i nie wpływa na wynik pomiaru. Rezystancja R_{i2} bocznikuje miernik prądu o rezystancji R_A . Ponieważ $R_A \ll R_{i2}$, więc rezystancja R_{i2} praktycznie również nie wpływa na wynik pomiaru.

Zestaw elektrod dociskowych z metalowym pierścieniem ochronnym w izolacyjnym pierścieniu dystansowym i powierzchniami elektrod pokrytych silikonową gumą przewodzącą, zaprojektowany przez autora i skonstruowany w Oddziale Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego Instytutu Elektrotechniki we Wrocławiu, pokazano na rysunku 6.7.3.



Rys. 6.7.3. Zestaw elektrod dociskowych zaprojektowany przez autora i skonstruowany w Oddziale Technologii i Materiałoznawstwa Elektrotechnicznego Instytutu Elektrotechniki we Wrocławiu

6.8. Wpływ stanu powierzchni próbki

Warstwa powierzchniowa materiału dielektrycznego może mieć zupełnie inne właściwości niż jego głębsze warstwy, nawet w przypadku materiałów jednorodnych. Może to wynikać z:

- celowego nałożenia na materiał warstwy o zwiększonej przewodności, aby polepszyć właściwości antystatycznych materiału,
- pozostania warstwy oleju używanego do pokrycia formy podczas wytwarzania próbek z tworzyw termoplastycznych,
- struktury warstwowej badanego materiału.

Jeżeli próbkę materiału wykonano z tworzywa termoplastycznego, to należy usunąć z niej warstewkę oleju, która przedostała się na nią z posmarowanej formy. Jeżeli badany materiał nie jest higroskopijny, to można próbkę umyć w wodzie mydłem lub innymi detergentami i przed nałożeniem elektrod dobrze wysuszyć. Jeżeli nie wpłynie to na zmianę struktury powierzchni, to można najpierw próbkę przemyć benzyną ekstrakcyjną, a następnie czystym nieskażonym spirytusem.

Jeżeli bada się materiał o właściwościach antystatycznych, to trzeba elektrody nałożyć na badaną powierzchnię próbki, nie naruszając stanu jej powierzchni.

Powierzchnia próbki zawsze musi być czysta, nie należy dotykać jej gołymi rękami. Osadzający się na powierzchni próbki kurz w połączeniu z wilgocią znacząco wpływa na wyniki pomiarów rezystancji powierzchniowej. Dlatego próbki przed badaniem powinny być przechowywane w szczelnych naczyniach (eksykatorach) o stałej określonej wilgotności.

6.9. Wpływ temperatury i wilgotności

Na wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej (podobnie jak skrośnej) dielektryków wpływa temperatura próbki, a szczególnie znacząco – wilgotność jej powierzchni. Jeżeli kondycjonowanie próbki, a następnie pomiary są wykonywane w innych warunkach środowiskowych od wymaganych (zobacz podrozdział 4.1.2), to zmiany te teoretycznie można ująć w postaci poprawek. Wówczas wzór (6.2.7) można zapisać w postaci:

$$\rho_s = R_s \frac{2\pi}{\ln \frac{d_2}{d_1}} + \Delta\rho_{sT} + \Delta\rho_{sW}, \quad (6.9.1)$$

gdzie:

$\Delta\rho_{sT}$ – poprawka temperaturowa rezystywności powierzchniowej uwzględniająca zmianę temperatury próbki,

$\Delta\rho_{sW}$ – poprawka wilgotnościowa rezystywności powierzchniowej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki.

Aby określić te poprawki, trzeba znać charakterystyki zmian rezystywności powierzchniowej w funkcji temperatury i wilgotności. Poprawkę temperaturową rezystywności powierzchniowej uwzględniającą zmianę temperatury próbki o ΔT w porównaniu z temperaturą normalną wyznacza się ze wzoru

$$\Delta\rho_{sT} = k_{sT} \Delta T, \quad (6.9.2)$$

a poprawkę wilgotnościową zmiany rezystancji skrośnej uwzględniającą zmianę wilgotności powietrza otaczającego próbkę o ΔW w porównaniu z wilgotnością normalną wyznacza się ze wzoru

$$\Delta\rho_{sW} = k_{sW} \Delta W, \quad (6.9.3)$$

gdzie:

k_{sT} – temperaturowy współczynnik zmian rezystywności powierzchniowej,

ΔT – różnica między temperaturą otoczenia w czasie pomiarów rezystywności powierzchniowej a temperaturą, dla której określa się tę rezystywność,

k_{sW} – wilgotnościowy współczynnik zmian rezystywności powierzchniowej,

ΔW – różnica między wilgotnością względną otoczenia w czasie pomiarów rezystywności powierzchniowej a wilgotnością względną, dla której określa się tę rezystywność,

W praktyce wartości współczynników temperaturowego k_{sT} i wilgotnościowego k_{sW} nie są znane z taką dokładnością, aby mogły służyć do obliczenia poprawek. Należy więc starać się wykonywać pomiary w normalnych unormowanych warunkach podanych w podrozdziale 4.1.2.

Jeżeli pomiary wykonuje się w wymaganych normalnych warunkach otoczenia, najczęściej 23/50, dla których temperatura wynosi 23 °C, a wilgotność powietrza – 50 %, to należy przyjąć, że wartości tych poprawek są równe zeru. Jeżeli w laboratorium temperatura waha się, na przykład w granicach (23±2) °C, a wilgotność powietrza zmienia się w granicach (50±10) %, to te zerowe poprawki są określone z niepewnościami, które należy oszacować (zobacz podrozdział 10.6).

6.10. Redukcja zakłóceń

Zakłócenia mają podobny wpływ na pomiar rezystancji powierzchniowej jak na pomiar rezystancji skośnej. Na rysunku 5.8.1 pokazano system ekranowania podczas pomiarów rezystancji skośnej. Podczas pomiaru rezystancji powierzchniowej stosuje się również analogiczny system ekranowania.

Literatura

- [1] Lisowski M., Adamowska M., Łuszczkiewicz W., *Problemy pomiarów rezystywności skośnej i powierzchniowej*, Materiały Joint IMEKO TC-1 & XXXIV MKM Conference 2002. Vol. III, Referaty grantowe, Wrocław, 2002, s. 92–102.
- [2] Lisowski M., Rzońca R., *Właściwości elektryczne tarflenu*, V Konferencja Naukowa: „Postępy w elektrotechnologii”, 2003. Prace Naukowe Instytutu Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 38, Konferencje nr 13, Oficyna Wydaw. Polit. Wroc., Wrocław, 2003, s. 137–142.
- [3] Madej. P., *Trójelektrodowy zestaw pomiarowy z dodatkowym pierścieniem do badania próbek materiałów izolacyjnych*, PAK, 2001, nr 5, s. 9–12.
- [4] Maryniak W.A., Uehara T., Noras M.A., *Surface resistivity and surface resistance measurements using a concentric ring probe technique*, Trek Application Note, 2003, No. 1005. www.trekinc.com.
- [5] IEC 93:1980 *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*.
- [6] IEC 167:1964 *Methods of test for the determination of the insulation resistance of solid insulating materials*.
- [7] PN-88/E-04405 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Pomiary rezystancji*.

- [8] PN-93/E-05203 *Ochrona przed elektrycznością statyczną. Materiały i wyroby stosowane w obiektach oraz strefach zagrożonych wybuchem. Metody badania oporu elektrycznego właściwego i oporu upływu.*
- [9] PN-EN 50014+AC:1997 *Urządzenia elektryczne w przestrzeniach zagrożonych wybuchem. Wymagania ogólne.*
- [10] ASTM D 257-99 *Standard test methods for dc resistance or conductance of insulating materials.*

7. Metody i układy pomiarowe dużych rezystancji

Normy IEC 93:1980 [18], PN-88/E-04405 [19], ASTM D 257-99 [20], a także klasyczna literatura [4, 14] dzielą metody pomiarów dużych rezystancji na:

- bezpośrednie, w których mierzoną rezystancję oblicza się z wyniku pomiaru napięcia i prądu, korzystając z prawa Ohma,
- porównawcze, w których mierzoną rezystancję porównuje się z rezystancją wzorcową lub pojemnością wzorcową, a wynik oblicza się na podstawie tego porównania.

Użyte tutaj określenie „metoda bezpośrednia” nie jest ściśle, ponieważ w metodach tych rezystancji nie mierzy się bezpośrednio, lecz pośrednio. Bezpośrednio mierzy się napięcie i prąd, a wyniki oblicza się z prawa Ohma. Ponieważ takie określenie stosuje się w cytowanych normach, więc będzie ono również w tym znaczeniu tu używane.

Metody bezpośrednie można podzielić na:

- galwanometryczne, w których do pomiaru prądu używa się galwanometru z bocznikiem Ayrtona’a,
- elektrometryczne, w których prąd mierzy się za pomocą elektrometrów.

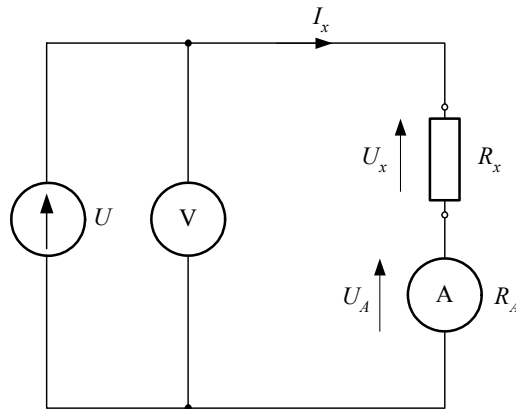
Metody porównawcze można podzielić na:

- galwanometryczne, w których porównuje się rezystancję mierzoną z rezystancją wzorcową (rys. 7.2.2),
- mostkowe, w których mierzoną rezystancję porównuje się z rezystancją wzorcową,
- ładowania i rozładowywania kondensatora wzorcowego, w których mierzoną rezystancję porównuje się z pojemnością wzorcową.

7.1. Metody bezpośrednie

Metody bezpośrednie pomiaru rezystancji, nazywane też technicznymi, są najczęściej stosowane w badaniach dielektryków [6, 12, 14, 18–20]. Zastosowanie tych prostych metod do pomiaru rezystancji skrośnej opisano w podrozdziale 5.1, a do pomia-

ru rezystancji powierzchniowej – w podrozdziale 6.1. Schemat podstawowego układu do pomiaru rezystancji taką metodą przedstawiono na rysunku 7.1.1.



Rys. 7.1.1. Podstawowy układ do pomiaru dużych rezystancji metodą bezpośrednią

W układzie tym woltmierz mierzy sumę spadków napięć na mierzonej rezystancji (U_x) i mierniku prądu (U_A). Mierzona rezystancja

$$R_x = \frac{U_x}{I_x} = \frac{U - I_x R_A}{I_x} = \frac{U}{I_x} - R_A. \quad (7.1.1)$$

Jeżeli mierzoną rezystancję obliczy się ze wzoru

$$R_x = \frac{U_x}{I_x}, \quad (7.1.2)$$

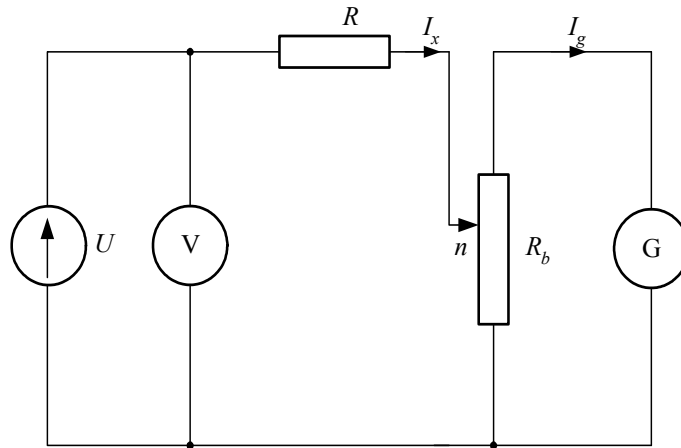
to popełnia się błąd metody

$$\Delta R_x = R_A. \quad (7.1.3)$$

Błąd ten jest pomijalnie mały, jeżeli $R_A \ll R_x$.

7.2. Metoda galwanometryczna

Podczas pomiarów dużych rezystancji metodą bezpośrednią (techniczną) mierzone prądy są bardzo małe, rzędu pA–nA. Do niedawna, a czasami i obecnie, takie małe prądy mierzono galwanometrami. Schemat układu pomiarowego z galwanometrem przedstawiono na rysunku 7.2.1.



Rys. 7.2.1. Układ do pomiaru dużych rezystancji metodą bezpośrednią z galwanometrem:
 G – galwanometr, R_b – bocznik Ayrtona, n – nastawa bocznika Ayrtona

Galwanometr jest włączony do układu przez dzielnik Ayrtona, który zarówno umożliwia rozszerzenie zakresu pomiarowego prądu, jak i zabezpiecza galwanometr przed uszkodzeniem przez nadmierny prąd. Przed włączeniem źródła napięcia bocznik Ayrtona powinien być całkowicie znieczulony ($n = 0$). Po włączeniu układu pomiarowego zwiększa się nastawę n dzielnika Ayrtona tak długo, aż uzyska się możliwie duże wskazanie na skali galwanometru. Prąd galwanometru

$$I_g = \alpha c_g, \quad (7.2.1)$$

gdzie:

c_g – stała galwanometru (A/dz),

α – wychylenie galwanometru w działkach (dz).

Mierzony prąd

$$I_x = n I_g, \quad (7.2.2)$$

gdzie n jest przekładnią dzielnika Ayrtona ($n = I_x/I_g$).

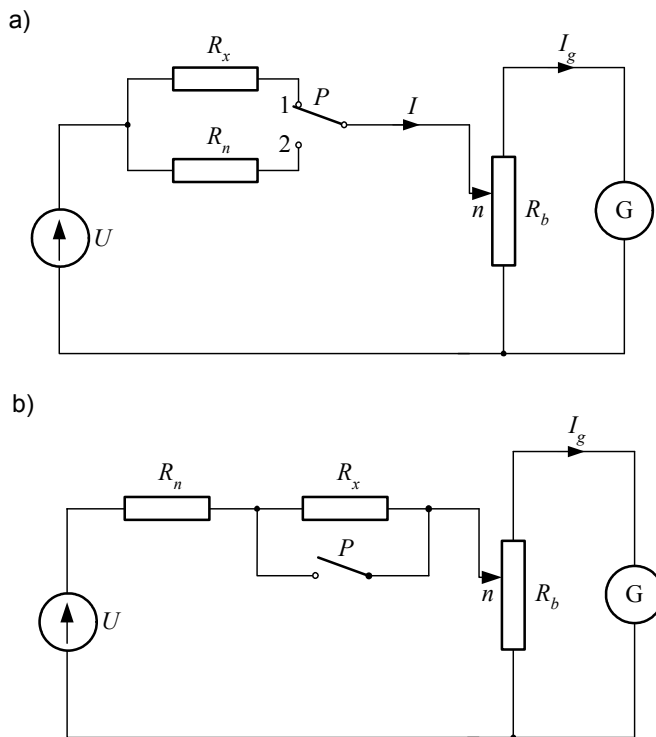
Mierzona rezystancja

$$R_x = \frac{U}{\alpha n c_g}. \quad (7.2.3)$$

Zakres pomiarowy tej metody jest ograniczony czułością galwanometru. Stosując najczulsze galwanometry o stałej 10^{-11} A/dz i napięcie zasilania $U = 1000$ V, można uzyskać maksymalny zakres pomiarowy rzędu 10^{12} Ω .

Dokładność tej metody jest niewielka, głównie z powodu dużej niedokładnej stałej galwanometru. Na ogół niepewności pomiaru rezystancji są nie mniejsze niż 20 %.

Dokładność metody galwanometrycznej można zwiększyć, stosując układy porównawcze z rezystorem wysokoomowym R_n [1, 19, 20] przedstawione na rysunku 7.2.2.



Rys. 7.2.2. Układy porównawcze do pomiarów dużych rezystancji z galwanometrem:
a) równoległy, b) szeregowy

Pomiar wykonuje się przy stałym napięciu U zawsze w dwóch etapach. W układzie przedstawionym na rysunku 7.2.2a, gdy przełącznik P znajduje się w położeniu 1, wtedy prąd płynący przez mierzony rezystor R_x

$$I_x = \alpha_x n_x c_g . \quad (7.2.4)$$

Jeżeli przełącznik P znajduje się w położeniu 2, to prąd płynący przez rezystor wzorcowy R_n

$$I_n = \alpha_n n_n c_g . \quad (7.2.5)$$

Napięcie na rezystorze R_x jest równe napięciu na rezystorze R_n i wynosi

$$U = I_n R_n = \alpha_n n_n c_g R_n . \quad (7.2.6)$$

Zatem mierzona rezystancja

$$R_x = \frac{U}{I_x} = R_n \frac{\alpha_n n_n}{\alpha_x n_x}. \quad (7.2.7)$$

Gdy w układzie przedstawionym na rysunku 7.2.2b wyłącznik P został wyłączony, mierzony rezystor R_x jest połączony szeregowo z rezystorem wzorcowym R_n , a prąd płynący w obwodzie

$$I_x = \frac{U}{R_x + R_n} = \alpha_x n_x c_g. \quad (7.2.8)$$

Po zwarciu mierzonego rezystora R_x wyłącznikiem P prąd płynący w obwodzie

$$I_n = \frac{U}{R_n} = \alpha_n n_n c_g. \quad (7.2.9)$$

Porównując wyrażenia (7.2.8) i (7.2.9), otrzymuje się

$$(R_x + R_n) \alpha_x n_x c_g = R_n \alpha_n n_n c_g. \quad (7.2.10)$$

Stąd

$$R_x = R_n \left(\frac{\alpha_n n_n}{\alpha_x n_x} - 1 \right). \quad (7.2.11)$$

Gdy $\frac{\alpha_n n_n}{\alpha_x n_x} > 100$, wtedy można zastosować wzór przybliżony

$$R_x = R_n \frac{\alpha_n n_n}{\alpha_x n_x}. \quad (7.2.12)$$

Z wyrażen (7.2.7) i (7.2.11) wynika, że aby określić wartość rezystancji mierzonej, nie trzeba koniecznie znać stałej galwanometru c_g .

Bardzo ważne jest, aby rezystancja izolacji wyłącznika P była dużo większa od mierzonej rezystancji R_x , dzięki czemu nie wpływałaby na wyniki pomiarów [18]. Bocznik Ayrtona powinien być tak dobrany, aby wychylenie galwanometru było możliwie największe.

Zakres pomiarowy ograniczony jest jednak przez czułość galwanometru i wynosi również ok. $10^{12} \Omega$, podobnie jak dla układu przedstawionego na rysunku 7.2.1. Natomiast dokładność tej metody porównawczej jest znacznie większa, ponieważ nie ogranicza jej niedokładność stałej galwanometru. Niepewność pomiaru rezystancji R_x zależy od niepewności rezystora wzorcowego R_n , niepewności przekładni dzielnika Ayrtona n_x i n_n oraz niepewności odczytu wskazań galwanometru α_x i α_n . Osiągane niepewności pomiaru rezystancji są nie mniejsze niż 5 %.

Metody galwanometryczne wychodzą już z użycia i to nie tylko ze względu na ograniczony zakres pomiarowy (do $10^{12} \Omega$), ale przede wszystkim ze względu na niewygodny w użytkowaniu galwanometr. Stosowane najczulsze galwanometry są wrażliwe na wstrząsy, więc wymagają umieszczenia na specjalnych konsolach na ścianie w znacznej odległości od skali. Aby poprawić widoczność plamki na skali, pomieszczenie trzeba częściowo przyciemnić. Długie stałe czasowe galwanometru utrudniają pomiary. Największą wadą galwanometru jest jednak jego mała odporność na przeciążenie. Nieostrożna lub nieumiejętna obsługa układu pomiarowego bardzo często jest przyczyną uszkodzenia galwanometru. Nadmierny prąd powoduje przepalenie taśmy, na której wisi ramka galwanometru, i trwałe jego uszkodzenie.

We współczesnych układach pomiarowych galwanometr z bocznikiem Ayrtona zastępuje się pikoamperomierzem.

7.3. Metody elektrometryczne

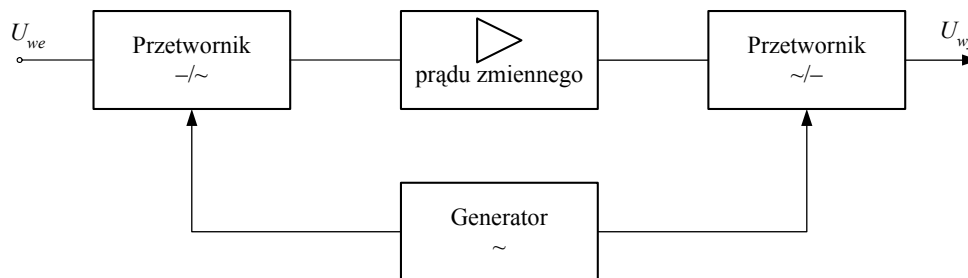
Elektrometry umożliwiają pomiary bardzo małych prądów, znacznie mniejszych niż galwanometry, i w układach pomiarowych dużych rezystancji włącza się je w miejsce galwanometru z bocznikiem Ayrtona.

Elektrometry są przyrządami, które na wejściu mają wzmacniacze napięcia stałego o bardzo dużej rezystancji wejściowej [3]. W zależności od rodzaju zastosowanych wzmacniaczy elektrometry można podzielić na:

- elektrometry ze wzmacniaczem o sprzężeniu galwanicznym (bez przetwarzania),
- elektrometry ze wzmacniaczem przetwarzającym napięcie stałe na zmienne.

Wzmacniacze napięcia stałego bez przetwarzania charakteryzują się dużym dryfem zera [11]. Elektrometry z takimi wzmacniaczami należy przed pomiarem wyzerować. Jeżeli czas pomiaru jest długi, to do wskazań może być dodany sygnał dryfu, co powoduje błąd pomiaru. Sygnał dryfu jest tym większy, im większe jest wzmocnienie wzmacniacza, a więc największy dla najmniejszych mierzonych prądów, czyli największych mierzonych rezystancji. Tego typu wzmacniacze z wejściami zawierającymi tranzystory polowe typu FET lub MOSFET są stosowane w miernikach stosunkowo tanich, mało dokładnych, o nienajwyższych zakresach pomiarowych rezystancji.

We wzmacniaczach z przetwarzaniem napięcia stałego na zmienne napięcie stałe przed wzmocnieniem jest przetwarzane na napięcie zmienne. Następnie napięcie to jest wzmacniane we wzmacniaczu napięcia zmiennego, a następnie przetwarzane na napięcie stałe. Schemat takiego wzmacniacza przedstawiono na rysunku 7.3.1.



Rys. 7.3.1. Schemat wzmacniacza z przetwarzaniem napięcia stałego na zmienne

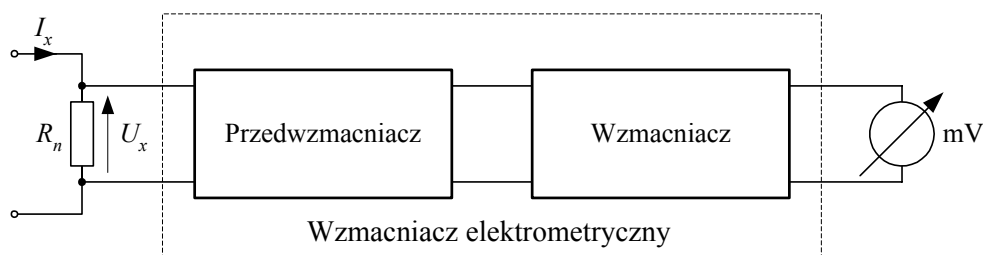
Przetworniki napięcia stałego na zmienne (-/~) i napięcia zmiennego na stałe (~/-) są sterowane z generatora napięcia zmiennego.

W starszych rozwiązaniach konstrukcyjnych wzmacniaczy z przetwarzaniem stosowano elektromechaniczne, najczęściej wibracyjne, przetworniki napięcia stałego na zmienne. Ciągła mechaniczna praca tych przetworników powoduje zużycie styków i zmęczenie materiału sprężynującego, co w konsekwencji prowadzi do nieprawidłowej pracy przetwornika lub jego uszkodzenia.

We współczesnych wzmacniaczach z przetwarzaniem stosuje się elektroniczne układy przełączające, tzw. modulatory, często zawierające warikapki (pojemności sterowane napięciem). Wzmacniacze takie, obecnie dostępne w postaci zintegrowanych układów scalonych, są nazywane wzmacniaczami instrumentalnymi [8].

W elektrometrach wzmacniacze z przetwarzaniem współpracują z wejściowymi niskoszumowymi przedwzmacniaczami, najczęściej o wzmocnieniu 1 (wtórniki napięciowymi), które zapewniają bardzo dużą impedancję wejściową (rys. 7.3.2).

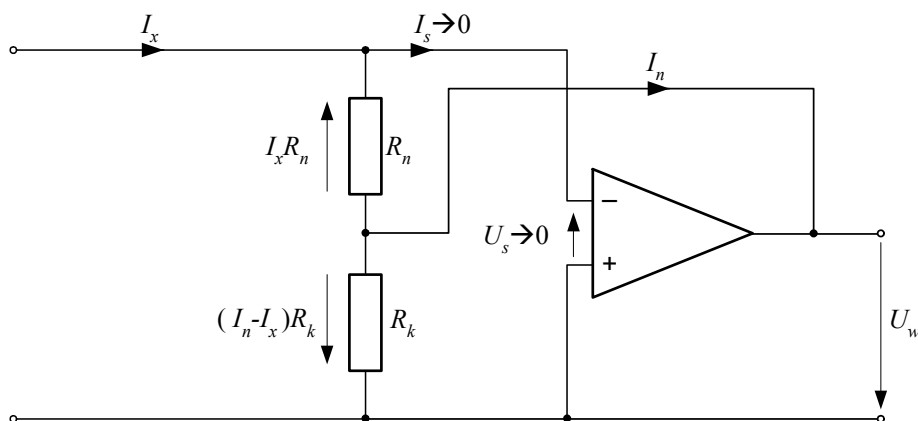
W najprostszym sposobie pomiaru prądu można dokonać, mierząc spadek napięcia na rezystorze wzorcowym [12], jak pokazano na rysunku 7.3.2.



Rys. 7.3.2. Pomiar prądu z użyciem wzmacniacza elektrometrycznego z wejściem napięciowym

Najniższa wartość napięcia wejściowego wzmacniacza zależy od poziomu szumów i na ogół nie jest mniejsza niż 1 mV. Chcąc zmierzyć prąd 10^{-15} A, należałoby włączyć w obwód prądowy rezystor wzorcowy $R_n = 10^{12} \Omega$. Tak duża rezystancja wej-

ściowa miernika prądu spowodowałyby bardzo duży błąd metody pomiaru (zobacz podrozdział 7.1). Błąd ten można teoretycznie znacznie zredukować, stosując układ kompensacji napięcia w sposób opisany w normach ASTM D 257-99 [20], PN-88/E-04405 [19] i książce Sicińskiego [14]. Metoda ta jest bardzo niewygodna w realizacji i praktycznie się jej nie stosuje. Dlatego nie będzie ona tu opisywana. Zamiast tego układu kompensacyjnego powszechnie stosuje się wzmacniacze elektrometryczne z wejściem prądowym, które uzyskuje się przez sprzężenie zwrotne. Schemat takiego wzmacniacza pokazano na rysunku 7.3.3.



Rys. 7.3.3. Schemat wzmacniacza z wejściem prądowym uzyskany przez sprzężenie zwrotne na rezystorach R_n i R_k

Jeżeli prąd wejściowy wzmacniacza $I_s \rightarrow 0$ (czyli $I_s \ll I_x$) oraz napięcie wejściowe wzmacniacza $U_s \rightarrow 0$ (wzmacniacz o bardzo dużym wzmocnieniu), to następuje kompensacja napięć na rezystorach R_n i R_k , czyli

$$I_x R_n = (I_n - I_x) R_k = U_w. \quad (7.3.1)$$

Stąd mierzony prąd

$$I_x = \frac{U_w}{R_n}. \quad (7.3.2)$$

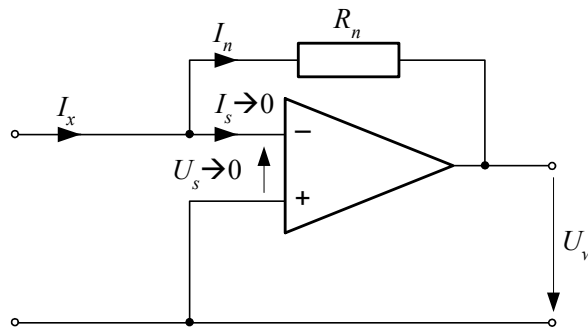
Rezystancja wejściowa takiego miernika prądu

$$R_A = \frac{U_s}{I_x} = \frac{U_s}{U_w} R_n = \frac{1}{k_u} R_n. \quad (7.3.3)$$

Im większe jest wzmocnienie napięciowe wzmacniacza k_u , tym mniejsza jest rezystancja wejściowa miernika. Jeśli zastosuje się wzmacniacz elektrometryczny o

wzmocnieniu $k_u = 10^6$, to dla najmniejszych zakresów prądowych przy $R_n = 10^{12} \Omega$ uzyskuje się rezystancję wejściową $R_A = 10^6 \Omega$.

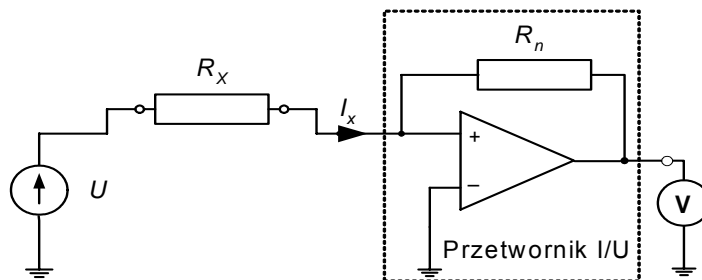
Ze wzoru (7.3.2) wynika, że mierzony prąd I_x nie zależy od wartości rezystora R_k . Rezystor R_k obciąża jedynie wyjście wzmacniacza. Ażeby to obciążenie było jak najmniejsze, rezystancja R_k powinna być bardzo duża, najlepiej $R_k \rightarrow \infty$. Jeżeli $R_k \rightarrow \infty$, czyli rezystora R_k nie ma, to układ z rysunku 7.3.3 przekształci się w układ przedstawiony na rysunku 7.3.4.



Rys. 7.3.4. Schemat przetwornika prądu na napięcie (I/U) ze sprzężeniem zwrotnym zrealizowanym przez rezystor R_n

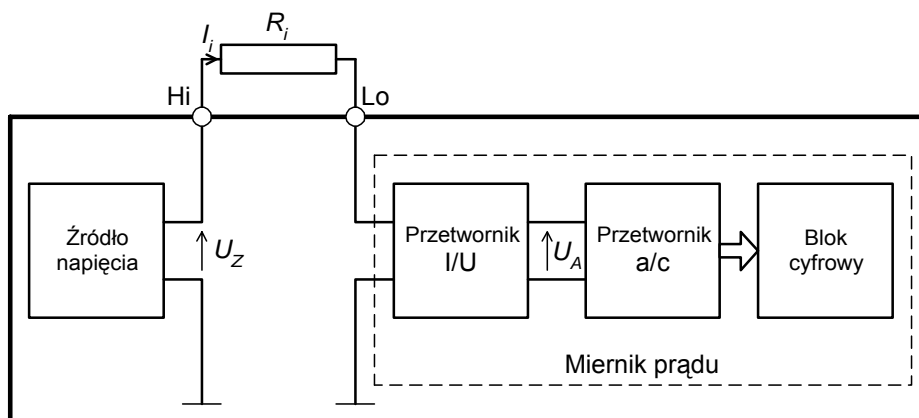
W układach do pomiarów dużych rezystancji wzmacniacze elektrometryczne prawie zawsze pracują w układzie sprzężenia przedstawionym na rysunku 7.3.4 [5, 6, 7]. Pełnią one rolę przetwornika prądu na napięcie (I/U).

Mierniki dużych rezystancji oprócz elektrometrycznego miernika prądu są wyposażone w wewnętrzne źródło napięcia pomiarowego U . Na wyjściu przetwornika I/U napięcie U_w może być mierzone miernikiem analogowym [9] lub cyfrowym [10]. Schemat analogowego miernika do pomiaru dużych rezystancji przedstawiono na rysunku 7.3.5. Zakresy pomiarowe miernika zmienia się, zmieniając rezystancję sprzężenia zwrotnego R_n . Podziałka wyjściowego miernika analogowego jest zwykle wyskalowana w jednostkach rezystancji i ma charakter hiperboliczny [5].

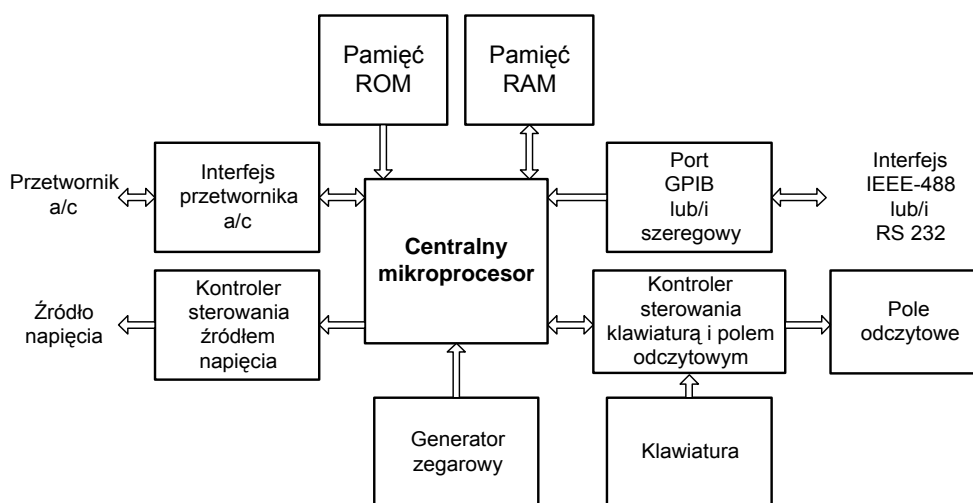


Rys. 7.3.5. Schemat ideowy analogowego miernika dużych rezystancji

Mierniki cyfrowe dużych rezystancji na wyjściu przetwornika I/U mają podłączony przetwornik analogowo-cyfrowy (a/c), a na jego wyjściu – blok cyfrowy [10]. Schemat ideowy cyfrowego miernika dużych rezystancji przedstawiono na rysunku 7.3.6, a bloku cyfrowego – na rysunku 7.3.7.



Rys. 7.3.6. Schemat ideowy miernika cyfrowego dużych rezystancji



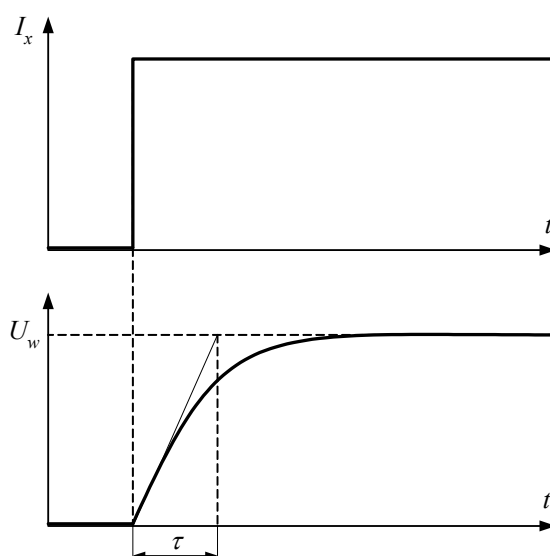
Rys. 7.3.7. Schemat bloku cyfrowego miernika dużych rezystancji

Zasadniczą częścią bloku cyfrowego jest specjalistyczny mikrokomputer. Składa się on z centralnego mikroprocesora, generatora zegarowego, pamięci RAM i ROM, interfejsu przetwornika a/c, kontrolera sterowania źródłem napięcia, kontrolera sterowania klawiaturą i pola odczytowego, portu interfejsu równoległego lub/i szeregowego.

go. Mikrokomputerowa struktura przyrządu umożliwia jego wielofunkcyjną pracę, samoczynne obliczenia, kompensację offsetu, sterowanie z płyty czołowej lub zewnętrznego komputera podłączonego przez interfejs, zapamiętywanie i przesyłanie danych do zewnętrznego komputera.

Najdokładniejszym miernikiem elektrometrycznym o największym zakresie pomiarowym (do $10^{18} \Omega$) dużych rezystancji, dostępnym na rynku, jest elektrometr – miernik dużych rezystancji firmy Keithley, model 6517A.

Elektrometry, podobnie jak i inne mierniki, mają własną stałą czasową τ opóźniającą wskazania, co pokazano na rysunku 7.3.8.



Rys. 7.3.8. Odpowiedź elektrometrycznego miernika prądu na wymuszenie jednostkowe

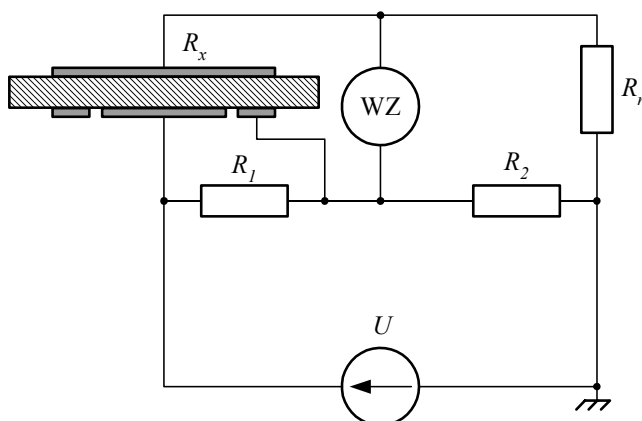
Im większa jest rezystancja R_n , czyli im mniejszy jest mierzony prąd I_x , tym większe są stałe czasowe τ . Stała czasowa miernika τ ma istotne znaczenie dla pomiarów prądu nieustalonego dielektryków podczas pomiarów nieustalonych wartości rezystancji. Może ona zafałszowywać charakterystyki rzeczywiste. Zjawisko to eliminuje się, tak ustalając stałą czasową miernika, aby była ona dużo mniejsza od stałej czasowej charakterystyki badanego dielektryka.

7.4. Metody mostkowe

W mostkach czteroramiennych Wheatstone'a (rys. 7.4.1) mierzoną rezystancję oblicza się ze wzoru:

$$R_x = R_n \frac{R_1}{R_2}. \quad (7.4.1)$$

Rezystancja mierzona R_x nie powinna się zbytnio różnić od rezystancji wzorcowej R_n , aby nie obniżyć czułości mostka. Nawet gdy R_x jest zbliżona do R_n , to i tak jego czułość jest ograniczona dużymi wartościami tych rezystancji. Ponadto rezystancja izolacji bocznikuje porównywane rezystory R_x i R_n . Jej wpływ można zmniejszyć przez zastosowanie dodatkowej gałęzi Wagnera.



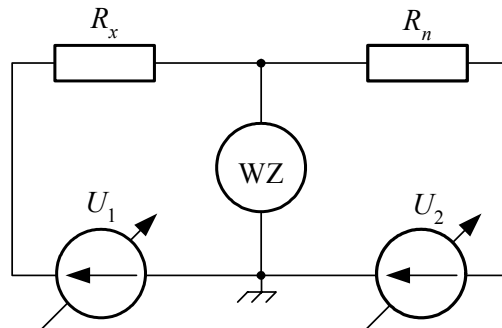
Rys. 7.4.1 Mostek Wheatstone'a mierzący rezystancję skrośną

Ponadto w mostkach tych nie można jednocześnie uziemić źródła i wskaźnika równowagi, co czyni ten układ podatnym na zakłócenia. Aby wyeliminować prąd powierzchniowy, podczas pomiaru rezystancji skrośnej elektrodę ochronną łączy się nie z masą źródła, ale z zaciskiem wskaźnika zera (galwanometru), jak pokazano na rysunku 7.4.1. Podczas pomiaru rezystancji powierzchniowej połączenia wykonuje się w analogiczny sposób.

Ze względu na zmniejszanie się czułości układu pomiarowego ze wzrostem mierzonych rezystancji i brak możliwości równoczesnego uziemienia wskaźnika zera i źródła napięcia, zakres pomiarowy mostków Wheatstone'a na ogół nie przekracza $10^{10} \Omega$.

Wskaźnik zera i źródło napięcia można równocześnie uziemić w mostku z dwoma źródłami napięć włączonymi w miejsce rezystorów R_1 i R_2 [13, 15, 16]. Schemat takiego mostka przedstawiono na rysunku 7.4.2. Mierzona rezystancja

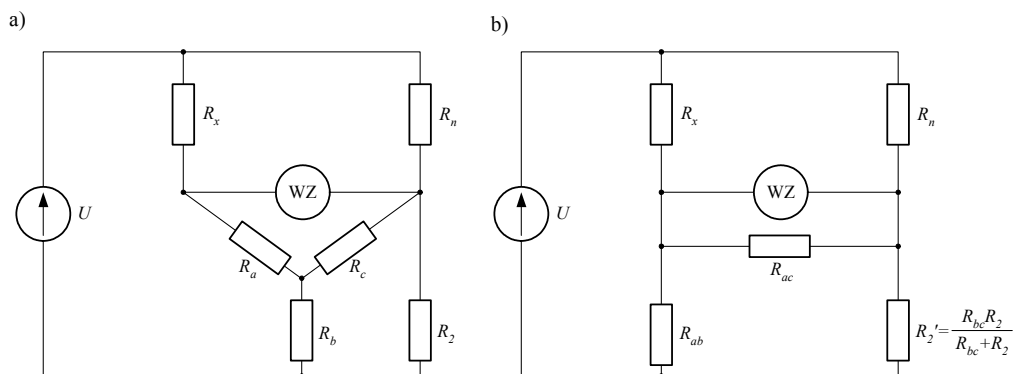
$$R_x = R_n \frac{U_1}{U_2}. \quad (7.4.2)$$



Rys. 7.4.2. Mostek z dwoma źródłami napięć

Aby zrównoważyć mostek, zmienia się jedno z napięć. Ponieważ najczęściej pomiary wykonuje się przy zadanym napięciu U_1 , więc układ równoważy się, zmieniając napięcie U_2 . Najwygodniej jest zastosować kalibrowane źródła napięć. Jeżeli nie są one kalibrowane, ale wystarczająco stabilne, to wartości napięć U_1 i U_2 można zmierzyć po zrównoważeniu układu. Charakterystyczną cechą tego układu jest wspólny punkt źródeł U_1 i U_2 oraz wskaźnika zera G, który można uziemić. Pomysł takiego układu pomiarowego jest dość stary, ale dawniej brak było wysoko stabilnych regulowanych źródeł napięcia. Obecnie powszechna dostępność bardzo stabilnych źródeł napięcia sterowanych cyfrowo, tak zwanych kalibratorów, umożliwia łatwą realizację tego układu. Zakres pomiarowy tego mostka może osiągać wartości do $10^{14} \Omega$, a niepewność pomiaru – nawet 1 %.

Duże rezystancje można mierzyć mostkiem sześcioramiennym [3, 13] przedstawionym na rysunku 7.4.3.



Rys. 7.4.3. Mostek sześcioramienny do pomiaru dużych rezystancji (a) i jego przekształcenie w mostek czteroramienny (b)

Rezystancje zastępcze

$$R_{ab} = R_a + R_b + \frac{R_a \cdot R_b}{R_c}, \quad (7.4.3)$$

$$R_{bc} = R_b + R_c + \frac{R_b \cdot R_c}{R_a}. \quad (7.4.4)$$

Jeśli $R_c \ll R_a$ i $R_c \ll R_b$, to rezystancja R_{ab} może osiągać wartości dużo większe od sumy $R_a + R_b$.

W stanie równowagi

$$R_x = R_n \frac{R_{ab}}{R'_2}. \quad (7.4.5)$$

Osiągalny zakres mostka sześcioramiennego wynosi $10^{16} \Omega$ przy niepewności pomiaru ok. 2–5 %.

Metody mostkowe umożliwiają pomiar rezystancji ustalonej z dość dużą dokładnością. Nie nadają się jednak do pomiaru rezystancji nieustalonej. Z tego względu używa się ich przeważnie do wzorcowania rezystorów wysokoomowych, a rzadko kiedy do pomiarów rezystancji skrośnej. Mostki są nieprzydatne do pomiaru rezystancji powierzchniowej, ponieważ jest ona najczęściej mierzona jako nieustalona po 1 minucie.

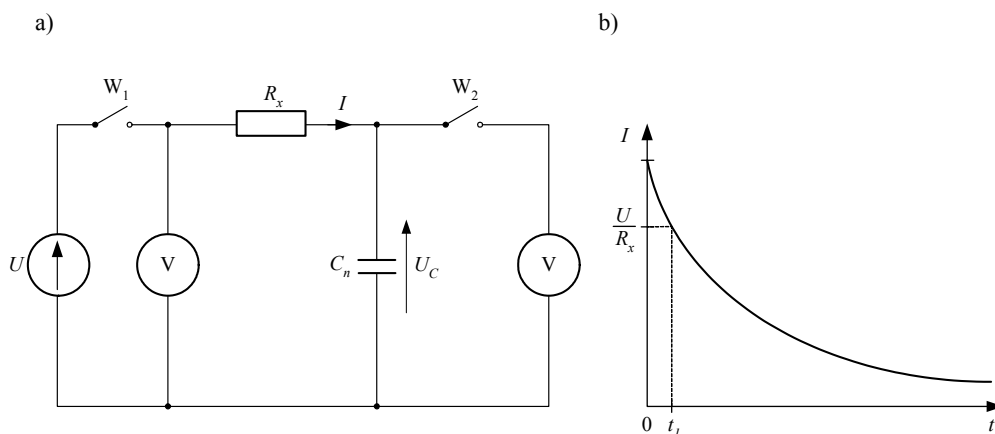
7.5. Metody pomiaru rezystancji przez porównanie z pojemnością kondensatora

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, 14, 17]. Schemat układu pomiarowego z ładowaniem kondensatora przedstawiono na rysunku 7.5.1.

Jeżeli pojemność pasożytnicza 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 rozwarty) prąd ładowania kondensatora C_n , płynący przez rezystor R_x , jest funkcją czasu t i wynosi

$$I = \frac{U}{R_x} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (7.5.1)$$

gdzie $\tau = C_n R_x$ jest stałą czasową ładowania kondensatora C_n .



Rys. 7.5.1. Schemat układu do pomiaru dużych rezystancji metodą ładowania kondensatora wzorcowego (a) i charakterystyka prądu ładowania tego kondensatora (b)

Ładunek zgromadzony na kondensatorze w czasie t_1

$$Q = \int_0^{t_1} I dt = \frac{U}{R_x} \int_0^{t_1} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) dt. \quad (7.5.2)$$

Jeżeli czas t_1 jest krótki ($t_1 \ll \tau$), to – nie popełniając większego błędu – można dla uproszczenia założyć, że w tym czasie prąd $I = \text{const}$. Wówczas równanie całkowe (7.5.2) przyjmie postać

$$Q = -\frac{U}{R_x} \tau \left[\exp\left(-\frac{t_1}{\tau}\right) - 1 \right]. \quad (7.5.3)$$

Gdy $t_1 \ll \tau$, wtedy $\exp\left(-\frac{t_1}{\tau}\right) \rightarrow 1 - \frac{t_1}{\tau}$. Zatem wyrażenie (7.5.3) uprości się do postaci

$$Q = -\frac{U}{R_x} t_1. \quad (7.5.4)$$

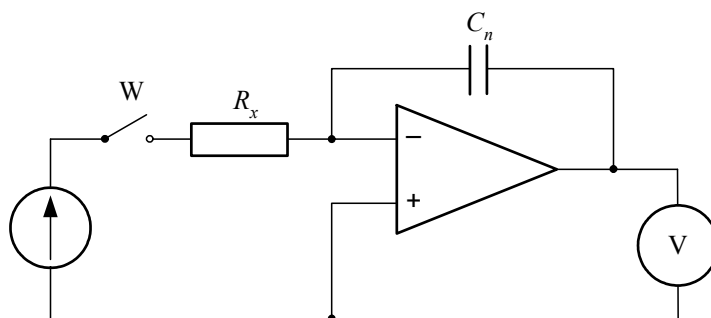
Po czasie t_1 na krótko włącza się wyłącznik W_2 i woltmierz o bardzo dużej rezystancji wejściowej (elektrostatyczny lub elektrometryczny) mierzy na kondensatorze C_n napięcie U_c . Napięcie to umożliwia wyznaczenie ładunku zgromadzonego na kondensatorze C_n z zależności:

$$Q = C_n U_C. \quad (7.5.5)$$

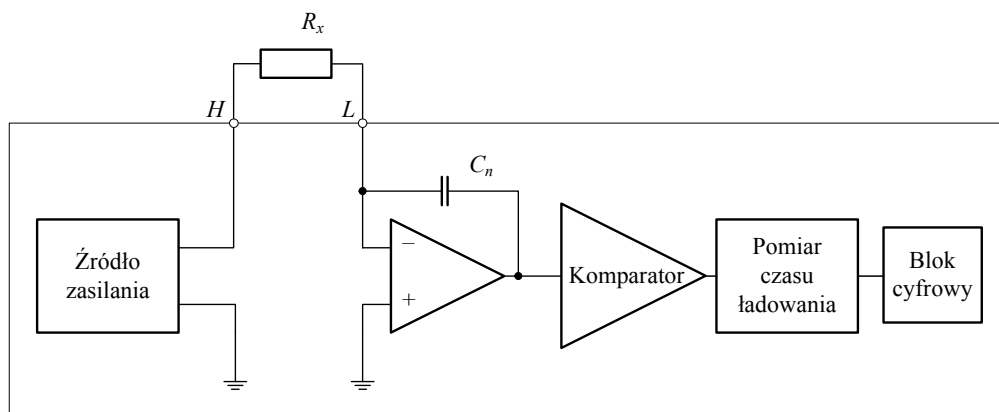
Z porównania zależności (7.5.4) i (7.5.5) otrzymuje się wzór określający mierzoną rezystancję

$$R_x = \frac{U t_1}{C_n U_C}. \quad (7.5.6)$$

We współczesnych przyrządach pomiarowych metoda ta jest realizowana w układzie z kondensatorem włączonym w sprzężenie zwrotne wzmacniacza operacyjnego (integratora). Zastosowanie wzmacniacza operacyjnego umożliwia wyeliminowanie wyłącznika W_2 (zobacz rysunek 7.5.1). Schemat takiego układu przedstawiono na rysunku 7.5.2. Pomiar przebiegają identycznie jak w układzie bez wzmacniacza operacyjnego, a mierzoną rezystancję oblicza się ze wzoru (7.5.6).



Rys. 7.5.2. Schemat układu do pomiaru dużych rezystancji metodą ładowania kondensatora w sprzężeniu zwrotnym integratora



Rys. 7.5.3. Schemat miernika cyfrowego opartego na metodzie ładowania kondensatora wzorcowego

Metoda pomiaru dużych rezystancji przez ładowanie kondensatora w sprzężeniu zwrotnym integratora jest stosowana z użyciem bardzo dokładnych mierników cyfrowych dużych rezystancji kanadyjskiej firmy Guildline, model 6500A [1, 2]. Schemat ideowy takiego miernika przedstawiono na rysunku 7.5.3.

Wszystkie operacje wykonuje sterownik mikroprocesorowy. Komparator eliminuje potrzebę ręcznego testowania poziomu napięcia na kondensatorze wzorcowym. Zliczanie impulsów generatora taktującego zaczyna się od momentu przekroczenia dolnej wartości progu komparatora i trwa do osiągnięcia wartości górnej. Liczba impulsów jest miarą czasu ładowania kondensatora C_n , na podstawie którego mikroprocesor w bloku cyfrowym oblicza wartość mierzonej rezystancji z zależności [2]

$$R = \frac{U \cdot \Delta t}{C_n \cdot \Delta U_c}, \quad (7.5.7)$$

w której:

U – napięcie źródła zasilania,

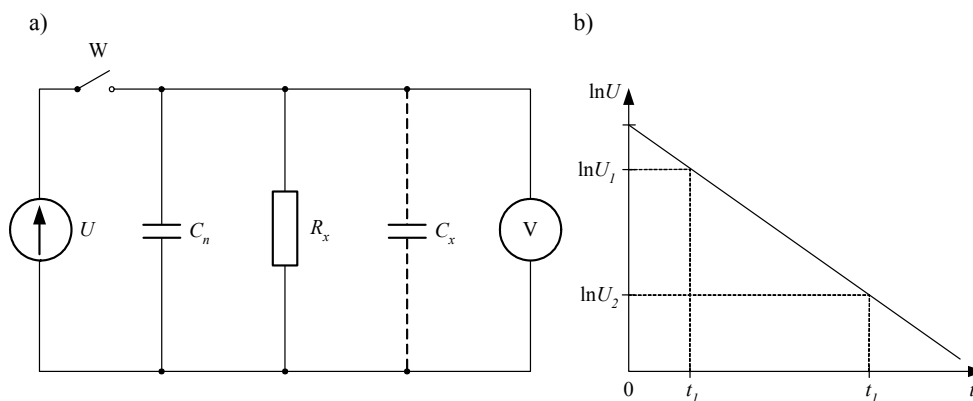
C_n – pojemność kondensatora wzorcowego,

Δt – czas zmierzony między impulsami wyzwalającymi komparatora,

ΔU_c – wartość przyrostu napięcia na kondensatorze, powodującego zadziałanie komparatora.

Ponieważ w czasie pomiaru U , C_n i U_c są wartościami stałymi, więc czas Δt jest proporcjonalny do wartości mierzonej rezystancji R_x .

Wadą tej metody pomiaru dużych rezystancji jest to, że nie uwzględnia ona pojemności C_x mierzonego rezystora, co dla długich stałych czasowych rezystorów o dużych wartościach może fałszować wyniki pomiarów.



Rys. 7.5.4. Schemat układu do pomiaru rezystancji metodą rozładowania kondensatora (a) i wykres zaniku napięcia na kondensatorze C_n w skali logarytmicznej (b)

Inny sposób realizacji metody porównania wartości rezystancji z pojemnością kondensatora, polegający na pomiarze czasu rozładowania kondensatora o znanej pojemności C_n przez mierzoną rezystancję R_x [3, 12], przedstawiono na rysunku 7.5.4.

Napięcie rozładowania kondensatora maleje wykładniczo w funkcji czasu według zależności

$$U(t) = U_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (7.5.8)$$

gdzie:

U_0 – napięcie początkowe,

$\tau = R_x C_n$ – stała czasowa rozładowania kondensatora.

W skali logarytmicznej charakterystyka ta jest liniowa (rys. 7.5.4. b).

Między napięciem U_2 w czasie t_2 a napięciem U_1 w czasie t_1 zachodzi więc związek:

$$U_2 = U_1 \exp\left(-\frac{t_2 - t_1}{\tau}\right). \quad (7.5.9)$$

Logarytmując stronami wyrażenie (7.5.9), otrzymuje się:

$$\ln U_2 = \ln U_1 - \frac{t_2 - t_1}{\tau}. \quad (7.5.10)$$

Stąd

$$\tau = R_x C_n = \frac{t_2 - t_1}{\ln \frac{U_1}{U_2}}. \quad (7.5.11)$$

Zatem zmierzona rezystancja

$$R_x = \frac{t_2 - t_1}{C_n \ln \frac{U_1}{U_2}}. \quad (7.5.12)$$

Kondensator C_n powinien być bezstratny, a pojemność mierzonej rezystancji $C_x \ll C_n$. Jeżeli pojemność mierzonego rezystora C_x nie jest pomijalnie mała w porównaniu z pojemnością C_n , to jako pojemność C_n należy traktować sumaryczną wartość obu pojemności.

W metodach ładowania i rozładowania kondensatora zakłada się, że rezystancja nie zależy od czasu. Błąd pomiaru spowodowany tym założeniem 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 są duże, warunek ten jest trudny do spełnienia i pomiary bardzo dużych rezystancji o bardzo długich stałych czasowych mogą być obciążone bardzo dużymi błędami.

Metody ładowania i rozładowania kondensatora umożliwiają pomiary tylko wartości ustalonych rezystancji i nie mogą być stosowane do pomiarów rezystancji niestabilnych skrośnych i powierzchniowych.

Literatura

- [1] Guildline: *Programmable digital teraohmmeter 6500A*. www.guildline.com/C6500A.htm
- [2] Guildline: *Technical manual for model 6500 digital teraohmmeter*.
- [3] Iljukowicz A.M., *Technika elektrometrii*, Energia, Moskwa, 1976.
- [4] Iljukowicz A.M., *Izmerenije bolszich soprotiwlenij*, Energia, Moskwa, 1971.
- [5] Kłos Z., Madej P., *Elektroniczny megaomierz analogowy typ EMA-I*, PAK, 1994, nr 1, s. 3–5.
- [6] Kłos Z., Madej P., *Analogowe metody pomiaru wielkich rezystancji*, Normalizacja, 1993, nr 3, s. 23–27.
- [7] Kłos Z., Madej P., Zborucki A., *Uniwersalny megaomierz elektroniczny typu KMZ-2/86*, PAK, 1988, nr 11, s. 237–238.
- [8] Kędzia J., Skubis J., Włóczyk A., Wolny S., *Laboratorium materiałoznawstwa elektrycznego*, Ofic. Wyd. Politechniki Opolskiej, Opole, 1998.
- [9] Lisowski M., *Metody wzorcowania analogowych mierników bardzo dużych rezystancji*, PAK, 2003, nr 6, s. 10–14.
- [10] Lisowski M., *Problemy wzorcowania cyfrowych mierników bardzo dużych rezystancji*, Materiały konferencji naukowo-technicznej PPM'01 wydane przez PAN, Oddział w Katowicach, Gliwice, 2001, s. 365–372.
- [11] Nadachowski M., Kulka Z., *Analogowe układy scalone*, WKŁ, Warszawa, 1986.
- [12] Roskosz R. i in., *Miernictwo elektryczne. Laboratorium*, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk, 2001.
- [13] Sauer H.A., *The design, construction and performance of a wide range of DC conductance bridge*, IEEE Trans. on Instrumentation and Measurement, Vol. IM-14 (1965), No. 3, pp. 142–145.
- [14] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1968.
- [15] Tieplinskij A.M., *Mosty dla izmierenija wysokoornych soprotiwienij i małych postojannyh tokow*, Energia, Leningrad, 1970.
- [16] Tieplinskij A.M., *Pogresznosti izmierenija wysokoornych soprotiwienij pri pomoszczi mostow postojannogo toka*, Izmieritel'naja Technika, 1966, nr 5, s. 43–45.
- [17] Tsao S.H., *An accurate semiautomatic technique of measuring high resistance*, IEEE Trans. on Instrumentation and Measurement, Vol. IM-16 (1967), No. 3, pp. 320–325.
- [18] IEC 93:1980 *Methods of test for volume resistivity and surface resistivity of solid electrical insulating materials*.
- [19] PN-88/E-04405 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Pomiary rezystancji*.
- [20] ASTM D 257-99 *Standard test methods for dc resistance or conductance of insulating materials*.

8. Pomiary przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych

W podrozdziale 2.1 wykazano, że umieszczenie dielektryka między elektrodami kondensatora próżniowego o pojemności C_o powoduje wzrost jego pojemności do wartości C_x . Ze wzoru (2.1.1) wynika, że względna przenikalność elektryczna

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_o}. \quad (8.1)$$

Według definicji podanej w normach IEC 250 [3] i PN-86/E-04403 [4] względna przenikalność elektryczna ε_r materiału izolacyjnego wyraża się stosunkiem pojemności C_x kondensatora, w którym przestrzeń między elektrodami i wokół elektrod jest całkowicie wypełniona materiałem izolacyjnym, do pojemności C_o tych samych elektrod w próżni. Względna przenikalność elektryczna ε_r suchego powietrza wolnego od dwutlenku węgla i przy normalnym ciśnieniu atmosferycznym wynosi 1,00053. Określając zatem względną przenikalność elektryczną ε_r , zamiast pojemności między elektrodami w próżni można z dostateczną dokładnością przyjąć pojemność kondensatora powietrznego.

Przenikalność elektryczna materiału izolacyjnego

$$\varepsilon = \varepsilon_o \varepsilon_r, \quad (8.2)$$

gdzie:

ε_r – względna przenikalność materiału,

$\varepsilon_o = 8,854 \cdot 10^{-12}$ F/m = 0,08854 pF/cm $\approx (1/36\pi) \cdot 10^{-9}$ F/m – przenikalność próżni [3].

W rozdziale 3 wykazano, że względna przenikalność elektryczna przy prądzie przemiennym jest wielkością zespoloną

$$\underline{\varepsilon}_r = \varepsilon' - j\varepsilon'' , \quad (8.3)$$

a dla małych kątów strat δ

$$\varepsilon' = \varepsilon_r. \quad (8.4)$$

Stosunek ε'' do ε' jest współczynnikiem strat dielektrycznych

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}. \quad (8.5)$$

Współczynnik $\operatorname{tg} \delta$ można również obliczyć ze wzorów:

- dla zastępczego układu równoległego kondensatora stratnego (rys. 3.1)

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{1}{\omega C_x R_r} = \frac{G}{\omega C_x}, \quad (8.6)$$

gdzie G jest przewodnością materiału,

- dla zastępczego układu szeregowego (rys. 3.2)

$$\operatorname{tg} \delta = \omega C_s R_s. \quad (8.7)$$

8.1. Obliczanie pojemności geometrycznej C_o i pojemności brzegowych

Na badany dielektryk stały nanosi się elektrody przewodzące opisane w podrozdziale 4.2. Z tego typu elektrod nie można usunąć dielektryka i zmierzyć pojemność kondensatora próżniowego lub powietrznego. Dlatego pojemność równoważnego kondensatora próżniowego oblicza się na podstawie wymiarów geometrycznych elektrod. Badany dielektryk wypełnia tylko przestrzeń między elektrodami, a nie ma go w przestrzeni wokół elektrod, jak podaje definicja w normach IEC 250 [3] i PN-86/E-04403 [4]. Pole elektryczne nie zamyka się tylko między elektrodami pomiarowymi, ale także w przestrzeni wokół próbki, a na krawędziach elektrod ulega zniekształceniu [2] (rys. 8.1.1). Kondensator pomiarowy utworzony przez nałożenie elektrod na próbkę dielektryka ma trzy pojemności C_{gx} , C_{bx} , C_r . Mierzona pojemność kondensatora dwuelektrodowego z dielektrykiem (rys. 8.1.1) jest sumą trzech cząstkowych pojemności

$$C_x = C_{gx} + C_{bx} + C_r, \quad (8.1.1)$$

gdzie:

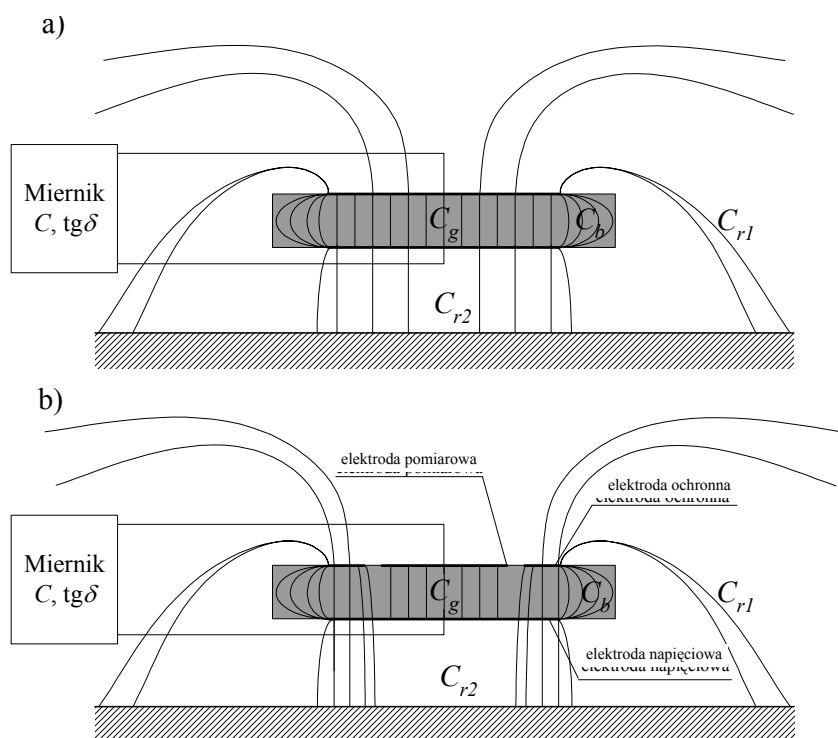
C_{gx} – pojemność geometryczna kondensatora z dielektrykiem,

C_{bx} – pojemność brzegowa kondensatora z dielektrykiem,

C_r – pojemność rozproszenia.

Na pojemność rozproszenia C_r składają się szeregowo połączone pojemności rozproszenia C_{r1} i C_{r2} każdej z elektrod kondensatora pomiarowego, zatem

$$C_r = \frac{C_{r1} C_{r2}}{C_{r1} + C_{r2}}. \quad (8.1.2)$$



Rys. 8.1.1. Rozkład pola elektrycznego i pojemności kondensatora:
a) dwuelektrodowego, b) trójelektrodowego

Gdyby usunąć dielektryk z mierzonego kondensatora, jego pojemność wynosiłaby

$$C_o = C_{go} + C_{bo} + C_r, \quad (8.1.3)$$

gdzie:

C_{go} – pojemność geometryczna kondensatora powietrznego,

C_{bo} – pojemność brzegowa kondensatora powietrznego.

Kondensator powietrzny i kondensator z dielektrykiem mają tę samą pojemność rozproszenia C_r .

Zastosowanie wokół elektrody pomiarowej elektrody ochronnej (rys. 8.1.1b) i takie jej połączenie w układzie pomiarowym (najczęściej uziemienie), żeby wyeliminować z pomiaru pojemność brzegową C_b , umożliwia sprowadzenie mierzonej pojemności do dwóch pojemności cząstkowych. Wówczas wyrażenia (8.1.1) i (8.1.3) przyjmują postać:

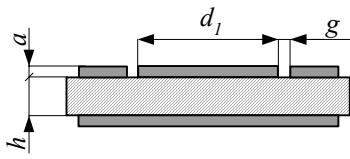
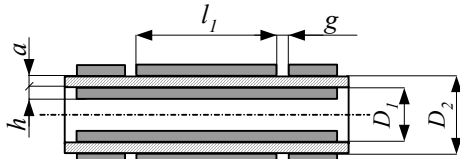
$$C_x = C_{gx} + C_r, \quad (8.1.4)$$

$$C_o = C_{go} + C_r. \quad (8.1.5)$$

Pojemność geometryczną kondensatora z badaną próbką dielektryka C_{gx} określa efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej kondensatora dwu- lub trójelektrodowego oraz grubość i przenikalność elektryczna badanej próbki dielektryka. Efektywność pierścienia ochronnego jest tym większa, im mniejsza jest szczelina między elektrodą pomiarową i ochronną, im mniejsza jest różnica potencjałów między nimi, a także im mniejsza jest grubość badanej próbki. Pojemność geometryczną równoważnego kondensatora powietrznego (próżniowego) C_{go} określają te same wymiary geometryczne co i kondensatora z dielektrykiem. Oblicza się ją ze wzorów podanych w tabelach 8.1.1 i 8.1.2.

Pojemność brzegowa C_{bx} zależy od rodzaju układu stosowanych elektrod pomiarowych. Określa ją obwód elektrody pomiarowej, grubość próbki, grubość elektrody pomiarowej (jeżeli nie jest ona pomijalnie mała w porównaniu z grubością próbki) oraz przenikalność elektryczna badanego, wystającego poza elektrody materiału, przez który przechodzą linie pola brzegowego. Wartość pojemności brzegowej C_{bo} zależy od tych samych parametrów co i C_{bx} , z tym że zamiast przenikalności badanego materiału mamy tu przenikalność próżni. Jeżeli próbka nie wystaje poza krawędzie elektrody, to $C_{bx} = C_{bo}$. Pojemność brzegową można wyeliminować, stosując układ trójelektrodowy. Dla układu dwuelektrodowego natomiast można w przybliżeniu obliczyć ją ze wzorów podanych w tabeli 8.1.2.

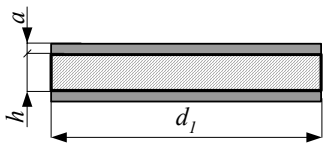
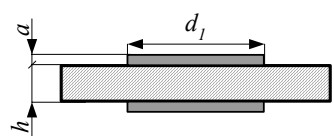
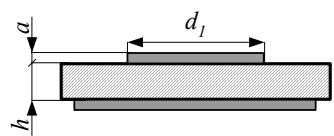
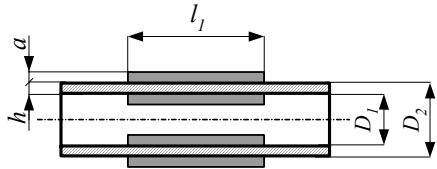
Tabela 8.1.1. Pojemność geometryczna w próżni dla układu trójelektrodowego [4]

| Układ elektrod | Pojemność geometryczna C_{go} (jednostki: pF i cm) |
|---|--|
| <p>Elektrody okrągłe</p>  | $C_{go} = \epsilon_o \frac{A}{h} = 0,08854 \cdot \frac{A}{h}$ $A = \frac{\pi}{4} (d_1 + Bg)^2$ |
| <p>Elektrody cylindryczne</p>  | $C_{go} = \epsilon_o \frac{2\pi(l_1 + Bg)}{\ln \frac{D_2}{D_1}}$ $= 0,2416 \frac{(l_1 + Bg)}{\lg \frac{D_2}{D_1}}$ |

Dla $a \ll h$ współczynnik B wyrażony jest wzorem [1, 4, 5]:

$$B = 1 - \frac{4}{\pi} \frac{h}{g} \cdot \ln \cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right).$$

Tabela 8.1.2. Pojemność geometryczna w próżni dla układu dwuelektrodowego [3]

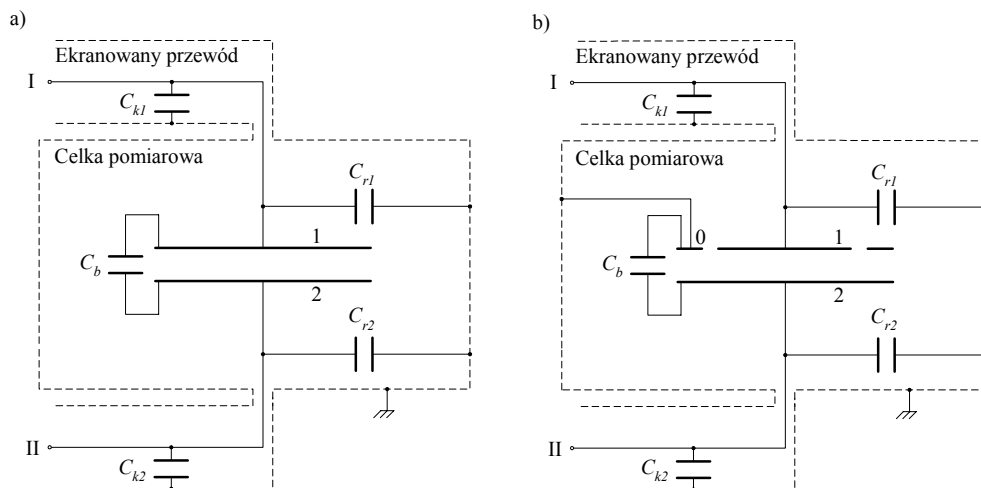
| Układ elektrod | Pojemność geometryczna C_{go} w próżni | Pojemność brzegowa C_b , gdy $a \ll h$ (jednostki: pF i cm) |
|---|--|--|
| Elektrody okrągłe | | |
| a) średnica elektrod = średnicy próbki  | | $C_b = P(0,029 - 0,058 \lg h)$, gdzie $P = \pi d_1$ |
| b) elektrody o jednakowych średnicach, ale mniejszych niż próbka  | $C_{go} = \varepsilon_o \frac{A}{h}$ $= \varepsilon_o \frac{\pi d_1^2}{4 h}$ $= 0,06954 \frac{d_1^2}{h}$ | $C_b = P(0,019\varepsilon - 0,058 \lg h + 0,010)$, gdzie $P = \pi d_1$ |
| c) elektrody o różnych średnicach, ale mniejszych niż próbka  | | $C_b = P(0,041\varepsilon - 0,077 \lg h + 0,045)$, gdzie $P = \pi d_1$ |
| Elektrody cylindryczne | | |
|  | $C_{go} = \varepsilon_o \frac{2\pi l_1}{\ln \frac{D_2}{D_1}}$ | Jeżeli $\frac{h}{h + D_1} < \frac{1}{10}$, to $C_b = 2P(0,019\varepsilon - 0,058 \lg h + 0,010)$, gdzie $P = \pi(D_1 + h)$ |

W tabeli 8.1.2 ε jest przybliżoną wartością przenikalności względnej próbki.

8.2. Minimalizacja wpływu pojemności rozproszenia

Pojemność rozproszenia C_r zależy od wymiarów kondensatora pomiarowego, od odległości elektrod od otoczenia, a także od wymiarów i przenikalności elektrycznej elementów podporowych próbki. Gdy badana próbka zostanie umieszczona w wolnej przestrzeni nieekranowanej, wtedy pojemność C_r zmienia się wraz ze zmieniającym

się otoczeniem, na przykład w wyniku poruszania się przewodu lub ręki człowieka. Przez pojemności rozproszenia przedostają się także zakłócenia. Aby temu zapobiec, należy badaną próbkę z elektrodami umieścić w ekranowanej celce. Rozkład pojemności rozproszonych w ekranowanej celce przedstawiono na rysunku 8.2.1.



Rys. 8.2.1. Pojemności rozproszone w ekranowanej i uziemionej celce pomiarowej dla:
a) układu dwuelektrodowego, b) układ trójelektrodowego

Pojemności rozproszenia C_r nie można całkowicie wyeliminować, ale można je zminimalizować tak, ażeby miały pomijalnie małe wartości. W tym celu zachowuje się odpowiednio duże odległości między badaną próbką z elektrodami a metalowymi ściankami celki.

Pojemność rozproszeniową celki można ewentualnie zmierzyć, umieszczając w niej kondensator o znanej pojemności geometrycznej C_{gn} i znanej pojemności brzegowej C_{bn} oraz o takich samych rozmiarach jak mierzony kondensator. W wyniku pomiaru uzyskuje się wartość C_n . Pojemność rozproszenia oblicza się ze wzoru

$$C_r = C_n - C_{gn} - C_{bn}. \quad (8.2.1)$$

Jeśli pojemność geometryczną C_{go} i brzegową C_{bx} kondensatora próżniowego można dokładnie obliczyć ze wzorów podanych w tabeli 8.1.2, a pojemność rozproszenia C_r jest znana dzięki dodatkowym pomiarom, to mierzoną przenikalność względną można obliczyć z zależności

$$\varepsilon_r = \frac{C_x - C_{bx} - C_r}{C_{go}}. \quad (8.2.2)$$

Do pojemności rozproszenia C_{r1} i C_{r2} dodają się pojemności C_{k1} i C_{k2} przyłączeniowych ekranowanych kabli koncentrycznych. Jeżeli w układzie dwuelektrodowym jedna elektroda, np. 1, będzie połączona z masą celki, to układ pojemności zostanie zredukowany o pojemności C_{r1} i C_{k1} . W układzie trójelektrodowym pierścień ochronny 0 jest połączony z masą celki (rys. 8.2.1b). Dlatego elektroda pomiarowa 1 nie powinna być łączona z masą celki, gdyż wtedy pojemność geometryczna zwiększyłaby się o pojemność pierścienia ochronnego. Elektroda pomiarowa 1 powinna być tak włączona do układu pomiarowego, ażeby jej potencjał był bliski potencjału masy lub równy potencjałowi masy, na przykład przez wskaźnik zera w układzie mostkowym, ale nie należy jej łączyć galwanicznie z masą, do której podłączono pierścień ochronny. W wyniku takiego połączenia układu pomiarowego będzie wyeliminowana zarówno pojemność brzegowa C_b , jak i pojemność rozproszenia C_{r1} oraz kabla C_{k1} . Dzięki odpowiedniej konfiguracji układu pomiarowego można również zminimalizować wpływ pojemności C_{r2} i C_{k2} .

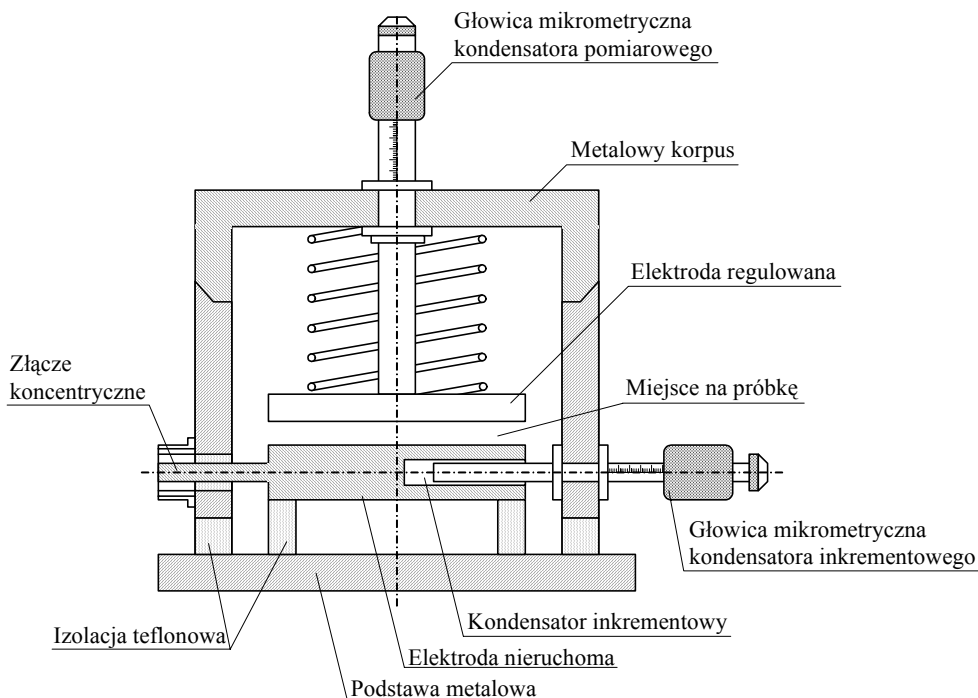
Wpływ pojemności rozproszenia w celce pomiarowej i pojemności koncentrycznych kabli najłatwiej jest wyeliminować, stosując czteroelektrodową metodę pomiaru pojemności i jej stratności. Zagadnienia te dokładniej omówiono w rozdziale 9, w którym opisano poszczególne metody pomiarowe.

8.3. Pomiary przenikalności elektrycznej przy użyciu kondensatora mikrometrycznego

Do pomiarów przenikalności elektrycznej Hartshorn zaproponował użycie elektrod mikrometrycznych [3]. System takich elektrod pokazano na rysunku 8.3.1. Podstawowymi elementami tego systemu są dwa płaskie metalowe krążki. Jeden z nich jest ruchomy i może być przemieszczany za pomocą śruby mikrometrycznej. System elektrod mikrometrycznych umożliwia wyeliminowanie wpływu pojemności pasożytniczych (brzegowych i rozproszenia). Stosuje się go podczas pomiarów w zakresie częstotliwości 10 kHz–300 MHz [4]. Próbką, która ma taką samą średnicę jak elektroda lub nieco mniejszą, jest dociskana tymi elektrodami. Jeżeli powierzchnie próbki i elektrod nie są idealnie płaskie i niezbyt dokładnie przylegają do siebie, to próbkę należy pokryć cienkimi metalowymi elektrodami naparowanymi próżniowo lub naklejanymi z folii.

Pomiaru przenikalności elektrycznej za pomocą elektrod mikrometrycznych można dokonać trzema sposobami, dostrajając układ przez:

- zmianę odległości elektrod,
- dodanie pojemności kondensatora inkrementowego,
- dodanie pojemności kondensatora zewnętrznego.



Rys. 8.3.1. Kondensator mikrometryczny zaprojektowany przez autora

8.3.1. Dostrojenie układu przez zmianę odległości elektrod

Najpierw próbkę delikatnie dociska się elektrodami za pomocą śruby mikrometrycznej i mierzy odstęp h_1 między elektrodami. Jeżeli na próbkę naniesiono elektrody foliowe, to ich grubość należy odjąć od zmierzonej odległości. Potem włącza się układ pomiarowy i mierzy się pojemność układu elektrod z próbką. Następnie próbkę wyjmuje się z układu elektrod mikrometrycznych i przy włączonym układzie pomiarowym zmniejsza się, za pomocą śruby mikrometrycznej, odległość między elektrodami do wartości h_2 tak długo, aż uzyska się tę samą pojemność jak i z próbką. Pojemność układu elektrod z próbką można obliczyć ze wzoru [4]

$$C_x = \varepsilon_o \frac{A}{h_2} = 6,95 \cdot 10^{-12} \frac{d^2}{h_2}, \quad (8.3.1)$$

w którym d jest średnicą elektrod (w m), h_2 odległością między elektrodami podczas pomiaru bez próbki (w m), a C_o oznacza pojemność układu elektrod bez próbki przy odległości elektrod h_1 . Wartość C_o oblicza się z wyrażenia:

$$C_o = \varepsilon_o \frac{A}{h_1} = 6,95 \cdot 10^{-12} \frac{d^2}{h_1}. \quad (8.3.2)$$

Podstawiając wyrażenia (8.3.1) i (8.3.2) do definicyjnego wzoru (8.1), otrzymuje się zależność określającą względną przenikalność elektryczną próbki

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_o} = \frac{h_1}{h_2}. \quad (8.3.3)$$

8.3.2. Dostrojenie układu przez dodanie pojemności kondensatora inkrementowego

Podobnie jak poprzednio, najpierw pomiar wykonuje się z próbką dielektryka między okładkami kondensatora mikrometrycznego, a następnie usuwa się ją z kondensatora. Nie zmieniając odległości h_1 , dostraja się ponownie układ pomiarowy do równowagi lub poprzedniego wskazania za pomocą równoległego kondensatora inkrementowego w zestawie elektrod mikrometrycznych (rys. 8.3.1). Wynik pomiaru pojemności z próbką oblicza się ze wzoru [3, 4]

$$C_x = C_{go} + \Delta C, \quad (8.3.4)$$

w którym C_{go} jest pojemnością geometryczną obliczoną z odpowiedniego wzoru w tabeli 8.1.2, a ΔC – przyrostem pojemności odczytanej z kondensatora inkrementowego po usunięciu próbki.

Średnica próbki powinna być mniejsza od średnicy elektrod przynajmniej o dwie grubości próbki. Do obliczenia efektywnej powierzchni próbki należy przyjąć średnicę próbki. Względędną przenikalność elektryczną oblicza się ze wzoru

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_{go}} = 1 + \frac{\Delta C}{C_{go}}. \quad (8.3.5)$$

8.3.3. Dostrojenie układu przez dodanie pojemności kondensatora zewnętrznego

Jeżeli system elektrod nie jest wyposażony w kondensator inkrementowy lub jego pojemność jest niewystarczająca, to można do niego równolegle dołączyć precyzyjnie nastawialny kondensator zewnętrzny. Sposób postępowania i obliczeń jest taki sam jak opisany w podrozdziale 8.3.1.

8.4. Pomiary przenikalności elektrycznej przy użyciu elektrod bezstykowych

Badaną próbkę można umieścić między elektrodami kondensatora tak, ażeby szczelina między elektrodą a próbką znajdowała się po jednej stronie próbki lub po obydwu jej stronach. Pomiary mogą być wykonywane w powietrzu lub w cieczy.

8.4.1. Pomiary w powietrzu

Do pomiarów w powietrzu stosuje się kondensator mikrometryczny opisany w podrozdziale 8.3. Gdy próbkę umieści się między elektrodami, pojemność kondensatora zwiększy się o ΔC . Przenikalność elektryczną oblicza się ze wzoru [3, 4]

$$\varepsilon_r = \frac{1}{1 - \frac{\Delta C}{C} \cdot \frac{h_o}{h}}, \quad (8.4.1)$$

w którym:

ΔC – przyrost pojemności kondensatora spowodowany umieszczeniem w nim próbki,

C – pojemność kondensatora z próbką,

h_o – odstęp między elektrodami

h – grubość próbki.

Po umieszczeniu próbki w kondensatorze mikrometrycznym można zmienić odległość między elektrodami h_o do wartości h'_o tak, ażeby jego pojemność była taka sama jak przed umieszczeniem próbki. Wówczas [3, 4]

$$\varepsilon_r = \frac{h}{h - (h_o - h'_o)}. \quad (8.4.2)$$

Współczynnik strat dielektrycznych [3, 4]

$$\operatorname{tg} \delta = \operatorname{tg} \delta_c + M \varepsilon_r \Delta(\operatorname{tg} \delta_c), \quad (8.4.3)$$

gdzie:

$\operatorname{tg} \delta_c$ – współczynnik strat dielektrycznych po umieszczeniu próbki między elektrodami,

$M = \frac{h_o - h}{h}$ – stosunek grubości szczeliny do grubości próbki,

$\Delta(\operatorname{tg} \delta_c)$ – przyrost wartości współczynnika strat dielektrycznych spowodowany umieszczeniem próbki dielektryka między elektrodami.

8.4.2. Pomiary w cieczy

Jeżeli próbkę wraz elektrodami płaskimi umieści się w cieczy i pomiaru dokona się w taki sam sposób, jak opisano w podrozdziale 8.4.1, to względną przenikalność elektryczną można obliczyć ze wzoru [3, 4]

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_f}{1 + \operatorname{tg}^2 \delta_c} \cdot \frac{(C_f + \Delta C)(1 + \operatorname{tg}^2 \delta_c)}{C_f + M[C_f - (C_f + \Delta C)(1 + \operatorname{tg}^2 \delta_c)]}, \quad (8.4.4)$$

w którym:

ε_f – względna przenikalność elektryczna cieczy,

$C_f = \varepsilon_f C_o$ – pojemność kondensatora tylko z cieczą.

Natomiast współczynnik strat dielektrycznych oblicza się ze wzoru [3, 4]

$$\operatorname{tg} \delta = \operatorname{tg} \delta_c + M \cdot \Delta(\operatorname{tg} \delta_c) \cdot \frac{(C_f + \Delta C)(1 + \operatorname{tg}^2 \delta_c)}{C_f + M[C_f - (C_f + \Delta C)(1 + \operatorname{tg}^2 \delta_c)]}, \quad (8.4.5)$$

w którym $\Delta(\operatorname{tg} \delta_c)$ jest przyrostem wartości współczynnika strat dielektrycznych po umieszczeniu próbki między elektrodami kondensatora.

Jeżeli współczynnik strat dielektrycznych badanego materiału $\operatorname{tg} \delta < 0,1$, to zależności (8.4.4) i (4.4.5) upraszczają się do postaci:

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_f}{1 - \frac{\Delta C}{\varepsilon_f C_o + \Delta C} \cdot \frac{h_o}{h}}, \quad (8.4.6)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \operatorname{tg} \delta_c + M \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_f} \cdot \Delta \operatorname{tg} \delta_c. \quad (8.4.7)$$

Nanoszenie elektrod, zwłaszcza elektrody wewnętrznej, na próbki cylindryczne jest bardzo trudne. Zastosowanie metody pomiaru z elektrodami bezkontaktowymi rozwiązuje ten problem. Pomiaru można wykonywać w cieczy lub powietrzu w taki sam sposób, jak opisano w podrozdziałach 8.4.1 i 8.4.2. Jeżeli $\operatorname{tg} \delta < 0,1$, to ε_r i $\operatorname{tg} \delta$ można obliczyć ze wzorów [3, 4]:

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_f}{1 - \frac{\Delta C}{C} \cdot \frac{\operatorname{lg} \frac{d_3}{d_0}}{\operatorname{lg} \frac{d_2}{d_1}}}, \quad (8.4.8)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \operatorname{tg} \delta_C + \Delta(\operatorname{tg} \delta_C) \cdot \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_f} \left(\frac{\lg \frac{d_3}{d_o} - 1}{\lg \frac{d_2}{d_1}} \right), \quad (8.4.9)$$

w których:

d_o – zewnętrzna średnica elektrody wewnętrznej,

d_1 – wewnętrzna średnica próbki,

d_2 – zewnętrzna średnica próbki,

d_3 – wewnętrzna średnica zewnętrznej elektrody.

8.5. Metoda dwóch cieczy

Aby obliczyć przenikalność elektryczną ze wzorów podanych w podrozdziałach 8.1–8.4, trzeba znać grubość badanej próbki h . Jeżeli płaszczyzny próbki nie są gładkie, to grubość ta jest wyznaczana z dużą niepewnością, która w największym stopniu wpływa na niepewność pomiaru przenikalności elektrycznej. Stosując metodę dwóch cieczy, można wyeliminować grubość próbki [1, 3, 4]. Próbkę dielektryka umieszcza się w kondensatorze pomiarowym wypełnionym cieczą o znanej przenikalności ε_{f1} , co powoduje przyrost jego pojemności o ΔC_1 . Jeżeli tę ciecz i próbkę usunie się z kondensatora, który napełni się inną cieczą o przenikalności ε_{f2} , zmierzy ponownie pojemność kondensatora i ponownie umieści próbkę w kondensatorze oraz zmierzy przyrost pojemności kondensatora z dielektrykiem ΔC_2 , to w przypadku, gdy $\operatorname{tg} \delta < 0,1$, względną przenikalność elektryczną i współczynnik strat dielektrycznych oblicza się ze wzorów [3, 4]:

$$\varepsilon_r = \varepsilon_{f1} + \frac{\Delta C_1 C_2 (\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1})}{\Delta C_1 C_2 - \Delta C_2 C_1}, \quad (8.5.1)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \operatorname{tg} \delta_C + \Delta \operatorname{tg} \delta_C + \frac{\varepsilon_r C_0 - C_1}{\Delta C_2} \Delta \operatorname{tg} \delta_2, \quad (8.5.2)$$

gdzie indeksy 1 i 2 oznaczają odpowiednio wartości dla pierwszej i drugiej cieczy.

Literatura

- [1] Endicott H.S., *Guard-gap correction for guarded electrode measurements and exact equations for the two-fluid method of measuring permittivity and loss*, Journal of Testing and Evaluation, Vol. 4 (1976), No. 3, pp. 188–195.

- [2] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1968.
- [3] IEC 250:1969 *Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths*.
- [4] PN-86/E-04403 *Materiały elektroizolacyjne stałe. Metody pomiaru przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych*.
- [5] ASTM D 150-99 *Standard test methods for a-c loss characteristics and permittivity (dielectric constant) of solid electrical insulation*.

9. Metody i układy pomiarowe przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych

Metody pomiaru przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych materiałów dielektrycznych dobiera się w zależności od częstotliwości pomiarowej określonej przez warunki eksploatacyjne badanego materiału. Zakres częstotliwości pracy dielektryków mieści się w granicach od prądu stałego aż do częstotliwości radarowych 10^{11} Hz. Częstotliwości, przy których wykonuje się pomiary właściwości elektrycznych dielektryków, można podzielić na zakresy:

- bardzo małe (poniżej 20 Hz),
- akustyczne (20 Hz–100 kHz),
- radiowe (100 kHz–100 MHz),
- mikrofalowe (powyżej 100 MHz).

Najczęściej jednak pomiary przenikalności i współczynnika strat dielektryków stałych wykonuje się przy częstotliwościach 50 Hz lub 60 Hz i 1000 Hz oraz w paśmie od 20 Hz do 1 MHz.

9.1. Pomiary w zakresie bardzo małych częstotliwości

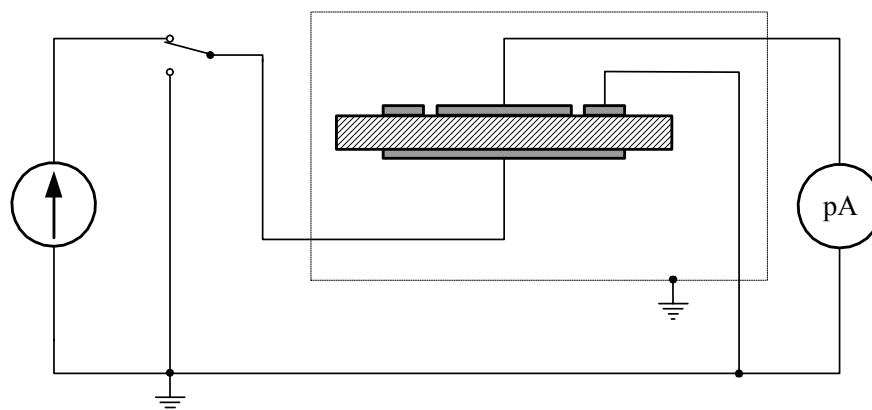
Pasmo bardzo małych częstotliwości można podzielić na trzy podzakresy. W każdym z nich stosuje się różne metody pomiarowe, a mianowicie w zakresie:

- 10^{-6} Hz–0,01 Hz – metodę stałoprądową czasowej odpowiedzi,
- 10^{-4} Hz–0,1 Hz – metodę zmiennoprądową wartości chwilowych,
- 0,1 Hz–10 Hz – metody mostkowe.

9.1.1. Metoda stałoprądowa czasowej odpowiedzi

Metoda Hamona *time response* (czasowej odpowiedzi) [2, 13, 22] polega na badaniu w funkcji czasu przebiegu prądu ładowania dielektryka jako odpowiedzi na jed-

nostkowy skok napięcia stałego polaryzującego próbkę lub prądu rozładowania wskutek gwałtownego zaniku napięcia stałego i zwarcia próbki. Metodę tę stosuje się w układzie przedstawionym na rysunku 9.1.1, powszechnie służącym do pomiarów prądów absorpcji i resorpcji oraz rezystancji skrośnej.



Rys. 9.1.1. Schemat układu pomiarowego do realizacji metody Hamona

Stosując przekształcenie Fouriera dla czasowej odpowiedzi prądowej dla dielektryków liniowych, można wyznaczyć dyspersyjne (częstotliwościowe) zależności składowej czynnej $\varepsilon'(\omega)$ i biernej $\varepsilon''(\omega)$ przenikalności elektrycznej. Podstawą są zależności dyspersyjne w postaci [2, 13, 22]:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{1}{\varepsilon_s} \cdot \int_0^{\infty} \alpha(t) \cdot \cos \omega t \cdot dt, \quad (9.1.1)$$

$$\varepsilon''(\omega) = \frac{\sigma_s}{\omega \cdot \varepsilon_s} + \frac{1}{\varepsilon_s} \cdot \int_0^{\infty} \alpha(t) \cdot \sin \omega t \cdot dt, \quad (9.1.2)$$

gdzie:

- ε_{∞} – względna przenikalność elektryczna dla $f \rightarrow \infty$,
- ε_s – względna statyczna przenikalność elektryczna dla $f \rightarrow 0$,
- $\alpha(t)$ – funkcja zaniku,
- σ_s – konduktywność statyczna mierzona przy prądzie stałym.

Obliczanie powyższych całek jest uciążliwe i nie pozwala szybko uzyskać wyników. Hamon zaproponował aproksymację równania (9.1.2) zależnością [2]

$$\varepsilon''(\omega) \cong \frac{i(t)}{\omega C_g U}, \quad (9.1.3)$$

która jest słuszna z niedokładnością 3 % pod warunkiem, że funkcja $\alpha(t)$, proporcjonalna do prądu przejściowego (zobacz równanie (2.3.12)), jest potęgową funkcją czasu wyrażoną zależnością

$$\alpha(t) = A \cdot t^{-n}, \quad (9.1.4)$$

w której A i n są stałymi dla danego materiału i temperatury, $n \in (0,3-1,2)$.

Częstotliwość f i czas t są powiązane zależnością

$$f = \frac{0,1}{t}. \quad (9.1.5)$$

W powyższych wzorach

f – częstotliwość,

C_g – pojemność geometryczna próbki,

U – napięcie skokowe,

$i(t)$ – prąd ładowania (rozładowania) w chwili $t = 0,1/f$.

Taką samą aproksymację równania (9.1.1) zaproponował Adamec [1]. Wykazał on, że równanie (9.1.1) można z niedokładnością 2% zapisać w uproszczonej postaci

$$\varepsilon'(\omega) = \frac{A}{\varepsilon_s(1-n)} t^{1-n} \quad (9.1.6)$$

pod warunkiem, że:

- 1) funkcja zaniku prądu spełnia równanie (9.1.4),
- 2) wykładnik potęgowy n zawiera się w przedziale $0,5 < n < 1,0$,
- 3) częstotliwość i czas są związane zależnością

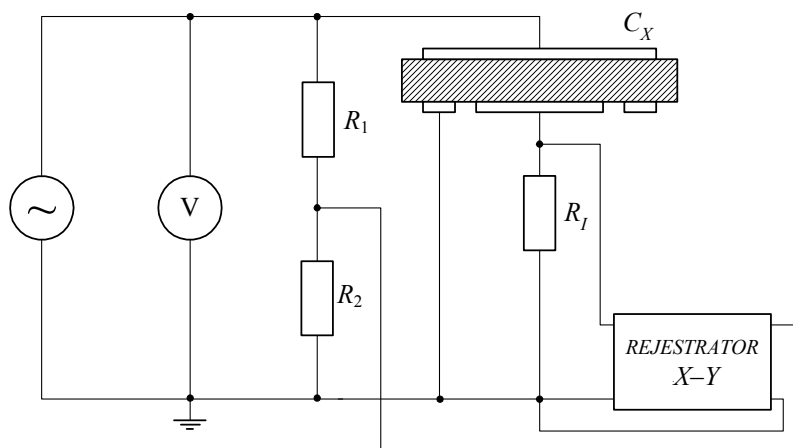
$$f = \frac{0,04 + 0,05n}{t}. \quad (9.1.7)$$

Niedogodnością aproksymacji Adameca jest uzależnienie ε' od stałej A i wykładnika potęgowego n (zależność (9.1.6)). Również częstotliwość f jest związana z czasem t przez wykładnik n (zależność (9.1.7)). Jeżeli n nie mieści się w przedziale $0,5 < n < 1,0$, to parametry A i n należy wyznaczyć oddzielnie dla każdego punktu częstotliwości. Poważnym utrudnieniem w aproksymacji Adameca jest także zawężenie zakresu zmienności wykładnika potęgowego n , chociaż dla wielu polimerów w temperaturze pokojowej wykładnik n mieści się w pożądanym przedziale.

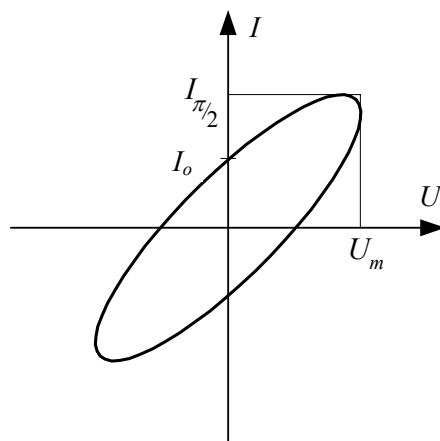
Współczesne skomputeryzowane stanowisko badawcze pozwalające realizować opisaną metodę opisał Nisch [13]. Do wyznaczania charakterystyk częstotliwościowych zastosowano tam algorytm szybkiej transformaty Fouriera przedstawiony w pracy [5].

9.1.2. Metoda zmiennoprądowa rejestracji wartości chwilowych

Składowe impedancji, a zatem i składowe zespolonej przenikalności elektrycznej, mierzy się w układzie pomiarowym przedstawionym na rysunku 9.1.2, zasilanym z funkcyjnego generatora sinusoidalnego małej częstotliwości. Metoda jest oparta na rejestracji chwilowych wartości prądu, który przepływa przez kondensator z badanym dielektrykiem między okładkami, oraz napięcia przyłożonego do elektrod [3].



Rys. 9.1.2. Schemat układu pomiarowego z rejestratorem X-Y



Rys. 9.1.3. Krzywa Lissajous przebiegów sinusoidalnych $U(t)$ oraz $I(t)$:
 U_m – maksymalna wartość napięcia, I_o – wartość prądu w momencie przejścia napięcia przez zero,
 $I_{\pi/2}$ – wartość prądu w momencie przechodzenia napięcia przez maksimum

Doprowadzając do toru osi Y rejestratora sygnał proporcjonalny do prądu I płynącego przez badaną próbkę, a do toru osi X sygnał proporcjonalny do napięcia U na próbce, na rejestratorze otrzymuje się elipsę. Jest to jedna z krzywych Lissajous (rys. 9.1.3) dla dwóch przebiegów sinusoidalnych o tej samej częstotliwości, ale przesuniętych względem siebie w fazie.

Na wejście X rejestratora X – Y jest podawany sygnał z dzielnika napięcia złożonego z rezystorów R_1 i R_2 . Aby zatem wyskalować oś X w wartościach napięcia, odchylenie a_x należy pomnożyć przez stałą rejestratora c_x i przekładnię dzielnika napięcia ($U = a_x c_x (R_1 + R_2) / R_2$). Na oś Y natomiast jest podawany sygnał z rezystora R_1 włączonego w obwód prądowy. Aby wyskalować oś Y w wartościach prądu, odchylenie a_y należy pomnożyć przez stałą rejestratora c_y i podzielić przez wartość rezystancji R_1 ($I = a_y c_y / R_1$).

Z wartości odczytanych z rysunku 9.1.3 wyznacza się składowe przenikalności ε' i ε'' ze wzorów:

$$\varepsilon' = \frac{I_0}{\omega U_m} \cdot \frac{h}{A \varepsilon_0}, \quad (9.1.8)$$

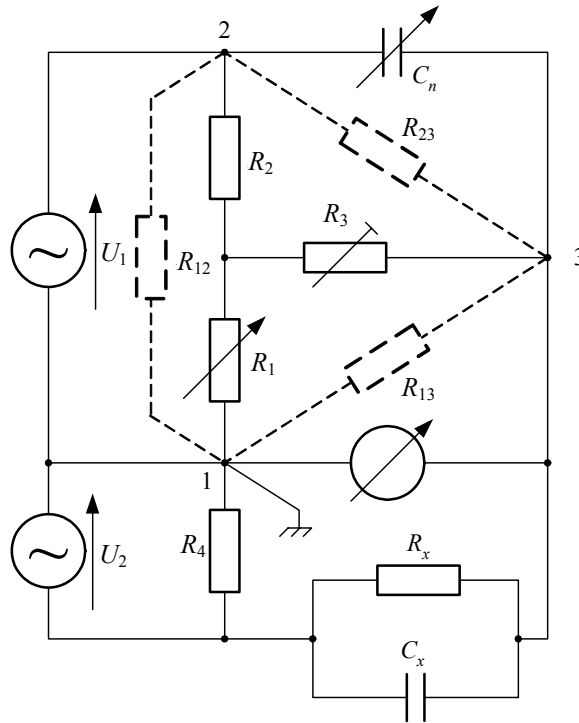
$$\varepsilon'' = \frac{I_{\pi/2}}{\omega U_m} \cdot \frac{h}{A \varepsilon_0}, \quad (9.1.9)$$

w których h jest grubością próbki, a A – efektywną powierzchnią próbki.

Współczesne rejestratory X – Y zastępują przetworniki analogowo-cyfrowe współpracujące przez interfejs z komputerem, co umożliwia pełną automatyzację pomiaru i cyfrową obróbkę wyników. Taki układ pomiarowy do analizy spektralnej w zakresie częstotliwości od 10^{-4} Hz do 10 kHz zbudowany z wykorzystaniem analizatora firmy Schlumberger, model 1172, opisała w swej monografii Pospieszna [14].

9.1.3. Metody mostkowe

Pomiary przenikalności elektrycznej ε i współczynnika strat dielektrycznych $\tan \delta$ w zakresie częstotliwości 0,1–10 Hz wykonuje się, mierząc pojemność elektryczną mostkiem Vince'a [25], którego schemat przedstawiono na rysunku 9.1.4. Mierzona próbka reprezentują pojemność C_x i równolegle do niej przyłączona rezystancja R_x .



Rys. 9.1.4. Schemat mostka Vince'a

Mostek jest zasilany z dwóch zsynchronizowanych generatorów niskoczęstotliwościowych o napięciach wyjściowych U_1 i U_2 o tej samej fazie. Gwiazdę rezystancji złożoną z rezystorów R_1 , R_2 i R_3 można zamienić na równoważny trójkąt rezystorów:

$$R_{12} = R_1 + R_2 + \frac{R_1 R_2}{R_3}, \quad (9.1.10)$$

$$R_{23} = R_2 + R_3 + \frac{R_2 R_3}{R_1}, \quad (9.1.11)$$

$$R_{13} = R_1 + R_3 + \frac{R_1 R_3}{R_2}. \quad (9.1.12)$$

W stanie równowagi

$$R_x = \frac{U_1}{U_2} R_{23}, \quad (9.1.13)$$

$$C_x = \frac{U_2}{U_1} C_n, \quad (9.1.14)$$

$$\operatorname{tg} \delta_x = \frac{1}{\omega C_n R_{23}}. \quad (9.1.15)$$

Jeżeli $R_1 \ll R_2$ i $R_1 \ll R_3$, to

$$R_{23} \cong \frac{R_2 R_3}{R_1}. \quad (9.1.16)$$

Jeżeli moduły napięć $U_1 = U_2$, a przesunięcie fazowe między tymi napięciami wynosi zero, to w stanie równowagi mostka

$$C_x = C_n, \quad R_x = R_{23}. \quad (9.1.17)$$

W zakresie częstotliwości 0,01–1 Hz jako wskaźniki zera stosuje się elektrometry, a w zakresie 1–300 Hz – nanowoltomierze selektywne. Osiągalna czułość mostka w zakresie częstotliwości poniżej 1 Hz wynosi $\Delta C_x \approx \pm 0,8$ pF; $\Delta \operatorname{tg} \delta_x \approx \pm 5 \cdot 10^{-5}$, a w zakresie powyżej 1 Hz: $\Delta C_x \approx \pm 0,1$ pF; $\Delta \operatorname{tg} \delta_x \approx \pm 1 \cdot 10^{-4}$.

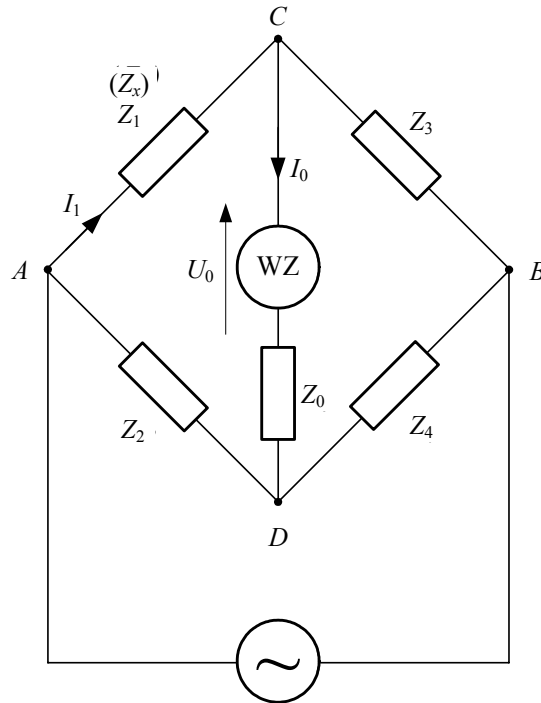
9.2. Pomiary w zakresie częstotliwości akustycznych

W zakresie częstotliwości akustycznych pomiary przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych wykonuje się zawsze metodą pośrednią, umieszczając badany materiał między elektrodami, które razem z nim tworzą kondensator. Bezpośrednio mierzy się pojemność kondensatora i współczynnik jego strat dielektrycznych, a wyniki pomiarów przenikalności elektrycznej oblicza się ze wzoru (8.1).

Pomiary pojemności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych wykonuje się metodami mostkowymi lub napięciowo-prądowymi. Stosuje się mostki czteroramienne ze wszystkimi gałęziami biernymi i mostki transformatorowe.

9.2.1. Mostki czteroramienne bierne

Wszystkie układy mostków z gałęziami biernymi można sprowadzić do mostka czteroramiennego typu Wheatstone'a, przedstawionego na rysunku 9.2.1, zawierającego gałęzie o impedancjach zespolonych Z_1 , Z_2 , Z_3 i Z_4 , źródło zasilające mostek napięciem przemiennym U oraz wskaźnik równowagi WZ [8, 11, 12, 17].



Rys. 9.2.1. Mostek czteroramienny prądu przemiennego

W stanie równowagi mostka, gdy prąd w gałęzi wskaźnika zera $I_0 = 0$, impedancje zespolone gałęzi mostka spełniają warunek:

$$\underline{Z}_1 \underline{Z}_4 = \underline{Z}_2 \underline{Z}_3. \quad (9.2.1)$$

Przedstawiając poszczególne impedancje zespolone w postaci wykładniczej, równanie (9.2.1) można zapisać w postaci:

$$Z_1 e^{j\varphi_1} Z_4 e^{j\varphi_4} = Z_2 e^{j\varphi_2} Z_3 e^{j\varphi_3}, \quad (9.2.2)$$

czyli

$$Z_1 Z_4 e^{j(\varphi_1 + \varphi_4)} = Z_2 Z_3 e^{j(\varphi_2 + \varphi_3)}. \quad (9.2.3)$$

Z równania (9.2.3) wynika, że w stanie równowagi mostka musi być spełniony warunek równowagi modułów impedancji:

$$Z_1 Z_4 = Z_2 Z_3 \quad (9.2.4)$$

oraz warunek równowagi argumentów:

$$\varphi_1 + \varphi_4 = \varphi_2 + \varphi_3. \quad (9.2.5)$$

Jeżeli poszczególne impedancje zespolone gałęzi mostka przedstawi się w postaci składowych czynnej i biernej, to równanie (9.2.1) przyjmie postać:

$$(R_1 + jX_1)(R_4 + jX_4) = (R_2 + jX_2)(R_3 + jX_3), \quad (9.2.6)$$

a po przekształceniu

$$R_1R_4 - X_1X_4 + j(R_1X_4 + R_4X_1) = R_2R_3 - X_2X_3 + j(R_2X_3 + R_3X_2). \quad (9.2.7)$$

Równanie (9.2.7) będzie spełnione, jeżeli jednocześnie zrównoważone będą składowe czynne

$$R_1R_4 - X_1X_4 = R_2R_3 - X_2X_3 \quad (9.2.8)$$

i składowe bierne

$$R_1X_4 + R_4X_1 = R_2X_3 + R_3X_2. \quad (9.2.9)$$

Impedancję mierzoną $\underline{Z}_x = Z_x e^{j\varphi_x} = R_x + jX_x$ najczęściej umieszcza się w gałęzi \underline{Z}_1 i w stanie równowagi mostka

$$\underline{Z}_x = \underline{Z}_1 = \underline{Z}_2 \frac{\underline{Z}_3}{\underline{Z}_4}. \quad (9.2.10)$$

Gałęzie, w których znajduje się obiekt badany i wzorzec regulowany, nazywa się gałęziami podstawowymi, pozostałe dwie gałęzie nazywa się pomocniczymi [8]. Gałęziami podstawowymi mogą być gałęzie sąsiednie lub gałęzie przeciwległe. Jeżeli w gałęzi \underline{Z}_1 znajduje się obiekt mierzony, to odwzorowującą gałęzią podstawową może być sąsiednia gałąź \underline{Z}_2 lub \underline{Z}_3 . Jeżeli tą gałęzią jest \underline{Z}_2 , to gałęzie \underline{Z}_3 i \underline{Z}_4 są gałęziami stosunkowymi, a wzór (9.2.10) można zapisać w postaci

$$\underline{Z}_1 = \underline{Z}_2 \frac{\underline{Z}_3}{\underline{Z}_4} = \underline{Z}_2 \underline{k}, \quad (9.2.11)$$

gdzie $\underline{k} = \underline{Z}_3 / \underline{Z}_4 = \alpha + j\beta = \text{const.}$ powinno być stałe dla danego zakresu pomiarowego. Warunek ten będzie spełniony, jeżeli

$$\varphi_3 - \varphi_4 = \text{const.} \quad (9.2.12)$$

Mostki spełniające warunek (9.2.12) nazywa się mostkami o stałej różnicy argumentów lub stosunkowymi (od stosunku impedancji gałęzi pomocniczych).

Jeżeli odwzorowującą gałęzią jest przeciwległa Z_4 , to

$$\underline{Z}_1 = \frac{\underline{Z}_2 \underline{Z}_3}{\underline{Z}_4} = \frac{\underline{k}}{\underline{Z}_4}, \quad (9.2.13)$$

gdzie $\underline{k} = \underline{Z}_2 \underline{Z}_3 = \text{const.}$ powinno być stałe dla danego zakresu pomiarowego. Warunek ten będzie spełniony, jeżeli

$$\varphi_3 + \varphi_4 = \text{const.} \quad (9.2.14)$$

Mostki spełniające warunek (9.2.14) nazywa się mostkami o stałej sumie argumentów lub iloczynowymi (od iloczynu impedancji gałęzi pomocniczych).

Dla mostków o stałej różnicy argumentów równanie (9.2.11) można zapisać w postaci:

$$R_1 + jX_1 = (R_2 + X_2)(\alpha + j\beta), \quad (9.2.15)$$

a po przekształceniu

$$R_1 + jX_1 = (\alpha R_2 - \beta X_2) + j(\alpha X_2 + \beta R_2), \quad (9.2.16)$$

czyli

$$R_1 = \alpha R_2 - \beta X_2, \quad X_1 = \alpha X_2 + \beta R_2. \quad (9.2.17)$$

Z wyrażen (9.2.17) wynika, że $R_1 = f(R_2, X_2)$, a $X_1 = f(X_2, R_2)$, czyli odczyt każdej ze składowych mierzonej impedancji R_1 i X_1 zależy od dwóch zmiennych R_2 i X_2 . Wykonywanie pomiarów takim mostkiem jest więc utrudnione. Można jednak tak skonfigurować mostek, ażeby $R_1 = f(R_2)$ i $X_1 = f(X_2)$ lub $R_1 = f(X_2)$ i $X_1 = f(R_2)$, czyli uzyskać zależność odczytu od tylko jednej zmiennej. Nastąpi to, gdy:

$\alpha = 0$, wówczas $\underline{k} = j\beta$, $\varphi_3 - \varphi_4 = \pm \pi/2$, $R_1 = f(X_2)$, $X_1 = f(R_2)$ lub

$\beta = 0$, wówczas $\underline{k} = \alpha$, $\varphi_3 - \varphi_4 = 0$, $R_1 = f(R_2)$, $X_1 = f(X_2)$.

Analogicznie dla mostków o stałej sumie argumentów zależność odczytu od tylko jednej zmiennej można uzyskać, gdy $\varphi_2 + \varphi_3 = 0$ lub $\varphi_2 + \varphi_3 = \pm \pi/2$.

Z przedstawionych rozważań wynika, że dla każdej składowej mierzonej impedancji można uzyskać zależność odczytu od jednej tylko zmiennej, jeżeli regulowane składowe czynne i bierne impedancji będą się znajdowały w jednym tylko ramieniu mostka, a stosunek lub iloczyn stałych impedancji gałęzi pomocniczych będzie wielkością rzeczywistą lub urojoną, ale nie zespoloną.

Niepewność pomiarów metodami mostkowymi zależy głównie od niepewności poszczególnych składowych impedancji mostka i jego czułości. Czułość mostka określa się oddzielnie dla każdej z mierzonych składowych. Dla składowej czynnej $R_x = R_1$ bezwzględna czułość mostka wyraża się zależnością

$$S_{R_x} = \lim_{\Delta R_x \rightarrow 0} \frac{\Delta \alpha}{\Delta R_x} = \frac{d\alpha}{dR_x} = \frac{d\alpha}{dI_o} \frac{dI_o}{dR_x} = \frac{d\alpha}{dU_o} \frac{dU_o}{dR_x}, \quad (9.2.18)$$

a dla składowej biernej $X_x = X_1$ bezwzględna czułość mostka wynosi

$$S_{X_x} = \lim_{\Delta X_x \rightarrow 0} \frac{\Delta \alpha}{\Delta X_x} = \frac{d\alpha}{dX_x} = \frac{d\alpha}{dI_o} \frac{dI_o}{dX_x} = \frac{d\alpha}{dU_o} \frac{dU_o}{dX_x}, \quad (9.2.19)$$

gdzie:

$\Delta \alpha$ – przyrost odchylenia wskaźnika zera od stanu zerowego spowodowany odstrojeniem mostka od stanu równowagi wskutek zmiany rezystancji R_x o ΔR_x ,

I_o i U_o – prąd i napięcie w gałęzi wskaźnika zera,

$\frac{d\alpha}{dI_o} = S_o^I$ – czułość prądowa wskaźnika zera, $S_o^I = \frac{1}{c_I}$, gdzie c_I jest stałą prądową

wskaźnika zera,

$\frac{d\alpha}{dU_o} = S_o^U$ – czułość napięciowa wskaźnika zera, $S_o^U = \frac{1}{c_U}$, gdzie c_U jest stałą na-

pięciową wskaźnika zera,

$\frac{dI_o}{dR_x} = S_{R_x}^I$ – czułość prądowa układu mostka,

$\frac{dU_o}{dR_x} = S_{R_x}^U$ – czułość napięciowa układu mostka.

Zatem bezwzględna czułość mostka na składową czynną impedancji $S_{R_x} = S_o^I S_{R_x}^I$ i składową bierną $S_{X_x} = S_o^I S_{X_x}^I$ lub $S_{R_x} = S_o^U S_{R_x}^U$ i $S_{X_x} = S_o^U S_{X_x}^U$ jest ilorzem czułości wskaźnika zera i czułości układu mostka.

Ponieważ w praktyce nie można odstroić składowych mierzonej impedancji od stanu równowagi, odstrojenie wykonuje się elementami gałęzi odwzorowujących i oblicza się odpowiadające im zmiany wielkości mierzonej.

Z czułością bezwzględną wiąże się czułość względna, która dla składowej czynnej jest zdefiniowana wzorem

$$S_{wR_x} = \lim_{\Delta R_x \rightarrow 0} \frac{\Delta \alpha}{\frac{\Delta R_x}{R_x}} = \frac{d\alpha}{dR_x} R_x, \quad (9.2.20)$$

a dla składowej biernej – wzorem

$$S_{wX_x} = \lim_{\Delta X \rightarrow 0} \frac{\Delta \alpha}{\frac{\Delta X_x}{X_x}} = \frac{d\alpha}{dX_x} X_x. \quad (9.2.21)$$

Analogicznie do czułości bezwzględnej, czułość względna na zmianę danej składowej jest ilorazem czułości wskaźnika zera i czułości względnej układu mostka zgodnie z zależnościami: $S_{wR_x} = S_o^I S_{wR_x}^I$, $S_{wX_x} = S_o^I S_{wX_x}^I$ lub $S_{wR_x} = S_o^U S_{wR_x}^U$, $S_{wX_x} = S_o^U S_{wX_x}^U$.

Czułość układu mostka zależy od wartości napięcia zasilającego (wzrasta proporcjonalnie do napięcia) i wartości impedancji poszczególnych gałęzi mostka. Szczegółowa analiza czułości układów mostkowych znajduje się w skrypcie Gotszalka [8] i tutaj nie będzie omawiana.

Jak już wcześniej wspomniano, czułość mostka jest jedną ze składowych niepewności pomiaru. Niepewność spowodowana ograniczoną czułością mostka powinna być zawsze wyznaczana doświadczalnie. W tym celu daną wielkość mierzoną należy odstroić od stanu równowagi o rozróżnialną wartość i niepewność względną obliczyć ze wzorów

$$u(R_x) = \frac{(\Delta R_x)_{\text{roz.}}}{R_x} \cdot 100 \quad (\%), \quad u(X_x) = \frac{(\Delta X_x)_{\text{roz.}}}{X_x} \cdot 100 \quad (\%). \quad (9.2.22)$$

Jednak tak wyznaczona niepewność jest mało precyzyjna. Bardziej wiarygodnie niepewność związaną z ograniczoną czułością można wyznaczyć na podstawie doświadczalnie określonej czułości względnej. W tym celu należy odstroić równoważoną wielkość o taką wartość, ażeby uzyskać odstrojenie wskaźnika równowagi o kilka działek $\Delta\alpha$, i obliczyć czułość względną ze wzorów:

$$S_{wR_x} = \frac{\Delta\alpha}{\frac{\Delta R_x}{R_x} \cdot 100} \quad (\text{dz}/\%), \quad S_{wX_x} = \frac{\Delta\alpha}{\frac{\Delta X_x}{X_x} \cdot 100} \quad (\text{dz}/\%). \quad (9.2.23)$$

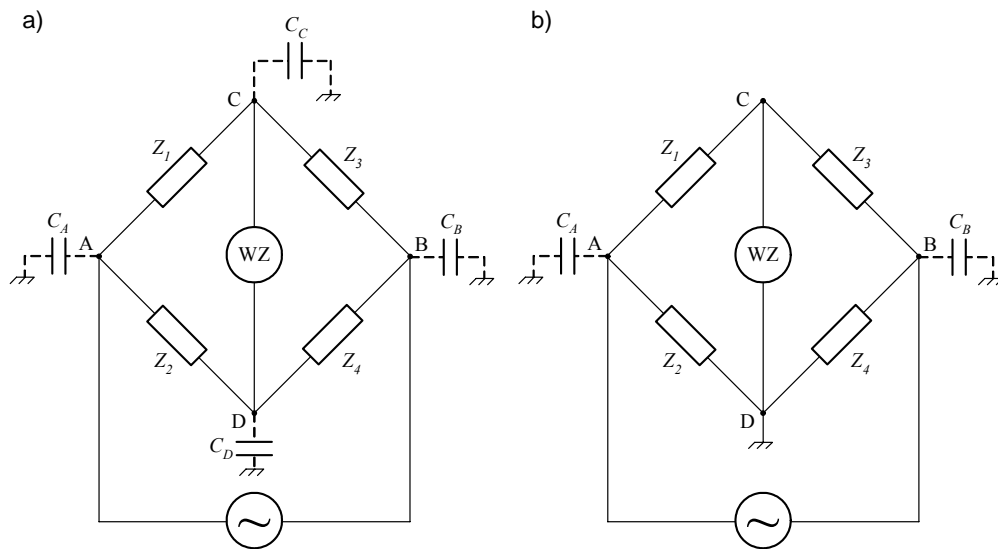
Niepewność względną związaną z nieczułością można obliczyć z zależności:

$$u(R_x) = \frac{(\Delta\alpha)_{\text{roz.}}}{S_{wR_x}} \quad (\%), \quad u(X_x) = \frac{(\Delta\alpha)_{\text{roz.}}}{S_{wX_x}} \quad (\%). \quad (9.2.24)$$

Impedancje pasożytnicze, na które składają się głównie pojemności rozproszone, zmieniają impedancje gałęzi mostka i mogą być przyczyną znacznych błędów pomiarowych. Pojemności te można sprowadzić do czterech zastępczych pojemności C_A , C_B , C_C , C_D między punktami A, B, C i D a ziemią (rys. 9.2.2a). Jeżeli uziemi się punkt D mostka, to układ pojemności sprzęgających sprowadzi się do dwóch pojemności, co pokazano na rysunku 9.2.2b.

Pojemność C_A bocznikuje impedancję Z_2 , a pojemność C_B bocznikuje impedancję Z_3 . Można tak dobrać impedancje Z_2 i Z_3 , aby były małe w porównaniu z bocznikującymi impedancjami pojemnościowymi i błędy spowodowane tym boczni-

kowaniem były pomijalnie małe. Należy uważać, ażeby nie uziemiać wskaźnika zera w punkcie C przy połączeniu z gałęzią Z_1 , w której znajduje się pojemnościowy obiekt badany (próbka dielektryka z elektrodami), gdyż spowodowałoby to zbocznikowanie gałęzi Z_1 pojemnością C_A , która może być nawet większa niż pojemność mierzonego kondensatora wynosząca zwykle od kilkudziesięciu do kilkuset pF.



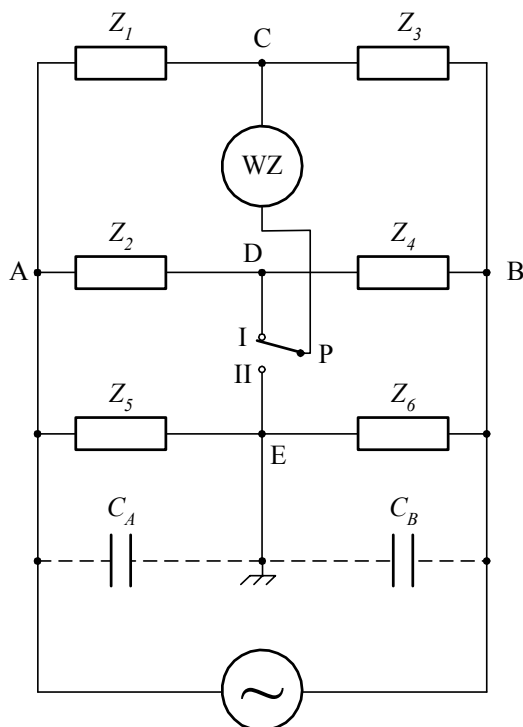
Rys. 9.2.2. Pojemności sprzęgające w mostku czteroramiennym:
a) nieuziemionym, b) z uziemionym wskaźnikiem zera

Pojemności sprzęgające da się całkowicie wyeliminować z mostka, jeżeli zastosuje się układ mostka z gałęzią Wagnera przedstawiony na rysunku 9.2.3.

Do punktów A i B jest dołączona dodatkowa gałąź złożona z impedancji Z_5 i Z_6 , nazywana gałęzią Wagnera. Punkt E, łączący obydwie te impedancje, został uziemiony, a pojemności sprzęgające C_A i C_B bocznikują impedancje Z_5 i Z_6 . Jeżeli przełącznik P znajduje się w położeniu II, to impedancje Z_1 , Z_2 , Z_3 i Z_4 tworzą dodatkowy mostek. Układ równoważy się dla położenia przełącznika P w pozycji I i II. Wymaga to wykonania kilka kroków równoważenia. W stanie równowagi mostka w obu położeniach przełącznika P są spełnione równania:

$$\underline{Z}_1 \underline{Z}_4 = \underline{Z}_2 \underline{Z}_3, \quad (9.2.25)$$

$$\underline{Z}_1 \underline{Z}_6 = \underline{Z}_3 \underline{Z}_5. \quad (9.2.26)$$

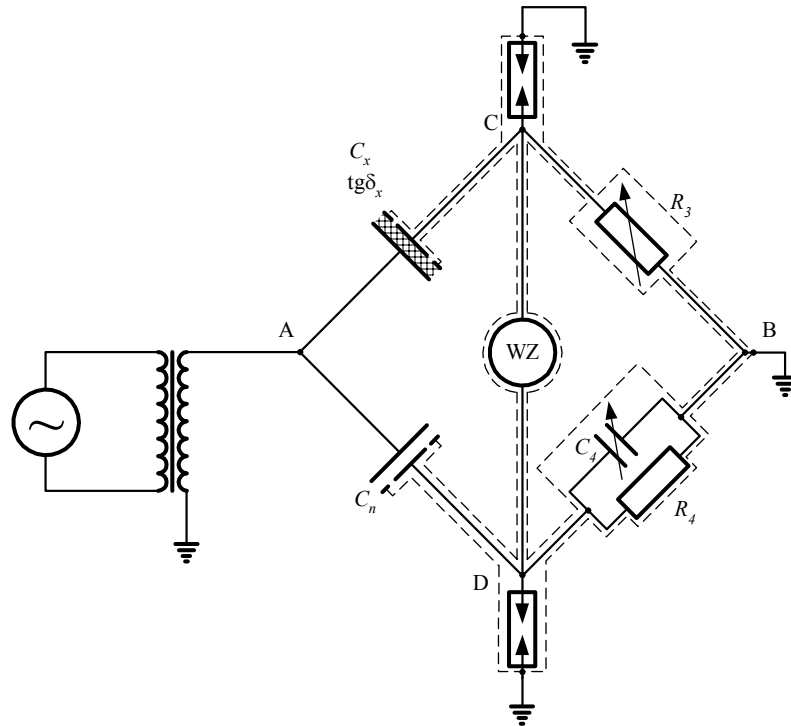


Rys. 9.2.3. Schemat układu mostka z gałęzią Wagnera

Impedancję Z_1 oblicza się ze wzoru (9.2.25), a wynik pomiaru nie zależy od pojemności sprzęgających (rozproszonych).

W literaturze opisano bardzo wiele różnych mostków biernych do pomiarów pojemności i współczynnika strat dielektrycznych [9, 11, 12, 17, 26]. Do najbardziej znanych należą mostki Scheringa, których można używać w zakresie częstotliwości od ok. 40 Hz do 100 kHz przy niskim i wysokim napięciu [17, 27]. Obecnie mostki te straciły na znaczeniu i zastępują je mostki transformatorowe lub układy napięciowoprądowe. Na rynku są jeszcze dostępne precyzyjne wysokonapięciowe mostki Scheringa produkowane przez znaną firmę Tettex, modele: 2801, 2821 i 2822 [23]. Dlatego w dalszej części tego podrozdziału opisano tylko ten rodzaj mostka.

Schemat wysokonapięciowego mostka Scheringa przedstawiono na rysunku 9.2.4. Mostek ten różni się od mostków niskonapięciowych tym, że uziemione jest źródło zasilania, a gałąź wskaźnika zera nie [17]. Wynika to stąd, że mostek pracuje przy wysokim napięciu i na elementach R_3 , C_4 i R_4 , dostępnych dla obsługi, nie może pojawić się wysokie napięcie.



Rys. 9.2.4. Wysokonapięciowy mostek Scheringa

Impedancje poszczególnych gałęzi mostka:

$$\underline{Z}_1 = R_x - j \frac{1}{\omega C_x}, \quad (9.2.27)$$

$$\underline{Z}_2 = -j \frac{1}{\omega C_n}, \quad (9.2.28)$$

$$\underline{Z}_3 = R_3, \quad (9.2.29)$$

$$\underline{Z}_4 = \frac{R_4}{1 + j\omega C_4 R_4}. \quad (9.2.30)$$

W stanie równowagi mostka są spełnione równania:

$$R_3 C_x = R_4 C_n, \quad (9.2.31)$$

$$R_x C_n = R_3 C_4. \quad (9.2.32)$$

Stąd

$$C_x = C_n \frac{R_4}{R_3}, \quad R_x = R_3 \frac{C_4}{C_n}. \quad (9.2.33)$$

Współczynnik strat dielektrycznych, zdefiniowany wzorem (3.25), można obliczyć z zależności

$$\operatorname{tg} \delta_x = \omega C_x R_x = \omega C_4 R_4. \quad (9.2.34)$$

Kondensator mierzony C_x , utworzony z badanego dielektryka i elektrod, oraz kondensator wzorcowy C_n powinny być kondensatorami trójelektrodowymi. Wszystkie elementy mostka powinny być ekranowane i łączone przewodami ekranowanymi z ekranami podłączonymi do masy w sposób pokazany na rysunku 9.2.4. Pojemności rozproszone względem ziemi można sprowadzić do układu czterech pojemności przyłączonych do poszczególnych węzłów mostka w sposób pokazany na rysunku 9.2.2. W układzie mostka Scheringa (rys. 9.2.4) uziemienie węzła B wyeliminowało pojemność C_B , a pojemność C_A bocznikuje jedynie źródło napięcia i nie wpływa na wyniki pomiarów. Pojemność C_C bocznikuje rezystancję R_3 , a pojemność C_D jest włączona równolegle do C_4 i R_4 . Pojemności te mają bezpośredni wpływ na dokładność pomiaru. W pomiarach precyzyjnych należy je uwzględnić w postaci poprawki.

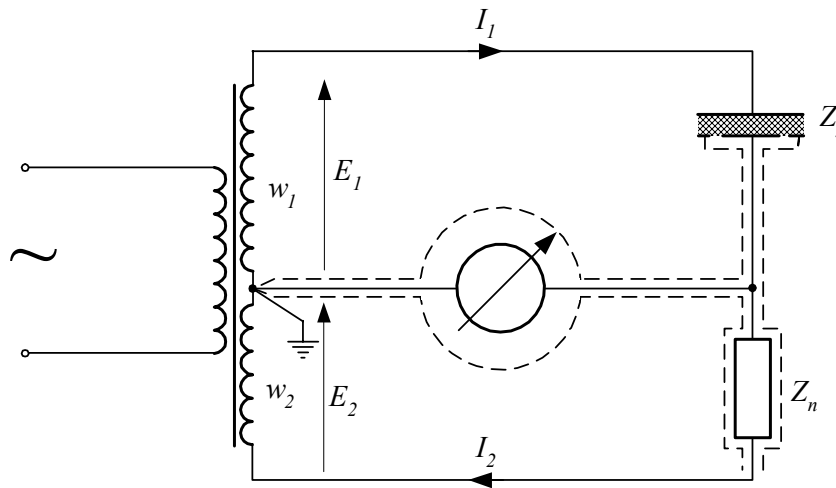
Oferowany przez firmę Tettex mostek Scheringa, model 2801, nie zawiera kondensatora wzorcowego C_n . Wzorzec pojemności C_n , wskaźnik zera i źródło zasilania, a także gałąź Wagnera są sprzedawane przez firmę Tettex jako oddzielne elementy przyłączane na zewnątrz. Zakres napięciowy mostka zależy od zakresu napięciowego zastosowanego wzorca pojemności. Firma Tettex oferuje całą gamę wzorców pojemności aż do 1000 kV. Mostek jest przystosowany do pracy przy częstotliwości 50–60 Hz. Zapewnia on bardzo dużą dokładność. Niedokładność pomiaru pojemności wynosi $\pm 0,04\%$, a współczynnika strat dielektrycznych $\pm 0,04\% \pm 1 \dots 5 \cdot 10^{-5}$. Modele mostków 2821 i 2822 mają budowę kompaktową i oprócz opisanego mostka Scheringa zawierają wszystkie elementy układu pomiarowego. Ich zakres pomiarowy dochodzi do 2 kV, a parametry metrologiczne są takie same jak parametry mostka 2801. Wewnętrzne źródło napięcia zasilającego nie jest uziemione. Potencjał gałęzi zerowej jest sprowadzany do potencjału uziemionej obudowy nie za pomocą gałęzi Wagnera, ale przez układ elektroniczny sterowany pokrętłami umieszczonymi na płycie czołowej [16]. Mostki 2821 i 2822 różnią się jedynie tym, że mostek 2821 jest wyposażony we wskaźnik zera z odczytem analogowym, a mostek 2822 – we wskaźnik z lampą oscyloskopową.

9.2.2. Mostki transformatorowe

Mostki transformatorowe mają zastosowanie w szerokim zakresie częstotliwości (15–250 MHz) ze względu na:

- małą liczbę elementów mostka wskutek wprowadzenia zasilania układu bezpośrednio do gałęzi mostka,
- dużą dokładność pomiaru i jej bardzo małą zależność od czasu, temperatury i napięcia,
- możliwość bezpośredniego uziemienia ekranów i pierścieni ochronnych, a więc pomiaru pojemności kondensatorów trójelektrodowych bez dodatkowych obwodów ochronnych [11, 12, 17, 27].

Podstawowy schemat mostka z transformatorem napięciowym do pomiarów pojemności próbki dielektryka w układzie trójelektrodowym przedstawiono na rysunku 9.2.5.



Rys. 9.2.5. Schemat ideowy mostka transformatorowego

Zakładając, że transformator jest idealny, czyli bez rozprożeń magnetycznych i pojemności własnych, warunki równowagi mostka zrównoważonego można wyrazić równaniami:

$$\underline{I}_1 - \underline{I}_2 = 0, \quad (9.2.35)$$

$$\frac{\underline{E}_1}{\underline{Z}_x} = \frac{\underline{E}_2}{\underline{Z}_n}, \quad (9.2.36)$$

$$\frac{\underline{E}_1}{\underline{E}_2} = \frac{w_1}{w_2} = k, \quad (9.2.37)$$

gdzie k jest przekładnią transformatora.

Stosunek sił elektromotorycznych $E_1:E_2$ jest równy stosunkowi liczby zwojów uzwojeń wtórnych transformatora $w_1:w_2$. Liczbę zwojów transformatora w_1 i w_2 można dokładnie określić, ponieważ nie zależy ona od czynników zewnętrznych, takich jak temperatura, wilgotność, napięcie czy starzenie się transformatora [7,17]. Zależność przekładni od zmian sprzężeń poszczególnych uzwojeń można wyeliminować, konstruując transformator tak, by sprzężenie między kolejnymi uzwojeniami było bliskie jedności. Aby to uzyskać, nawijają się uzwojenie skrętką multifilarną. Wówczas każda zmiana napięcia w jednym uzwojeniu przeniesie się w pełni na drugie uzwojenie tak, że stosunek napięć pozostanie stały. Natomiast wartość stosunku napięć, czyli zakres pomiarowy, zmienia się, dobierając odpowiednie stosunki zwojów.

Po podstawieniu (9.2.37) do (9.2.36) otrzymuje się

$$\underline{Z}_x = k \underline{Z}_n . \quad (9.2.38)$$

Impedancje mierzona i wzorcowa mają charakter pojemnościowy i wyrażają się wzorami:

$$\underline{Z}_x = R_x - j \frac{1}{\omega C_n} , \quad (9.2.39)$$

$$\underline{Z}_n = R_n - j \frac{1}{\omega C_n} . \quad (9.2.40)$$

Z warunków równowagi uzyskuje się zależności, które określają mierzone wielkości:

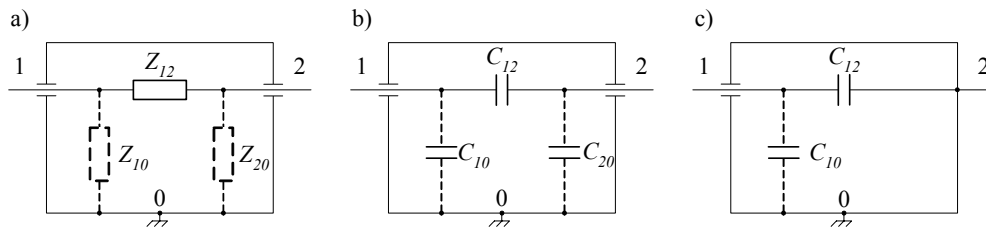
$$C_x = \frac{C_n}{k} , \quad (9.2.41)$$

$$R_x = k R_n , \quad (9.2.42)$$

$$\operatorname{tg} \delta_x = R_x \omega C_n . \quad (9.2.43)$$

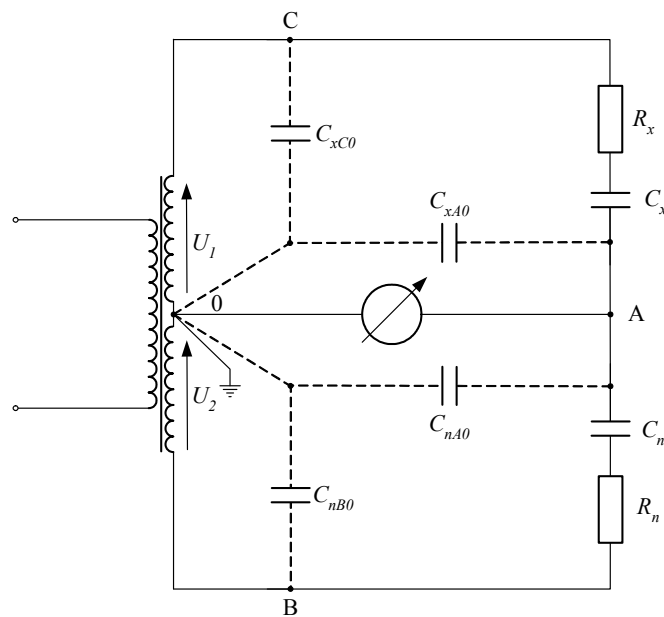
Każdy dwójnik ma rozproszone impedancje doziemne. W przypadku prądu zmiennego mają one głównie charakter pojemnościowy. Jeżeli dwójnik zostanie zaekranowany, to można go uważać za element trójzaciskowy o impedancji Z_{12} między głównymi zaciskami 1–2 i impedancjach do ekranu, które można sprowadzić do impedancji Z_{10} i Z_{20} (rys. 9.2.6a).

Analogiczny schemat zastępczy zaekranowanego kondensatora przedstawiono na rysunku 9.2.6b. Na schemacie tym pominięto rezystancje reprezentujące upływności, które w rzeczywistości mają drugorzędne znaczenie. Jeżeli jeden zacisk pojemności zostanie połączony z masą, to układ zastępczy kondensatora sprowadzi się do jednej pojemności doziemnej C_{10} (rys. 9.2.6c).



Rys. 9.2.6. Schemat ogólny zaekranowanego:
a) dwójnika, b) kondensatora, c) kondensatora, którego jeden zacisk połączono z masą

Mostek transformatorowy z rysunku 9.2.5 wraz z pojemnościami doziemnymi porównywanego kondensatorów C_x i C_n , mających rezystancje strat R_x i R_n , przedstawiono na rysunku 9.2.7.



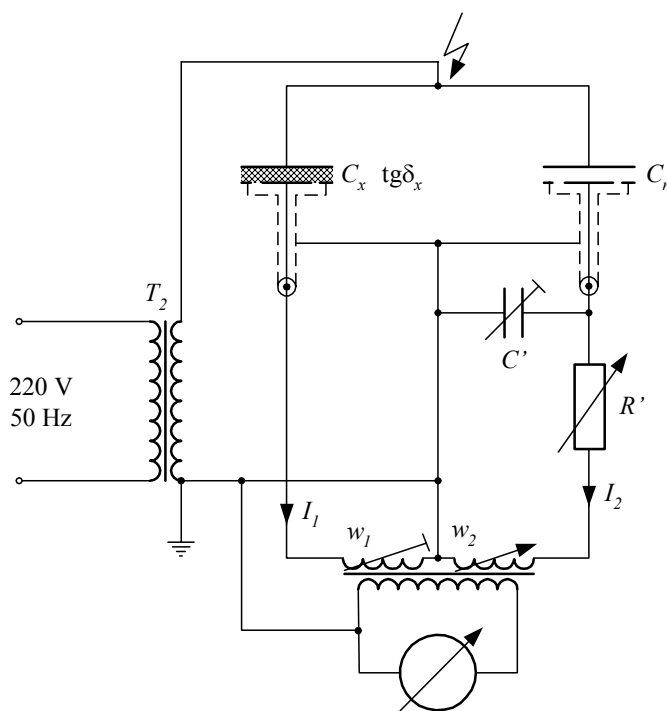
Rys. 9.2.7. Rozkład pojemności doziemnych w mostku transformatorowym

Pojemności C_{xC0} i C_{xCA} są pojemnościami doziemnymi kondensatora mierzono C_x , a pojemności C_{nA0} i C_{nB0} są pojemnościami doziemnymi kondensatora wzorcowego C_n . Pojemności C_{xC0} i C_{nB0} są zwarte przez małe rezystancje uzwojeń transformatora, a pojemności C_{xA0} i C_{nA0} są włączone równolegle do gałęzi wskaźnika równowagi i nie mają wpływu na wynik pomiaru [7, 17]. Fakt, że pojemności doziemne

kondensatorów C_n i C_x nie wpływają na wyniki pomiarów, jest bardzo ważną zaletą mostków transformatorowych.

Transformator napięciowy ma znaczące impedancje wyjściowe uzwojeń wtórnych, które sumują się z impedancją mierzoną i wzorcową. Rezystancja uzwojenia może zmieniać wynik pomiaru współczynnika strat dielektrycznych, a indukcyjność uzwojenia – wynik pomiaru pojemności elektrycznej. Te parametry wyjściowe transformatora należy uwzględnić w obliczeniach wyników pomiarów w postaci poprawki lub oszacowania wynikającej stąd niepewności pomiaru.

Wpływ parametrów wyjściowych transformatora można znacznie zmniejszyć, jeżeli zastosuje się w mostku transformator prądowy. Schemat takiego mostka transformatorowego do pomiarów pojemności i stratności dielektrycznej przy wysokim napięciu przedstawiono na rysunku 9.2.8.



Rys. 9.2.8. Mostek transformatorowy wysokiego napięcia do pomiarów przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych

Transformator prądowy znajdujący się w obwodzie wskaźnika zera ma dwa połączone uzwojenia pierwotne o regulowanej liczbie zwojów w_1 i w_2 nawinięte na rdzeń toroidalny przeciwsobnie. W efekcie strumienie magnetyczne wytworzone przez prądy I_1 i I_2 odejmują się od siebie. W stanie równowagi mostka wypadkowy strumień

magnetyczny w rdzeniu transformatora prądowego jest równy zero i wskaźnik napięcia przyłączony do uzwojenia wtórnego tego transformatora wskaże brak napięcia. Świadczy to o tym, że liczby amperozwojów są równe

$$I_1 w_1 = I_2 w_2. \quad (9.2.44)$$

Do zmiany fazy prądu I_2 służą rezystor R' i kondensator C' . Zmiana liczby zwojów uzwojenia w_1 odbywa się skokowo w wyniku zmiany odczepów uzwojenia transformatora. Aby uzyskać dużą rozdzielczość nastawy liczby zwojów w_2 , poza odczepami uzwojenia stosuje się precyzyjny wielodekadowy indukcyjny dzielnik prądu.

W stanie równowagi mostka

$$C_x = C_n \frac{w_2}{w_1}, \quad (9.2.45)$$

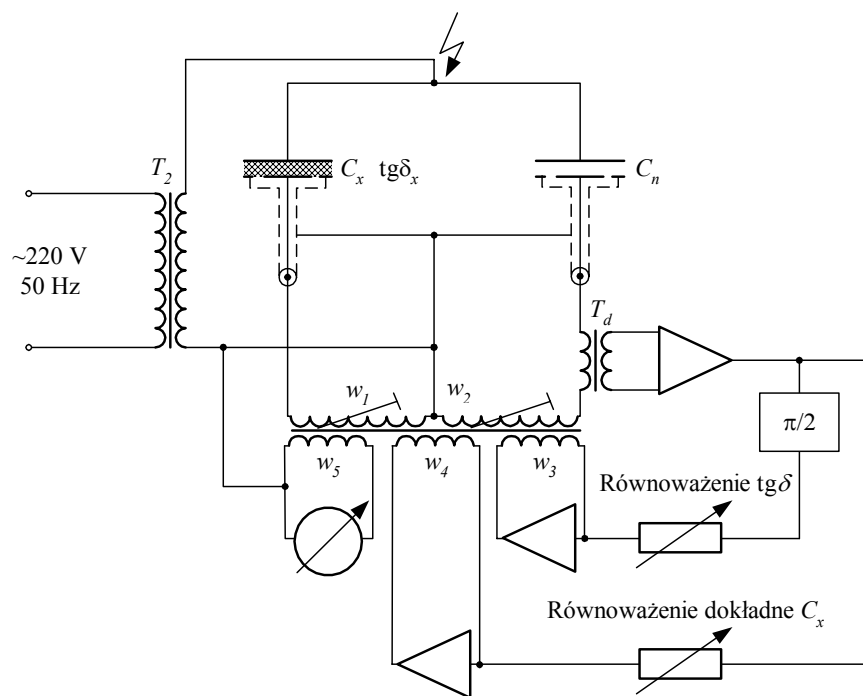
$$\operatorname{tg} \delta = \omega C' R'. \quad (9.2.46)$$

Rezystancja i indukcyjność uzwojeń transformatora prądowego mają wartości pomijalnie małe w porównaniu z parametrami kondensatora wzorcowego i mierzonego, dlatego ich wpływ praktycznie się nie uwzględnia.

Według opisanej zasady działa mostek transformatorowy typu 2805 firmy Tettex. Zakres pojemności tego mostka wynosi $C_x = 1 \text{ pF} - 1,1 \text{ } \mu\text{F}$ dla $C_n = 100 \text{ pF}$, zakres współczynnika strat dielektrycznych $\operatorname{tg} \delta_x = 1 \cdot 10^{-4} - 11$, niedokładności $\delta C_x = \pm 0,1 \%$, $\delta(\operatorname{tg} \delta_x) = \pm 1 \% \pm 1 \cdot 10^{-4}$.

Zastosowanie w mostku transformatorowym – w celu precyzyjnego równoważenia – elementów R' i C' oraz dzielnika prądowego przyłączonego do uzwojenia w_2 (rys. 9.2.8) ogranicza jego dokładność. Korzystniejsze jest zastosowanie transformatora prądowego z dwoma dodatkowymi uzwojeniami w_3 i w_4 , przez które wstrzykuje się dodatkowe strumienie magnetyczne w celu zrównoważenia mostka. Schemat takiego mostka przedstawiono na rysunku 9.2.9.

Transformator prądowy T_d z przyłączonym na wyjściu wzmacniaczem służy do zasilania układów współpracujących z uzwojeniami w_3 i w_4 . Ponieważ strumień wstrzykiwany przez uzwojenie w_3 , proporcjonalny do strat dielektrycznych w kondensatorze C_x , powinien być przesunięty o $\pi/2$ względem strumienia wytworzonego przez uzwojenie w_2 , w układzie równoważenia $\operatorname{tg} \delta$ zastosowano przesuwnik fazowy $\pi/2$. Zmian zakresu pomiarowego pojemności dokonuje się, zmieniając odczepy (liczbę zwojów) uzwojenia w_1 . Pojemność zgrubnie się zrównoważy przez zmianę liczby zwojów uzwojenia w_2 . Dokładne równoważenie pojemności natomiast odbywa się w wyniku wstrzykiwania strumienia magnetycznego przez uzwojenie w_4 . W stanie równowagi mostka wypadkowy strumień magnetyczny w transformatorze jest równy zero. Wówczas napięcie wskazywane przez wskaźnik zera, przyłączony do uzwojenia w_5 , będzie równe zero.



Rys. 9.2.9. Schemat mostka transformatorowego równoważonego przez wstrzykiwanie dodatkowego strumienia magnetycznego

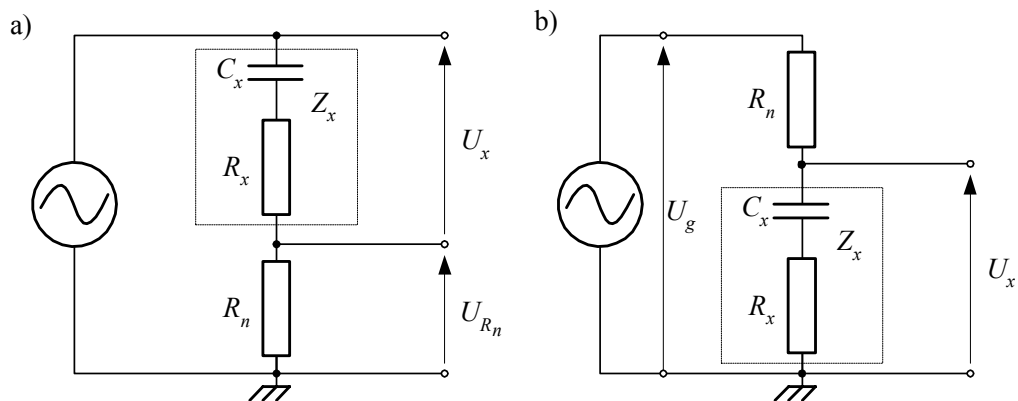
Według opisanej zasady działania funkcjonuje mostek firmy Tettex, typ 2809 z odczytem cyfrowym, równoważony ręcznie. Ma on niedokładność pomiaru pojemności: $\pm 0,01$ % wartości odczytu i $\pm 0,01$ % wartości zakresu. Dla współczynnika strat dielektrycznych jego niedokładność wynosi: ± 1 % odczytu i $\pm 1 \cdot 10^{-5}$.

Opisana zasada działania mostka równoważonego przez wstrzykiwanie dodatkowego strumienia magnetycznego do magnetowodu transformatora umożliwia łatwą automatyzację równoważenia mostka. Taki mostek $C, \text{tg}\delta$ z pełnym automatycznym równoważeniem współpracujący z zewnętrznym komputerem oferuje firma Tettex (model 2877). Bliższe dane na ten temat można znaleźć na stronie internetowej firmy Haefely-Tettex [24].

9.2.3. Metody napięciowo-prądowe pomiaru impedancji

Metody napięciowo-prądowe pomiaru impedancji, nazywane też metodami wolt-ampromierzowymi, polegają na bezpośrednim pomiarze miernikami fazoczułymi prądu przepływającego przez badany obiekt i spadku napięcia na tym obiekcie [10, 13, 15,

19, 20, 21, 26]. Rozwój technik mikroprocesorowych spowodował, że obecnie metody te należą do najnowocześniejszych i najczęściej stosowanych. W prawie wszystkich współczesnych niskonapięciowych przyrządach do pomiarów impedancji w zakresie częstotliwości od ok. 10 Hz do 1 MHz wykorzystuje się tę metodę. Zasadę pomiaru impedancji pojemnościowej tymi metodami przedstawiono na rysunku 9.2.10.



Rys. 9.2.10. Układy przedstawiające zasadę pomiaru pojemności C_x i jej rezystancji R_x metodami napięciowo-prądowymi: a) przez pomiary napięć na rezystorze wzorcowym i mierzonej impedancji, b) przez pomiar napięć na generatorze i mierzonej impedancji

Napięcie na impedancji Z_x mierzone miernikiem fazoczułym

$$\underline{U}_x = U_{xcz} + jU_{xb} = I \left(R_x + j \frac{1}{\omega C_x} \right), \quad (9.2.47)$$

gdzie U_{xcz} i U_{xb} są składowymi czynną i bierną napięcia U_x wskazywanymi przez fazoczuły woltomierz.

Aby określić prąd I , w układzie przedstawionym na rysunku 9.2.10, mierzy się napięcie na rezystorze wzorcowym R_n . Ponieważ prąd $I = U_{R_n} / R_n$, więc na impedancji Z_x składowa czynna napięcia wynosi

$$U_{xcz} = \frac{R_x}{R_n} U_{R_n}, \quad (9.2.48)$$

a składowa bierna

$$U_{xb} = \frac{1}{\omega C_x R_n} U_{R_n}. \quad (9.2.49)$$

Stąd mierzona pojemność

$$C_x = \frac{1}{\omega R_n} \frac{U_{R_n}}{U_{xb}}, \quad (9.2.50)$$

a współczynnik strat dielektrycznych

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{U_{xcz}}{U_{xb}}. \quad (9.2.51)$$

Układ z rysunku 9.2.10a ma tę wadę, że potencjał napięcia U_x jest podwyższony względem masy, co utrudnia jego pomiar woltomierzem fazoczułym z jednym zaciskiem znajdującym się na masie. Wady tej nie ma układ przedstawiony na rysunku 9.2.10b, w którym impedancję określa się, mierząc spadek napięcia U_x na impedancji Z_x i napięcie na generatorze U_g , a wynik pomiaru oblicza ze wzoru

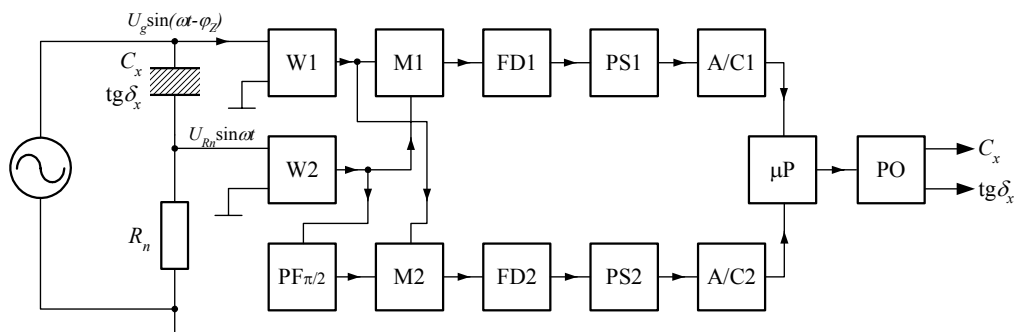
$$\underline{Z}_x = \frac{\underline{U}_x}{\underline{U}_g - \underline{U}_x} R_n. \quad (9.2.52)$$

Obliczanie składowych impedancji Z_x z zależności (9.2.52) jest o wiele bardziej skomplikowane niż w przypadku układu z rysunku 9.2.10a. Nie stanowi ono jednak problemu, gdy używa się miernika mikroprocesorowego. Z wyników pomiaru U_x i U_g programowo można otrzymać wyniki składowych impedancji, pojemności oraz współczynnika strat dielektrycznych. Duży wpływ na wyniki pomiaru $\operatorname{tg} \delta$ ma pojemność przewodu łączącego impedancję Z_x z rezystorem wzorcowym R_n .

W układach fazoczułych niezbędne jest napięcie referencyjne o zerowym przesunięciu fazowym względem prądu. Z tego powodu praktyczna realizacja układu przedstawionego na rysunku 9.2.10b jest bardzo trudna. W praktyce stosuje się najczęściej układ pokazany na rysunku 9.2.11. W układzie tym mierzona impedancja

$$\underline{Z}_x = \frac{\underline{U}_g - \underline{U}_{R_n}}{\underline{U}_{R_n}} R_n. \quad (9.2.53)$$

Wtórnik napięciowy W1 i W2 zapewniają bardzo dużą impedancję wejściową. Sygnały z wtórników są sygnałami wejściowymi mnożników M1 i M2. Sygnałem referencyjnym dla mnożnika M1 jest napięcie z rezystora R_n . Zatem sygnał wyjściowy z tego mnożnika jest proporcjonalny do składowej czynnej napięcia U_g . Dla mnożnika M2 sygnał referencyjny został przesunięty w przesuwniku fazowym o $\pi/2$. Dlatego sygnał wyjściowy z tego mnożnika jest proporcjonalny do składowej biernej napięcia U_g . Aby na polu odczytowym otrzymać właściwe wskazania, sygnały te są filtrowane, dopasowywane, przetwarzane na postać cyfrową i obrabiane przez system mikroprocesorowy. Przyrządy tego typu mają przeważnie wiele funkcji pomiarowych i są wyposażone w interfejsy umożliwiające współpracę z zewnętrznymi komputerami.



Rys. 9.2.11. Schemat miernika do pomiaru pojemności i współczynnika strat dielektrycznych: W1, W2 – wtórniki napięciowe; M1, M2 – mnożniki sygnałów; FD1, FD2 – filtry dolnoprzepustowe; $PF\pi/2$ – przesuwnik fazowy napięcia o $\pi/2$; PS1, PS2 – przetworniki skali dopasowujące sygnał mierzony do zakresu pomiarowego przetwornika analogowo-cyfrowego; A/C1, A/C2 – przetworniki analogowo-cyfrowe; μP – system mikroprocesorowy; PO – pole odczytowe

Opierając się na opisanych powyżej metodach, buduje się nowoczesne mierniki cyfrowe RLC, nazywane często niesłusznie mostkami, np. firmy Hewlett–Packard [10], Quad Tech [15].

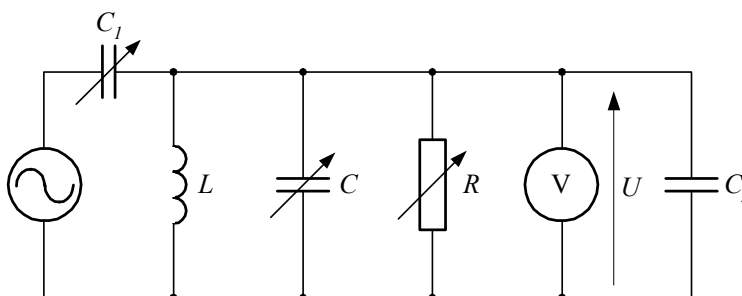
9.3. Pomiary w zakresie częstotliwości radiowych

Metody pomiarów w zakresie częstotliwości radiowych 100 kHz–100 MHz opierają się głównie na drgającym obwodzie indukcyjno-pojemnościowym (układ rezonansowy) [4, 11]. Pomiary sprowadzają się w zasadzie do określenia pojemności czy też zmian pojemności. Szczególnie w zakresie dużych częstotliwości należy zwracać uwagę, aby indukcyjności doprowadzeń były niewielkie w porównaniu z indukcyjnością obwodu. Wszelkie doprowadzenia, takie jak kable koncentryczne itp., mogą w znacznym stopniu zniekształcić pomiar. W czasie seryjnych pomiarów nie należy zmieniać połączeń w układzie pomiarowym. Jeśli taka zmiana jest konieczna, to przeprowadza się cechowanie kondensatora, w którym znajduje się badany dielektryk, oraz sprawdza, czy zmiana połączeń nie spowodowała różnicy we wskazaniach. Stosowane kondensatory wzorcowe są najczęściej wycechowane tylko dla jednej częstotliwości. Aby uzyskać poprawny wynik badanej pojemności, należy przyjąć poprawkę ze względu na indukcję własną kondensatorów wzorcowych. Pomiary przenikalności sprowadzają się do wyznaczenia pojemności C_0 kondensatora bez próbki i zmiany pojemności ΔC wywołanej wprowadzeniem do kondensatora badanego dielektryka [6]. Mierzona przenikalność względna

$$\varepsilon_r = \frac{C_o + \Delta C}{C_o}. \quad (9.3.1)$$

9.3.1. Metoda dostrojenia obwodu do rezonansu

Próbkę umieszcza się między elektrodami kondensatora C_x (rys. 9.3.1) i rezystor R ustawia się na maksymalną wartość. Na generatorze ustala się stałą częstotliwość i za pomocą elementów R , C dostraja układ do rezonansu. Korzystając z kondensatora sprzęgającego C_1 , ustawia się odpowiednie napięcie U na woltomierzu V . Następnie spomiędzy elektrod wyjmuje się badany dielektryk i zbliżając elektrody C_x , ponownie doprowadza się układ do rezonansu. Za pomocą zmiennego rezystora R ustala się na woltomierzu takie samo napięcie U , jakie wskazywał, gdy badana próbka znajdowała się między elektrodami kondensatora.



Rys. 9.3.1. Schemat układu rezonansowego do pomiaru przenikalności elektrycznej metodą dostrojenia obwodu do rezonansu

Przenikalność elektryczną określa się ze wzoru

$$\varepsilon_r = \frac{g}{g'}, \quad (9.3.2)$$

a współczynnik strat dielektrycznych z zależności

$$\operatorname{tg} \delta_x = \frac{1}{\omega R C_r}, \quad (9.3.3)$$

w której

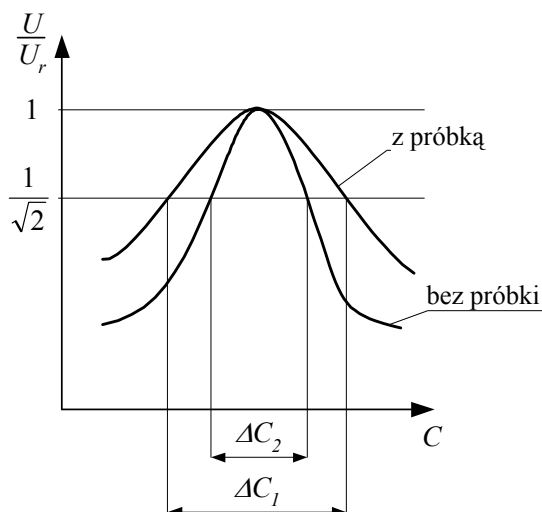
$$C_r = 0,0695 \cdot \frac{d^2}{g}, \quad (9.3.4)$$

gdzie:

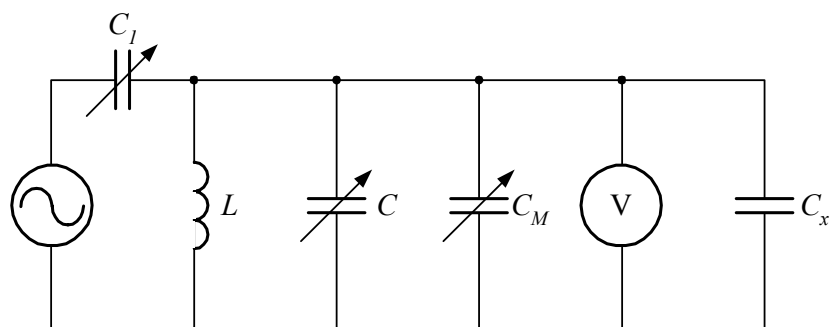
- g – odstęp między elektrodami kondensatora C_x o grubości badanej próbki,
- g' – odstęp między elektrodami kondensatora C_x po wyjęciu z kondensatora próbki i ponownym doprowadzeniu układu do rezonansu,
- d – średnica elektrody,
- R – wartość rezystancji regulowanego rezystora podczas pierwszego równoważenia.

9.3.2. Metoda rozstrojenia obwodu

Metoda rozstrojenia obwodu polega na pomiarze szerokości krzywej rezonansu z próbką i bez próbki. Tłumienie spowodowane przez próbkę stratną poszerza krzywą rezonansu (rys. 9.3.2). Pomiary wykonuje się w układzie przedstawionym na rysunku 9.3.3. Próbkę dielektryka umieszcza się między okładkami kondensatora C_x i dostraja układ do rezonansu. Następnie odczytuje się wartość napięcia rezonansowego U_r . Kondensatorem o zmiennej pojemności C_M rozstraja się obwód w jedną i drugą stronę od rezonansu do wybranej wartości napięcia U , np. $U = U_r / \sqrt{2}$ (rys. 9.3.2), zmieniając pojemność o ΔC_1 . Następnie próbkę usuwa się z kondensatora pomiarowego, stroi układ do rezonansu i ponownie rozstraja układ w jedną i drugą stronę, zmieniając pojemność o ΔC_2 przy tym samym stosunku napięcia jak poprzednio.



Rys. 9.3.2. Krzywe rezonansu



Rys. 9.3.3. Schemat rezonansowego układu pomiarowego stosowanego w metodzie rozstrojenia

Mierzone wartości oblicza się ze wzorów:

$$\varepsilon = \frac{K}{K'}, \quad (9.3.5)$$

$$\operatorname{tg} \delta_x = \frac{\Delta C_1 - \Delta C_2}{2C_x} \cdot \frac{1}{\sqrt{K-1}}, \quad (9.3.6)$$

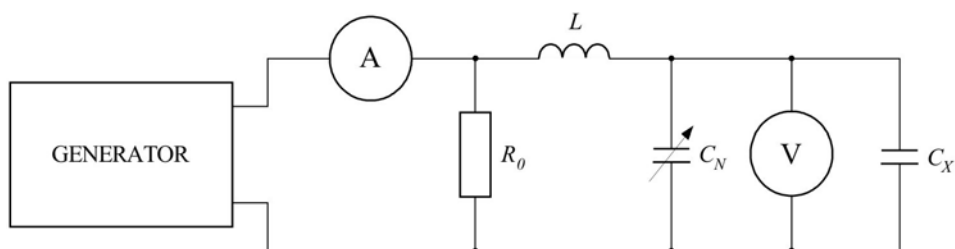
gdzie $K = U_{\max}^2 / U^2$ jest stosunkiem kwadratów napięć.

Jeżeli $K = 2$, czyli $U_x / U_{\max} = 1/\sqrt{2}$, to wzór (9.3.6) przyjmuje postać

$$\operatorname{tg} \delta_x = \frac{\Delta C_1 - \Delta C_2}{2C_x}. \quad (9.3.7)$$

9.3.3. Pomiar miernikiem dobroci

Schemat układu do pomiaru pojemności i współczynnika strat dielektrycznych miernikiem dobroci przedstawiono na rysunku 9.3.4.



Rys. 9.3.4. Schemat układu do pomiaru pojemności i współczynnika strat dielektrycznych miernikiem dobroci

Generator o regulowanej częstotliwości zasila obwód rezonansowy przez rezystor sprzęgający R_o o małej rezystancji i pomijalnie małych parametrach resztkowych. Woltomierz elektroniczny o bardzo dużej impedancji wejściowej, mierzący napięcie na kondensatorze o zmiennej pojemności, może być wyskalowany bezpośrednio w jednostkach dobroci zgodnie ze wzorem

$$U_{Cr} = Q \cdot U. \quad (9.3.8)$$

Typowym miernikiem dobroci można zmierzyć pojemność C , indukcyjność L , stratność $\text{tg}\delta$ i dobroć Q . Pomiar taki polega na zmierzeniu dobroci Q najpierw samego obwodu rezonansowego, a następnie – obwodu rezonansowego z badaną próbką w kondensatorze C_x .

Współczynnik strat dielektrycznych badanej próbki oblicza się ze wzoru

$$\text{tg}\delta = \frac{Q_1 - Q_2}{Q_1 \cdot Q_2} \cdot \frac{C_1}{C_1 - C_2}, \quad (9.3.9)$$

gdzie:

C_1, Q_1 – pojemność i dobroć samego obwodu rezonansowego,
 C_2, Q_2 – pojemność i dobroć obwodu rezonansowego z próbką.
 Wartość przenikalności elektrycznej można określić ze wzoru

$$\varepsilon_r = \frac{g}{g'}, \quad (9.3.10)$$

gdzie:

g – odstęp między elektrodami kondensatora C_x o grubości badanej próbki,
 g' – odstęp między elektrodami kondensatora C_x bez próbki.

9.4. Pomiary w zakresie częstotliwości mikrofalowych

W zakresie częstotliwości 10^8 – 10^{12} Hz pomiary ε i $\text{tg}\delta$ dielektryków o małym współczynniku strat dielektrycznych ($\text{tg}\delta \leq 1 \times 10^{-2}$) wykonuje się wyłącznie w rezonatorach wnękowych, wyznaczając rozstrojenie i zmianę dobroci rezonatora po wprowadzeniu badanej próbki [18]. Aby określić ε i $\text{tg}\delta$ dielektryków o $\text{tg}\delta \geq 1 \times 10^{-2}$, mierzy się impedancję w szczelinowych liniach koncentrycznych i falowodach. Do pomiaru należy wybierać próbki, których grubość odpowiada grubości linii pomiarowej i stanowi nieparzystą wielokrotność ćwiartki długości fali.

Metody pomiarów w zakresie częstotliwości mikrofalowych zasadniczo różnią się od metod pomiarów w niższych częstotliwościach i ich szczegółowe omawianie wykracza poza zakres tego opracowania.

Literatura

- [1] Adamec V., *Approximate method for deducing a.c. permittivity from d.c. measurement*. Conference Paper: Proceedings of the Conference on Dielectric Materials, Measurement and Application. IEE Conf., Publ. No. 192, London, 1970, pp. 34–41.
- [2] Badian L., Zubeł Z., *Zastosowanie pomiarów niskoczęstotliwościowych do wykrywania ładunku przestrzennego w dielektrykach*, Elektronika, 1986, nr 6, s. 24–30.
- [3] Baker A.J., Piercy A.R., *A sample technique for measuring nonlinear ac properties of materials at frequencies below 1 Hz*, J. Phys. E: Sci. Instr., Vol. 9 (1976), pp. 476–477.
- [4] Bartnikas R., *Engineering dielectrics*, Vol II B, ASTM, Philadelphia, 1987.
- [5] Bringham Oran E., *The fast Fourier transform and its application*, Prentice Hall Signal Processing Series, 1988.
- [6] Chełkowski A., *Fizyka dielektryków*, PWN, Warszawa, 1993.
- [7] Chwaleba A., Poniński M., Siedlecki A., *Metrologia elektryczna*, WNT, Warszawa, 2000.
- [8] Gotszalk R., *Technika pomiarów wielkości elektrycznych*, Skrypt Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 1982.
- [9] Haque B., *Alternating current bridge methods*, Pitman, London, 1946.
- [10] Hewlett Packard: *HP 4284 A precision LCR Meter 20 Hz–1 MHz. Operation manual*.
- [11] Jellonek A., Karkowski Z., *Miernictwo radiotechniczne*, WNT, Warszawa, 1972.
- [12] Karandziejew K.B., *Pomiary elektryczne metodami mostkowymi i kompensacyjnymi*, WNT, Warszawa, 1969.
- [13] Nitsch K., *Zastosowanie spektroskopii impedancyjnej w badaniach materiałów elektronicznych*, Oficyna Wyd. Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 1999.
- [14] Pospieszna J., *Wybrane zagadnienia interakcji polimer–syciwo w układach izolacyjnych kondensatorów energetycznych wysokiego napięcia*, Prace Nauk. Inst. Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 33, Seria: Monografie nr 12, Wrocław, 1998.
- [15] Quad Tech: *1693 Precision RLC digibridge. Instruction manual*, 1998.
- [16] Schwendinger W., *Mostek firmy Tettex typu 2821 do pomiarów pojemności i współczynnika stratności $\tan \delta$ dielektryków stałych i ciekłych*, Tettex Information 302, Febr. 1974.
- [17] Siciński Z., *Badanie materiałów elektroizolacyjnych*, WNT, Warszawa, 1969.
- [18] Sucher M., Fox J. et al., *Handbook of microwave measurements*, third edition, completely revised and enlarged, Vol. I–III, Polytechnic Press of the Polytechnic Institute of Brooklyn, New York–London, 1963.
- [19] Syed M.M., Nadira B.M., Vishnubhotla S.R., *Hardware implementation of a new phase measurement algorithm*, IZM IEEE Transaction, Vol. 39, 1990, No. 2 (April).
- [20] Syed M.M., Rusek A., Ganesan S., *A microprocessor-based dual phase slope meter*, IZM IEEE Transaction, Vol. 37, 1988, No. 3 (September).
- [21] Taha M.R.S., *Digital measurement of the polar and rectangular forms of impedance*, IZM IEEE Transaction, Vol. 38, 1989, No. 1 (February).
- [22] Takeishi S., Mashimo S., *Dielectric relaxation measurements in the ultra-low frequency region*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 53 (1982), No. 8, pp. 1155–1159.
- [23] Tettex Instruments: *C tan delta measuring instruments*, www.heafely.com/measuring_diagnostics/ctandelta.html.
- [24] Tettex Instruments – Heffely Tranch, *General Catalog Tettex Instruments Division*, www.tettex.com
- [25] Vince M., *An apparatus for the measurement of the permittivity and loss tangent of glasses at audio and sub-audio frequencies*, Proc. IEE, 1969, No. 2.

- [26] Zajt T., *Metody woltoamperometryczne i elektryczne. Spektroskopia impedancyjna*, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk, 2001.
- [27] IEC 250: 1969 *Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths.*

10. Niepewność wyników pomiarów

10.1. Rozważania ogólne

Wynik pomiaru zawsze różni się od wartości rzeczywistej. Różnicę między wartością zmierzoną a rzeczywistą nazywa się błędem pomiaru. Z metrologicznego punktu widzenia wartość rzeczywista nigdy nie może być określona. Zwiększając dokładność pomiarów, można się tylko do niej zbliżyć. Dlatego w metrologii zamiast określenia „wartość rzeczywista” używa się pojęcia „wartość prawdziwa”. Wartością prawdziwą X_p nazywa się wartość zbliżoną do wartości rzeczywistej z tak małym błędem, że w porównaniu z błędem pomiaru można go pominąć. Błąd pomiaru ma zawsze konkretną wartość liczbową i znak. Błąd można wyznaczyć, porównując dany wynik pomiaru z wynikiem znacznie dokładniejszym (wartością prawdziwą) uzyskanym dzięki użyciu dokładniejszej aparatury pomiarowej. Ponieważ wartość prawdziwa różni się od wartości rzeczywistej, również zmierzony błąd może się różnić od błędu rzeczywistego. Jeśli znamy wartość błędu pomiaru, możemy go wyeliminować z wyniku pomiaru za pomocą poprawki. Wprowadzenie poprawki do wyniku pomiaru nie eliminuje całkowicie błędu pomiaru. Zawsze pozostanie jakaś częśćka, której wartości, niestety, nie znamy. Można jedynie oszacować – na odpowiednim poziomie ufności – granice, w których ten błąd się mieści. Te granice błędów określa niepewność wyniku pomiaru. Słowo „niepewność” oznacza „wątpliwość” i stąd „niepewność pomiaru” jest wątpliwością odnoszącą się do wartości wyniku pomiaru. Formalna definicja niepewności pomiaru podana w międzynarodowym słowniku podstawowych i ogólnych terminów metrologii [14], a zacytowana w międzynarodowym przewodniku do wyrażenia niepewności pomiaru [15], jest następująca: *niepewność pomiaru – parametr związany z wynikiem pomiaru, charakteryzujący rozrzut wartości, które można w uzasadniony sposób przypisać wielkości mierzonej.*

Ta definicja niepewności jest mało precyzyjna. Wyjaśnia to w przypisach prof. J. Jaworski, tłumacz polskiego wydania wspomnianego przewodnika wyrażenia niepewności pomiaru [15]. Dla pomiaru obciążonego tylko błędem systematycznym (a takie pomiary są powszechne) nie otrzymuje się żadnego rozrzutu. W rozdziale 3.3 tego przewodnika czytamy: *Niepewność pomiaru obrazuje brak dokładnej znajomości*

wartości wielkości mierzonej. Wynik pomiaru po korekcji rozpoznanych dokładności systematycznych pozostaje wciąż tylko estymatą wartości wielkości mierzonej, a to z powodu niedoskonałości wynikającej z oddziaływań przypadkowych i niedoskonałej korekcji oddziaływań systematycznych.

Niepewność pomiaru $u(X)$ jest parametrem określającym z założonym prawdopodobieństwem granice przedziału, w którym znajduje się nieznaną wartość rzeczywista mierzonej wielkości X , czyli wartość prawdziwa $X_p = X \pm u(X)$, gdzie X jest surowym wynikiem pomiaru. Podawanie wyniku wraz z jego niepewnością jest jednym z najistotniejszych wymagań metrologicznych. Wynik pomiaru, dla którego podano niepewność, staje się wynikiem wiarygodnym, gdyż informuje on o przedziale wartości $X - u(X) \leq X_p \leq X + u(X)$, w którym z określonym prawdopodobieństwem znajduje się prawdziwa wartość mierzonej wielkości X_p .

Wynik pomiaru X , dla którego nie są znane granice przedziału wartości, w jakich mieści się wartość rzeczywista, czyli nieznaną jest niepewność wyniku pomiaru, jest wynikiem surowym pozbawionym wartości metrologicznej. Na podstawie takiego wyniku nie można wyciągnąć wniosków o parametrach danego obiektu, właściwościach materiałów czy zjawiskach fizycznych.

Niektórzy technolodzy nie doceniają znaczenia niepewności pomiarów. Dzieje się tak dlatego, że do badań technologicznych często wystarczają zmiany danego parametru materiału, a nie jego wartości. Aby porównać charakter zmian badanej wielkości, w wielu publikacjach zamieszcza się wykresy z jednostkami umownymi, zupełnie nie wspominając o niepewnościach przedstawionych wyników. W badaniach porównawczych błędy systematyczne mogą nie wpływać na przebieg badanej charakterystyki, ale pod warunkiem, że wartości tych błędów są stałe w zakresie mierzonych wartości. W rzeczywistości taki stały charakter ma tylko część błędów systematycznych, np. metody pomiaru. Natomiast błędy systematyczne przyrządów pomiarowych zmieniają się wraz ze zmianą wskazań i zmianą warunków środowiskowych, w których znajduje się aparatura pomiarowa. Pogląd, że w badaniach materiałowych niepewność pomiaru jest nieistotna, jest zapewne niesłuszny.

W badaniach materiałowych na wynik pomiarów istotnie wpływa niestabilność właściwości badanego materiału. Ujawnia się to szczególnie podczas badań właściwości elektrycznych dielektryków. Niepewności pomiarów stąd wynikające mogą mieć decydujący wpływ na całkowitą niepewność pomiaru. Stosując dokładne przyrządy pomiarowe o dużej rozdzielczości, obserwuje się dużą niestabilność wskazań, która decyduje o dokładności odczytu. Niedokładność odczytu może być więc znacznie większa niż niedokładność podstawowa przyrządu.

Wspomniany już przewodnik wyrażania niepewności wydany przez ISO, a opracowany przez kilka międzynarodowych organizacji metrologicznych z Międzynarodowym Biurem Miar na czele [13], ma charakter ogólny, ale jest ukierunkowany na pomiary bardzo dokładne, wykonywane najczęściej w urzędach miar. W pomiarach

tych poszczególne składowe niepewności mają niewielkie porównywalne wartości. Obliczanie niepewności pomiarów w tych warunkach staje się bardzo pracochłonne. Nie stanowi to jednak problemu, gdyż pomiary te są z natury bardzo kosztowne. Szacowanie natomiast niepewności pomiarów przemysłowych metodami podawanymi we wspomnianym przewodniku znacząco podnosi koszt badań. Ze względu na stosunkowo małą dokładność tych pomiarów można stosować mniej pracochłonne procedury uproszczone.

Na temat szacowania niepewności pomiarów w ostatnich kilku latach ukazało się wiele publikacji, również w języku polskim, m.in. [1, 2, 3, 4, 11, 12, 16]. Wszystkie one opierają się na wspomnianym przewodniku i mają charakter ogólny. Cennym uzupełnieniem tych prac jest książka prof. T. Skubisa [10], w której podano przykłady opracowywania wyników pomiarów wraz z ich niepewnością.

Norma PN-EN-ISO/IEC 17025:2000 [17] dotycząca kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących wymaga podawania w świadectwach wzorcowania niepewności pomiarów, a w sprawozdaniach z badań stwierdzeń, gdy jest to potrzebne, dotyczących oszacowanej niepewności pomiarów. Szacowanie niepewności pomiarów jest czynnością niełatwą, a nie ma przystępnych szczegółowych opracowań literaturowych na ten temat. Autor tej pracy we wcześniejszych swoich publikacjach starał się przybliżyć problem szacowania niepewności w laboratoriach badawczych, zwłaszcza w odniesieniu do materiałów elektrotechnicznych [5–9]. Ten rozdział poświęcono również tej tematyce z ukierunkowaniem na szacowanie niepewności pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej oraz przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych.

10.1.1. Przyczyny niepewności pomiarów

Niepewność pomiaru ma zawsze charakter losowy. Jest to parametr charakteryzujący rozrzut wartości, które można przypisać wielkości mierzonej. Takim parametrem może być odchylenie standardowe lub jego wielokrotność albo połowa szerokości przedziału odpowiadająca określonemu poziomowi ufności. Niepewność pomiaru zawiera na ogół wiele składników. Niektóre z nich można wyznaczyć na podstawie rozkładu statystycznego wyników wielu pomiarów. Inne, które mogą być również scharakteryzowane przez odchylenia standardowe, szacuje się na podstawie zakładanych rozkładów prawdopodobieństwa, opartych na posiadanym doświadczeniu lub innych informacjach. Przyjmuje się, że wszystkie składniki niepewności – włącznie z tymi, które pochodzą od efektów systematycznych – mają swój udział w rozrzucie wyników.

Istnieje wiele przyczyn niepewności pomiarów. Najważniejsze z nich to:

a) niepełna definicja wielkości mierzonej i jej niedoskonała realizacja w postaci uproszczonego modelu,

- b) niewyeliminowanie błędów systematycznych z powodu nieznaności ich wartości,
- c) sposób pobierania próbek – mierzona próbka może nie reprezentować wartości wielkości mierzonej,
- d) niepełna znajomość wpływu otoczenia na procedurę pomiarową lub niedoskonały pomiar parametrów warunków otoczenia,
- e) subiektywny błąd odczytywania wskazań przyrządów analogowych,
- f) błąd odczytu wskazań przyrządów cyfrowych spowodowany rozdzielczością lub niestabilnością wskazań, a dla układów realizujących zerowe metody pomiarowe – próg pobudliwości,
- g) wartości przypisane wzorcom lub materiałom odniesienia,
- h) wartości stałych i innych parametrów otrzymywanych ze źródeł zewnętrznych i stosowanych w algorytmie przetwarzania danych,
- i) przybliżenia i założenia wynikające z metody pomiarowej i z procedury badawczej,
- j) zmiany w powtarzanych obserwacjach wielkości mierzonej w pozornie identycznych warunkach.

Parametrem charakteryzującym wartość liczbową niepewności jest odchylenie standardowe lub jego nieobciążony estymator. W przewodniku ISO dotyczącym wyrażania niepewności pomiaru [14, 15] rozróżnia się niepewność:

- a) standardową (ang. *standard uncertainty*) równą odchyleniu standardowemu,
- b) standardową złożoną (ang. *combined standard uncertainty*) będącą również parametrem charakterystycznym rozkładu prawdopodobieństwa, który jest splotem rozkładów składowych,
- c) rozszerzoną (ang. *expanded uncertainty*), która jest wielokrotnością niepewności standardowej.

Standardowa niepewność złożona może zawierać wiele składowych. Jedne z nich określają się na podstawie otrzymanego rozrzutu wyników serii pomiarów, obliczając estymatory odchyleń standardowych. Inne, których nie można ocenić w ten sposób, na przykład wynikające z niedokładności aparatury pomiarowej oraz stosowanych metod i modeli zastępczych, ocenia się również za pomocą przewidywanych rozkładów prawdopodobieństwa.

Przyjmując jako kryterium podziału niepewności sposób ich wyznaczania, dzieli się je na dwie kategorie:

- typu A – wyznaczone za pomocą metod statystycznych,
- typu B – wyznaczone za pomocą innych metod.

10.1.2. Niepewność standardowa typu A

Niepewność typu A można oszacować, jeżeli ten sam pomiar wykonuje się wielokrotnie w tych samych warunkach. Otrzymuje się wówczas n wyników X_i ($i = 1, 2, \dots, n$). Najbardziej wiarygodna jest wówczas wartość średnia

$$\bar{X}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i. \quad (10.1.1)$$

Niepewność standardową typu A wartości średniej $u_A(\bar{X})$ wyraża się za pomocą estymaty średniego odchylenia kwadratowego wartości średniej $s_A(\bar{X}_j)$ ze wzoru

$$u_A(\bar{X}_j) = s_A(\bar{X}_j) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X}_j)^2}{n(n-1)}}. \quad (10.1.2)$$

10.1.3. Niepewność standardowa typu B

Podczas szacowania niepewności typu B wykorzystuje się wszystkie dostępne informacje o czynnikach mogących wpływać na niepewność pomiaru, a więc dane z wcześniejszych pomiarów, właściwości przyrządów i materiałów, informacje podane przez producenta, dane uzyskane w czasie kalibracji, a także niepewności przypisane danym odniesienia wzięte z literatury.

Jeżeli błędy systematyczne przyrządów pomiarowych nie zwiększają niepewności pomiaru ponad dopuszczalne granice, to nie muszą być eliminowane przez wprowadzanie poprawek. Wówczas należy przyjąć niepewność wskazań przyrządów na podstawie znanej niedokładności przyrządu, np. klasy lub błędu podstawowego. Można założyć, że rozkład prawdopodobnych błędów wskazań jest równomierny (prostokątny) i jeżeli niedokładność graniczna przyrządu wynosi $\Delta_g X_j$, to przyjmuje się, że jego odchylenie standardowe, nazwane „niepewnością standardową wskazań przyrządu”, wynosi

$$u_B(X_j) = s_B(X_j) = \frac{\Delta_g X_j}{\sqrt{3}}. \quad (10.1.3)$$

Składowe niepewności standardowej typu B traktuje się w obliczeniach tak jak składowe odchylenia średniego kwadratowego obliczanego ze wzoru (10.1.2).

Jeżeli wskazania przyrządu są niestabilne na skutek zakłóceń lub niestabilności badanego obiektu, to do niedokładności granicznej $\Delta_g(X_j)$ należy dodać niepewność wynikającą z niestabilności wskazań, za którą można przyjąć połowę przedziału wahań przyrządu pomiarowego.

10.1.4. Określanie złożonej niepewności standardowej

Jeżeli wartości niepewności typu A i typu B są porównywalne i żadnej z nich nie można pominąć, to należy obliczyć standardową niepewność złożoną ze wzoru:

$$u(X_j) = \sqrt{u_A^2(\bar{X}_j) + u_B^2(X_j)}. \quad (10.1.4)$$

W przypadku pomiarów pośrednich, gdy wynik pomiaru Y jest określony funkcją

$$Y = f(X_j), \quad (10.1.5)$$

w której przez X_j oznaczono wyniki pomiarów nieskorelowanych wielkości wejściowych, niepewność standardową złożoną wyniku pomiaru oblicza się ze wzoru

$$u(Y) = \sqrt{\sum_{j=1}^m c_j^2 \cdot u^2(X_j)}, \quad (10.1.6)$$

w którym

$$c_j = \frac{\partial Y}{\partial X_j} \quad (10.1.7)$$

jest współczynnikiem wrażliwości związanym z estymatą wielkości X_j .

Można ewentualnie oddzielnie szacować niepewności standardowe złożone typu A $u_A(Y)$ i typu B $u_B(Y)$. Wówczas niepewność złożoną standardową oblicza się ze wzoru

$$u(Y) = \sqrt{u_A^2(\bar{Y}) + u_B^2(Y)}. \quad (10.1.8)$$

Obliczanie złożonej niepewności standardowej ze wzoru (10.1.8) może być jednak bardziej pracochłonne niż ze wzoru (10.1.6).

10.1.5. Niepewność rozszerzona

Niepewność standardowa jest niepewnością określoną na poziomie ufności $p = 0,68$. Taki poziom ufności jest najczęściej niewystarczający. Dla określenia wiarygodności wyników pomiarów najistotniejsze znaczenie ma niepewność rozszerzona (nazywana również całkowitą), którą można obliczyć ze wzoru

$$U(Y) = k_p \cdot u(Y), \quad (10.1.9)$$

w którym k_p jest współczynnikiem rozszerzenia zależnym od poziomu ufności p i rozkładu prawdopodobieństwa wielkości wejściowych.

Jeżeli wszystkie mierzone wielkości wejściowe X_j mają rozkłady normalne (Gausa), to i wielkość wyjściowa Y ma rozkład normalny. Wówczas dla najczęściej stosowanego poziomu ufności $p = 0,95$ współczynnik rozszerzenia $k_p = 2$, a dla $p = 0,997$ mamy $k_p = 3$.

Jeżeli jednak rozkłady X_j nie są normalne, to na mocy centralnego twierdzenia granicznego (podstawowego twierdzenia statystyki matematycznej) rozkład wielkości wyjściowej Y można aproksymować rozkładem normalnym. Wówczas należy przyjąć współczynnik rozszerzenia [15, 16]

$$k_p = t_{p, \nu_Y}, \quad (10.1.10)$$

gdzie t_{p, ν_Y} jest kwantylem rozkładu t -Studenta dla wymaganego poziomu ufności p i efektywnej (wypadkowej) liczby stopni swobody ν_Y . Wartości t_{p, ν_Y} podano w tabeli 10.1.1. Wartość efektywnej liczby stopni swobody oblicza się ze wzoru Welch-Satterhwaite'a [15, 16]

$$\nu_Y = \frac{u^4(Y)}{\sum_{j=1}^m \frac{c_j^4 \cdot u^4(X_j)}{\nu_{X_j}}}, \quad (10.1.11)$$

w którym ν_{X_j} jest liczbą stopni swobody wielkości wejściowej X_j . Jeżeli obliczona z równania (10.1.11) wartość nie jest liczbą całkowitą, to za ν_{X_j} należy przyjąć najbliższą mniejszą liczbę całkowitą. Efektywna liczba stopni swobody ν_Y jest właściwą miarą wiarygodności niepewności standardowej związanej z estymatą wielkości wyjściowej Y .

Dla niepewności standardowej typu A $u_A(X_j)$ liczba stopni swobody wynosi

$$\nu_{X_j A} = n - 1, \quad (10.1.12)$$

gdzie n jest liczbą powtórzonych pomiarów.

Określenie liczby stopni swobody ν_{jB} , odpowiadającej niepewności standardowej typu B $u_B(X_j)$, jest problematyczne. Liczbę stopni swobody ν_{jB} można wyznaczyć z równania [15]

$$\nu_{X_j B} = \frac{1}{2 \left(\frac{\Delta u_B(X_j)}{u_B(X_j)} \right)^2}, \quad (10.1.13)$$

gdzie $\Delta u_B(X_j)$ jest niepewnością niepewności $u_B(X_j)$, a $\Delta u_B(X_j)/u_B(X_j)$ – względną niepewnością niepewności $u_B(X_j)$. Wartości tej niepewności określa się na podstawie całokształtu dostępnych informacji.

Tabela 10.1.1. Wartości kwantyla $t_{p,\nu}$ rozkładu t -Studenta w zależności od liczby stopni swobody i poziomu ufności p [15]

| Liczba stopni swobody ν | Poziom ufności p | | | | |
|-----------------------------|--------------------|------|-------|-------|--------|
| | 0,68 | 0,90 | 0,95 | 0,99 | 0,9973 |
| 1 | 1,84 | 6,31 | 12,71 | 63,66 | 235,8 |
| 2 | 1,32 | 2,92 | 4,30 | 9,92 | 19,21 |
| 3 | 1,20 | 2,35 | 3,18 | 5,84 | 9,22 |
| 4 | 1,14 | 2,13 | 2,78 | 4,60 | 6,62 |
| 5 | 1,11 | 2,02 | 2,57 | 4,03 | 5,51 |
| 6 | 1,09 | 1,94 | 2,45 | 3,71 | 4,90 |
| 7 | 1,08 | 1,89 | 2,36 | 3,50 | 4,53 |
| 8 | 1,07 | 1,86 | 2,31 | 3,36 | 4,28 |
| 9 | 1,06 | 1,83 | 2,26 | 3,25 | 4,09 |
| 10 | 1,05 | 1,81 | 2,23 | 3,17 | 3,96 |
| 11 | 1,05 | 1,80 | 2,20 | 3,11 | 3,85 |
| 12 | 1,04 | 1,78 | 2,18 | 3,05 | 3,76 |
| 13 | 1,04 | 1,77 | 2,16 | 3,01 | 3,69 |
| 14 | 1,04 | 1,76 | 2,14 | 2,98 | 3,64 |
| 15 | 1,03 | 1,75 | 2,13 | 2,95 | 3,59 |
| 16 | 1,03 | 1,75 | 2,12 | 2,92 | 3,54 |
| 17 | 1,03 | 1,74 | 2,11 | 2,90 | 3,51 |
| 18 | 1,03 | 1,73 | 2,10 | 2,88 | 3,48 |
| 19 | 1,03 | 1,73 | 2,09 | 2,86 | 3,45 |
| 20 | 1,03 | 1,72 | 2,09 | 2,85 | 3,42 |
| 25 | 1,02 | 1,71 | 2,06 | 2,79 | 3,33 |
| 30 | 1,02 | 1,70 | 2,04 | 2,75 | 3,27 |

Przypuśćmy, że na podstawie dokonanej oceny dochodzimy do wniosku, iż $u_B(X_j)$ jest niepewna na około 25 %, czyli $\Delta u_B(X_j)/u_B(X_j) = 0,25$. Stąd liczba stopni swobody obliczona z równania (10.1.13) wynosi $\nu_{X_jB} = 8$. Jeżeli ocenilibyśmy, że $u_B(X_j)$ jest niepewna na około 50 %, to wtedy $\nu_{X_jB} = 2$.

Jeżeli $u_B(X_j)$ obliczono z prostokątnego rozkładu prawdopodobieństwa i prawdopodobieństwo, że dana wielkość znajduje się poza tymi granicami, jest bardzo małe, to można przyjąć, że liczba stopni swobody $\nu_{X_jB} \rightarrow \infty$.

Jeżeli niepewności typu A i typu B mają wartości porównywalne i żadnej z nich nie można pominąć, to standardową niepewność złożoną $u(X_j)$ oblicza się ze wzoru (10.1.4), a efektywną liczbę stopni swobody tej niepewności – z zależności [15]

$$\nu_{X_j} = \frac{u^4(X_j)}{\frac{u_A^4(X_j)}{\nu_{X_jA}} + \frac{u_B^4(X_j)}{\nu_{X_jB}}}. \quad (10.1.14)$$

Jeżeli $\nu_{X_j B} \rightarrow \infty$ (prostokątny rozkład prawdopodobieństwa), czyli $1/\nu_{X_j B} \rightarrow 0$, to

$$\nu_{X_j} = \nu_{X_j A} \frac{u^4(X_j)}{u_A^4(X_j)}. \quad (10.1.15)$$

Ponieważ niepewność pomiaru można określić na różnym poziomie ufności, więc oprócz tej niepewności należy podawać jej poziom ufności p .

Jeżeli niepewności typu A i typu B mają wartości porównywalne i żadnej z nich nie można pominąć, to niepewność rozszerzoną poszczególnych wielkości wejściowych X_j na poziomie ufności $p = 0,95$ można także obliczać metodą uproszczoną ze wzoru:

$$U(X_j) = \sqrt{U_A^2(\bar{X}_j) + \Delta_g^2 X_j}, \quad (10.1.16)$$

w którym

$$U_A(\bar{X}_j) = t_{0,95;n} \cdot u_A(\bar{X}_j) \quad (10.1.17)$$

jest niepewnością rozszerzoną typu A wartości średniej wielkości X_j na poziomie ufności $p = 0,95$, $t_{0,95;n}$ – kwantylem rozkładu t -Studenta dla prawdopodobieństwa 95 %, zależnym od liczby pomiarów n , a $\Delta_g X_j$ – błędem granicznym pomiaru wartości wielkości X_j .

Jeżeli niepewności $U(X_j)$ mają rozkład prostokątny, to rozszerzoną niepewność bezwzględną wyniku pomiaru Y można obliczyć ze wzoru

$$U(Y) = k_p \cdot u(Y) = \frac{k_p}{\sqrt{3}} \sqrt{\sum_{j=1}^{j=n} c_j^2 \cdot U^2(X_j)}. \quad (10.1.18)$$

Jeżeli względne niepewności $\Delta U(X_j)/U(X_j)$ wyznaczenia niepewności $U(X_j)$ są małe, to można założyć, że liczba stopni swobody ν_Y jest duża i zostały spełnione warunki rozkładu normalnego. Wówczas dla poziomu ufności 0,95 przyjmuje się $k_p = 2$ i wzór (10.1.18) ma postać:

$$U(Y) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^{j=n} c_j^2 \cdot U^2(Y_j)}. \quad (10.1.19)$$

Jeżeli względne niepewności $\Delta U(X_j)/U(X_j)$ wyznaczenia niepewności $U(X_j)$ są duże, to nie można przyjąć $k_p = 2$. Wówczas, zgodnie ze wzorem (10.1.10), współczynnik k_p jest równy kwantylowi rozkładu t -Studenta t_{p,ν_Y} . Aby obliczyć t_{p,ν_Y} , nale-

ży oszacować niepewność wyrażenia $\Delta U \left(\sqrt{\sum_{j=1}^{j=n} c_j^2 \cdot U^2(X_j)} \right)$ i z zależności (10.1.13)

określić liczbę stopni swobody ν_y . Następnie z tabeli 10.1.1 odczytać wartość kwantyla t_{p, ν_y} , który należy podstawić do wzoru (10.1.18).

Niepewność rozszerzoną można obliczyć metodą uproszczoną, korzystając ze wzorów (10.1.16), (10.1.18) i (10.1.19), jeżeli składowe niepewności typu B mają przeważające wartości. Sposób ten jest łatwiejszy od zalecanego w przewodniku ISO [15] i mniej pracochłonny, a uzyskiwane wartości niepewności są zbliżone do obliczonych metodą klasyczną.

10.1.6. Niepewność rozszerzona typu A

Badając właściwości materiałów, często uzyskuje się duży rozrzut wyników, spowodowany niestabilnością tych właściwości oraz znacznym udziałem sygnałów zakłócających. Jeżeli jest to możliwe, pomiary należy powtarzać wielokrotnie na tej samej badanej próbce, a za wynik przyjąć ich wartość średnią. Jeżeli obliczona niepewność typu A z rozrzutu wyników ma wartość znacznie większą od niepewności typu B, to można przyjąć, że niepewność rozszerzona typu A jest całkowitą niepewnością pomiaru.

W tym przypadku należy obliczyć odchylenie standardowe wartości średniej z zależności (10.1.2). Ponieważ najczęściej liczba pomiarów $n < 30$, niepewność rozszerzoną typu A wartości średniej oblicza się ze wzoru

$$U_A(\bar{X}_j) = t_{p,n} \cdot u_A(\bar{X}_j), \quad (10.1.20)$$

w którym $t_{p,n}$ jest kwantylem rozkładu t -Studenta zależnym od poziomu ufności p i liczby pomiarów n . Parametr $t_{p,n}$, a zarazem i niepewność rozszerzona typu A, wyraźnie zwiększa się ze zmniejszeniem się liczby pomiarów, i tak dla $n = 3$ i $p = 0,95$, $t_p = 4,30$, a dla $p = 0,9973$ i $n = 3$, $t_p = 19,21$. W laboratorium badawczym niepewność pomiarów oblicza się najczęściej na poziomie ufności $p = 0,95$.

W pomiarach pośrednich mierzona wielkość wyjściowa Y jest funkcją mierzonych bezpośrednio wielkości wejściowych X_j . Dla każdej wielkości X_j wykonuje się serię pomiarów i oblicza jej wartość średnią \bar{X}_j oraz jej niepewność standardową ze wzoru (10.1.2). Natomiast niepewność standardową wielkości wyjściowej $Y = f(X_j)$ otrzymuje się ze wzoru

$$u_A(Y) = \sqrt{\sum_{j=1}^m c_j^2 \cdot u_A^2(\bar{X}_j)}, \quad (10.1.21)$$

a niepewność rozszerzoną – ze wzoru

$$U_A(Y) = t_{p, \nu_Y} \cdot u_A(Y), \quad (10.1.22)$$

w którym kwantyl rozkładu t -Studenta t_{p, ν_Y} przyjmuje wartość zależną od poziomu ufności p i efektywnej liczby stopni swobody ν_Y .

10.1.7. Niepewność rozszerzona typu B

Niepewności typu A pomiarów przemysłowych często mogą mieć pomijalnie małe wartości. Wówczas można zaniechać wielokrotnego powtarzania pomiarów i za niepewność rozszerzoną przyjąć tylko niepewność rozszerzoną typu B.

W pomiarach pośrednich mierzoną wielkość Y określa się jako funkcję wielu wielkości X_j mierzonych bezpośrednio, a jej niepewność standardową oblicza ze wzoru

$$u_B(Y) = \sqrt{\sum_{j=1}^m c_j^2 \cdot u_B^2(X_j)}. \quad (10.1.23)$$

Niepewności typu B mają najczęściej charakter systematyczny i są przeważnie znane w postaci błędów granicznych o prostokątnym rozkładzie prawdopodobieństwa. W takim przypadku niepewność standardową typu B oblicza się ze wzoru (10.1.3). Natomiast niepewność rozszerzoną typu B otrzymuje się ze wzoru

$$U_B(Y) = k_p \cdot u_B(Y). \quad (10.1.24)$$

Można przyjąć, że współczynnik rozszerzenia k_p jest równy 2 dla poziomu ufności $p = 0,95$ i $k_p = 3$ dla $p = 0,997$.

Z wartości błędów granicznych $\Delta_g(X_j)$ wielkości wejściowych oblicza się bezpośrednio niepewność rozszerzoną na poziomie ufności $p = 0,95$

$$U_B(Y) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^m c_j^2 \cdot \Delta_g^2(X_j)}. \quad (10.1.25)$$

10.1.8. Niepewność średniej ważonej

Czasami wykonuje się kilka serii pomiarów tej samej wielkości dla tego samego obiektu. Każda z serii pomiarów ma swoje wartości średnie $\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_i, \dots, \bar{X}_{m-1}, \bar{X}_m$ i swoje niepewności standardowe $u(\bar{X}_1), u(\bar{X}_2), \dots, u(\bar{X}_i), \dots, u(\bar{X}_{m-1}), u(\bar{X}_m)$. Wartości średnich wyników i ich niepewności mogą się różnić od siebie. Pomiaru takie wykonuje się albo w tym samym laboratorium, albo w różnych laboratoriach. Jeżeli wyniki tych pomiarów nie są rozbieżne i wszystkie można uznać za wia-

rygodne, to należy obliczyć średnią ważoną \bar{X}_w i niepewność standardową średniej ważonej $u(\bar{X}_w)$. W tym celu poszczególnym seriom pomiarów należy przyporządkować odpowiednie wagi. Wagi wartości średnich wyników pomiarów i wariancje poszczególnych wyników, czyli kwadraty niepewności, spełniają zależność [2]:

$$w_1 u^2(\bar{X}_1) = w_2 u^2(\bar{X}_2) = \dots = w_i u^2(\bar{X}_i) = \dots = w_{m-1} u^2(\bar{X}_{m-1}) = w_m u^2(\bar{X}_m). \quad (10.1.26)$$

Najlepszym przybliżeniem wartości wielkości mierzonej jest średnia ważona wyrażona wzorem

$$\bar{X}_w = \frac{\sum_{i=1}^m w_i \bar{X}_i}{\sum_{i=1}^m w_i}, \quad (10.1.27)$$

a niepewność średniej ważonej oblicza się z zależności [1]

$$u(\bar{X}_w) = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{1}{u^2(\bar{X}_i)}}}. \quad (10.1.28)$$

Teoretycznie można przyjąć dowolną wartość jednej z wag. Aby jednak ułatwić obliczenia, wygodnie jest przyjąć wagę $w_i = 1$ dla serii pomiarów o największej wariancji $u_{\max}^2(\bar{X}_i)$. Wówczas wagi pozostałych serii są wyrażone liczbami całkowitymi większymi od jedności, a wzór (10.1.28) przyjmie postać

$$u(\bar{X}_w) = \frac{u_{\max}(\bar{X}_i)}{\sqrt{\sum_{i=1}^m w_i}}. \quad (10.1.29)$$

10.1.9. Niepewność wartości średniej w badaniach materiałowych

Właściwości materiałów bada się najczęściej metodami pośrednimi na wielu próbkach. Dla każdej próbki uzyskuje się wyniki pomiarów z określoną niepewnością. Wyniki te opracowuje się dla materiału, z którego wykonano próbki, zgodnie z odpowiednimi normami zalecającymi obliczenie mediany lub wartości średniej. Dla wartości średniej oblicza się najczęściej odchylenie standardowe

$$s(Y) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{N-1}} \quad (10.1.30)$$

i współczynnik wariacji

$$v = \frac{s(Y)}{\bar{Y}} 100 \quad (\%), \quad (10.1.31)$$

gdzie:

Y_i – wynik pomiarów dla każdej próbki,

\bar{Y} – wartość średnia wyników,

N – liczba badanych próbek.

W tym przypadku odchylenie standardowe i wariancja informują o rozrzucie mierzonego parametru dla badanych próbek i mają istotne znaczenie dla oceny jednorodności materiału.

Jeżeli celem badania jest określenie średnich wartości badanego materiału, to niepewność wartości średniej mierzonego parametru można obliczyć ze wzoru

$$U(\bar{Y}) = \sqrt{U^2(Y) + \frac{1}{N} [t_{0,95;N} \cdot s(\bar{Y})]^2}, \quad (10.1.32)$$

w którym $t_{0,95;N}$ jest kwantylem rozkładu t -Studenta na poziomie ufności $p = 0,95$ zależnym od liczby badanych próbek N .

Na wartość tej niepewności składają się nie tylko niepewności typu A i B, ale także niejednorodność materiału, z którego pobrano próbki.

10.1.10. Niepewność względna

Zamiast niepewności bezwzględnej często podaje się niepewność względną, którą definiuje się jako stosunek niepewności bezwzględnej do wartości mierzonej. Zatem niepewność standardową względną oblicza się, korzystając ze wzoru

$$u_w(Y) = \frac{u(Y)}{Y} \times 100 \quad (\%), \quad (10.1.33)$$

a niepewność względną rozszerzoną ze wzoru

$$U_w(Y) = \frac{U(Y)}{Y} \times 100 \quad (\%). \quad (10.1.34)$$

10.1.11. Bilans niepewności

Analiza niepewności wyników pomiarów powinna zawierać wykaz wszystkich źródeł niepewności występujących podczas pomiarów wraz z ich niepewnościami i sposobami obliczeń. Zaleca się przedstawienie istotnych dla tej analizy danych w formie tabel. Należy podać estymatę (wartość średnią) każdej mierzonej wielkości wejściowej, związaną z nią niepewność standardową (gdy obliczenia wykonuje się metodą standardową) lub rozszerzoną (gdy obliczenia wykonuje się metodą uproszczoną), współczynnik wrażliwości i liczbę stopni swobody. Dla ułatwienia obliczeń często podaje się udziały niepewności, które są iloczynami niepewności i współczynników wrażliwości. Wygodniej jest jednak podać kwadraty tych iloczynów, które sumuje się. Pierwiastek z tej sumy jest niepewnością pomiaru.

Tabela 10.1.2. Bilans niepewności standardowej

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|---|--------------------------------|-----------------------------------|---|-------------------------------|----------------------------------|
| X_1 | \bar{X}_1 | c_1 | $u(X_1)$ | $c_1^2 \cdot u^2(X_1)$ | ν_1 |
| X_2 | \bar{X}_2 | c_2 | $u(X_2)$ | $c_2^2 \cdot u^2(X_2)$ | ν_2 |
| · | · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · | · |
| X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
| · | · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · | · |
| X_n | \bar{X}_n | c_n | $u(X_n)$ | $c_n^2 \cdot u^2(X_n)$ | ν_n |
| Y | \bar{Y} | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_Y |
| Niepewność standardowa złożona mierzonych wielkości Y | | | $u(Y) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Taki sposób obliczeń bywa często nazywany w literaturze – niezbyt poprawnie – budżetem niepewności. Wydaje się, że lepszym określeniem jest bilans niepewności. Takie nazewnictwo zastosowano w niniejszym opracowaniu. Przykład ogólny takiego tabelarycznego bilansu niepewności standardowej przedstawiono w tabeli 10.1.2, a niepewności rozszerzonej obliczanej metodą uproszczoną – w tabeli 10.1.3.

Tabela 10.1.3. Bilans niepewności rozszerzonej obliczanej metodą uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ |
|---|--------------------------------|-----------------------------------|--|-------------------------------|
| X_1 | \bar{X}_1 | c_1 | $U(X_1)$ | $c_1^2 \cdot U^2(X_1)$ |
| X_2 | \bar{X}_2 | c_2 | $U(X_2)$ | $c_2^2 \cdot U^2(X_2)$ |
| · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · |
| X_j | \bar{X}_j | c_j | $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
| · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · |
| X_n | \bar{X}_n | c_n | $U(X_n)$ | $c_n^2 \cdot U^2(X_n)$ |
| Y | \bar{Y} | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_i)$ |
| Niepewność rozszerzona na poziomie ufności $p = 0,95$ mierzonej wielkości Y | | | $U(Y) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | |

10.2. Niepewność wyników pomiarów rezystywności skrośnej dla próbek płaskich z koncentrycznymi elektrodami okrągłymi obliczana metodą klasyczną

Klasyczną metodą obliczania niepewności pomiaru jest tu nazywana metoda zgodna z zaleceniami podanymi w przewodniku ISO [13,15].

Rezystywność skrośną mierzy się zawsze metodą pośrednią, a jej wartość oblicza ze wzoru (5.2):

$$\rho_v = \frac{A}{h} R_v,$$

w którym:

A – efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej dla elektrod okrągłych wyrażoną zależnością (4.2.1): $A = \frac{\pi(d_1 + Bg)^2}{4}$,

R_v – rezystancja skrośna,

d_1 – średnica elektrody,

B – współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej określony wzorem (4.2.5): $B = 1 - \frac{4}{\pi} \frac{h}{g} \ln \cosh\left(\frac{\pi g}{4 h}\right)$,

·

g – szerokość szczeliny,

h – grubość próbki.

Aby obliczyć wartość rezystywności badanej próbki, należy znać dane wejściowe, które wstawia się do wzoru (5.2). Podstawiając zależności (4.2.1) i (4.2.5) do wzoru (5.2), otrzymuje się wzór pozwalający obliczyć rezystywność próbki z elektrodami okrągłymi. W tym wzorze są już tylko zmierzone wielkości wejściowe. W efekcie tych operacji wzór (5.2) przyjmie postać:

$$\rho_v = \frac{\pi R_v}{4h} \left\{ d_1 + \left[1 - \frac{\pi}{4} \frac{h}{g} \ln \cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] \right\}. \quad (10.2.1)$$

Może on służyć do obliczenia rezystywności skrośnej i stanowić podstawę otrzymania zależności określającej jej niepewność standardową. Jednakże wówczas wyrażenia definiujące współczynniki wrażliwości dla grubości próbki i szerokości szczeliny mają bardzo złożoną postać. Może to nie mieć znaczenia, gdy do obliczeń stosuje się specjalne matematyczne programy komputerowe, np. MATHCAD. Gdy jednak oblicza się wyniki i niepewności za pomocą kalkulatora, a nawet programu EXCEL, wtedy wygodniej jest ustalić najpierw wartości pośrednie A i B , a następnie podstawić je do wzoru (5.2) i obliczyć dla nich niepewności standardowe. Ten sposób pokazano w dalszej części tego podrozdziału.

Ze wzoru (5.2) wynika, że na niepewność pomiaru rezystywności skrośnej wpływają niepewności pomiaru rezystancji skrośnej, grubości próbki i efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej. Wyniki pomiarów rezystywności dielektryków są również zależne od temperatury próbki i jej wilgotności. Jeżeli kondycjonowanie próbki, a następnie pomiary odbywają się w innych warunkach środowiskowych od wymaganych (zobacz podrozdział 4.1.2), to zmiany te można ująć w postaci poprawek. Wówczas wzór (5.2) przyjmie postać

$$\rho_v = \frac{A}{h} R_v + \Delta\rho_{vT} + \Delta\rho_{vW}, \quad (10.2.2)$$

gdzie:

$\Delta\rho_{vT}$ – poprawka temperaturowa rezystywności skrośnej uwzględniająca zmianę temperatury próbki,

$\Delta\rho_{vW}$ – poprawka wilgotnościowa rezystywności skrośnej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki.

Aby określić te poprawki, trzeba znać charakterystyki zmian rezystywności skrośnej w funkcji temperatury i wilgotności.

Jeżeli pomiary wykonuje się w normalnych warunkach otoczenia, najczęściej 23/50 (zobacz podrozdział 4.1.2), tzn. w temperaturze 23 °C i wilgotności powietrza 50 %, to należy przyjąć, że wartości tych poprawek są równe zero. Gdy w laboratorium temperatura waha się, na przykład w granicach (23±2) °C, a wilgotność powie-

trza zmienia się w granicach (50±10) %, wtedy te zerowe poprawki są określone z niepewnościami, które należy oszacować.

Standardową niepewność złożoną pomiaru rezystywności skrośnej dla próbek płaskich z elektrodami okrągłymi oblicza się na podstawie wzoru (10.1.6) – po uwzględnieniu zależności (10.2.2) – z wyrażenia

$$u(\rho_v) = \sqrt{c_A^2 \cdot u^2(A) + c_h^2 \cdot u^2(h) + c_{R_v}^2 \cdot u^2(R_v) + c_T^2 u^2(\Delta\rho_{vT}) + c_W^2 u^2(\Delta\rho_{vW})}, \quad (10.2.3)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_A = \frac{\partial \rho_v}{\partial A} = \frac{R_v}{h}, \quad (10.2.4)$$

$$c_h = \frac{\partial \rho_v}{\partial h} = -\frac{A}{h^2} R_v, \quad (10.2.5)$$

$$c_{R_v} = \frac{\partial \rho_v}{\partial R_v} = \frac{A}{h}, \quad (10.2.6)$$

$$c_T = 1 \quad \text{i} \quad c_W = 1.$$

Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A jest określona wzorem (4.2.1), zatem standardową niepewność złożoną powierzchni A oblicza się z zależności

$$u(A) = \sqrt{c_{d_1}^2 \cdot u^2(d_1) + c_g^2 \cdot u^2(g) + c_B^2 \cdot u^2(B)}, \quad (10.2.7)$$

w której poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{d_1} = \frac{\partial A}{\partial d_1} = \frac{\pi}{2}(d_1 + Bg), \quad (10.2.8)$$

$$c_g = \frac{\partial A}{\partial g} = \frac{\pi}{2}B(d_1 + Bg), \quad (10.2.9)$$

$$c_B = \frac{\partial A}{\partial B} = \frac{\pi}{2}g(d_1 + Bg). \quad (10.2.10)$$

Współczynnik B jest określony wzorem (4.2.5), zatem standardowa niepewność złożona współczynnika B wynosi:

$$u(B) = \sqrt{c_h^2 \cdot u^2(h) + c_g^2 \cdot u^2(g)}. \quad (10.2.11)$$

We wzorze (10.2.11) poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_h = \frac{\partial B}{\partial h} = \frac{4}{\pi} \frac{1}{g} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] - \frac{1}{h} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right), \quad (10.2.12)$$

$$c_g = \frac{\partial B}{\partial g} = -\frac{4}{\pi} \frac{h}{g^2} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] + \frac{1}{g} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right). \quad (10.2.13)$$

Niepewność rozszerzoną pomiaru rezystywności skrośnej oblicza się na podstawie wzoru (10.1.9) z zależności

$$U(\rho_v) = k_p \cdot u(\rho_v). \quad (10.2.14)$$

Jeżeli poszczególne wielkości wejściowe d_1 , h , g i R_v – na skutek małej liczby powtórzonych pomiarów – nie są rozkładami normalnymi, to należy obliczyć efektywną liczbę stopni swobody zgodnie z zasadami podanymi w podrozdziale 10.1.5 i przyjąć współczynnik rozszerzenia $k_p = t_{p, \nu_{\rho_v}}$ z rozkładu t -Studenta (tabela 10.1.1).

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiaru rezystywności skrośnej ρ_v oblicza się z zależności:

$$\nu_{\rho_v} = \frac{u^4(\rho_v)}{\frac{c_A^4 \cdot u^4(A)}{\nu_A} + \frac{c_h^4 \cdot u^4(h)}{\nu_h} + \frac{c_{R_v}^4 \cdot u^4(R_v)}{\nu_{R_v}} + \frac{c_T^4 \cdot u^4(\Delta\rho_{vT})}{\nu_T} + \frac{c_W^4 \cdot u^4(\Delta\rho_{vW})}{\nu_W}}, \quad (10.2.15)$$

w której ν_A, ν_h, ν_{R_v} są liczbami stopni swobody dla wielkości mierzonych: A, h, R_v .

Liczbę stopni swobody dla powierzchni A oblicza się ze wzoru:

$$\nu_A = \frac{u^4(A)}{\frac{c_{d_1}^4 \cdot u^4(d_1)}{\nu_{d_1}} + \frac{c_g^4 \cdot u^4(g)}{\nu_g} + \frac{c_B^4 \cdot u^4(B)}{\nu_B}}, \quad (10.2.16)$$

w którym liczba stopni swobody współczynnika B wynosi

$$\nu_B = \frac{u^4(B)}{\frac{c_g^4 \cdot u^4(g)}{\nu_g} + \frac{c_h^4 \cdot u^4(h)}{\nu_h}}. \quad (10.2.17)$$

10.2.1. Niepewność pomiaru grubości próbki

Grubość próbki h w różnych jej miejscach mierzy się 5–10-krotnie czujnikiem zegarowym w obszarze elektrody pomiarowej przed nałożeniem elektrod. Wynikiem pomiaru h jest wartość średnia. Na niepewność pomiaru składają się niepewność czuj-

nika zegarowego i niepewność z rozrzutu wyników. Niepewność standardową typu A grubości próbki oblicza się – na podstawie wzoru (10.1.2) – z zależności

$$u_A(\bar{h}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n(n-1)}}, \quad (10.2.18)$$

w której:

h_i – kolejne wyniki pomiarów grubości próbki,

\bar{h} – wartość średnia wyników pomiarów grubości próbki

$$\bar{h} = \frac{\sum_{i=1}^n h_i}{n}, \quad (10.2.19)$$

n – liczba pomiarów.

Niedokładność czujnika zegarowego jest przeważnie określona błędem granicznym $\Delta_g h$. Zatem, gdy nie wprowadza się poprawek, niepewność standardową typu B pomiaru grubości próbki h , zgodnie z zależnością (10.1.3), można obliczyć ze wzoru

$$u_B(h) = \frac{\Delta_g h}{\sqrt{3}}. \quad (10.2.20)$$

Niepewność standardową złożoną pomiaru grubości próbki h oblicza się z zależności:

$$u(h) = \sqrt{u_A^2(\bar{h}) + u_B^2(h)}. \quad (10.2.21)$$

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiarów grubości próbki, zgodnie z zależnością (10.1.14), wyraża się wzorem:

$$v_h = \frac{u^4(h)}{\frac{u_A^4(h)}{v_{hA}} + \frac{u_B^4(h)}{v_{hB}}}. \quad (10.2.22)$$

Jeżeli niepewność $u_B(h)$ określa się ze wzoru (10.2.20) na podstawie błędu granicznego o prostokątnym rozkładzie prawdopodobieństwa, to można przyjąć, że $v_{hB} \rightarrow \infty$ i wzór (10.2.22) upraszcza się do postaci:

$$v_h = v_{hA} \frac{u^4(h)}{u_A^4(h)}. \quad (10.2.23)$$

10.2.2. Niepewność pomiaru średnicy elektrody pomiarowej

Pomiary średnicy elektrody pomiarowej d_1 wykonuje się kilkakrotnie w różnych jej miejscach najczęściej suwmiarką. Za wynik przyjmuje się wartość średnią. Niepewność pomiaru średnicy $u(d_1)$ jest niepewnością złożoną z niedokładności suwmiarki (niepewności typu B) i z niepewności typu A wynikającej z rozrzutu wyników pomiarów.

Niepewność standardową typu A wartości średniej średnicy d_1 oblicza się – na podstawie wzoru (10.1.2) – z zależności

$$u_A(\bar{d}_1) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (d_{1i} - \bar{d}_1)^2}{n(n-1)}}, \quad (10.2.24)$$

w której:

d_{1i} – kolejne wyniki pomiarów średnicy elektrody pomiarowej,

\bar{d}_1 – wartość średnia wyników pomiarów średnicy elektrody pomiarowej

$$\bar{d}_1 = \frac{\sum_{i=1}^n d_{1i}}{n}, \quad (10.2.25)$$

n – liczba pomiarów.

Niedokładność suwmiarki jest przeważnie określona przez błąd graniczny $\Delta_g d_1$. Zatem, gdy nie wprowadza się poprawek, niepewność standardową typu B pomiaru średnicy d_1 , zgodnie z zależnością (10.1.3), oblicza się z wyrażenia

$$u_B(d_1) = \frac{\Delta_g d_1}{\sqrt{3}}. \quad (10.2.26)$$

Niepewność standardową złożoną pomiaru średnicy d_1 określa się z zależności

$$u(d_1) = \sqrt{u_A^2(\bar{d}_1) + u_B^2(d_1)}. \quad (10.2.27)$$

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiarów średnicy elektrody pomiarowej, zgodnie z zależnością (10.1.14), wyraża się wzorem:

$$v_{d_1} = \frac{u^4(d_1)}{\frac{u_A^4(d_1)}{v_{d_1A}} + \frac{u_B^4(d_1)}{v_{d_1B}}}. \quad (10.2.28)$$

Jeżeli niepewność $u_B(d_1)$ określa się ze wzoru (10.2.26) na podstawie błędu granicznego o prostokątnym rozkładzie prawdopodobieństwa, to można przyjąć, że $v_{d_1B} \rightarrow \infty$ i wzór (10.2.28) upraszcza się do postaci:

$$v_{d_1} = v_{d_1A} \frac{u^4(d_1)}{u_A^4(d_1)}. \quad (10.2.29)$$

10.2.3. Niepewność pomiaru szerokości szczeliny

Szerokość szczeliny g między elektrodą pomiarową a elektrodą ochronną mierzy się najczęściej, korzystając z mikroskopu pomiarowego, kilkakrotnie w różnych miejscach. Za wynik pomiaru przyjmuje się wartość średnią. Na niepewność pomiaru składają się niepewność mikroskopu i niepewność z rozrzutu wyników.

Niepewność standardową typu A szerokości szczeliny g oblicza się – na podstawie wzoru (10.1.2) – z zależności

$$u_A(\bar{g}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (g_i - \bar{g})^2}{n(n-1)}}, \quad (10.2.30)$$

w której:

g_i – kolejne wyniki pomiarów szerokości szczeliny,

\bar{g} – wartość średnia wyników pomiaru szerokości szczeliny

$$\bar{g} = \frac{\sum_{i=1}^n g_i}{n}, \quad (10.2.31)$$

n – liczba pomiarów.

Niedokładność mikroskopu jest przeważnie określona przez błąd graniczny $\Delta_g g$. Zatem, gdy nie wprowadza się poprawek, niepewność standardową typu B pomiaru szerokości szczeliny g , zgodnie z zależnością (10.1.3), oblicza się ze wzoru:

$$u_B(g) = \frac{\Delta_g g}{\sqrt{3}}. \quad (10.2.32)$$

Niepewność standardową złożoną pomiaru szerokości szczeliny g wyraża się zależnością

$$u(g) = \sqrt{u_A^2(\bar{g}) + u_B^2(g)}. \quad (10.2.33)$$

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiarów szerokości szczeliny, zgodnie z zależnością (10.1.14), oblicza się ze wzoru:

$$v_g = \frac{u^4(g)}{\frac{u_A^4(g)}{v_{gA}} + \frac{u_B^4(g)}{v_{gB}}} \quad (10.2.34)$$

Jeżeli niepewność $u_B(g)$ określa się ze wzoru (10.2.32) na podstawie błędu granicznego o prostokątnym rozkładzie prawdopodobieństwa, to można przyjąć, że $v_{gB} \rightarrow \infty$ i wzór (10.2.34) upraszcza się do postaci:

$$v_g = v_{gA} \frac{u^4(g)}{u_A^4(g)} \quad (10.2.35)$$

10.2.4. Niepewność pomiaru rezystancji skrośnej

Pomiary rezystancji skrośnej R_v , a także i powierzchniowej R_s wykonuje się analogowymi lub cyfrowymi miernikami wysokich rezystancji. Zasady działania tych przyrządów opisano w rozdziale 7. Najczęściej jest bezpośrednio mierzony prąd I_v przepływający przez badaną próbkę przy stałym znanym zadanym napięciu U przyłożonym do niej. Skala odczytowa tych przyrządów przeważnie jednak umożliwia bezpośredni odczyt mierzonej rezystancji. Niedokładność tych przyrządów producenci podają w postaci błędów granicznych pomiaru rezystancji dla danego zakresu pomiarowego i danego napięcia pomiarowego lub jako błędy graniczne prądu mierzonego i napięcia źródła.

Na niepewność odczytu z miernika rezystancji wpływa także niestabilność wskazań, spowodowana fluktuacją zjawisk w próbce i zakłóceniami. Dla mierników cyfrowych, mimo dużej ich dokładności, w czasie pomiarów rezystancji dielektryków obserwuje się fluktuację nawet kilku ostatnich cyfr pola odczytowego. Przeważnie można odczytać tylko 3 lub 4 cyfry. Niepewność odczytu jest często zasadniczą niepewnością wskazań elektrometru, którą należy dodać do niepewności wynikającej z niedokładności elektrometru podanej przez producenta.

Na niepewności pomiaru rezystancji próbki mają wpływ także błędy związane z rezystancją przejścia między elektrodami a badaną próbką materiału i ładunkiem elektrycznym znajdującym się w próbce.

Błędy pomiaru spowodowane rezystancją przejścia między elektrodami a próbką oraz ładunkiem elektrycznym powierzchniowym i przestrzennym próbki trudno jest oszacować. Należy zadbać o to, aby były one pomijalnie małe. Można to osiągnąć, stosując odpowiednie elektrody, np. naporowane srebrem, oraz przechowując próbki w stanie zwartym, np. w folii aluminiowej. Przed pomiarem należy zawsze zewrzeć próbkę przez elektrometr, mierząc prąd deelektryzacji tak długo, aż jego wartość bę-

dzie pomijalnie mała w stosunku do prądu pomiarowego. Następnie rozwiera się próbkę na pewien czas, np. 10 minut, i ponownie zwiernia przez elektrometr. Jeżeli prąd deelektryzacji będzie nadal pomijalnie mały, to próbkę można uznać za rozładowaną. Zagadnienia te szczegółowo omówiono w rozdziale 5.

Istotnym problemem jest również oszacowanie niepewności pomiaru prądu. Prąd płynący przez próbkę I_v po przyłożeniu do niej napięcia U oprócz bezinerencyjnej składowej przewodnościowej I_u charakteryzuje również składowa przejściowa $I_a(t)$. Mierzony prąd $I_v(t)$ jest zatem funkcją czasu (rys. 5.2.1). Jeżeli prąd ten nie osiągnie wartości ustalonej w ciągu 1 minuty, to – jak podano w rozdziale 5 – dokonuje się pomiaru rezystywności dla wartości prądów przejściowych, a wynik pomiaru rezystancji podaje w postaci charakterystyki $R(t)$. W tym przypadku na niepewność pomiaru tak określonej rezystancji ma wpływ niepewność pomiaru czasu. Znając niepewność pomiaru czasu, z nachylenia charakterystyki $R(t)$ można określić wynikającą stąd niepewność pomiaru rezystancji.

Często przyjmuje się, że wartość prądu już się ustaliła w ciągu 1 minuty, ale gdy odczeka się dłuższy czas, może okazać się, że wartość prądu jeszcze zmalała. Należy więc oszacować udział składowej przejściowej w całkowitym prądzie mierzonym, ponieważ jej udział w konkretnym czasie odczytu jest miarą niepewności pomiaru rzeczywistej wartości prądu przewodnictwa (zobacz rys. 5.2.1).

Pomiary rezystancji skrośnej R_v dla badanej próbki powinno się wykonać w funkcji czasu t , kilkakrotnie zdejmując charakterystykę $R_v(t)$, ale przed każdym ponownym przyłożeniem napięcia próbkę należy dokładnie rozładować, zwierając ją, i sprawdzić, czy prąd zwarcia, będący sumą prądów deelektryzacji i resorpcji, ma pomijalnie małą wartość. Wynikami pomiarów $R_v(t)$ są wartości średnie z powtórzonych charakterystyk $R_v(t)$. Niepewność standardową typu A rezystancji skrośnej dla konkretnego czasu polaryzacji t oblicza się – na podstawie wzoru (10.1.2) – z zależności:

$$u_A(\bar{R}_v) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_{vi} - \bar{R}_v)^2}{n(n-1)}}, \quad (10.2.36)$$

w której:

R_{vi} – kolejne wyniki pomiarów rezystancji R_v ,

\bar{R}_v – wartość średnia wyników pomiarów rezystancji

$$\bar{R}_v = \frac{\sum_{i=1}^n R_{vi}}{n}, \quad (10.2.37)$$

n – liczba pomiarów.

Jeżeli niedokładność miernika rezystancji określona jest błędem granicznym $\Delta_g R_v$ i niedokładnością graniczną odczytu $\Delta_{odcz} R_v$, a wszystkie pozostałe czynniki mają

pomijalnie małe wpływy, to niepewność standardową typu B pomiaru rezystancji R_v można obliczyć ze wzoru:

$$u_B(R_v) = \frac{1}{\sqrt{3}} (\Delta_g R_v + \Delta_{\text{odcz}} R_v). \quad (10.2.38)$$

Jeżeli producent określił oddzielnie błędy graniczne napięcia $\Delta_g U$ i prądu $\Delta_g I$, to błąd graniczny dla rezystancji należy obliczyć z zależności

$$\Delta_g R_v = \frac{1}{I} \Delta_g U + \frac{U}{I^2} \Delta_g I. \quad (10.2.39)$$

Niepewność standardową złożoną pomiaru rezystancji R_v oblicza się z zależności:

$$u(R_v) = \sqrt{u_A^2(\bar{R}_v) + u_B^2(R_v)}. \quad (10.2.40)$$

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiarów rezystancji skośnej, zgodnie z zależnością (10.1.14), oblicza się ze wzoru:

$$v_{R_v} = \frac{u^4(R_v)}{\frac{u_A^4(R_v)}{v_{R_v,A}} + \frac{u_B^4(R_v)}{v_{R_v,B}}}. \quad (10.2.41)$$

Jeżeli niepewność $u_B(R_v)$, określona ze wzoru (10.2.38), ma prostokątny rozkład prawdopodobieństwa, to można przyjąć, że $v_{R_v,B} \rightarrow \infty$ i wzór (10.2.41) upraszcza się do postaci:

$$v_{R_v} = v_{R_v,A} \frac{u^4(R_v)}{u_A^4(R_v)}. \quad (10.2.42)$$

10.2.5. Niepewność poprawki temperaturowej rezystywności skośnej

Poprawkę temperaturową rezystywności skośnej uwzględniającą zmianę temperatury próbki o ΔT w porównaniu z temperaturą normalną $T = 23^\circ$ wyznacza się ze wzoru

$$\Delta \rho_{vT} = k_{Tv} \Delta T, \quad (10.2.43)$$

a jej niepewność standardową z wyrażenia

$$u(\Delta \rho_{vT}) = \sqrt{u^2(k_{Tv}) + u^2(\Delta T)}, \quad (10.2.44)$$

gdzie:

k_{Tv} – temperaturowy współczynnik zmian rezystywności skośnej,

ΔT – różnica między temperaturą otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a temperaturą, dla której określa się rezystywność skrośną,

$u(k_{Tv})$ – niepewność temperaturowego współczynnika zmian rezystywności skrośnej,

$u(\Delta T)$ – niepewność określenia różnicy temperatur.

Jeżeli temperatura w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wartości znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta\rho_{vT} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza jej zerowej niepewności, gdyż praktycznie zawsze temperatura otoczenia w laboratorium ulega pewnym wahaniom. Znając wartość temperaturowego współczynnika k_{Tv} i wahania temperatury ΔT , można oszacować niepewność zerowej poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skrośnej $\Delta\rho_{vT}$.

Należy również oszacować niepewność niepewności temperaturowej poprawki zmiany rezystywności skrośnej i na tej podstawie ze wzoru (10.1.13) obliczyć dla niej liczbę stopni swobody ν_T .

10.2.6. Niepewność poprawki wilgotnościowej rezystywności skrośnej

Poprawkę wilgotnościową zmiany rezystancji skrośnej uwzględniającą zmianę wilgotności powietrza otaczającego próbkę o ΔW w porównaniu z wilgotnością normalną $W = 50\%$ wyznacza się ze wzoru

$$\Delta\rho_{vW} = k_{Wv}\Delta W, \quad (10.2.45)$$

a jej niepewność standardową z wyrażenia

$$u(\Delta\rho_{vW}) = \sqrt{u^2(k_{Wv}) + u^2(\Delta W)}, \quad (10.2.46)$$

gdzie:

k_{Wv} – wilgotnościowy współczynnik zmian rezystywności skrośnej,

ΔW – różnica między wilgotnością względną otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a wilgotnością względną, dla której określa się rezystywność skrośną,

$u(k_{Wv})$ – niepewność wilgotnościowego współczynnika zmian rezystywności skrośnej,

$u(\Delta W)$ – niepewność określenia różnicy wilgotności.

Jeżeli wilgotność w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wilgotności znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta\rho_{vW} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza jej zerowej niepewności, gdyż praktycznie zawsze wilgotność powietrza w laboratorium ulega wahaniom. Znając wartość wilgotnościowego współczynnika k_{Wv} i wahania wilgotności ΔW , można oszacować niepewność zerowej poprawki wilgotnościowej zmian rezystywności skrośnej $\Delta\rho_{vW}$.

Należy również oszacować niepewność niepewności wilgotnościowej poprawki rezystywności skrośnej i na tej podstawie ze wzoru (10.1.13) obliczyć dla niej liczbę stopni swobody ν_W .

10.2.7. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skrośnej

Wyniki pomiarów poszczególnych składowych wielkości, które służą do obliczenia wyniku pomiaru rezystywności skrośnej, zestawia się w tabelach. Na podstawie tych wyników oblicza się standardowe niepewności złożone pomiaru:

- średnicy elektrody pomiarowej $u(d_1)$,
- szerokości szczeliny $u(g)$,
- grubości próbki $u(h)$,
- rezystancji skrośnej $u(R_v)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skrośnej $u(\rho_{vT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skrośnej $u(\rho_{vW})$.

Wygodnie jest zestawić te niepewności w zaproponowanych tabelach 10.2.1, 10.2.2 i 10.2.3, które ułatwiają obliczenie końcowej niepewności pomiaru rezystywności skrośnej.

Tabela 10.2.1. Bilans niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|--------------------------------|-----------------------------------|---|-----------------------------|----------------------------------|
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.2.19) | c_h (10.2.12) | $u(h)$ (10.2.21) | $c_h^2 \cdot u^2(h)$ | ν_h (10.2.22) |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.13) | $u(g)$ (10.2.33) | $c_g^2 \cdot u^2(g)$ | ν_g (10.2.34) |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | \bar{B} (4.2.5) | | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_B (10.2.17) |
| Niepewność standardowa współczynnika B | | | $u(B) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Uwaga: w powyższej tabeli i następujących pod symbolami wielkości podano numery wzorów, z których oblicza się te wielkości.

Tabela 10.2.2. Bilans niepewności standardowej złożonej efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(A)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|-----------------------------|--------------------------------|---|-------------------------------|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | \bar{d}_1 (10.2.25) | c_{d_1} (10.2.8) | $u(d_1)$ (10.2.27) | $c_{d_1}^2 \cdot u^2(d_1)$ | ν_{d_1} (10.2.28) |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.9) | $u(g)$ (10.2.33) | $c_g^2 \cdot u^2(g)$ | ν_g (10.2.34) |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | \bar{B} (4.2.7) | c_B (10.2.10) | $u(B)$ (10.2.11) | $c_B^2 \cdot u^2(B)$ | ν_B (10.2.17) |
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | \bar{A} (4.2.1) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_A (10.2.16) |
| Niepewność efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | | | $u(A) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Tabela 10.2.3. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skrośnej $u(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|---|--------------------------------------|--------------------------------|--|--|-------------------------------|
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | \bar{A} (4.2.1) | c_A (10.2.2) | $u(A)$ (10.2.5) | $c_A^2 \cdot u^2(A)$ | ν_A (10.2.16) |
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.2.17) | c_h (10.2.3) | $u(h)$ (10.2.19) | $c_h^2 \cdot u^2(h)$ | ν_h (10.2.22) |
| Rezystancja skrośna R_v | \bar{R}_v (10.2.35) | c_{R_v} (10.2.4) | $u(R_v)$ (10.2.40) | $c_{R_v}^2 \cdot u^2(R_v)$ | ν_{R_v} (10.2.41) |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vT}$ (10.2.43) | 1 | $u(\rho_{vT})$ (10.2.44) | $c_{\rho_{vT}}^2 \cdot u^2(\rho_{vT})$ | ν_T (10.1.13) |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{vW}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vW}$ (10.2.45) | 1 | $u(\rho_{vW})$ (10.2.46) | $c_{\rho_{vW}}^2 \cdot u^2(\rho_{vW})$ | ν_W (10.1.13) |
| Rezystywność skrośna ρ_v | $\bar{\rho}_v$ (10.4.1) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_{ρ_v} (10.2.15) |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skrośnej | | | $u(\rho_v) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Niepewność rozszerzoną pomiaru rezystywności skrośnej oblicza się na podstawie wzorów (10.1.9) i (10.1.10) z zależności (10.2.14):

$$u(\rho_v) = t_{p, \nu_{\rho_v}} u(\rho_v).$$

10.2.8. Przykład 1: pomiary rezystywności skrośnej PTFE

W tym przykładzie przedstawiono wyniki pomiarów rezystywności skrośnej politetrafluoroetyleny (PTFE) i obliczeń ich niepewności.

PTFE jest dielektrykiem o najwyższej rezystywności i pomiary rezystywności takiego materiału należą do jednych z najtrudniejszych. Próbkę przed pomiarami były kondycjonowane przez 4 doby w znormalizowanych warunkach zgodnie z normą PN-EN ISO 291 w temperaturze 23 °C i wilgotności powietrza 50 %. Warunki środowiskowe spełniały wymagania klasy 2, tzn. wahania temperatury nie przekraczały ± 2 °C, a wahania wilgotności – ± 10 %. Pomiary wykonano dla trzech próbek tego samego materiału w tych samych warunkach otoczenia, w których były kondycjonowane. Obliczenia wartości rezystywności skrośnej i jej niepewności wykonano dla każdej badanej próbki. W tym przykładzie podano jedynie wyniki pomiarów i obliczeń dla próbki nr 1. Z pozostałymi próbkami postąpiono analogicznie.

Zanim próżniowo naparowano srebrne elektrody, w obszarze elektrody pomiarowej zmierzono za pomocą mikrometru zegarowego grubość h każdej z trzech badanych próbek. Wyniki pomiarów i obliczeń dla próbki nr 1 zestawiono w tabeli 10.2.4.

Tabela 10.2.4. Wyniki pomiarów grubości próbki h i obliczeń ich niepewności standardowej

| i | h (m) | \bar{h} (m) | $u_A(\bar{h})$ (m) | $u_B(h)$ (m) | $u(h)$ (m) | ν_h |
|-----|----------------------|------------------------|-----------------------|----------------------|----------------------|---------|
| 1 | 192×10^{-6} | $192,8 \times 10^{-6}$ | $2,7 \times 10^{-6}$ | $0,6 \times 10^{-6}$ | $2,8 \times 10^{-6}$ | 5 |
| 2 | 197×10^{-6} | | | | | |
| 3 | 201×10^{-6} | | | | | |
| 4 | 195×10^{-6} | | | | | |
| 5 | 190×10^{-6} | | | | | |
| 6 | 182×10^{-6} | | | | | |

W powyższej tabeli:

- wartość średnią grubości próbki \bar{h} obliczono ze wzoru (10.2.19),
- niepewność standardową typu A średniej grubości próbki $u_A(\bar{h})$ obliczono ze wzoru (10.2.18),
- niepewność standardową typu B $u_B(h)$ obliczono ze wzoru (10.2.20), gdzie: $\Delta_g h = \pm 1 \mu\text{m}$,
- niepewność standardową złożoną $u(h)$ pomiaru grubości próbki obliczono ze wzoru (10.2.21),
- liczbę stopni swobody ν_h obliczono ze wzoru (10.1.12).

Najpierw zmierzono grubości próbek, następnie naniesiono na nie elektrody srebrne metodą próżniową i zmierzono szerokość szczeliny g , korzystając z mikroskopu pomiarowego, oraz średnicy elektrody pomiarowej d_1 suwmiarką cyfrową. Wyniki pomiarów i obliczeń dla próbki nr 1 zestawiono w tabeli 10.2.5.

Tabela 10.2.5. Wyniki pomiarów szerokości szczeliny g i obliczeń ich niepewności standardowej

| i | g (m) | \bar{g} (m) | $u_A(\bar{g})$ (m) | $u_B(g)$ (m) | $u(g)$ (m) | ν_g |
|-----|-----------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|---------|
| 1 | $1,98 \times 10^{-3}$ | $2,012 \times 10^{-3}$ | $0,010 \times 10^{-3}$ | $0,006 \times 10^{-3}$ | $0,011 \times 10^{-3}$ | 9 |
| 2 | $2,02 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 3 | $2,04 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 4 | $1,99 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 5 | $2,03 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 6 | $2,01 \times 10^{-3}$ | | | | | |

W powyższej tabeli:

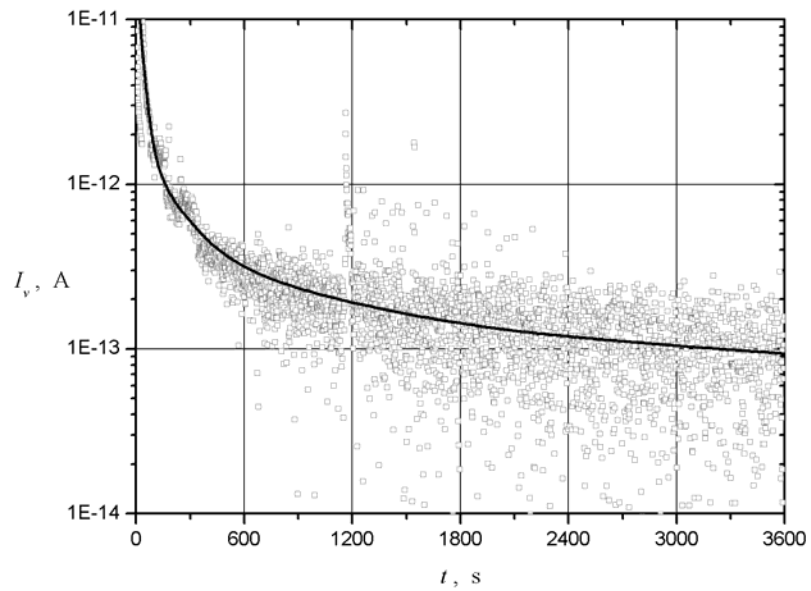
- wartość średnią szerokości szczeliny \bar{g} obliczono ze wzoru (10.2.31),
- niepewność standardową typu A wartości średniej szerokości szczeliny $u_A(\bar{g})$ obliczono ze wzoru (10.2.30),
- niepewność standardową typu B $u_B(g)$ obliczono ze wzoru (10.2.32), gdzie $\Delta_g g = \pm 0,01$ mm,
- niepewność standardową złożoną $u(g)$ pomiaru szerokości szczeliny obliczono ze wzoru (10.2.33),
- liczbę stopni swobody ν_g obliczono ze wzoru (10.1.12).

Tabela 10.2.6. Wyniki pomiarów średnicy elektrody pomiarowej d_1 i obliczeń ich niepewności standardowej

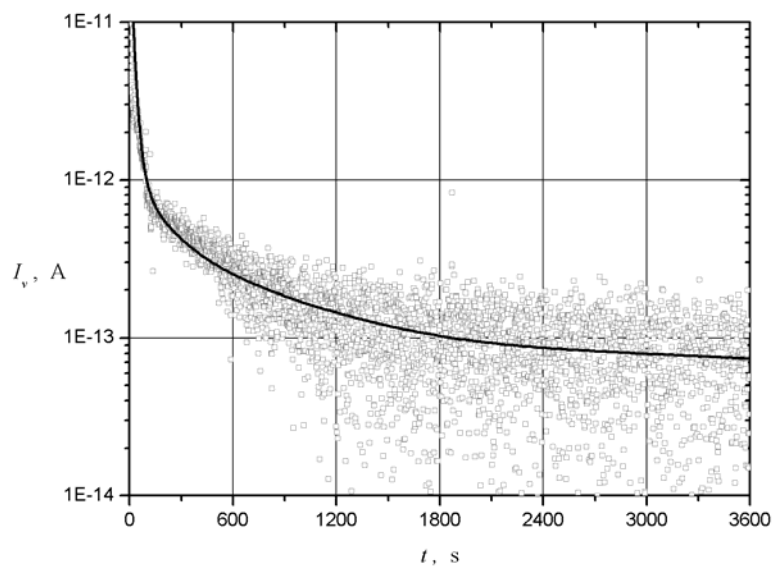
| i | d_1 (m) | \bar{d}_1 (m) | $u_A(\bar{d}_1)$ (m) | $u_B(d_1)$ (m) | $u(d_1)$ (m) | ν_{d_1} |
|-----|------------------------|-------------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|-------------|
| 1 | $49,71 \times 10^{-3}$ | $49,722 \times 10^{-3}$ | $0,014 \times 10^{-3}$ | $0,018 \times 10^{-3}$ | $0,022 \times 10^{-3}$ | 34 |
| 2 | $49,77 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 3 | $49,72 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 4 | $49,75 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 5 | $49,70 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 6 | $49,68 \times 10^{-3}$ | | | | | |

W powyższej tabeli:

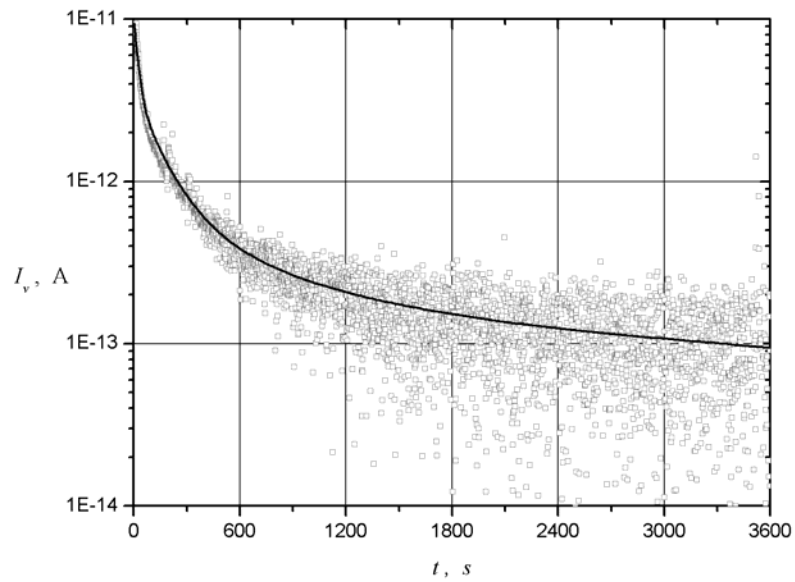
- wartość średnią średnicy elektrody pomiarowej \bar{d}_1 obliczono ze wzoru (10.2.25),
- niepewność standardową typu A wartości średniej średnicy elektrody pomiarowej $u_A(\bar{d}_1)$ obliczono ze wzoru (10.2.24),
- niepewność standardową typu B $u_B(d_1)$ obliczono ze wzoru (10.2.26), gdzie $\Delta_g d_1 = 0,03$ mm,
- niepewność standardową złożoną $u(d_1)$ pomiaru średnicy elektrody pomiarowej obliczono ze wzoru (10.2.27),
- liczbę stopni swobody ν_{d_1} obliczono ze wzoru (10.1.12).



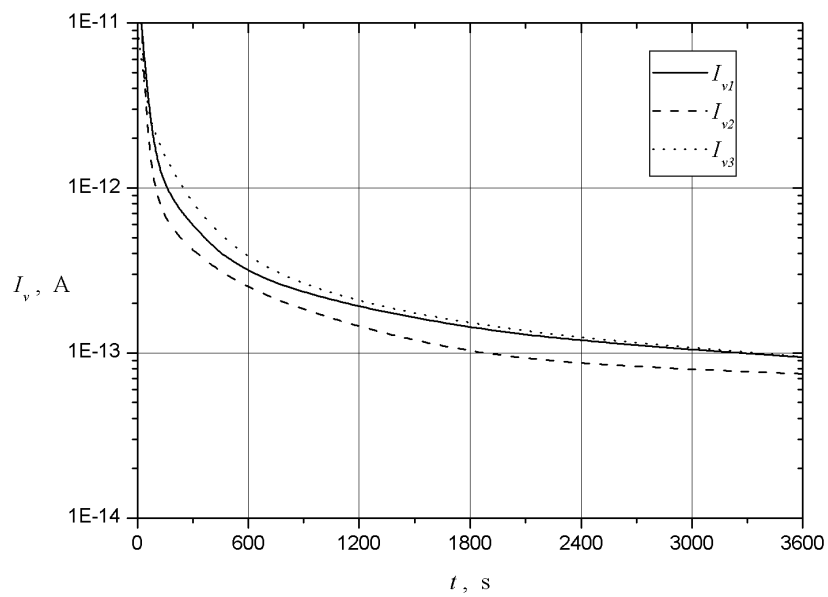
Rys. 10.2.1. Pierwsza charakterystyka prądu skośnego dla próbki nr 1



Rys. 10.2.2. Druga charakterystyka prądu skośnego dla próbki nr 1



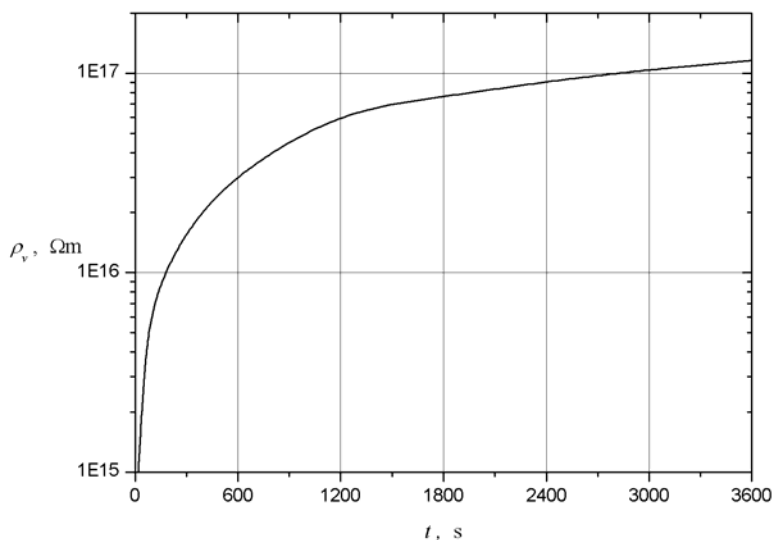
Rys. 10.2.3. Trzecia charakterystyka prądu skośnego dla próbki nr 1



Rys. 10.2.4. Uśrednione aproksymowane charakterystyki prądu skośnego dla próbki nr 1

Rezystancję zmierzono, używając miernika firmy Keithley, model 6517A, współpracującego przez interfejs IEEE 488 z komputerem przy napięciu polaryzacji 1000 V.

Zanim wykonano pomiary rezystancji, elektrody każdej próbki były zwierane i mierzono prąd deelektryzacji w funkcji czasu tak długo, aż osiągnął on wartość pomijalnie małą, tj. poniżej 10^{-15} A. Potem przykładano napięcie i przez 1 godzinę rejestrowano wartości prądu skośnego co 1 sekundę. Następnie ponownie zwierano elektrody przez elektrometr i mierzono prąd resorpcji tak długo, aż osiągnął analogiczną pomijalnie małą wartość. W ten sposób dla każdej próbki trzykrotnie zdjęto charakterystykę $I_v(t)$. Charakterystyki te dla próbki nr 1 pokazano na rysunkach 10.1–10.3. Dla każdej serii pomiarów dokonano aproksymacji charakterystyk przedstawionych jako linie ciągłe. Aby porównać trzy aproksymowane charakterystyki, zestawiono je na rysunku 10.4, a na rysunku 10.5 – odpowiadającą im średnioważoną charakterystykę rezystywności.



Rys. 10.2.5. Charakterystyka rezystywności skośnej w funkcji czasu dla próbki PTFE nr 1

Tabela 10.2.7. Wyniki pomiarów rezystancji skośnej R_v dla trzech serii pomiarów przy napięciu 1000 V po czasie $t = 1$ h i obliczeń ich niepewności standardowej

| Seria pom. | \bar{I}_v | $u_A(\bar{I}_v)$ | $u_B(\bar{I}_v)$ | $u(\bar{I}_v)$ | \bar{R}_v | $u(\bar{R}_v)$ | w | \bar{R}_{vw} | $u(\bar{R}_{vw})$ |
|------------|--------------|------------------|------------------|----------------|--------------------|--------------------|-----|--------------------|--------------------|
| | 10^{-15} A | 10^{-15} A | 10^{-15} A | 10^{-15} A | 10^{16} Ω | 10^{16} Ω | | 10^{16} Ω | 10^{16} Ω |
| 1 | 94,09 | 5,85 | 2,28 | 6,27 | 1,063 | 0,071 | 2,3 | 1,12 | 0,05 |
| 2 | 74,54 | 5,52 | 2,17 | 5,93 | 1,341 | 0,107 | | | |
| 3 | 94,71 | 7,67 | 2,28 | 8,00 | 1,056 | 0,089 | | | |

W tabeli 10.2.7 zestawiono wyniki pomiarów wartości średnich prądów skośnych I_v i obliczeń ich niepewności dla każdej z charakterystyk próbki nr 1. Obliczenia wartości średnich wykonano dla serii 100 pomiarów w czasie 100 s. W obliczeniach nie uwzględniano wartości nadmiernych, które bardzo odbiegały od charakterystyki,

a były wynikiem przypadkowych zakłóceń. Następnie podano wynik obliczeń rezystancji skrośnej i jej niepewności dla czasu $t=1$ h.

W tabeli 10.2.7:

- wartość średnią prądu skrośnego każdej serii pomiarów obliczono ze wzoru

$$\bar{I}_v = \frac{\sum_{i=1}^n I_{vi}}{n},$$

w którym I_{vi} są wynikami poszczególnych pomiarów w serii, a n jest liczbą pomiarów w serii,

- niepewność standardową typu A średniej wartości prądu skrośnego serii obliczono z wyrażenia

$$u_A(\bar{I}_v) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{vi} - \bar{I}_v)^2}{n(n-1)}},$$

- niepewność standardową typu B średniej wartości prądu skrośnego serii obliczono z zależności

$$u_B(\bar{I}_v) = \frac{\Delta_g \bar{I}_v}{\sqrt{3}},$$

gdzie $\Delta_g \bar{I}_v$ jest błędem granicznym przyrządu pomiarowego prądu I_v , który dla poszczególnych serii pomiarów wynosi:

$$\text{seria 1: } \Delta_g \bar{I}_v = 3,94 \times 10^{-15} \text{ A},$$

$$\text{seria 2: } \Delta_g \bar{I}_v = 3,75 \times 10^{-15} \text{ A},$$

$$\text{seria 3: } \Delta_g \bar{I}_v = 3,95 \times 10^{-15} \text{ A},$$

- niepewność standardową złożoną pomiaru prądu skrośnego próbki obliczono ze wzoru

$$u(I_v) = \sqrt{u_A^2(\bar{I}_v) + u_B^2(\bar{I}_v)},$$

- rezystancję skrośną średnią serii pomiarów obliczono ze wzoru $\bar{R}_v = \frac{U}{\bar{I}_v}$ dla $U = 1000$ V,

- niepewność standardową złożoną rezystancji skrośnej serii pomiarów wyrażono wzorem

$$u(R_v) = \sqrt{c_U^2 u^2(U) + c_I^2 u^2(I_v)},$$

w którym:

$$c_U = \frac{1}{I}, \quad c_I = -\frac{U}{I^2}, \quad u(U) = u_B(U) = \frac{\Delta_g U}{\sqrt{3}}, \quad \text{a} \quad \Delta_g U(U) = 1,6 \text{ V},$$

- wagi w w poszczególnych serii pomiarów obliczono ze wzoru (10.1.26), zakładając, że dla drugiej serii $w_2 = 1$,
- wartości średniej ważonej rezystancji $\bar{R}_{v,w}$ obliczono ze wzoru (10.1.27),
- niepewność średniej ważonej $u(\bar{R}_{v,w})$ obliczono ze wzoru (10.1.29).

W powyższych obliczeniach niepewności pomiaru rezystywności uwzględniono tylko rozrzut wyników pomiarów i błąd graniczny przyrządu pomiarowego. Inne czynniki, opisane w rozdziale 5, takie jak:

- resztkowy, nie w pełni wyeliminowany ładunek elektryczny,
- rezystancja interfaz elektroda–dielektryk i dielektryk–elektroda,
- rezystancja izolacji bocznikująca wejście miernika prądu,
- niekontrolowane upływnościowe prądy błądzące,
- szумы i zakłócenia

starano się tak zminimalizować, aby otrzymać wartości pomijalnie małe. Niemniej jednak z doświadczenia wiadomo, że dla tak dużej mierzonej rezystancji, jaką ma PTFE, udział tych niewyeliminowanych czynników może być znaczący. Szacunkowo przyjęto, że niepewność niepewności wartości średniej ważonej rezystancji $\bar{R}_{v,w}$ – wyznaczonej w tabeli 10.2.7 – wynosi ok. 50 %. Zatem, zgodnie ze wzorem (10.1.13), liczba stopni swobody dla wyniku pomiaru rezystancji skróśnej ν_{R_v} wynosi 2.

Do obliczenia wartości rezystywności badanej próbki niezbędne są dane wejściowe, które wstawia się do wzoru (10.2.2), a do obliczenia niepewności tej rezystywności – dane wejściowe, które wstawia się do wzorów (10.2.3) i (10.2.14). Dlatego najpierw obliczono wartości pośrednie, tj. współczynnik B (tabela 10.2.8) i efektywną powierzchnię elektrody pomiarowej A (tabela 10.2.9), a następnie mierzoną rezystywność skróśną (tabela 10.2.10).

Tabela 10.2.8. Zestawienie wyników dla obliczenia niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|----------------------------------|-----------------------|---|------------------------|---------|
| h | $192,8 \times 10^{-6} \text{ m}$ | -439 m^{-1} | $2,8 \times 10^{-6} \text{ m}$ | $1,51 \times 10^{-6}$ | 5 |
| g | $2,012 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $42,1 \text{ m}^{-1}$ | $0,011 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,22 \times 10^{-6}$ | 9 |
| B | $84,60 \times 10^{-3}$ | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 1,73 \times 10^{-6}$ | | 6 |
| Niepewność standardowa złożona współczynnika B | | | $u(B) = 1,32 \times 10^{-3}$ | | |

Tabela 10.2.9. Zestawienie wyników dla obliczenia niepewności standardowej złożonej wyznaczenia efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(A)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|------------------------------------|-----------------------------------|--|------------------------------------|---------|
| d_1 | $49,722 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $78,37 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,022 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $2,97 \times 10^{-12} \text{ m}^4$ | 34 |
| g | $2,012 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $6,63 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,011 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,01 \times 10^{-12} \text{ m}^4$ | 9 |
| B | $84,60 \times 10^{-3}$ | $1,58 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ | $1,32 \times 10^{-3}$ | $0,05 \times 10^{-12} \text{ m}^4$ | 6 |
| A | $1,955 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 3,03 \times 10^{-12} \text{ m}^4$ | | 35 |
| Niepewność standardowa złożona efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | | | $u(A) = 0,002 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | | |

Tabela 10.2.10. Zestawienie wyników dla obliczenia niepewności standardowej złożonej wyznaczenia rezystywności skośnej $u(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|--|---------------------------------------|---|---|---------|
| A | $1,955 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | $5,81 \times 10^{19} \Omega/\text{m}$ | $0,002 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | $0,02 \times 10^{30} \Omega^2 \text{ m}^2$ | 35 |
| h | $192,8 \times 10^{-6} \text{ m}$ | $-5,89 \times 10^{20} \Omega$ | $2,8 \times 10^{-6} \text{ m}$ | $2,72 \times 10^{30} \Omega^2 \text{ m}^2$ | 5 |
| R_v | $1,12 \times 10^{16} \Omega$ | 10,14 m | $0,05 \times 10^{16} \Omega$ | $25,71 \times 10^{30} \Omega^2 \text{ m}^2$ | 2 |
| $\Delta \rho_{vT}$ | 0 | 1 | $0,02 \times 10^{17} \Omega \text{ m}$ | $4 \times 10^{30} \Omega^2 \text{ m}^2$ | 2 |
| ρ_v | $1,14 \times 10^{17} \Omega \text{ m}$ | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 32,45 \times 10^{30} \Omega^2 \text{ m}^2$ | | 2 |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skośnej | | | $u_c(\rho_v) = 0,06 \times 10^{17} \Omega \text{ m}$ | | |

Uwaga: poprawki wilgotnościowej $\Delta \rho_{vW}$ nie uwzględniono, ponieważ PTFE jest materiałem niehigroskopijnym i jego rezystywność skośna praktycznie nie zależy od wilgotności.

Dla liczby stopni swobody $\nu_{\rho_v} = 2$ i poziomu prawdopodobieństwa 95 % kwantyl $t_{p,\nu}$ rozkładu t -Studenta wynosi 4,3. Dlatego bezwzględna niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skośnej na poziomie ufności $p = 0,95$ wynosi:

$$U(\rho_v) = 4,3 \times 0,06 \times 10^{17} \Omega \text{ m} = 0,26 \times 10^{17} \Omega \text{ m},$$

a niepewność względna

$$U_w(\rho_v) = \frac{U(\rho_v)}{\rho_v} \times 100 = \frac{0,26 \times 10^{17}}{1,14 \times 10^{17}} \times 100 = 23 \text{ \%}.$$

Zatem wynik pomiaru rezystywności skośnej dla próbki nr 1 politetrafluoroetylen (PTFE) można zapisać w postaci

$$\rho_s = (1,1 \pm 0,3) \times 10^{17} \Omega \text{ m}.$$

Niepewność rozszerzoną pomiaru rezystancji 23 % dla PTFE, materiału o najwyższej rezystywności, można uznać za wyjątkowo małą. Osiągnięto ją dzięki powtarzaniu pomiarów prądu skośnego co 1 s i rejestrowaniu ich przez komputer. Średnią

wartość rezystancji skrośnej obliczono na podstawie wartości z trzech serii pomiarów w czasie 100 s, zakładając, że rzeczywiste zmiany rezystancji próbki w tym czasie są pomijalnie małe. Gdyby jednak dokonano tylko jednego pomiaru tej rezystancji, wówczas niepewność pomiaru rezystywności skrośnej PTFE osiągnęłaby znacznie większą wartość, nawet rzędu 100 %. W tym przypadku byłaby to mimo wszystko wartość realna. Jeżeli jednak obliczona dla pomiarów rezystywności PTFE niepewność byłaby mała, rzędu kilku procent, to zapewne wartość tej niepewności można by uznać za niewiarygodną.

10.2.9. Przykład 2: pomiary rezystywności skrośnej poliamidu

W tym przykładzie przedstawiono wyniki pomiarów rezystywności skrośnej modyfikowanego poliamidu i obliczeń ich niepewności.

Poliamid jest materiałem termoplastycznym o podwójnej strukturze: amorficznej i krystalicznej. Bezpośrednio po wytworzeniu poliamidu na wtryskarce w jego strukturze ma duży udział postać amorficzna, która z czasem przechodzi w postać krystaliczną. Powoduje to m.in. zmiany rezystywności skrośnej. Dopiero po 3–4 tygodniach materiał „uspakaja się” i wyniki pomiarów stają się powtarzalne. Ponadto poliamid jest materiałem higroskopijnym, którego wilgotność w stanie ustalonym w normalnych warunkach pokojowych waha się, w zależności od rodzaju i ilości wypełniacza, od 2 do 4 %. Dlatego w przypadku poliamidu podaje się jego właściwości elektryczne dla stanu suchego i ustabilizowanego wilgotnego w normalnych warunkach pokojowych, ale zawsze dla stanu, w którym procesy krystalograficzne już się zakończyły.

Z tych powodów wytworzone na wtryskarce próbki do badań w stanie suchym umieszczono w eksykatorach z pochłaniaczem wilgoci (silikażelem), a próbki do badań w stanie wilgotnym poddano przyspieszonemu nawilgoceniu, mocząc je w wodzie przez odpowiedni czas i kondycjonując w normalnych warunkach wilgotnościowych. Pomiary rezystywności skrośnej powtarzano co kilka dni. Za wyniki poprawne uznano te, które w czasie nie ulegały już zmianie. Pomiary wykonywano w znormalizowanych warunkach 23/50 klasy 1, zgodnie z normą PN-EN ISO 291:1999, dla których temperatura otoczenia wynosiła $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, a wilgotność powietrza $50 \% \pm 5 \%$.

Pomiarom poddano po trzy próbki materiału w stanie suchym i wilgotnym. Poniżej przedstawiono wyniki pomiarów dla jednej tylko próbki nr 1 znajdującej się w stanie wilgotnym. Z pozostałymi próbkami postępowano analogicznie.

Zanim na próbkę naparowano próżniowo elektrody srebrne, zmieniono – za pomocą mikrometru zegarowego – w obszarze elektrody jej grubość h . Wyniki pomiarów i obliczeń zestawiono w tabeli 10.2.11.

Tabela 10.2.11. Wyniki pomiarów grubości próbki h i obliczeń ich niepewności standardowej

| i | h (m) | \bar{h} (m) | $u_A(\bar{h})$ (m) | $u_B(h)$ (m) | $u(h)$ (m) | ν_h |
|-----|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|---------|
| 1 | $1,702 \times 10^{-3}$ | $1,668 \times 10^{-3}$ | $0,011 \times 10^{-3}$ | $0,001 \times 10^{-3}$ | $0,011 \times 10^{-3}$ | 4 |
| 2 | $1,656 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 3 | $1,674 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 4 | $1,636 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 5 | $1,672 \times 10^{-3}$ | | | | | |

W tabeli 10.2.11:

- średnią wartość grubości próbki \bar{h} obliczono ze wzoru (10.2.19),
- niepewność standardową typu A średniej wartości grubości próbki $u_A(\bar{h})$ obliczono ze wzoru (10.2.18),
- niepewność standardową typu B $u_B(h)$ obliczono ze wzoru (10.2.20), gdzie: $\Delta_g h = \pm 1 \mu\text{m}$,
- niepewność standardową złożoną $u(h)$ pomiaru grubości próbki obliczono ze wzoru (10.2.21),
- liczbę stopni swobody ν_h obliczono ze wzoru (10.1.12).

Po pomiarach grubości próbek naniesiono na nie srebrne elektrody metodą próżniową i zmierzono szerokość szczeliny g , korzystając z mikroskopu pomiarowego, oraz średnicę elektrody pomiarowej d_1 suwmiarką cyfrową. Wyniki pomiarów i obliczeń dla próbki nr 1 zestawiono w tabeli 10.2.12.

Tabela 10.2.12. Wyniki pomiarów szerokości szczeliny g i obliczeń ich niepewności standardowej

| i | g (m) | \bar{g} (m) | $u_A(\bar{g})$ (m) | $u_B(g)$ (m) | $u(g)$ (m) | ν_g |
|-----|-----------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|---------|
| 1 | $1,88 \times 10^{-3}$ | $1,887 \times 10^{-3}$ | $0,004 \times 10^{-3}$ | $0,006 \times 10^{-3}$ | $0,007 \times 10^{-3}$ | 88 |
| 2 | $1,89 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 3 | $1,89 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 4 | $1,87 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 5 | $1,89 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 6 | $1,87 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 7 | $1,88 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 8 | $1,89 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 9 | $1,90 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 10 | $1,91 \times 10^{-3}$ | | | | | |

W tabeli 10.2.12:

- średnią wartość szerokości szczeliny \bar{g} obliczono ze wzoru (10.2.31),
- niepewność standardową typu A średniej wartości szerokości szczeliny $u_A(\bar{g})$ obliczono ze wzoru (10.2.30),

- niepewność standardową typu B $u_B(g)$ obliczono ze wzoru (10.2.32), gdzie $\Delta_g g = \pm 0,01$ mm,
- niepewność standardową złożoną $u(g)$ pomiaru szerokości szczeliny obliczono ze wzoru (10.2.33),
- liczbę stopni swobody ν_g obliczono ze wzoru (10.1.12).

Tabela 10.2.13. Wyniki pomiarów średnicy elektrody pomiarowej d_1 i obliczeń ich niepewności standardowej

| i | d_1 (m) | \bar{d}_1 (m) | $u_A(\bar{d}_1)$ (m) | $u_B(d_1)$ (m) | $u(d_1)$ (m) | ν_{d_1} |
|-----|------------------------|-------------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|-------------|
| 1 | $50,00 \times 10^{-3}$ | $49,974 \times 10^{-3}$ | $0,011 \times 10^{-3}$ | $0,018 \times 10^{-3}$ | $0,021 \times 10^{-3}$ | 51 |
| 2 | $49,96 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 3 | $49,94 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 4 | $49,98 \times 10^{-3}$ | | | | | |
| 5 | $49,99 \times 10^{-3}$ | | | | | |

W tabeli 10.2.13:

- średnią wartość średnicy elektrody pomiarowej próbki \bar{d}_1 obliczono ze wzoru (10.2.25),
- niepewność standardową typu A średniej wartości średnicy elektrody pomiarowej próbki $u_A(\bar{d}_1)$ obliczono ze wzoru (10.2.24),
- niepewność standardową typu B $u_B(d_1)$ obliczono ze wzoru (10.2.26), gdzie $\Delta_g d_1 = 0,03$ mm,
- niepewność standardową złożoną $u(d_1)$ pomiaru średnicy elektrody pomiarowej próbki obliczono ze wzoru (10.2.27),
- liczbę stopni swobody ν_{d_1} obliczono ze wzoru (10.1.12).

Pomiary rezystancji wykonano miernikiem analogowym wysokich rezystancji typu EMA-1 firmy ZELAP o niedokładności względnej

$$\delta_g R_v = \pm \left(2,0 + 1,5 \frac{\alpha}{\alpha_{\min}} \right) \%,$$

gdzie:

α – wskazanie przyrządu ($\alpha = 2,80$),

α_{\min} – pierwsza ocyfrowana działka odpowiadająca maksymalnemu wychyleniu miernika ($\alpha_{\min} = 1$).

Przed pomiarami próbkę zwarto przez pikoamperomierz (taką opcję ma miernik EMA-1) na tak długo, aż prąd deelektryzacji osiągnął 0,01 wartości spodziewanego prądu skośnego, tj. ok. 0,03 pA. Następnie miernik przełączono na opcję pomiaru rezystancji, ustawiono źródło napięcia na zakres 1000 V i wykonano pomiar, odczeku-

jąc, aż ustali się wartość wskazań. Wskazania ustaliły się po 3 minutach. Odczytano wynik pomiaru i zapisano go wraz jego niepewnością standardową w tabeli 10.2.14.

Tabela 10.2.14. Wynik pomiaru rezystancji skrośnej i jego niepewność standardowa

| R_v (Ω) | $u(R_v)$ (Ω) | ν_{R_v} |
|-----------------------|--------------------------|-------------|
| $2,80 \times 10^{13}$ | $0,10 \times 10^{13}$ | 8 |

W tabeli 10.2.14 standardowa niepewność pomiaru rezystancji skrośnej jest niepewnością typu B obliczoną z zależności

$$u(R_v) = \frac{\Delta_g R_v}{\sqrt{3}} = \frac{R_v \cdot \delta_g R_v}{100\sqrt{3}},$$

w której $\Delta_g R_v$ oznacza błąd graniczny przyrządu pomiarowego.

W powyższych obliczeniach niepewności pomiaru rezystywności uwzględniono tylko błąd graniczny przyrządu pomiarowego. Inne czynniki, opisane w rozdziale 5, takie jak:

- resztkowy, nie w pełni wyeliminowany ładunek elektryczny,
- rezystancja interfaz elektroda–dielektryk i dielektryk–elektroda,
- rezystancja izolacji bocznikująca wejście miernika prądu,
- niekontrolowane upływnościowe prądy błądzące,
- szумы i zakłócenia,

starano się zmniejszyć do wartości pomijalnie małych. Niemniej jednak z doświadczenia wiadomo, że przy tak dużej mierzonej rezystancji udział tych niewyeliminowanych czynników może być znaczący. Niepewność niepewności pomiaru rezystywności skrośnej oszacowano na ok. 25 %. Zatem liczba stopni swobody ν_{R_v} pomiaru rezystancji skrośnej obliczana ze wzoru (10.1.13) wynosi 8.

Tabela 10.2.15. Bilans niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|--------------------------|------------------------|---|------------------------|---------|
| h | $1,668 \times 10^{-3}$ m | -189 m ⁻¹ | $0,011 \times 10^{-3}$ m | $4,09 \times 10^{-6}$ | 4 |
| g | $1,887 \times 10^{-3}$ m | 167 m ⁻¹ | $0,007 \times 10^{-3}$ m | $1,38 \times 10^{-6}$ | 88 |
| B | 0,6042 | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 5,47 \times 10^{-6}$ | | 7 |
| Niepewność standardowa złożona współczynnika B | | | $u(B) = 0,0024$ | | |

Do obliczenia wartości rezystywności badanej próbki niezbędne są dane wejściowe, które wstawia się do wzoru (10.2.2), a do obliczenia niepewności tej rezystywno-

ści – dane wejściowe, które wstawia się do wzorów (10.2.3) i (10.2.14). Dlatego najpierw obliczono wartości pośrednie, tj. współczynnik B (tabela 10.2.15) i efektywną powierzchnię elektrody pomiarowej A (tabela 10.2.16), a następnie mierzoną rezystywność skośną (tabela 10.2.17).

Tabela 10.2.16. Bilans niepewności standardowej złożonej wyznaczenia efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(A)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|---------------------------------------|--------------------------------------|---|---------------------------------------|---------|
| d_1 | $49,974 \times 10^{-3}$ m | $80,29 \times 10^{-3}$ m | $0,021 \times 10^{-3}$ m | $2,69 \times 10^{-12}$ m ⁴ | 51 |
| g | $1,887 \times 10^{-3}$ m | $48,52 \times 10^{-3}$ m | $0,007 \times 10^{-3}$ m | $0,12 \times 10^{-12}$ m ⁴ | 88 |
| B | 0,6042 | $1,52 \times 10^{-4}$ m ² | 0,0024 | $0,14 \times 10^{-12}$ m ⁴ | 7 |
| A | $2,052 \times 10^{-3}$ m ² | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 2,95 \times 10^{-12}$ m ⁴ | | 111 |
| Niepewność standardowa złożona efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | | | $u(A) = 0,002 \times 10^{-3}$ m ² | | |

Tabela 10.2.17. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skośnej $u(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | \bar{X}_j | c_j | $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_j |
|--|---------------------------------------|---------------------------|--|--|---------|
| A | $2,052 \times 10^{-3}$ m ² | $1,68 \times 10^{16}$ Ω/m | $0,002 \times 10^{-3}$ m ² | $0,2 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | 111 |
| h | $1,668 \times 10^{-6}$ m | $-2,07 \times 10^{16}$ Ω | $0,011 \times 10^{-6}$ m | $4,9 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | 4 |
| R_v | $2,80 \times 10^{13}$ Ω | 1,23 m | $0,1 \times 10^{13}$ Ω | $151,4 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | 8 |
| $\Delta\rho_{vT}$ | 0 | 1 | $1,15 \times 10^{12}$ Ωm | $132,3 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | 8 |
| $\Delta\rho_{vW}$ | 0 | 1 | $1,15 \times 10^{12}$ Ωm | $132,3 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | 8 |
| ρ_v | $3,45 \times 10^{13}$ Ωm | | $\sum c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 421,1 \times 10^{22}$ Ω ² m ² | | 26 |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skośnej | | | $u_c(\rho_v) = 0,21 \times 10^{13}$ Ωm | | |

Dla liczby stopni swobody $\nu_{\rho_v} = 26$ i poziomu prawdopodobieństwa 95 % parametr t_p rozkładu t -Studenta wynosi 2,06. Dlatego bezwzględna niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skośnej na poziomie ufności $p = 0,95$ ma wartość:

$$U(\rho_v) = 2,06 \times 0,21 \times 10^{13} \text{ Ωm} = 0,44 \times 10^{13} \text{ Ωm},$$

a niepewność względną

$$U_w(\rho_v) = \frac{U(\rho_v)}{\rho_v} \times 100 = \frac{0,44 \times 10^{13}}{3,45 \times 10^{13}} \times 100 = 13 \text{ \%}.$$

Zatem wynik pomiaru rezystywności skośnej próbki nr 1 poliamidu można zapisać w postaci

$$\rho_s = (3,5 \pm 0,5) \times 10^{13} \text{ Ωm}.$$

10.3. Niepewność wyników pomiarów rezystywności skrośnej dla próbek płaskich z elektrodami okrągłymi obliczana metodą uproszczoną

Jeżeli założymy, że w pomiarach rezystywności skrośnej większościowy udział mają niepewności typu B, to niepewność rozszerzoną na poziomie ufności $p = 0,95$ można obliczać na podstawie wzoru (10.1.19). Zatem wzór wyrażający niepewność rezystywności skrośnej przyjmuje postać:

$$U(\rho_v) = 1,15 \sqrt{c_A^2 \cdot U^2(A) + c_h^2 \cdot U^2(h) + c_{R_v}^2 \cdot U^2(R_v) + c_T U^2(\Delta\rho_{vT}) + c_W U^2(\Delta\rho_{vW})}, \quad (10.3.1)$$

gdzie poszczególne współczynniki wrażliwości są tymi samymi współczynnikami, które podano w podrozdziale 10.2.2, a więc:

$$c_A = \frac{\partial \rho_v}{\partial A} = \frac{R_v}{h},$$

$$c_h = \frac{\partial \rho_v}{\partial h} = -\frac{A}{h^2} R_v,$$

$$c_{R_v} = \frac{\partial \rho_v}{\partial R_v} = \frac{A}{h}.$$

Niepewność efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej oblicza się ze wzoru

$$U(A) = \sqrt{c_{d_1}^2 \cdot U^2(d_1) + c_g^2 \cdot U^2(g) + c_B^2 \cdot U^2(B)}, \quad (10.3.2)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości są wyrażone zależnościami:

$$c_{d_1} = \frac{\partial A}{\partial d_1} = \frac{\pi}{2} (d_1 + Bg),$$

$$c_g = \frac{\partial A}{\partial g} = \frac{\pi}{2} B(d_1 + Bg),$$

$$c_B = \frac{\partial A}{\partial B} = \frac{\pi}{2} g(d_1 + Bg),$$

$$c_T = 1 \quad \text{i} \quad c_W = 1.$$

Współczynnik B jest określony wzorem (4.2.5), zatem niepewność współczynnika B wynosi:

$$U(B) = \sqrt{c_h^2 \cdot U^2(h) + c_g^2 \cdot U^2(g)}, \quad (10.3.3)$$

gdzie poszczególne współczynniki wrażliwości określają zależności:

$$c_h = \frac{\partial B}{\partial h} = \frac{4}{\pi} \frac{1}{g} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] - \frac{1}{h} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right),$$

$$c_g = \frac{\partial B}{\partial g} = -\frac{4}{\pi} \frac{h}{g^2} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] + \frac{1}{g} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right).$$

10.3.1. Niepewność pomiaru grubości próbki

Sposób pomiaru grubości próbki h opisano w podrozdziale 10.2.1 Niepewność rozszerzoną złożoną pomiaru h można obliczyć – na podstawie wzoru (10.1.16) – z wyrażenia:

$$U(h) = \sqrt{U_A^2(\bar{h}) + \Delta_g^2 h}, \quad (10.3.4)$$

gdzie:

$$U_A(\bar{h}) = t_{0,95;n} u_A(\bar{h}) \quad (10.3.5)$$

jest niepewnością rozszerzoną typu A zależną od kwantylu t -Studenta $t_{0,95;n}$, określonego na poziomie ufności $p = 0,95$ i uwarunkowanego liczbą pomiarów n oraz niepewnością standardowej wartości średniej grubości próbki $u_A(\bar{h})$ obliczonej ze wzoru (10.2.18). $\Delta_g h$ jest natomiast błędem granicznym przyrządu pomiarowego użytego do pomiaru grubości próbki.

10.3.2. Niepewność pomiaru średnicy elektrody pomiarowej

Sposób pomiaru średnicy elektrody pomiarowej d_1 opisano w podrozdziale 10.2.2 Niepewność rozszerzoną złożoną pomiaru d_1 można obliczyć – na podstawie wzoru (10.1.16) – z wyrażenia:

$$U(d_1) = \sqrt{U_A^2(\bar{d}_1) + \Delta_g^2 d_1}, \quad (10.3.6)$$

gdzie:

$$U_A(\bar{d}_1) = t_{0,95;n} u_A(\bar{d}_1), \quad (10.3.7)$$

jest niepewnością rozszerzoną typu A zależną od kwantylu t -Studenta $t_{0,95;n}$, określonego na poziomie ufności $p = 0,95$ i uwarunkowanego liczbą pomiarów n oraz nie-

pewnością standardową wartości średniej średnicy elektrody pomiarowej $u_A(\bar{d}_1)$ obliczoną ze wzoru (10.2.24). $\Delta_g d_1$ jest natomiast błędem granicznym przyrządu pomiarowego użytego do pomiaru średnicy.

10.3.3. Niepewność pomiaru szerokości szczeliny

Sposób pomiaru szerokości szczeliny g opisano w podrozdziale 10.2.3 Niepewność rozszerzoną złożoną pomiaru g można obliczyć – na podstawie wzoru (10.1.16) – z wyrażenia:

$$U(g) = \sqrt{U_A^2(\bar{g}) + \Delta_g^2 g}, \quad (10.3.8)$$

gdzie:

$$U_A(\bar{g}) = t_{0,95;n} u_A(\bar{g}) \quad (10.3.9)$$

jest niepewnością rozszerzoną typu A zależną od kwantylu t -Studenta $t_{0,95;n}$, określonego na poziomie ufności $p = 0,95$ i uwarunkowanego liczbą pomiarów n oraz niepewnością standardową wartości średniej grubości próbki $u_A(\bar{g})$ obliczoną ze wzoru (10.2.30). $\Delta_g g$ jest natomiast błędem granicznym przyrządu pomiarowego zastosowanego do pomiaru szerokości szczeliny.

10.3.4. Niepewność pomiaru rezystancji skrośnej

Sposób pomiaru rezystancji skrośnej R_v opisano w podrozdziale 10.2.4 Niepewność rozszerzoną złożoną pomiaru R_v można obliczyć – na podstawie wzoru (10.1.16) – z wyrażenia:

$$U(R_v) = \sqrt{U_A^2(\bar{R}_v) + \Delta_g^2 R_v}, \quad (10.3.10)$$

gdzie:

$$U_A(\bar{R}) = t_{0,95;n} u_A(\bar{R}) \quad (10.3.11)$$

jest niepewnością rozszerzoną typu A zależną od kwantylu t -Studenta $t_{0,95;n}$, określonego na poziomie ufności $p = 0,95$ i uwarunkowanego liczbą pomiarów n oraz niepewnością standardową wartości średniej rezystancji skrośnej $u_A(\bar{R}_v)$ obliczoną ze wzoru (10.2.36). $\Delta_g R_v$ jest natomiast błędem granicznym przyrządu pomiarowego zastosowanego do pomiaru rezystancji.

10.3.5. Niepewność poprawki temperaturowej rezystywności skrośnej

W rozdziale 10.2 wykazano, że do wzoru definiującego rezystywność skrośną należy wprowadzić poprawki uwzględniające zmiany rezystywności skrośnej spowodowane zmianami temperatury i wilgotności. Poprawkę temperaturową rezystywności skrośnej, która uwzględnia odchylenie ΔT temperatury próbki od temperatury normalnej $T = 23^\circ$, wyznacza się ze wzoru (10.2.43), a jej niepewność – z wyrażenia

$$U(\Delta\rho_{vT}) = \sqrt{U^2(k_{Tv}) + U^2(\Delta T)}, \quad (10.3.12)$$

gdzie:

- k_{Tv} – temperaturowy współczynnik zmian rezystywności skrośnej,
- ΔT – różnica między temperaturą otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a temperaturą, dla której określa się rezystywność skrośną,
- $U(k_{Tv})$ – niepewność temperaturowego współczynnika zmian rezystywności skrośnej,
- $U(\Delta T)$ – niepewność określenia różnicy temperatur.

Jeżeli temperatura w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wartości znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta\rho_{vT} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza jej zerowej niepewności, gdyż praktycznie zawsze temperatura otoczenia w laboratorium ulega pewnym wahaniom. Znając wartość temperaturowego współczynnika k_{Tv} i wahania temperatury ΔT , można oszacować niepewność zerowej poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skrośnej $\Delta\rho_{vT}$.

10.3.6. Niepewność poprawki wilgotnościowej rezystywności skrośnej

Poprawkę wilgotnościową zmiany rezystancji skrośnej, która uwzględnia odchylenie ΔW wilgotności powietrza otaczającego próbkę od wilgotności normalnej $W = 50\%$, wyznacza się ze wzoru (10.2.45), a jej niepewność – z wyrażenia

$$U(\Delta\rho_{vW}) = \sqrt{U^2(k_{Wv}) + U^2(\Delta W)}, \quad (10.3.13)$$

gdzie:

- k_{Wv} – wilgotnościowy współczynnik zmian rezystywności skrośnej,
- ΔW – różnica między wilgotnością względną otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a wilgotnością względną, dla której określa się rezystywność skrośną,

$U(k_{Wv})$ – niepewność wilgotnościowego współczynnika zmian rezystywności skośnej,

$U(\Delta W)$ – niepewność określenia różnicy wilgotności.

Jeżeli wilgotność w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wartości znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta\rho_{vW} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza jej zerowej niepewności, gdyż praktycznie zawsze wilgotność powietrza w laboratorium ulega wahaniom. Znając wartość wilgotnościowego współczynnika k_{Wv} i wahania wilgotności ΔW , można oszacować niepewność zerowej poprawki wilgotnościowej zmian rezystywności skośnej $\Delta\rho_{vW}$.

10.3.7. Bilans niepewności pomiarów rezystywności skośnej próbek płaskich

Jeżeli niepewność oblicza się metodą uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$, to z odpowiednich wzorów określa się niepewności rozszerzone pomiaru:

- średnicy elektrody pomiarowej $U(d_1)$,
- szerokości szczeliny $U(g)$,
- grubości próbki $U(h)$,
- rezystancji skośnej $U(R_v)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skośnej $U(\rho_{vT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skośnej $U(\rho_{vW})$.

Na ich podstawie można stworzyć bilans niepewności i wygodnie jest przedstawić go tabelarycznie w sposób zaproponowany w tabelach 10.3.1, 10.3.2 i 10.3.3.

Tabela 10.3.1. Bilans niepewności rozszerzonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|---|--------------------------------------|---------------------------------------|------------------------|
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.2.19) | c_h (10.2.12) | $U(h)$ (10.3.4) | $c_h^2 \cdot U^2(h)$ |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.13) | $U(g)$ (10.3.8) | $c_g^2 \cdot U^2(g)$ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | \bar{B} (4.2.5) | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru współczynnika B | $U(B) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | | | |

Tabela 10.3.2. Bilans niepewności rozszerzonej wyznaczenia efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(A)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|-----------------------------|--------------------------------|---|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | \bar{d}_1 (10.2.25) | c_{d1} (10.2.8) | $U(d_1)$ (10.3.6) | $c_{d1}^2 \cdot U^2(d_1)$ |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.9) | $U_c(g)$ (10.3.8) | $c_g^2 \cdot U^2(g)$ |
| Współczynnik B | \bar{B} (4.2.5) | c_B (10.2.10) | $U(B)$ (10.3.3) | $c_B^2 \cdot U^2(B)$ |
| Powierzchnia elektrody pomiarowej A | \bar{A} (4.2.1) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru powierzchni elektrody pomiarowej A | | | $U(A) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | |

Tabela 10.3.3. Bilans niepewności rozszerzonej wyznaczenia rezystywności skrośnej $U(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|--------------------------------------|--------------------------------|---|--|
| Powierzchnia elektrody pomiarowej A | \bar{A} (4.2.1) | c_A (10.2.4) | $U(A)$ (10.3.2) | $c_A^2 \cdot U^2(A)$ |
| Grubość próbki g | \bar{h} (4.2.7) | c_h (10.2.5) | $U(h)$ (10.3.4) | $c_h^2 \cdot U^2(h)$ |
| Rezystancja skrośna R_v | \bar{R}_v (10.2.37) | c_{Rv} (10.2.6) | $U(R_v)$ (10.3.10) | $c_{Rv}^2 \cdot U^2(R_v)$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vT}$ (10.2.43) | 1 | $U(\rho_{vT})$ (10.3.12) | $c_{\rho_{vT}}^2 \cdot u^2(\rho_{vT})$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\bar{\rho}_{vW}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vW}$ (10.2.45) | 1 | $U(\rho_{vW})$ (10.3.13) | $c_{\rho_{vW}}^2 \cdot u^2(\rho_{vW})$ |
| Rezystywność skrośna ρ_v | $\bar{\rho}_v$ (10.2.2) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skrośnej na poziomie ufności $p = 0,95$ | | | $U(\rho_v) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | |

10.3.8. Przykład: pomiary rezystywności skrośnej poliamidu

W tym przykładzie podano wyniki obliczeń niepewności pomiaru metodą uproszczoną dla tej samej próbki nr 1 poliamidu, dla której podano w podrozdziale 10.2.7 przedstawiono wyniki pomiarów geometrycznych i rezystancji skrośnej oraz obliczeń rezystywności skrośnej i niepewności pomiaru metodą klasyczną. Aby ułatwić obliczenia niepewności, sporządzono ich bilans, który przedstawiono w tabelach 10.3.4, 10.3.5 i 10.3.6

Tabela 10.3.4. Bilans niepewności rozszerzonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|-----------------------------|--------------------------------|--|------------------------|
| Grubość próbki h | $1,668 \times 10^{-3}$ m | -189 m ⁻¹ | $0,028 \times 10^{-3}$ m | $28,01 \times 10^{-6}$ |
| Szerokość szczeliny g | $1,887 \times 10^{-3}$ m | 167 m ⁻¹ | $0,014 \times 10^{-3}$ m | $5,47 \times 10^{-6}$ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | 0,6042 | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j) = 33,48 \times 10^{-6}$ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru współczynnika B | | | $U(B) = 0,0058$ | |

Tabela 10.3.5. Bilans niepewności rozszerzonej efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(A)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|--------------------------------------|---------------------------------------|--|--|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | $49,974 \times 10^{-3}$ m | $80,29 \times 10^{-3}$ m | $0,041 \times 10^{-3}$ m | $10,84 \times 10^{-12}$ m ⁴ |
| Szerokość szczeliny g | $1,887 \times 10^{-3}$ m | $48,52 \times 10^{-3}$ m | $0,014 \times 10^{-3}$ m | $0,47 \times 10^{-12}$ m ⁴ |
| Współczynnik B | 0,6042 | $1,515 \times 10^{-4}$ m ² | 0,0058 | $0,78 \times 10^{-12}$ m ⁴ |
| Powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,05 \times 10^{-3}$ m ² | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j) = 12,19 \times 10^{-12}$ m ⁴ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru powierzchni elektrody pomiarowej A | | | $U(A) = 0,004 \times 10^{-3}$ m ² | |

Obliczona metodą uproszczoną niepewność pomiarów rezystywności skrośnej próbki nr 1 poliamidu na poziomie ufności $p = 0,95$ ma taką samą wartość jak niepewność rozszerzona obliczona metodą klasyczną w podrozdziale 10.2.7, tj. $U(\rho_v) = 0,44 \times 10^{13}$ Ω m. Zatem i w tym przypadku można zapisać wynik pomiaru rezystywności skrośnej w postaci: $\rho_v = (3,5 \pm 0,5) \times 10^{13}$ Ω m.

Tabela 10.3.6. Bilans niepewności rozszerzonej rezystywności skośnej $U(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_i)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_i)$ |
|---|--|---------------------------------------|---------------------------------------|--|
| Powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,052 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | $1,68 \times 10^{16} \Omega/\text{m}$ | $0,004 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | $0,5 \times 10^{22} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Grubość próbki h | $1,668 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $-2,07 \times 10^{21} \Omega$ | $0,028 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $33,6 \times 10^{22} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Rezystancja skośna R_v | $2,80 \times 10^{13} \Omega$ | 1,23 m | $0,2 \times 10^{13} \Omega$ | $605,2 \times 10^{22} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta \bar{\rho}_{vT}$ | 0 | 1 | $2,0 \times 10^{12} \Omega \text{ m}$ | $400 \times 10^{22} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta \bar{\rho}_{vW}$ | 0 | 1 | $2,0 \times 10^{12} \Omega \text{ m}$ | $400 \times 10^{22} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Rezystywność skośna ρ_v | $3,45 \times 10^{13} \Omega \text{ m}$ | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_i) = 1439,3 \times 10^{32} \Omega^2 \text{ m}^2$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności powierzchniowej na poziomie ufności $p = 0,95$ | $U(\rho_v) = 0,44 \times 10^{13} \Omega \text{ m}$ | | | |

10.4. Niepewność pomiarów rezystywności skośnej próbek cylindrycznych obliczana metodą klasyczną

Rezystywność skośną próbek cylindrycznych oblicza się ze wzoru (5.10.6), który po uzupełnieniu go o poprawki temperaturową $\Delta \rho_{vT}$ i wilgotnościową $\Delta \rho_{vW}$ przyjmie postać:

$$\rho_v = R_v \frac{2\pi(l_1 + Bg)}{\ln \frac{D_2}{D_1}} + \Delta \rho_{vT} + \Delta \rho_{vW}. \quad (10.4.1)$$

Zatem niepewność standardową pomiaru rezystywności skośnej próbek cylindrycznych wyraża się wzorem:

$$u(\rho_v) = \sqrt{c_{R_v}^2 u^2(R_v) + c_{l_1}^2 u^2(l_1) + c_B^2 u^2(B) + c_g^2 u^2(g) + c_{D_1}^2 u^2(D_1) + c_{D_2}^2 u^2(D_2) + c_T^2 u^2(\Delta \rho_{vT}) + c_W^2 u^2(\Delta \rho_{vW})}, \quad (10.4.2)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{R_v} = \frac{\partial \rho_v}{\partial R_v} = \frac{2\pi(l_1 + Bg)}{\ln \frac{D_2}{D_1}}, \quad (10.4.3)$$

$$c_{l_1} = \frac{\partial \rho_v}{\partial l_1} = \frac{2\pi R_v}{\ln \frac{D_2}{D_1}}, \quad (10.4.4)$$

$$c_B = \frac{\partial \rho_v}{\partial B} = \frac{2\pi R_v g}{\ln \frac{D_2}{D_1}}, \quad (10.4.5)$$

$$c_g = \frac{\partial \rho_v}{\partial g} = \frac{2\pi B R_v}{\ln \frac{D_2}{D_1}}, \quad (10.4.6)$$

$$c_{D_1} = \frac{\partial \rho_v}{\partial D_1} = \frac{2\pi R_v (l_1 + Bg)}{D_1 \left(\ln \frac{D_2}{D_1} \right)^2}, \quad (10.4.7)$$

$$c_{D_2} = \frac{\partial \rho_v}{\partial D_2} = \frac{2\pi R_v (l_1 + Bg)}{D_2 \left(\ln \frac{D_2}{D_1} \right)^2}, \quad (10.4.8)$$

$$c_T = 1 \quad \text{i} \quad c_W = 1.$$

Współczynnik B jest określony wzorem (4.2.5), a jego niepewność standardową złożoną oblicza się z zależności (10.2.11):

$$u(B) = \sqrt{c_h^2 u^2(h) + c_g^2 \cdot u^2(g)}.$$

Ponieważ grubość próbki

$$h = \frac{D_2 - D_1}{2}, \quad (10.4.9)$$

więc

$$u^2(h) = \frac{u^2(D_1) + u^2(D_2)}{4}. \quad (10.4.10)$$

Poszczególne współczynniki wrażliwości w zależności (10.2.11) są określone wzorami (10.2.12) i (10.2.13):

$$c_h = \frac{\partial B}{\partial h} = \frac{4}{\pi} \frac{1}{g} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] - \frac{1}{h} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right),$$

$$c_g = \frac{\partial B}{\partial g} = -\frac{4}{\pi} \frac{h}{g^2} \ln \left[\cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right) \right] + \frac{1}{g} \operatorname{tgh} \left(\frac{\pi g}{4 h} \right).$$

Niepewność rozszerzoną pomiaru rezystywności skrośnej próbek cylindrycznych oblicza się tak samo jak próbek płaskich ze wzoru (10.2.14):

$$U(\rho_v) = k_p \cdot u(\rho_v).$$

Wartość współczynnika rozszerzenia k_p należy przyjąć zgodnie z tymi samymi zasadami, które podano dla pomiarów rezystywności skośnej próbek płaskich w podrozdziale 10.2.

Jeżeli wyniki pomiarów rezystywności skośnej oblicza się ze wzoru (5.2), w którym za efektywną powierzchnię A przyjęto wartość obliczoną z uproszczonego wzoru (5.10.7), to dodatkowo należy do nich dodać poprawkę uwzględniającą to uproszczenie. Wówczas wzór określający rezystywność próbki cylindrycznej przyjmie postać:

$$\rho_v = R_v \frac{\pi(D_1 + D_2)(l_1 + g)}{D_2 - D_1} + \Delta\rho_{vT} + \Delta\rho_{vW} + \Delta\rho_{vu}, \quad (10.4.11)$$

gdzie:

D_1 – średnica wewnętrzna próbki,

D_2 – średnica zewnętrzna próbki,

g – szerokość szczeliny,

l_1 – długość elektrody pomiarowej,

$\Delta\rho_{vT}$ – poprawka temperaturowa rezystywności skośnej uwzględniająca zmianę temperatury próbki,

$\Delta\rho_{vW}$ – poprawka wilgotnościowa rezystywności skośnej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki,

$\Delta\rho_{vu}$ – poprawka rezystywności skośnej próbki wynikająca z zastosowania do obliczeń wzoru uproszczonego. Jej wartość określa się, odejmując od siebie wyniki obliczeń rezystywności skośnej otrzymane ze wzorów (5.10.6) i (5.2). Jeżeli tej poprawki się nie uwzględni, czyli przyjmie się $\Delta\rho_{vu} = 0$, to nie można uznać jej niepewności za równą zero. Wówczas cała wartość poprawki staje się jej niepewnością.

Niepewność standardową obliczenia rezystywności skośnej ze wzoru (10.4.11) określa się następująco:

$$u(\rho_v) = \sqrt{c_{D_1}^2 u^2(D_1) + c_{D_2}^2 u^2(D_2) + c_{l_1}^2 u^2(l_1) + c_g^2 u^2(g) + c_{R_v}^2 u^2(R_v) + c_B^2 u^2(B) + c_T^2 u^2(\Delta\rho_{vT}) + c_W^2 u^2(\Delta\rho_{vW}) + c_u^2 u^2(\Delta\rho_{vu})}. \quad (10.4.12)$$

Poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{R_v} = \frac{\partial \rho_v}{\partial R_v} = \pi(l_1 + g) \frac{D_2 + D_1}{D_2 - D_1}, \quad (10.4.13)$$

$$C_{D_1} = \frac{\partial \rho_v}{\partial D_1} = \pi R_v (l_1 + g) \frac{2D_2}{(D_2 - D_1)^2}, \quad (10.4.14)$$

$$\frac{\partial \rho_v}{\partial D_2} = \pi R_v (l_1 + g) \frac{-2D_1}{(D_2 - D_1)^2}, \quad (10.4.15)$$

$$c_g = \frac{\partial \rho_v}{\partial g} = \pi R_v \frac{D_2 + D_1}{D_2 - D_1}, \quad (10.4.16)$$

$$c_{l_1} = \frac{\partial \rho_v}{\partial l_1} = \pi R_v \frac{D_2 + D_1}{D_2 - D_1}, \quad (10.4.17)$$

$$c_T = 1, \quad c_W = 1 \quad \text{i} \quad c_u = 1.$$

10.4.1. Bilans niepewności standardowych

Podobnie jak w przypadku pomiarów rezystywności skośnej próbek płaskich, wyniki pomiarów poszczególnych składowych wielkości, które służą do obliczenia wyniku pomiaru rezystywności skośnej próbek cylindrycznych, zestawia się w tabelach. Na podstawie tych wyników oblicza się standardowe niepewności złożone pomiaru:

- długości elektrody pomiarowej $u(l_1)$,
- szerokości szczeliny $u(g)$,
- wewnętrznej średnicy próbki $u(D_1)$,
- zewnętrznej średnicy próbki $u(D_2)$,
- rezystancji skośnej $u(R_v)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skośnej $u(\Delta \rho_{vT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skośnej $u(\Delta \rho_{vW})$.

Tabela 10.4.1. Bilans niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|-----------------------------------|--------------------------------------|---|------------------------|-------------------------------------|
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.4.9) | c_h (10.2.12) | $u(h)$ (10.4.10) | $c_h^2 \cdot u^2(h)$ | ν_h (10.2.22) |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.13) | $u(g)$ (10.2.33) | $c_g^2 \cdot u^2(g)$ | ν_g (10.2.34) |
| Współczynnik B | \bar{B} (4.2.5) | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | | ν_B (10.2.17) |
| Niepewność standardowa współczynnika B | | | $u(B) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Uwaga: w tej tabeli i w następnych pod symbolami wielkości podano numery wzorów, z których oblicza się te wielkości.

Gdy oblicza się rezystywność skrośną ze wzoru uproszczonego (10.4.11), należy wziąć pod uwagę jeszcze niepewność poprawki uwzględniającej uproszczenie $u(\rho_{vu})$.

Wygodnie jest zestawzić te niepewności w zaproponowanych tabelach 10.4.1, 10.4.2, które ułatwiają obliczenia końcowej niepewności pomiaru rezystywności skrośnej.

Tabela 10.4.2. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skrośnej $u(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|--|--------------------------------|--|---|--|
| Długość elektrody pomiarowej l_1 | \bar{l}_1 | c_{l_1} (10.4.4) | $u(l_1) =$ $= \sqrt{u_A^2(l_1) + u_B^2(l_1)}$ | $c_{l_1}^2 \cdot u^2(l_1)$ | ν_{l_1} (10.1.14) |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | \bar{B} (4.2.5), tabela 10.4.1 | c_B (10.4.5) | $u(B)$ (10.2.11), tabela 10.4.1 | $c_B^2 \cdot u^2(B)$ | ν_B (10.2.17), tabela 10.4.1 |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.4.6) | $u(g)$ (10.2.33) | $c_g^2 \cdot u^2(g)$ | ν_g (10.2.34) |
| Średnica wewnętrzna próbki D_1 | \bar{D}_1 | c_{D_1} (10.4.7) | $u(D_1) =$ $= \sqrt{u_A^2(D_1) + u_B^2(D_1)}$ | $c_{D_1}^2 \cdot u^2(D_1)$ | ν_{D_1} (10.1.14) |
| Średnica zewnętrzna próbki D_2 | \bar{D}_2 | c_{D_2} (10.4.8) | $u(D_2) =$ $= \sqrt{u_A^2(D_2) + u_B^2(D_2)}$ | $c_{D_2}^2 \cdot u^2(D_2)$ | ν_{D_2} (10.1.14) |
| Rezystancja skrośna R_v | \bar{R}_v (10.4.1) | c_{R_v} (10.4.3) | $u(R_v)$ (10.2.40) | $c_{R_v}^2 \cdot u^2(R_v)$ | ν_{R_v} (10.2.41) |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vT}$ (10.2.43) | 1 | $u(\Delta\rho_{vT})$ (10.2.44) | $c_{\rho,v,T}^2 \cdot u^2(\Delta\rho_{vT})$ | ν_T (10.1.13) |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{vW}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vW}$ (10.2.45) | 1 | $u(\Delta\rho_{vW})$ (10.2.46) | $c_{\rho,v,W}^2 \cdot u^2(\Delta\rho_{vW})$ | ν_W (10.1.13) |
| Rezystywność skrośna ρ_v | $\bar{\rho}_v$ (10.2.2) | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | | ν_{ρ_v} (10.1.11) |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skrośnej | | | $u(\rho_v) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Niepewność rozszerzoną pomiaru rezystywności skrośnej oblicza się na podstawie wzorów (10.1.9) i (10.1.10) z zależności (10.2.14):

$$U(\rho_v) = t_{p,\nu_{\rho_v}} u(\rho_v).$$

10.4.2. Przykład: pomiary rezystywności skośnej polietylenowej koszulki termokurczliwej

Trzy próbki polietylenowej koszulki termokurczliwej obkurczono na miedzianych drutach o średnicy ok. 2,65 mm. Miedziany drut ściśle przylegający do wnętrza koszulki wykorzystano jako elektrodę napięciową. Przed obkurczeniem w różnych miejscach w obszarze elektrody pomiarowej zmierzono średnicę drutu, czyli wewnętrzną średnicę badanej próbki D_1 . Po obkurczeniu, również w obszarze elektrody pomiarowej, zmierzono średnicę zewnętrzną D_2 próbki. Następnie na próbkę naniesiono elektrodę pomiarową i pierścienie ochronne z przewodzącego srebrnego lakieru koloidalnego. Gdy lakier wysechł, zmierzono długość elektrody pomiarowej l_1 i szerokość szczeliny g . Następnie zwarto – przez elektrometr – elektrodę napięciową z pomiarową, do której była przyłączona również elektroda ochronna, i rozładowano próbkę do pomijalnie małej wartości prądu deelektryzacji. Elektrometrem – miernikiem bardzo dużych rezystancji 6517A firmy Keithley przy napięciu 500 V – zmierzono rezystancję skośną R_v , której wartość ustaliła się przed upływem 60 s od przyłożenia napięcia. Średnie wartości wyników pomiarów dla próbki nr 1 zestawiono w tabeli 10.4.3. Dla pozostałych dwóch próbek tok postępowania i pomiarów był identyczny.

Tabela 10.4.3. Zestawienie wyników pomiarów dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Liczba pomiarów i | Wartość średnia \bar{X}_j | Niepewność standardowa typu A $u_A(X_j)$ | Niepewność standardowa typu B $u_B(X_j)$ | Niepewność standardowa złożona $u(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|-------------------------|---------------------|-----------------------------------|--|--|---|-------------------------------|
| D_1 | 8 | $2,655 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,002 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,018 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,019 \times 10^{-3} \text{ m}$ | 57015 |
| D_2 | 10 | $3,653 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,003 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,018 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,019 \times 10^{-3} \text{ m}$ | 14480 |
| l_1 | 6 | $50,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,009 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,018 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,020 \times 10^{-3} \text{ m}$ | 121 |
| g | 6 | $1,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,006 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,018 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,019 \times 10^{-3} \text{ m}$ | 502 |
| R_v | 1 | $2,690 \times 10^{11} \Omega$ | – | $0,006 \times 10^{11} \Omega$ | $0,006 \times 10^{11} \Omega$ | ∞ |

Aby obliczyć niepewność pomiaru rezystywności skośnej próbki nr 1, dokonano bilansu niepewności, który przedstawiono w tabelach 10.4.4 i 10.4.5.

Tabela 10.4.4. Bilans niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$ dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|----------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|---|-------------------------------|
| Grubość próbki h | $0,499 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $-664,0 \text{ m}^{-1}$ | $0,014 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $86,41 \times 10^{-6}$ | 54462 |
| Szerokość szczeliny g | $1,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $331,4 \text{ m}^{-1}$ | $0,019 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $39,65 \times 10^{-6}$ | 502 |
| Współczynnik B | $413,7 \times 10^{-3}$ | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 126,06 \times 10^{-6}$ | 4988 |
| Niepewność standardowa współczynnika B | | | $u(B) = 11,3 \times 10^{-3}$ | | |

Tabela 10.4.5. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności skrośnej $u(\rho_v)$ dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|--|--------------------------------------|--|---|--|
| Długość elektrody pomiarowej l_1 | $50,000 \times 10^{-3}$ m | $5,297 \times 10^{12} \Omega$ | $0,002 \times 10^{-3}$ m | $1,12 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 121 |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | $413,7 \times 10^{-3}$ | $5,297 \times 10^9 \Omega \text{m}$ | $11,3 \times 10^{-3}$ m | $0,36 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 4988 |
| Szerokość szczeliny g | $1,00 \times 10^{-3}$ m | $2,191 \times 10^{12} \Omega$ | $0,019 \times 10^{-3}$ m | $0,18 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 502 |
| Średnica wewnętrzna próbki D_1 | $2,655 \times 10^{-3}$ m | $1,006 \times 10^{14} \Omega$ | $0,019 \times 10^{-3}$ m | $365,16 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 57015 |
| Średnica zewnętrzna próbki D_2 | $3,653 \times 10^{-3}$ m | $7,310 \times 10^{13} \Omega$ | $0,019 \times 10^{-3}$ m | $192,89 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 14480 |
| Rezystancja skrośna R_v | $2,690 \times 10^{11} \Omega$ | 0,993 m | $0,006 \times 10^{11} \Omega$ | $35,48 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | ∞ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | 0 | 1 | $0,012 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | $144,00 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 8* |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{vW}$ | 0 | 1 | $0,008 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | $64,00 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 8* |
| Rezystywność skrośna ρ_v | $2,670 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j) = 803,19 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ | 227 |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skrośnej | | | $u(\rho_v) = 0,029 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | | |

* Przyjęto, że niepewność niepewności poprawek temperaturowej i wilgotnościowej wynosi 25 %

Dla liczby stopni swobody $\nu_{\rho_v} = 227$ i poziomu prawdopodobieństwa 95 % parametr rozkładu t -Studenta $t_{p,\nu_{\rho_v}} = 2$. Zatem bezwzględna niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skrośnej polietylenowej koszulki termokurczliwej wynosi:

$$U(\rho_v) = 2 \times 0,029 \times 10^{11} \Omega \text{m} = 0,058 \times 10^{11} \Omega \text{m},$$

a niepewność względna rozszerzona pomiaru rezystywności skrośnej

$$U_w(\rho_v) = 2,2 \text{ \%}.$$

Wynik pomiaru rezystywności skrośnej dla próbki nr 1 można zapisać w postaci:

$$\rho_v = (2,67 \pm 0,06) \times 10^{11} \Omega \text{m}.$$

10.5. Niepewność pomiarów rezystywności skośnej próbek cylindrycznych obliczana metodą uproszczoną

Jeżeli w pomiarach rezystywności skośnej próbek cylindrycznych, podobnie jak w pomiarach rezystywności skośnej próbek płaskich większościowy udział mają niepewności typu B, to niepewność rozszerzoną na poziomie ufności $p = 0,95$ można obliczyć na podstawie wzoru (10.1.19). Zatem wzór określający niepewność rezystywności skośnej przyjmuje postać:

$$U(\rho_v) = 1,15 \sqrt{c_R^2 U^2(R_v) + c_l^2 U^2(l_1) + c_B^2 U^2(B) + c_g^2 U^2(g) + c_{D_1}^2 U^2(D_1) + c_{D_2}^2 U^2(D_2) + c_T^2 U^2(\Delta\rho_{vT}) + c_W^2 U^2(\Delta\rho_{vW})}, \quad (10.4.2)$$

gdzie poszczególne współczynniki wrażliwości są określone przez te same zależności, z jakimi mamy do czynienia obliczając niepewność standardową ze wzoru (10.4.2), a więc oblicza się je z zależności (10.4.3)–(10.4.10). Niepewności całkowite poszczególnych pomiarów wielkości wejściowych oblicza się w analogiczny sposób, jak podano w podrozdziale 10.3 dla próbek płaskich.

10.5.1. Bilans niepewności

Jeżeli niepewność oblicza się metodą uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$, to korzystając z odpowiednich wzorów, określa się następujące niepewności rozszerzone pomiaru:

- długości elektrody pomiarowej $U(l_1)$,
- szerokości szczeliny $U(g)$,
- średnicy wewnętrznej próbki $U(D_1)$,
- średnicy zewnętrznej próbki $U(D_2)$,
- rezystancji skośnej $U(R_v)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skośnej $U(\Delta\rho_{vT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skośnej $U(\Delta\rho_{vW})$.

Obliczając rezystywność skośną ze wzoru uproszczonego (10.4.11), należy jeszcze wziąć pod uwagę niepewność poprawki uwzględniającej uproszczenie tego wzoru $U(\Delta\rho_{vu})$. Na tej podstawie można stworzyć bilans niepewności i wygodnie jest przedstawić go w sposób zaproponowany w tabelach 10.5.1 i 10.5.2.

Tabela 10.5.1. Bilans niepewności rozszerzonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(B)$

| Mierzona wielkość | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|--------------------------------|-----------------------------------|---|------------------------|
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.4.9) | c_h (10.2.12) | $U(h) = \frac{1}{2} \sqrt{U^2(D_1) + U^2(D_2)}$ | $c_h^2 \cdot U^2(h)$ |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.2.13) | $U(g)$ (10.3.8) | $c_g^2 \cdot U^2(g)$ |
| Współczynnik B | \bar{B} (4.2.5) | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru współczynnika B | | | $U(B) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | |

Uwaga: w tej tabeli i w następnnej pod symbolami wielkości podano numery wzorów, z których oblicza się te wielkości.

Tabela 10.5.2. Bilans niepewności rozszerzonej rezystywności skrośnej $U(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|--|-----------------------------------|---|--|
| Długość elektrody pomiarowej l_1 | \bar{l}_1 | c_{l_1} (10.4.4) | $U(l_1) = \sqrt{U_A^2(l_1) + U_B(l_1)}$ | $c_{l_1}^2 \cdot U^2(l_1)$ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | \bar{B} (4.2.5), tabela 10.4.1 | c_B (10.4.5) | $U(B)$ (10.3.3), tabela 10.5.1 | $c_B^2 \cdot U^2(B)$ |
| Szerokość szczeliny g | \bar{g} (10.2.31) | c_g (10.4.6) | $U(g)$ (10.3.8) | $c_g^2 \cdot U^2(g)$ |
| Średnica wewnętrzna próbki D_1 | \bar{D}_1 | c_{D_1} (10.4.7) | $U(D_1) = \sqrt{U_A^2(D_1) + U_B^2(D_1)}$ | $c_{D_1}^2 \cdot U^2(D_1)$ |
| Średnica zewnętrzna próbki D_2 | \bar{D}_2 | c_{D_2} (10.4.8) | $U(D_2) = \sqrt{U_A^2(D_2) + U_B^2(D_2)}$ | $c_{D_2}^2 \cdot U^2(D_2)$ |
| Rezystancja skrośna R_v | \bar{R}_v (10.4.1) | c_{R_v} (10.4.3) | $U(R_v)$ (10.3.10) | $c_{R_v}^2 \cdot U^2(R_v)$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vT}$ (10.2.43) | 1 | $U(\Delta\rho_{vT})$ (10.3.12) | $c_{\rho_{vT}}^2 \cdot U^2(\rho_{vT})$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{vW}$ | $\Delta\bar{\rho}_{vW}$ (10.2.45) | 1 | $u(\Delta\rho_{vW})$ (10.3.13) | $c_{\rho_{vW}}^2 \cdot U^2(\rho_{vW})$ |
| Rezystywność skrośna ρ_v | $\bar{\rho}_v$ (10.2.2) | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skrośnej na poziomie ufności $p = 0,95$ | | | $U(\rho_v) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot U^2(X_j)}$ | |

10.5.2. Przykład: pomiary rezystywności skośnej polietylenowej koszulki termokurczliwej

Aby obliczyć niepewność rozszerzoną pomiarów rezystywności skośnej próbek cylindrycznych metodą uproszczoną na poziomie ufności 0,95, wykorzystano pomiary polietylenowych koszulek termokurczliwych podane w podrozdziale 10.4.2. W tabeli 10.5.3 powtórzono te wyniki, ale z ich niepewnościami rozszerzonymi.

Tabela 10.5.3. Zestawienie wyników pomiarów dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Liczba pomiarów i | Wartość średnia \bar{X}_j | Niepewność typu A $U_A(X_j)$ | Błąd graniczny $\Delta_g X_j$ | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ |
|-------------------------|---------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| D_1 | 8 | $2,655 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,005 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,030 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,030 \times 10^{-3} \text{ m}$ |
| D_2 | 10 | $3,653 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,007 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,030 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,031 \times 10^{-3} \text{ m}$ |
| l_1 | 6 | $50,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,024 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,030 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,039 \times 10^{-3} \text{ m}$ |
| g | 6 | $1,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,016 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,030 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,034 \times 10^{-3} \text{ m}$ |
| R_v | 1 | $2,690 \times 10^{11} \Omega$ | – | $0,011 \times 10^{11} \Omega$ | $0,011 \times 10^{11} \Omega$ |

Aby ułatwić obliczenia niepewności rozszerzonej rezystywności skośnej termokurczliwych koszulek polietylenowych, w tabelach 10.5.4 i 10.5.5 sporządzono bilans niepewności.

Tabela 10.5.4. Bilans niepewności rozszerzonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|----------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|---|
| Grubość próbki h | $0,499 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $-664,0 \text{ m}^{-1}$ | $0,022 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $213,38 \times 10^{-6}$ |
| Szerokość szczeliny g | $1,000 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $331,4 \text{ m}^{-1}$ | $0,034 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $126,96 \times 10^{-6}$ |
| Współczynnik B | $413,7 \times 10^{-3}$ | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_j) = 340,34 \times 10^{-6}$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru współczynnika B | | | | $U(B) = 18,5 \times 10^{-3}$ |

Obliczona metodą uproszczoną niepewność rozszerzona $U(\rho_v) = 0,054 \times 10^{11} \Omega \text{ m}$, a względna niepewność rozszerzona $U_w(\rho_v) = 2,1 \%$. Wartość tej niepewności jest mniejsza tylko o 0,1 % od wartości niepewności obliczonej metodą klasyczną. Zatem mieści się w granicach dopuszczalnych niedokładności obliczeń. Również zapis wyniku pomiaru rezystywności skośnej jest taki sam jak w metodzie klasycznej:

$$\rho_v = (2,67 \pm 0,06) \times 10^{11} \Omega \text{ m}.$$

Tabela 10.5.5. Bilans niepewności rozszerzonej rezystywności skośnej $U(\rho_v)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|--|-------------------------------------|--|--|
| Długość elektrody pomiarowej l_1 | $50,000 \times 10^{-3}$ m | $5,297 \times 10^{12} \Omega$ | $0,039 \times 10^{-3}$ m | $4,27 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | $413,7 \times 10^{-3}$ m | $5,297 \times 10^9 \Omega \text{m}$ | $18,5 \times 10^{-3}$ m | $0,96 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Szerokość szczeliny g | $1,000 \times 10^{-3}$ m | $2,191 \times 10^{12} \Omega$ | $0,034 \times 10^{-3}$ m | $0,56 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Średnica wewnętrzna próbki D_1 | $2,655 \times 10^{-3}$ m | $1,006 \times 10^{14} \Omega$ | $0,030 \times 10^{-3}$ m | $910,36 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Średnica zewnętrzna próbki D_2 | $3,653 \times 10^{-3}$ m | $0,731 \times 10^{14} \Omega$ | $0,031 \times 10^{-3}$ m | $513,48 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Rezystancja skośna R_v | $2,690 \times 10^{11} \Omega$ | 0,993 m | $0,011 \times 10^{11}$ m | $119,23 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{vT}$ | 0 | 1 | $0,021 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | $441,00 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{vW}$ | 0 | 1 | $0,014 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | $196,00 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Rezystywność skośna ρ_v | $2,670 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | | | $\Sigma c_j^2 \cdot U^2(X_i) = 2185,86 \times 10^{16} \Omega^2 \text{m}^2$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności skośnej na poziomie ufności $p = 0,95$ | | | $U(\rho_v) = 0,054 \times 10^{11} \Omega \text{m}$ | |

10.6. Niepewność pomiarów rezystywności powierzchniowej próbek płaskich z koncentrycznymi elektrodami pierścieniowymi obliczana metodą klasyczną

Sposób pomiarów rezystywności powierzchniowej i czynniki wpływające na niepewność ich wyników opisano w rozdziale 6. Do pomiarów rezystywności powierzchniowej stosuje się różne rodzaje elektrod opisanych w rozdziale 4. W praktyce najczęściej pomiary rezystywności powierzchniowej wykonuje się, używając koncentrycznych elektrod pierścieniowych. Rezystywność powierzchniową zmienioną przy użyciu tych elektrod powinno się obliczać ze wzoru (6.2.7). Wzór ten należy jednak uzupełnić o poprawki temperaturową i wilgotnościową uwzględniające wpływ temperatury próbki i wilgotności otoczenia na wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej. Szczególną uwagę trzeba zwrócić na wilgotność powietrza, gdyż może mieć ona decydujący wpływ na wynik pomiaru. Zatem wzór (6.2.7) przyjmie postać:

$$\rho_s = R_s \frac{2\pi}{\ln \frac{d_2}{d_1}} + \Delta\rho_{sT} + \Delta\rho_{sW}, \quad (10.6.1)$$

w którym:

R_s – rezystancja powierzchniowa,

d_1 – średnica zewnętrzna elektrody pomiarowej,

d_2 – średnica wewnętrzna pierścieniowej elektrody napięciowej.

$\Delta\rho_{sT}$ – poprawka temperaturowa rezystancji powierzchniowej uwzględniająca zmianę temperatury próbki w porównaniu z temperaturą normalną,

$\Delta\rho_{sW}$ – poprawka wilgotnościowa rezystancji powierzchniowej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki w porównaniu z wilgotnością normalną.

Niepewność standardową wyniku pomiaru rezystywności powierzchniowej oblicza się na podstawie wzoru (10.1.6) z zależności:

$$u(\rho_s) = \sqrt{c_{R_s}^2 u^2(R_s) + c_{d_1}^2 u^2(d_1) + c_{d_2}^2 u^2(d_2) + c_T^2 U^2(\Delta\rho_{sT}) + c_W^2 U^2(\Delta\rho_{sW})} \quad (10.6.2)$$

w której poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{R_s} = \frac{\partial \rho_s}{\partial R_s} = \frac{2\pi}{\ln \left(\frac{d_2}{d_1} \right)}, \quad (10.6.3)$$

$$c_{d_1} = \frac{\partial \rho_s}{\partial d_1} = \frac{2\pi R_s}{d_1 \left(\ln \frac{d_2}{d_1} \right)^2}, \quad (10.6.4)$$

$$c_{d_2} = \frac{\partial \rho_s}{\partial d_2} = \frac{2\pi R_s}{d_2 \ln \left(\frac{d_2}{d_1} \right)}, \quad (10.6.5)$$

$$c_T = 1 \quad \text{i} \quad c_W = 1.$$

Rezystywność powierzchniową można również obliczyć ze wzoru (6.1), w którym efektywną długość l_1 określa się z uproszczonego wzoru (6.2.8). Wówczas do poprawek temperaturowej i wilgotnościowej należy również dodać poprawkę $\Delta\rho_{su}$ uwzględniającą uproszczenie zależności, z której oblicza się rezystywność powierzchniową. Wtedy wzór (6.1) przyjmie postać:

$$\rho_s = \frac{\pi(d_1 + g)}{g} R_s + \Delta\rho_{sT} + \Delta\rho_{sW} + \Delta\rho_{su}, \quad (10.6.6)$$

gdzie g jest szerokością szczeliny $g = 1/2(d_2 - d_1)$.

Zatem na podstawie wzoru (10.6.6) niepewność standardową wyniku pomiaru rezystywności powierzchniowej można obliczyć z wyrażenia:

$$u(\rho_s) = \sqrt{c_{d_1}^2 \cdot u^2(d_1) + c_g^2 \cdot u^2(g) + c_{R_s}^2 \cdot u^2(R_s) + c_T^2 \cdot u^2(\Delta\rho_{sT}) + c_W^2 \cdot u^2(\Delta\rho_{sW}) + c_u^2 \cdot u^2(\Delta\rho_{su})}, \quad (10.6.7)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{d_1} = \frac{\partial\rho_s}{\partial d_1} = \frac{\pi}{g} R_s u_c(d_1), \quad (10.6.8)$$

$$c_g = \frac{\partial\rho_s}{\partial g} = \frac{\pi d_1}{g^2} u_c(g) R_s, \quad (10.6.9)$$

$$c_{R_s} = \frac{\partial\rho_s}{\partial R_s} = \frac{\pi(d_1 + g)}{g} u_c(R_s), \quad (10.6.10)$$

$$c_T = 1, \quad c_W = 1 \quad \text{i} \quad c_u = 1.$$

10.6.1. Bilans niepewności standardowych

Podobnie jak w przypadku pomiarów rezystywności skrośnej, wyniki pomiarów poszczególnych składowych wielkości potrzebnych do obliczenia wyniku pomiaru rezystywności powierzchniowej wygodnie jest zestawiać w tabelach. Na podstawie tych wyników oblicza się standardowe niepewności złożone. W przypadku zastosowania koncentrycznych elektrod okrągłych są to niepewności:

- średnicy elektrody pomiarowej $u(d_1)$,
- średnicy wewnętrznej pierścieniowej elektrody napięciowej $u(d_2)$,
- rezystancji powierzchniowej $u(R_s)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skrośnej $u(\Delta\rho_{sT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skrośnej $u(\Delta\rho_{sW})$.

Gdy oblicza się rezystywność powierzchniową ze wzoru uproszczonego (10.6.6), należy wziąć jeszcze pod uwagę niepewność poprawki uwzględniającej uproszczenie $u(\Delta\rho_{su})$.

Wygodnie jest przedstawić bilans tych niepewności w tabeli (tabela 10.6.1), która ułatwia obliczenia końcowej niepewności pomiaru rezystywności powierzchniowej.

Tabela 10.6.1. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności powierzchniowej $u(\rho_s)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|------------------------------------|--------------------------------|--|--|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | \bar{d}_1 | $c_{d_{21}}$ (10.6.4) | $u(d_1)$ (10.2.27) | $c_{d_1}^2 u^2(d_1)$ | ν_{d_1} (10.1.14) |
| Średnica wewnętrzna elektrody napięciowej d_2 | $\bar{d}_2 = \bar{d}_1 + 2\bar{g}$ | c_{d_1} (10.6.5) | $u(d_2) =$ $= \sqrt{u^2(d_1) + 4u^2(g)}$ | $c_{d_2}^2 u^2(d_2)$ | ν_{d_1} (10.1.14) |
| Rezystancja powierzchniowa R_s | \bar{R}_s | c_{ρ_s} (10.6.3) | $u(R_s)$ analogicznie do (10.2.40) | $c_{R_s}^2 u^2(R_s)$ | ν_{R_s} (10.1.13) |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{sT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{sT}$ | 1 | $u(\Delta\rho_{sT})$ analogicznie do (10.2.44) | $c_{\rho_{sT}}^2 u^2(\Delta\rho_{sT})$ | ν_T (10.1.13) |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{sw}$ | $\Delta\bar{\rho}_{sw}$ | 1 | $u(\Delta\rho_{sw})$ analogicznie do (10.2.46) | $c_{\rho_{sw}}^2 u^2(\Delta\rho_{sw})$ | ν_w (10.1.13) |
| Rezystywność powierzchniowa ρ_s | $\bar{\rho}_s$ | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j)$ | ν_{ρ_s} (10.1.11) |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności powierzchniowej | | | $u(\rho_s) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 u^2(X_j)}$ | | |

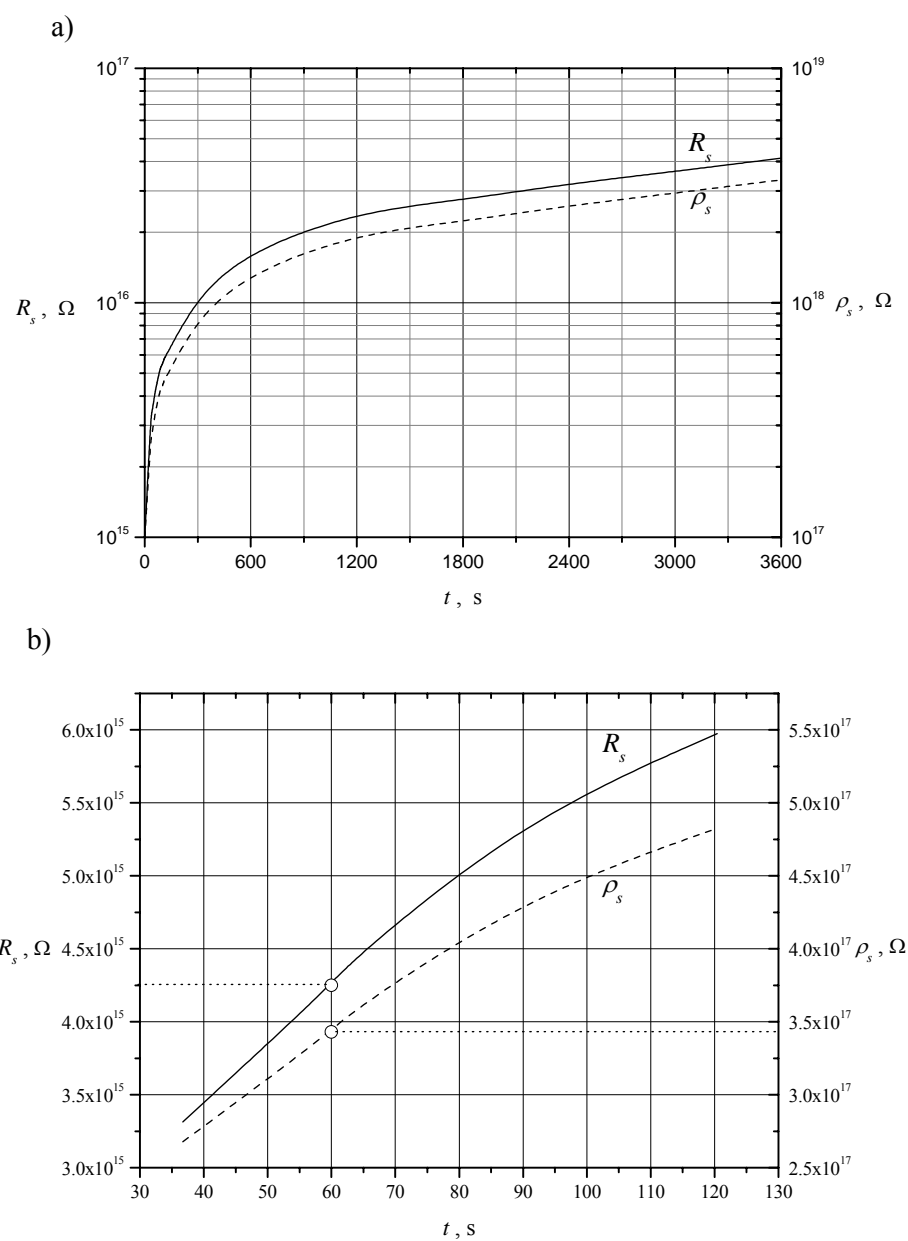
Uwaga: w tej tabeli pod symbolami wielkości podano numery wzorów, z których oblicza się te wielkości.

Niepewność rozszerzoną (całkowitą) pomiaru rezystywności powierzchniowej oblicza się, na podstawie wzorów (10.1.9) i (10.1.10), z zależności (10.2.14):

$$u(\rho_v) = t_{p, \nu_{\rho_v}} u(\rho_s).$$

10.6.2. Przykład: rezystywność powierzchniowa PTFE

W podrozdziale 10.2.6 przedstawiono przykładowe wyniki pomiarów rezystywności skrośnej politetrafluoroetyleny (PTFE) dla próbki nr 1 i wyniki obliczeń niepewności tych pomiarów. Tutaj dla tej samej próbki PTFE zaprezentowano wyniki pomiarów rezystywności powierzchniowej. Wyniki pomiarów geometrycznych znajdują się więc w podrozdziale 10.2.6. Pomiary rezystywności powierzchniowej wykonywano zgodnie z tą samą procedurą, którą stosowano do rezystywności skrośnej, przy czym napięcie pomiarowe wynosiło 100 V. Rezystancję powierzchniową mierzono w funkcji czasu przez pomiary prądów powierzchniowych w czasie 1 godziny. Charakterystyki te wyznaczono trzykrotnie dla każdej próbki. Obliczenia rezystancji powierzchniowej wykonano dla średniej charakterystyki, a wyniki zaprezentowano na na rysunku 10.6.1. Na tym samym rysunku pokazano charakterystykę czasową rezystywności powierzchniowej.



Rys. 10.6.1. Charakterystyki czasowe rezystancji i rezystywności powierzchniowej próbki PTFE.
Na rysunku b) pokazano początkowy zakres tych charakterystyk w powiększeniu

Normy wymagają, aby podawać rezystywność powierzchniową po 60 s od przyłożenia napięcia do próbki bez względu na czas ustalenia się wartości rezystywności. Dla-

tego w tabeli 10.6.1 obliczono powierzchniową rezystywność nieustaloną po czasie polaryzacji 60 s i dla tych warunków przedstawiono bilans niepewności. W bilansie tym, obliczając niepewność rezystancji powierzchniowej, uwzględniono niepewność związaną z niepewnością pomiaru czasu ΔR_t . Wprowadzono niepewności zerowych poprawek dla wahań temperatury próbki i wilgotności otoczenia, w których próbki były kondycjonowane, a następnie mierzone. Wilgotność powietrza ma duży wpływ na rezystywność powierzchniową, a zatem i na jej niepewność pomiaru. Na niepewność pomiarów wpływa również resztkowy ładunek elektrostatyczny, który znajdował się na powierzchni próbki przed przyłożeniem napięcia. Jego wartość trudno oszacować. Przyjęto więc, że niepewność obliczeniowej niepewności rezystancji wynosi 50 %. Dla tak określonej niepewności, zgodnie ze wzorem (10.1.13), liczba stopni swobody wynosi 2. Podobne założenie zrobiono dla wpływu temperatury i wilgotności. Stąd liczba stopni swobody dla niepewności poprawek temperaturowej i wilgotnościowej wynosi 2.

W tabeli 10.6.2 zestawiono wyniki pomiarów wartości średnich prądów powierzchniowych I_s i obliczeń ich niepewności dla każdej z 3 charakterystyk próbki nr 1. Obliczenia wartości średnich wykonano dla serii składających się z 5 pomiarów w czasie 5 s.

Tabela 10.6.2. Wyniki pomiarów rezystancji powierzchniowej R_s dla trzech serii pomiarów przy napięciu 100 V po czasie $t = 60$ sekund i obliczeń ich niepewności standardowej

| Seria pomiarów | I_s | $u_A(\bar{I}_s)$ | $u_B(\bar{I}_s)$ | $u(\bar{I}_s)$ | \bar{R}_s | $u(\Delta R_{st})$ | $u(\bar{R}_s)$ | w | \bar{R}_{s_w} | $u(\bar{R}_{s_w})$ |
|----------------|--------------|------------------|------------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|------|--------------------|--------------------|
| | 10^{-14} A | 10^{-14} A | 10^{-14} A | 10^{-14} A | 10^{15} Ω | 10^{15} Ω | 10^{15} Ω | – | 10^{15} Ω | 10^{15} Ω |
| 1 | 2,672 | 0,067 | 0,189 | 0,200 | 3,743 | 0,393 | 0,483 | 1,69 | 4,499 | 0,288 |
| 2 | 1,907 | 0,052 | 0,184 | 0,191 | 5,244 | 0,342 | 0,628 | 1 | | |
| 3 | 2,102 | 0,010 | 0,185 | 0,186 | 4,757 | 0,119 | 0,437 | 2,06 | | |

W tabeli 10.6.2:

- Wartość średnią prądu powierzchniowego każdej serii pomiarów obliczono ze wzoru

$$\bar{I}_s = \frac{\sum_{i=1}^n I_{si}}{n},$$

w którym I_{si} są wynikami poszczególnych pomiarów w serii, a n liczbą pomiarów w serii.

- Niepewność standardową typu A wartości średniej prądu powierzchniowego serii obliczono z wyrażenia

$$u_A(\bar{I}_s) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{si} - \bar{I}_s)^2}{n(n-1)}}.$$

- Niepewność standardową typu B wartości średniej prądu powierzchniowego serii obliczono z zależności

$$u_B(\bar{I}_s) = \frac{\Delta_g \bar{I}_s}{\sqrt{3}},$$

gdzie $\Delta_g \bar{I}_s$ jest błędem granicznym przyrządu pomiarowego prądu I_s . Dla poszczególnych serii pomiarów błąd ten wynosi: seria 1: $\Delta_g \bar{I}_s = 0,327 \times 10^{-14}$ A, seria 2: $\Delta_g \bar{I}_s = 0,319 \times 10^{-14}$ A, seria 3: $\Delta_g \bar{I}_s = 0,321 \times 10^{-14}$ A.

• Złożoną niepewność standardową pomiaru prądu powierzchniowego próbki obliczono ze wzoru

$$u(I_s) = \sqrt{u_A^2(\bar{I}_s) + u_B^2(\bar{I}_s)}.$$

• Średnią rezystancję powierzchniową serii pomiarów obliczono ze wzoru

$$\bar{R}_s = \frac{U}{I_s} + \Delta R_{st}$$

dla $U = 100$ V; ΔR_{st} jest poprawką uwzględniającą opóźnienie czasu pomiaru, zwykle równą zero.

• Złożoną niepewność standardową rezystancji powierzchniowej serii pomiarów obliczono ze wzoru

$$u(R_s) = \sqrt{c_U^2 u^2(U) + c_I^2 u^2(I_s) + c_t^2 u^2(\Delta R_{st})},$$

w którym:

$$c_U = \frac{1}{I}, \quad c_I = -\frac{U}{I^2}, \quad u(U) = u_B(U) = \frac{\Delta_g U}{\sqrt{3}}, \quad \text{błąd graniczny pomiaru napięcia } \Delta_g U =$$

0,092 V, a $c_t = 1$,

$u(\Delta R_{st})$ – niepewność zerowej poprawki wartości rezystancji w chwili $t = 60$ s spowodowana niepewnością zerowej poprawki czasu $u(\Delta t)$: $u(\Delta R_{st}) = \operatorname{tg} \alpha \cdot u(\Delta t)$, gdzie $\operatorname{tg} \alpha$ jest tangensem nachylenia charakterystyki $R_s = f(t)$ w chwili $t = 60$ s.

• Wagi w poszczególnych serii pomiarów obliczono ze wzoru (10.1.26), zakładając, że w drugiej serii $w_2 = 1$.

• Wartości średniej ważonej rezystancji \bar{R}_{sw} obliczono ze wzoru (10.1.27).

• Niepewność średniej ważonej $u(\bar{R}_{sw})$ obliczono ze wzoru (10.1.29).

Dla wypadkowej liczby stopni swobody 4 i poziomu ufności 0,95 kwantyl rozkładu t -Studenta $t_{p,v,\rho_s} = 2,78$. Dlatego bezwzględna niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności powierzchniowej wynosi

$$U(\rho_s) = t_{p,v,\rho_s} u(\rho_s) = 2,78 \times 0,30 \times 10^{17} \Omega = 0,84 \times 10^{17} \Omega,$$

a względna niepewność rozszerzona – $U_w(\rho_s) = 23\%$. Jak na pomiary rezystywności powierzchniowej, i to materiału o najwyższej jej wartości, jest to bardzo mała niepewność. Wynik pomiarów tej rezystywności można zapisać w postaci: $\rho_s = (3,6 \pm 0,9) \times 10^{17} \Omega$.

Tabela 10.6.3. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności powierzchniowej $u(\rho_s)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|----------------------------------|--|----------------------------------|--|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | $49,72 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $9,390 \times 10^{19} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,022 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $3,80 \times 10^{30} \Omega^2$ | 34 |
| Średnica wewnętrzna elektrody napięciowej d_2 | $53,75 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $8,687 \times 10^{19} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,031 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $7,35 \times 10^{30} \Omega^2$ | 28 |
| Rezystancja powierzchniowa R_s | $4,499 \times 10^{15} \Omega$ | 80,75 | $0,288 \times 10^{15} \Omega$ | $540,85 \times 10^{30} \Omega^2$ | 2 |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{sT}$ | 0 | 1 | $3,706 \times 10^{15} \Omega$ | $13,73 \times 10^{30} \Omega^2$ | 2 |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{sW}$ | 0 | 1 | $18,16 \times 10^{15} \Omega$ | $329,97 \times 10^{30} \Omega^2$ | 2 |
| Rezystywność powierzchniowa ρ_s | $3,633 \times 10^{17} \Omega$ | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 896,16 \times 10^{30} \Omega^2$ | 4 |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności powierzchniowej | | | $0,300 \times 10^{17} \Omega$ | | |

10.6.3. Przykład: rezystywność powierzchniowa poliamidu

W podrozdziale 10.2.7 przedstawiono wyniki pomiarów i obliczeń niepewności standardowej modyfikowanego poliamidu 6. Tam też opisano właściwości tego materiału. Tutaj w tabeli 10.6.4 przedstawiono dla tej samej próbki nr 1 wynik pomiaru rezystancji powierzchniowej i obliczeń niepewności standardowej, a następnie niepewności rozszerzonej na poziomie ufności 0,95. Rezystancję powierzchniową zmierzono po czasie 60 s od przyłożenia napięcia do próbki. Była to już wartość ustalona rezystancji i niepewność pomiaru czasu nie miała wpływu na wynik pomiaru. Ponieważ pomiary wykonano w normalnych warunkach otoczenia 23/50 klasy 2 (temperatura $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, wilgotność powietrza $50\% \pm 10\%$), poprawki temperaturowa i wilgotnościowa wynoszą zero. Rezystywność powierzchniowa poliamidu zależy od temperatury, ale szczególnie duży wpływ ma na nią wilgotność powietrza. Dlatego oszacowano przewidywane graniczne wartości tych zmian i obliczono odpowiadające im niepewności standardowe zerowych poprawek temperaturowej i wilgotnościowej. Dla ułatwienia obliczeń w tabeli 10.6.4 przedstawiono bilans niepewności.

Dla wypadkowej liczby stopni swobody 30 i poziomu ufności $p = 0,95$ kwantyl rozkładu t -Studenta $t_{p,v,\rho_s} = 2,04$. Dlatego bezwzględna niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności powierzchniowej wynosi

$$U(\rho_s) = t_{p,v,\rho_s} u(\rho_s) = 2,04 \times 0,57 \times 10^{15} \Omega = 1,17 \times 10^{15} \Omega,$$

a względna niepewność rozszerzona – $U_w(\rho_s) = 25\%$. Wynik pomiarów tej rezystywności można zapisać w postaci: $\rho_s = (4,7 \pm 1,2) \times 10^{17} \Omega$.

Tabela 10.6.4. Bilans niepewności standardowej złożonej rezystywności powierzchniowej $u(\rho_s)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|----------------------------------|---|---------------------------------|--|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | $49,97 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $1,30 \times 10^{18} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,03 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $16 \times 10^{26} \Omega^2$ | 224 |
| Średnica wewnętrzna elektrody napięciowej d_2 | $53,75 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $1,21 \times 10^{18} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,05 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $37 \times 10^{26} \Omega^2$ | 292 |
| Rezystancja powierzchniowa R_s | $5,50 \times 10^{13} \Omega$ | 86,20 | $0,4 \times 10^{13} \Omega$ | $1188 \times 10^{26} \Omega^2$ | ∞ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{sT}$ | 0 | 1 | $0,173 \times 10^{15} \Omega$ | $300 \times 10^{26} \Omega^2$ | 8 |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{sW}$ | 0 | 1 | $0,405 \times 10^{15} \Omega$ | $1641 \times 10^{30} \Omega^2$ | 8 |
| Rezystywność powierzchniowa ρ_s | $4,74 \times 10^{15} \Omega$ | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 3182 \times 10^{30} \Omega^2$ | 30 |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności powierzchniowej | | | | $0,57 \times 10^{15} \Omega$ | |

10.7. Niepewność pomiarów rezystywności powierzchniowej płaskich próbek z koncentrycznymi elektrodami pierścieniowymi obliczana metodą uproszczoną

Jeżeli w pomiarach rezystywności powierzchniowej, podobnie jak podczas pomiarów rezystywności skośnej, większościowy udział mają niepewności typu B, to niepewność całkowitą (rozszerzoną na poziomie ufności $p = 0,95$) można obliczać na podstawie wzoru (10.1.19). Zatem wzór określający niepewność rozszerzoną rezystywności skośnej przyjmuje postać:

$$U(\rho_s) = 1,15 \sqrt{c_{R_s}^2 U^2(R_s) + c_{d_1}^2 U^2(d_1) + c_{d_2}^2 U^2(d_2) + c_T^2 U^2(\Delta\rho_{sT}) + c_W^2 U^2(\Delta\rho_{sW})}, \quad (10.7.1)$$

w której poszczególne współczynniki wrażliwości są tymi samymi współczynnikami co i w równaniu (10.6.2), a więc określają je zależności (10.6.3)–(10.6.5). Również $c_T = 1$ i $c_W = 1$.

Niepewności poszczególnych pomiarów wielkości wejściowych oblicza się w taki sam sposób, jak podano w podrozdziale 10.3 dla pomiarów rezystywności skrośnej próbek płaskich.

10.7.1. Bilans niepewności

Jeżeli niepewność oblicza się metodą uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$, to z odpowiednich wzorów można obliczyć niepewności rozszerzone pomiaru:

- średnicy elektrody pomiarowej $U(d_1)$,
- średnicy wewnętrznej pierścieniowej elektrody napięciowej $U(d_2)$,
- rezystancji powierzchniowej $U(R_s)$,
- poprawki temperaturowej zmiany rezystywności skrośnej $U(\Delta\rho_{sT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany rezystywności skrośnej $U(\Delta\rho_{sW})$.

Tabela 10.7.1. Bilans niepewności rezystywności powierzchniowej $U(\rho_s)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|------------------------------------|--------------------------------|---|--|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | \bar{d}_1 | c_{d_1} (10.6.4) | $U(d_1)$ (10.3.6) | $c_{d_1}^2 U^2(d_1)$ |
| Średnica wewnętrzna elektrody napięciowej d_2 | $\bar{d}_2 = \bar{d}_1 + 2\bar{g}$ | c_{d_2} (10.6.5) | $U(d_2) = \sqrt{U^2(d_1) + 4U^2(g)}$ | $c_{d_2}^2 U^2(d_2)$ |
| Rezystancja powierzchniowa R_s | \bar{R}_s | c_{R_s} (10.6.3) | $u(R_s)$ analogicznie do (10.2.40) | $c_{R_s}^2 U^2(R_s)$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\rho_{sT}$ | $\Delta\bar{\rho}_{sT}$ | 1 | $U(\Delta\rho_{sT})$ analogicznie do (10.3.12) | $c_{\rho_{sT}}^2 U^2(\Delta\rho_{sT})$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\rho_{sW}$ | $\Delta\bar{\rho}_{sW}$ | 1 | $U(\Delta\rho_{sW})$ analogicznie do (10.3.13) | $c_{\rho_{sW}}^2 U^2(\Delta\rho_{sW})$ |
| Rezystywność powierzchniowa ρ_s | $\bar{\rho}_s$ | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j)$ | |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności powierzchniowej na poziomie ufności $p = 0,95$ | | | $U(\rho_s) = 1,15 \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 U^2(X_j)}$ | |

A gdy oblicza się rezystywność powierzchniową ze wzoru uproszczonego (10.6.6), należy jeszcze wziąć pod uwagę niepewność poprawki uwzględniającej uproszczenie $U(\rho_{su})$. Na ich podstawie można stworzyć bilans niepewności i wygodnie jest przedstawić go w sposób pokazany w tabeli 10.7.1.

10.7.2. Przykład: rezystywność powierzchniowa poliamidu

Na podstawie tych samych danych, które podano w przykładzie obliczania niepewności pomiaru metodą klasyczną, obliczono niepewność pomiarów rezystywności powierzchniowej modyfikowanego poliamidu 6 metodą uproszczoną. Wyniki obliczeń podano w tabeli 10.7.2.

Tabela 10.7.2. Bilans niepewności rozszerzonej rezystywności powierzchniowej $U(\rho_s)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|----------------------------------|---|--|--|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | $49,97 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $1,30 \times 10^{18} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,07 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $0,9 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Średnica wewnętrzna elektrody napięciowej d_2 | $53,75 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $1,21 \times 10^{18} \Omega \text{ m}^{-1}$ | $0,09 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $1,2 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Rezystancja powierzchniowa R_s | $5,50 \times 10^{13} \Omega$ | 86,2 | $0,7 \times 10^{13} \Omega$ | $36,4 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta \rho_{sT}$ | 0 | 1 | $0,300 \times 10^{15} \Omega$ | $9 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta \rho_{sW}$ | 0 | 1 | $0,700 \times 10^{15} \Omega$ | $49 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Rezystywność powierzchniowa ρ_s | $4,74 \times 10^{15} \Omega$ | | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j) = 96,5 \times 10^{28} \Omega^2$ |
| Niepewność rozszerzona pomiaru rezystywności powierzchniowej na poziomie ufności $p = 0,95$ | | | $U(\rho_s) = 1,12 \times 10^{15} \Omega$ | |

Zatem, korzystając z metody uproszczonej, uzyskano taką samą wartość niepewności rozszerzonej na poziomie ufności 0,95, jak stosując metodę klasyczną, $U(\rho_s) = 1,2 \Omega$. Uzasadnia to więc użycie tej metody w praktyce.

10.8. Niepewność pomiarów względnej przenikalności elektrycznej próbek płaskich obliczana metodą klasyczną

Na wynik pomiaru względnej przenikalności elektrycznej obliczanej ze wzoru (8.1) wpływa również temperatura próbki i jej wilgotność. Jeżeli kondycjonowanie

próbki, a następnie pomiary wykonuje się w innych warunkach środowiskowych niż wymagane (zobacz podrozdział 4.1.2), to zmiany te można ująć w postaci poprawek. Wówczas wzór (8.1) przyjmie postać

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_o} + \Delta\varepsilon_{rT} + \Delta\varepsilon_{rW}, \quad (10.8.1)$$

gdzie:

C_x – zmierzona pojemność kondensatora z badanym materiałem,

C_o – pojemność równoważnego kondensatora o identycznych wymiarach, ale zawierającego między okładkami próżnię; tę pojemność oblicza się ze wzoru

$$C_o = \varepsilon_o \frac{A}{h} = 0,08854 \frac{A}{h}, \text{ pF}, \quad (10.8.2)$$

w którym A jest efektywną powierzchnią elektrody pomiarowej dla elektrod okrągłych wyrażoną wzorem (4.2.1):

$$A = \frac{(d_1 + Bg)^2}{4},$$

gdzie:

d_1 – średnica elektrody pomiarowej w cm,

g – szerokość szczeliny w cm,

B – współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej,

h – grubość próbki w cm,

$\Delta\varepsilon_{rT}$ – poprawka temperaturowa przenikalności elektrycznej uwzględniająca zmianę temperatury próbki,

$\Delta\varepsilon_{rW}$ – poprawka wilgotnościowa przenikalności elektrycznej uwzględniająca zmianę wilgotności otoczenia próbki.

Współczynnik B jest określony wzorem (4.2.5):

$$B = 1 - \frac{4}{\pi} \frac{h}{g} \ln \cosh \left(\frac{\pi g}{4 h} \right).$$

Niepewność standardową złożoną pomiaru przenikalności elektrycznej oblicza się ze wzoru:

$$u(\varepsilon) = \sqrt{c_{C_x}^2 \cdot u^2(C_x) + c_{C_o}^2 \cdot u^2(C_o)}, \quad (10.8.3)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości wynoszą:

$$c_{C_x} = \frac{\partial \varepsilon_r}{\partial C_x} = \frac{1}{C_o}, \quad (10.8.4)$$

$$c_{C_o} = \frac{\partial \varepsilon_r}{\partial C_o} = \frac{C_x}{C_o^2}. \quad (10.8.5)$$

Na niepewność pomiaru pojemności C_x oprócz niedokładności zastosowanego przyrządu pomiarowego i fluktuacji jego wskazań wpływają także pojemności kontaktowe elektrod z badanym materiałem i niewyeliminowane rozproszone pojemności sprzęgające. Kontakt elektrody z badanym dielektrykiem i jego wpływ na wyniki pomiarów omówiono w podrozdziale 4.2.1. Podczas rutynowych pomiarów praktycznie nie można określić wartości liczbowej niepewności pomiaru pojemności spowodowanej wpływem pojemności kontaktowych elektrod z dielektrykiem. Mając jednak odpowiednie doświadczenie, można zastosować takie elektrody, których wpływ na wyniki pomiarów będzie pomijalnie mały.

Zawsze problemem jest minimalizacja rozproszonych pojemności sprzęgających. Ich wpływ na wyniki pomiarów omówiono w podrozdziale 8.1, a ich minimalizację – w rozdziale 9 (opis metod pomiarowych). Mimo doboru odpowiednich metod pomiarowych, ekranowania i właściwego uziemiania oraz stosowania układów czterozaciaskowych te pojemności mają swój udział, rzędu 1 pF lub więcej, w pojemności mierzonej. Jeżeli te pojedyncze pikofarady odniesie się do pojemności mierzonych C_x , które są rzędu 10–100 pF, to wynikająca stąd niepewność jest na poziomie 1–10 %.

Mimo dużej rozdzielczości przyrządu pomiarowego często nie można odczytać wszystkich cyfr pola odczytowego, gdyż ostatnie cyfry tego pola bardzo szybko się zmieniają. Może to być spowodowane szumami, zakłóceniami lub fluktuacją strukturalną badanej próbki. W tej sytuacji do niedokładności przyrządu pomiarowego określonej przez producenta lub wyznaczonej podczas wzorcowania należy dodać niepewność odczytu.

Niepewność standardową typu B można więc obliczyć ze wzoru

$$u_B(C_x) = \frac{1}{\sqrt{3}} (\Delta_g C_x + \Delta_{\text{odcz}} C_x + \Delta C_p), \quad (10.8.6)$$

w którym:

ΔC_x – błąd graniczny przyrządu pomiarowego, którego wartość należy obliczyć zgodnie z instrukcją obsługi (w przypadku dokładnych przyrządów cyfrowych formuły służące do obliczania tego błędu mogą być skomplikowane),

$\Delta_{\text{odcz}} C_x$ – błąd graniczny odczytu z przyrządu (należy przyjąć połowę zakresu między najmniejszą i największą ostatnią wskazywaną cyfrą),

ΔC_p – wartość pojemności sprzęgających, które mogą sumować się z wynikiem pomiaru pojemności C_x (ocena tego błędu jest subiektywna i zależy od doświadczenia i wiedzy mierzącego; jeżeli wszelkie zabiegi minimalizacyjne będą owocne, to można przyjąć wartość 1–2 pF).

W normalnych warunkach przeważnie brak jest rozrzutu wyników pomiarów i trudno jest określić niepewność typu A. Zaleca się, aby w takim przypadku dokonać odczytu z przyrządu, wyjąć próbkę z ekranowanej celki, ponownie ją tam włożyć, a następnie

dokonać odczytu. Czynności te należy powtórzyć kilkakrotnie i w efekcie zazwyczaj otrzymuje się nieco różne wyniki wskutek nieco innego rozkładu pojemności sprzęgających. Wówczas niepewność typu A można obliczyć ze znanej zależności:

$$u_A(C_x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{xi} - \bar{C}_x)^2}{n(n-1)}}, \quad (10.8.7)$$

w której:

C_{xi} – kolejne wyniki pomiarów pojemności,

\bar{C}_x – średnia wartość wyników pomiarów pojemności obliczona ze wzoru

$$\bar{C}_x = \frac{\sum_{i=1}^n C_{xi}}{n}, \quad (10.8.8)$$

n – liczba pomiarów.

Niepewność standardową złożoną pomiaru pojemności C_x określa zależność:

$$u(C_x) = \sqrt{u_A^2(\bar{C}_x) + u_B^2(C_x)}. \quad (10.8.9)$$

Efektywną liczbę stopni swobody dla pomiarów pojemności, zgodnie z zależnością (10.1.14), wyraża się wzorem:

$$v_{C_x} = \frac{u^4(C_x)}{\frac{u_A^4(C_x)}{v_{C_{xA}}} + \frac{u_B^4(C_x)}{v_{C_{xB}}}}. \quad (10.8.10)$$

Można przyjąć, że niepewność $u_B(C_x)$, określona ze wzoru (10.8.6), ma prostokątny rozkład prawdopodobieństwa, ale obarczona jest ona dużą niepewnością. Niepewność $\Delta u_B(C_x)/u_B(C_x)$ prawdopodobnie może być rzędu 50 % lub więcej. Dlatego dla tej niepewności liczbę stopni swobody należy obliczyć na podstawie wzoru (10.1.13), który dla pomiarów pojemności przyjmuje postać:

$$v_{C_{xB}} = \frac{1}{2 \left(\frac{\Delta u_B(C_x)}{u_B(C_x)} \right)^2}. \quad (10.8.11)$$

Jeżeli $\Delta u_B(C_x)/u_B(C_x) = 0,5$, to efektywna liczba stopni swobody obliczona ze wzoru (10.8.11) wynosi 2.

Niepewność standardową złożoną pojemności równoważnej kondensatora próżniowego oblicza się ze wzoru

$$u(C_0) = \sqrt{c_A^2 \cdot u^2(A) + c_h^2 \cdot u^2(h)}, \quad (10.8.12)$$

w którym współczynniki wrażliwości:

$$c_h = \frac{\partial C_0}{\partial h} = -\frac{0,08854 \cdot A}{h^2}, \quad (10.8.13)$$

$$c_A = \frac{\partial C_0}{\partial A} = \frac{0,08854}{h}. \quad (10.8.14)$$

Niepewność standardową złożoną efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej oblicza się ze wzoru (10.2.7) w sposób opisany w podrozdziale 10.2.

10.8.1. Niepewność poprawki temperaturowej względnej przenikalności elektrycznej

Poprawkę temperaturową względnej przenikalności elektrycznej uwzględniającą zmianę temperatury próbki o ΔT w porównaniu z temperaturą normalną $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$ wyznacza się ze wzoru

$$\Delta \varepsilon_{rT} = k_{T\varepsilon} \Delta T, \quad (10.8.15)$$

a jej niepewność standardową z wyrażenia

$$u(\Delta \varepsilon_{rT}) = \sqrt{u^2(k_{T\varepsilon}) + u^2(\Delta T)}, \quad (10.8.16)$$

gdzie:

- $k_{T\varepsilon}$ – temperaturowy współczynnik zmian przenikalności elektrycznej,
- ΔT – różnica między temperaturą otoczenia w czasie pomiarów przenikalności elektrycznej a temperaturą, dla której się ją określa,
- $u(k_{T\varepsilon})$ – niepewność temperaturowego współczynnika zmian przenikalności elektrycznej,
- $u(\Delta T)$ – niepewność określenia różnicy temperatur.

Jeżeli temperatura w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wartości znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta \varepsilon_{rT} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza jej zerowej niepewności, gdyż praktycznie zawsze temperatura otoczenia w laboratorium ulega pewnym wahaniom. Znając wartość temperaturowego współczynnika $k_{T\varepsilon}$ i wahania temperatury ΔT , można oszacować niepewność zerowej poprawki temperaturowej zmiany przenikalności elektrycznej $\Delta \varepsilon_{rT}$.

Należy również oszacować niepewności temperaturowej poprawki zmiany rezystywności skrośnej i na tej podstawie ze wzoru (10.1.13) obliczyć dla niej liczbę stopni swobody ν_T .

10.8.2. Niepewność poprawki wilgotnościowej względnej przenikalności elektrycznej

Poprawkę wilgotnościową zmiany względnej przenikalności elektrycznej uwzględniającą zmianę wilgotności powietrza otaczającego próbkę o ΔW w porównaniu z wilgotnością normalną $W = 50\%$ wyznacza się ze wzoru

$$\Delta \varepsilon_{rW} = k_{W\varepsilon} \Delta W, \quad (10.8.17)$$

a jej niepewność standardową z wyrażenia

$$u(\Delta \varepsilon_{rW}) = \sqrt{u^2(k_{W\varepsilon}) + u^2(\Delta W)}, \quad (10.8.18)$$

gdzie:

$k_{W\varepsilon}$ – wilgotnościowy współczynnik zmian przenikalności elektrycznej,
 ΔW – różnica między wilgotnością względną otoczenia w czasie pomiarów rezystywności skrośnej a wilgotnością względną, dla której określa się rezystywność skrośną,

$u(k_{W\varepsilon})$ – niepewność wilgotnościowego współczynnika zmian przenikalności elektrycznej,

$u(\Delta W)$ – niepewność określenia różnicy wilgotności.

Jeżeli wilgotność w laboratorium w czasie wykonywania pomiarów odpowiada wymaganej wartości znormalizowanej, to wówczas przyjmuje się poprawkę $\Delta \varepsilon_{rW} = 0$. Ale zerowa poprawka nie oznacza, że jej niepewność wynosi zero, gdyż praktycznie zawsze wilgotność powietrza w laboratorium ulega wahaniom. Znając wartość wilgotnościowego współczynnika $k_{W\varepsilon}$ i wahania wilgotności ΔW , można oszacować niepewność zerowej poprawki wilgotnościowej zmian przenikalności elektrycznej $\Delta \varepsilon_{rW}$. Należy również oszacować niepewność niepewności wilgotnościowej poprawki przenikalności elektrycznej i na tej podstawie ze wzoru (10.1.13) obliczyć dla niej liczbę stopni swobody ν_W .

10.8.3. Bilans niepewności standardowej złożonej względnej przenikalności elektrycznej dla próbek płaskich

Dla wyników pomiarów poszczególnych składowych wielkości wejściowych oblicza się standardowe niepewności złożone pomiaru:

- średnicy elektrody pomiarowej $u(d_1)$,
- szerokości szczeliny $u(g)$,
- grubości próbki $u(h)$,
- pojemności elektrycznej $u(C_x)$,
- poprawki temperaturowej zmiany względnej przenikalności elektrycznej $u(\Delta \varepsilon_{rT})$,
- poprawki wilgotnościowej zmiany względnej przenikalności elektrycznej $u(\Delta \varepsilon_{rW})$.

Bilansu niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$ i niepewności standardowej złożonej efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(A)$ dokonuje się tak samo jak w przypadku rezystywności skrośnej (zobacz podrozdział 10.2.7), a wyniki tego bilansu zestawia według tabel 10.2.1 i 10.2.2. Natomiast bilans niepewności standardowej złożonej pojemności równoważnego kondensatora próżniowego $u(C_o)$ i względnej przenikalności elektrycznej $u(\varepsilon_r)$ można przedstawić według tabel 10.8.1 i 10.8.2.

Tabela 10.8.1. Bilans niepewności standardowej złożonej pojemności równoważnego kondensatora próżniowego $u(C_o)$

| Wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|---|-----------------------------------|--------------------------------------|---|-------------------------------|--|
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | \bar{A} (4.2.1) | c_A (10.8.14) | $u(A)$ (10.2.7) | $c_A^2 \cdot u^2(A)$ | ν_A (10.2.16) |
| Grubość próbki h | \bar{h} (10.2.19) | c_h (10.8.13) | $u(h)$ (10.2.21) | $c_h^2 \cdot u^2(h)$ | ν_h (10.2.22) |
| Pojemność równoważnego kondensatora próżniowego C_o | \bar{C}_o (10.8.2) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_{C_o} (10.1.11) |
| Niepewność standardowa złożona pojemności równoważnego kondensatora próżniowego C_o | | | $u(C_o) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Tabela 10.8.2. Bilans niepewności standardowej złożonej względnej przenikalności elektrycznej $u(\varepsilon_r)$

| Wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|---|---|--------------------------------------|---|--|--|
| Pojemność równoważnego kondensatora próżniowego C_o | \bar{C}_o (10.8.2) | c_{C_o} (10.8.5) | $u(C_o)$ (10.8.12) Tabela 10.8.1 | $c_{C_o}^2 \cdot u^2(C_o)$ | ν_{C_o} (10.1.11) Tabela 10.8.1 |
| Pojemność C_x | \bar{C}_x | c_{C_x} (10.8.4) | $u(C_x)$ (10.8.9) | $c_{C_x}^2 \cdot u^2(C_x)$ | ν_{C_x} (10.1.14) |
| Poprawka temperaturowa $\Delta\varepsilon_{rT}$ | $\Delta\bar{\varepsilon}_{rT}$ (10.8.15) | 1 | $u(\Delta\varepsilon_{rT})$ (10.8.16) | $c_{\varepsilon_{rT}}^2 \cdot u^2(\Delta\varepsilon_{rT})$ | ν_T (10.1.13) |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta\varepsilon_{rW}$ | $\Delta\bar{\varepsilon}_{rW}$ (10.8.17) | 1 | $u(\Delta\varepsilon_{rW})$ (10.8.18) | $c_{\varepsilon_{rW}}^2 \cdot u^2(\Delta\varepsilon_{rW})$ | ν_W (10.1.13) |
| Względna przenikalność elektryczna ε_r | $\bar{\varepsilon}_r$ (10.4.1) | | | $\Sigma c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | ν_{ε_r} (10.1.11) |
| Niepewność standardowa złożona pomiaru rezystywności skrośnej | | | $u(\varepsilon_r) = \sqrt{\sum_{j=1}^n c_j^2 \cdot u^2(X_j)}$ | | |

Niepewność rozszerzoną (całkowitą) pomiaru względnej przenikalności elektrycznej oblicza się na podstawie wzorów (10.1.9) i (10.1.10) z zależności:

$$U(\varepsilon_r) = t_{p,\varepsilon_r} u(\varepsilon_r). \quad (10.8.19)$$

10.8.4. Przykład: pomiary względnej przenikalności elektrycznej poliamidu

W tym przykładzie przedstawiono wyniki pomiarów i obliczeń niepewności próbki nr 1 poliamidu 6 z włóknem szklanym. Wymiary geometryczne próbki zmierzono w taki sam sposób jak podczas pomiaru rezystywności skrośnej (podrozdział 10.2.7). Średnie wartości wyników wraz z ich niepewnościami zestawiono w tabeli 10.8.3. Na podstawie tych wyników dokonano bilansu niepewności standardowych, który przedstawiono w tabelach 10.8.4–10.8.7.

Tabela 10.8.3. Zestawienie wyników pomiarów dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Liczba pomiarów i | Wartość średnia \bar{X}_j | Niepewność standardowa typu A $u_A(X_j)$ | Niepewność standardowa typu B $u_B(X_j)$ | Niepewność standardowa złożona $u(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|-------------------------|---------------------|-----------------------------|--|--|---|-------------------------------|
| h | 5 | $1,536 \times 10^{-3}$ m | $0,007 \times 10^{-3}$ m | $0,001 \times 10^{-3}$ m | $0,008 \times 10^{-3}$ m | 6 |
| g | 6 | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $0,006 \times 10^{-3}$ m | $0,006 \times 10^{-3}$ m | $0,009 \times 10^{-3}$ m | 25 |
| d_1 | 5 | $49,95 \times 10^{-3}$ m | $0,008 \times 10^{-3}$ m | $0,018 \times 10^{-3}$ m | $0,020 \times 10^{-3}$ m | 156 |
| C_x | 1 | $55,69 \times 10^{-3}$ m | – | $0,657 \times 10^{-12}$ F | $0,657 \times 10^{-12}$ F | ∞ |

Tabela 10.8.4. Bilans niepewności standardowej złożonej współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|-----------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---|-------------------------------|
| Grubość próbki | $1,536 \times 10^{-3}$ m | $-213,2 \times \text{m}^{-1}$ | $0,008 \times 10^{-3}$ m | $2,91 \times 10^{-6}$ | 6 |
| Szerokość szczeliny | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $168,0 \times \text{m}^{-1}$ | $0,009 \times 10^{-3}$ m | $2,29 \times 10^{-6}$ | 25 |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | $567,2 \times 10^{-3}$ | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 5,20 \times 10^{-6}$ | 17 |
| Niepewność standardowa współczynnika B | | | $u(B) = 2,3 \times 10^{-3}$ | | |

Tabela 10.8.5. Bilans niepewności standardowej złożonej efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $u(A)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|---------------------------------------|--|--|---|-------------------------------|
| Średnica elektrody pomiarowej d_1 | $49,950 \times 10^{-3}$ m | $80,20 \times 10^{-3}$ m | $0,020 \times 10^{-3}$ m | $257,3 \cdot 10^{-14}$ m ⁴ | 156 |
| Szerokość szczeliny g | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $45,49 \times 10^{-3}$ m | $0,009 \times 10^{-3}$ m | $16,8 \cdot 10^{-14}$ m ⁴ | 25 |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej B | $567,2 \times 10^{-3}$ | $156,39 \times 10^{-6}$ m ² | $2,3 \times 10^{-3}$ | $12,9 \times 10^{-14}$ m ⁴ | 17 |
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,047 \times 10^{-3}$ m ² | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 286,97 \times 10^{-14}$ m ⁴ | 359 |
| Niepewność standardowa powierzchni A | | | $u(A) = 0,002 \times 10^{-3}$ m ² | | |

Tabela 10.8.6. Bilans niepewności standardowej złożonej pojemności kondensatora próżniowego $u(C_o)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|---|---------------------------------------|---|--------------------------------------|---|-------------------------------|
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,047 \times 10^{-3}$ m ² | $5,764 \times 10^{-9}$ F/m ² | $0,002 \cdot 10^{-3}$ m ² | $13,29 \cdot 10^{-29}$ F ² | 359 |
| Grubość próbki g | $1,536 \times 10^{-3}$ m | $-7,682 \times 10^{-9}$ F/m | $0,008 \times 10^{-3}$ m | $377,69 \times 10^{-29}$ F ² | 6 |
| Pojemność kondensatora próżniowego C_o | $11,80 \times 10^{-12}$ F | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 390,98 \times 10^{-29}$ F ² | 6 |
| Niepewność standardowa pojemności C_o | | | $u(C_o) = 0,063 \cdot 10^{-12}$ F | | |

Tabela 10.8.7. Bilans niepewności standardowej złożonej przenikalności elektrycznej $u(\epsilon_r)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność standardowa $u(X_j)$ | $c_j^2 \cdot u^2(X_j)$ | Liczba stopni swobody ν_j |
|--|-----------------------------|--|---------------------------------|---|-------------------------------|
| Pojemność kondensatora z powietrzem C_o | $11,800 \times 10^{-12}$ F | $-39,999 \times 10^{10}$ F ⁻¹ | $0,063 \times 10^{-12}$ F | $6,35 \times 10^{-4}$ | 6 |
| Pojemność zmierzona C_x | $55,690 \times 10^{-12}$ F | $8,475 \times 10^{10}$ F ⁻¹ | $0,657 \times 10^{-12}$ F | $31,01 \times 10^{-4}$ | ∞ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta \epsilon_{rT}$ | 0 | 1 | 0,005 | $0,25 \times 10^{-4}$ | 8 |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta \epsilon_{rW}$ | 0 | 1 | 0,009 | $0,81 \times 10^{-4}$ | 8 |
| Przenikalność elektryczna ϵ_r | 4,720 | | | $\Sigma c_j^2 u^2(X_j) = 38,42 \cdot 10^{-4}$ | 216 |
| Niepewność standardowa przenikalności ϵ_r | | | $u(\epsilon_r) = 0,062$ | | |

Kwantyl rozkładu t -Studenta dla 216 stopni swobody i poziomu ufności $p = 0,95$ wynosi 2. Zatem niepewność rozszerzona pomiaru względnej przenikalności elektrycznej ma wartość

$$U(\varepsilon_r) = 2 \times 0,062 = 0,13,$$

a niepewność względna – 2,7 %. Wynik pomiaru można zapisać w postaci: $\varepsilon_r = 4,72 \pm 0,13$.

10.9. Niepewność pomiarów przenikalności elektrycznej obliczana metodą uproszczoną

Niepewność wyniku pomiaru przenikalności elektrycznej na poziomie ufności $p = 0,95$ można obliczyć z uproszczonego wzoru:

$$U(\varepsilon) = 1,15 \sqrt{c_{C_x}^2 \cdot U^2(C_x) + c_{C_o}^2 \cdot U^2(C_o)}, \quad (10.9.1)$$

w którym poszczególne współczynniki wrażliwości wyrażają zależności (10.8.4) i (10.8.5).

Niepewność bezwzględną pojemności równoważnego kondensatora próżniowego oblicza się ze wzoru

$$U(C_o) = 1,15 \sqrt{c_A^2 \cdot U^2(A) + c_h^2 \cdot U^2(h)}, \quad (10.9.2)$$

w którym współczynniki wrażliwości określają zależności (10.8.13) i (10.8.14).

Uwzględniając powyższe współczynniki wrażliwości, wzór (10.9.2) można zapisać jako

$$U(C_o) = 1,15 \sqrt{\left[\frac{0,08854}{h} U(A) \right]^2 + \left[\frac{0,08854 \cdot A}{h^2} U(h) \right]^2}. \quad (10.9.3)$$

Przekształcając powyższe równanie, otrzymuje się ostateczny wzór określający niepewność wyznaczenia pojemności C_o

$$U(C_o) = 1,15 \frac{0,08854}{h} \sqrt{[U(A)]^2 + \left[\frac{A}{h} U(h) \right]^2}. \quad (10.9.4)$$

Niepewność powierzchni efektywnej elektrody pomiarowej $U(A)$ oblicza się ze wzoru (10.3.2).

10.9.1. Przykład: pomiary względnej przenikalności elektrycznej poliamidu

Niepewności wyników pomiarów próbki nr 1 poliamidu 6 z włóknem szklanym, zamieszczonych w podrozdziale 10.8.4, obliczono metodą uproszczoną. W tabeli

10.9.1 podano niepewności rozszerzone tych wyników, a w tabelach 10.9.2–10.9.5 – obliczenia niepewności rozszerzonej pomiaru przenikalności elektrycznej dokonane metodą uproszczoną.

Tabela 10.9.1. Zestawienie wyników pomiarów dla próbki nr 1

| Mierzona wielkość X_j | Liczba pomiarów i | Wartość średnia \bar{X}_j | Niepewność rozszerzona typu A $U_A(X_j)$ | Błąd graniczny pomiaru $\Delta_g X_j$ | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ |
|-------------------------|---------------------|-----------------------------|--|---------------------------------------|---------------------------------|
| h | 5 | $1,536 \times 10^{-3}$ m | $0,019 \times 10^{-3}$ m | $0,001 \times 10^{-3}$ m | $0,019 \times 10^{-3}$ m |
| g | 6 | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $0,015 \times 10^{-3}$ m | $0,010 \times 10^{-3}$ m | $0,018 \times 10^{-3}$ m |
| d_1 | 5 | $49,950 \times 10^{-3}$ m | $0,020 \times 10^{-3}$ m | $0,030 \times 10^{-3}$ m | $0,036 \times 10^{-3}$ m |
| C_x | 1 | $55,690 \times 10^{-12}$ F | – | $1,138 \times 10^{-12}$ F | $1,138 \times 10^{-12}$ F |

Tabela 10.9.2. Bilans niepewności współczynnika wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(B)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|-----------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--|
| Grubość próbki | $1,536 \times 10^{-3}$ m | $-213,2 \times \text{m}^{-1}$ | $0,019 \times 10^{-3}$ m | $16,41 \times 10^{-6}$ |
| Szerokość szczeliny | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $168,0 \times \text{m}^{-1}$ | $0,018 \times 10^{-3}$ m | $9,15 \times 10^{-6}$ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | $567,2 \times 10^{-3}$ | | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j) = 25,56 \times 10^{-6}$ |
| Niepewność współczynnika B | | | | $U(B) = 5,9 \times 10^{-3}$ |

Tabela 10.9.3. Bilans niepewności efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej $U(A)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------|---|
| Średnica elektrody pomiarowej | $49,950 \times 10^{-3}$ m | $80,20 \times 10^{-3}$ m | $0,036 \times 10^{-3}$ m | $833,59 \times 10^{-14}$ m ⁴ |
| Szerokość szczeliny | $1,950 \times 10^{-3}$ m | $45,49 \times 10^{-3}$ m | $0,018 \times 10^{-3}$ m | $67,05 \times 10^{-14}$ m ⁴ |
| Współczynnik wzrostu efektywnej powierzchni elektrody pomiarowej | $567,2 \times 10^{-3}$ | $1,564 \times 10^{-4}$ m ² | $5,9 \times 10^{-3}$ | $85,15 \times 10^{-14}$ m ⁴ |
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,047 \times 10^{-3}$ m ² | | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j) = 985,79 \times 10^{-12}$ m ⁴ |
| Niepewność powierzchni A | | | | $U(A) = 0,004 \times 10^{-3}$ m ² |

Tabela 10.9.4. Bilans niepewności pojemności kondensatora próżniowego $U(C_0)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|---|------------------------------------|--------------------------------------|--|--------------------------------------|
| Efektywna powierzchnia elektrody pomiarowej A | $2,047 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ | $5,764 \times 10^{-9} \text{ F/m}^2$ | $0,004 \times 10^{-6} \text{ m}^2$ | $5,32 \times 10^{-28} \text{ F}^2$ |
| Grubość próbki | $1,536 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $-7,682 \times 10^{-9} \text{ F/m}$ | $0,019 \times 10^{-3} \text{ m}$ | $213,04 \times 10^{-28} \text{ F}^2$ |
| Pojemność kondensatora próżniowego C_0 | $11,800 \times 10^{-12} \text{ F}$ | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j) = 218,36 \times 10^{-26} \text{ F}^2$ | |
| Niepewność pojemności C_0 | | | $U(C_0) = 0,170 \times 10^{-12} \text{ F}$ | |

Tabela 10.9.5. Bilans niepewności przenikalności elektrycznej $U(\epsilon_r)$

| Mierzona wielkość X_j | Wartość średnia \bar{X}_j | Współczynnik wrażliwości c_j | Niepewność rozszerzona $U(X_j)$ | $c_j^2 \cdot U^2(X_j)$ |
|--|------------------------------------|--|---|------------------------|
| Pojemność kondensatora próżniowego C_0 | $11,800 \times 10^{-12} \text{ F}$ | $-4,000 \times 10^{11} \text{ F}^{-1}$ | $0,170 \times 10^{-12} \text{ F}$ | $46,24 \times 10^{-4}$ |
| Pojemność zmierzona C_x | $5,569 \times 10^{-11} \text{ F}$ | $8,475 \times 10^{10} \text{ F}^{-1}$ | $1,138 \times 10^{-12} \text{ F}$ | $93,02 \times 10^{-4}$ |
| Poprawka temperaturowa $\Delta \epsilon_{rT}$ | 0 | 1 | 0,009 | $0,81 \times 10^{-4}$ |
| Poprawka wilgotnościowa $\Delta \epsilon_{rW}$ | 0 | 1 | 0,016 | $2,56 \times 10^{-4}$ |
| Przenikalność elektryczna ϵ_r | 4,72 | | $\Sigma c_j^2 U^2(X_j) = 142,63 \times 10^{-4}$ | |
| Niepewność przenikalności ϵ_r | | | $U(\epsilon_r) = 0,14$ | |

Niepewność rozszerzona pomiaru przenikalności elektrycznej $U(\epsilon_r)$ obliczona metodą uproszczoną na poziomie ufności $p = 0,95$ wynosi 0,14, a więc jest o 0,1 większa od niepewności obliczonej metodą klasyczną. Zatem obliczenie niepewności rozszerzonej metodą uproszczoną należy uznać za poprawne.

10.10. Niepewność pomiarów współczynnika strat dielektrycznych

Współczynnik strat dielektrycznych $\text{tg} \delta$ jest stosunkiem składowej urojonej przenikalności elektrycznej do składowej czynnej tej przenikalności (zobacz rozdział 8). W praktyce wyznacza się go z równoległego lub szeregowego modelu zastępczego kondensatora stratnego (zobacz rozdział 3). Przyrządy stosowane do pomiaru przenikalności i współczynnika strat dielektrycznych przeważnie umożliwiają bezpośredni

odczyt wartości pojemności i współczynnika strat dielektrycznych $\text{tg}\delta$. Nie ma więc potrzeby wykonywania dodatkowych obliczeń, aby określić jego wartości. Niedokładność pomiaru $\text{tg}\delta$ podaje się w instrukcjach obsługi przyrządów w postaci wieloskładnikowej zależności. Wartości poszczególnych składowych tych relacji zależą między innymi od:

- wartości mierzonej pojemności,
- częstotliwości pomiaru,
- wartości napięcia pomiarowego,
- szybkości pomiaru,
- długości przewodów.

Podstawiając odpowiednie dane do podanej w instrukcji obsługi zależności, oblicza się błąd graniczny pomiaru $\text{tg}\delta$. Ponieważ wartość zmierzonego $\text{tg}\delta$ może również zależeć od temperatury próbki i wilgotności powietrza otaczającego próbkę, w obliczeniach niepewności pomiaru $\text{tg}\delta$ należy uwzględnić warunki środowiskowe, w jakich były kondycjonowane próbki i w jakich są wykonywane pomiary. Dla zmian $\text{tg}\delta$ pod wpływem temperatury i wilgotności można przyjąć poprawki. Wówczas poprawną wartość współczynnika strat dielektrycznych określa się ze wzoru:

$$\text{tg}\delta_{xp} = \text{tg}\delta_x + \Delta\text{tg}\delta_{xT} + \Delta\text{tg}\delta_{xW}, \quad (10.10.1)$$

w którym:

$\text{tg}\delta_x$ – zmierzona wartość współczynnika strat dielektrycznych,

$\Delta\text{tg}\delta_{xT}$ – poprawka uwzględniająca zmianę $\text{tg}\delta$ pod wpływem zwiększenia temperatury ponad normalną temperaturę 23 °C,

$\Delta\text{tg}\delta_{xW}$ – poprawka uwzględniająca zmianę $\text{tg}\delta$ pod wpływem zwiększenia wilgotności otoczenia próbki ponad normalną wilgotność 50 %.

Jeżeli zostaną zachowane normalne warunki otoczenia kondycjonowanych próbek i pomiarów, ale będą utrzymywane w granicach klasy 2 według normy PN-EN ISO 291, dla której temperatura wynosi 23 °C ± 2 °C, a wilgotność 50 % ± 10 %, to należy przyjąć zerowe wartości poprawek $\Delta\text{tg}\delta_{xT}$ i $\Delta\text{tg}\delta_{xW}$. Zerowe poprawki, podobnie jak w przypadku pomiarów rezystywności, nie oznaczają zerowych ich niepewności. Należy oszacować wartość zmian $\text{tg}\delta$ w zakresie dopuszczalnych wahań temperatury i wilgotności. Niepewność standardową pomiaru $\text{tg}\delta$ można obliczyć ze wzoru:

$$u(\text{tg}\delta_{xp}) = \sqrt{u^2(\text{tg}\delta_x) + u^2(\Delta\text{tg}\delta_{xT}) + u^2(\Delta\text{tg}\delta_{xW})}, \quad (10.10.2)$$

w którym:

$u(\text{tg}\delta_x)$ – niepewność standardowa przyrządu pomiarowego obliczona z zależności:

$$u(\text{tg}\delta_x) = \frac{\Delta_g \text{tg}\delta_x}{\sqrt{3}}, \quad (10.10.3)$$

$\Delta_g \text{tg} \delta_x$ – błąd graniczny pomiaru $\text{tg} \delta_x$ obliczony zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu,

$u(\Delta \text{tg} \delta_{xT})$ – niepewność standardowa poprawki temperaturowej,

$u(\Delta \text{tg} \delta_{xW})$ – niepewność standardowa poprawki wilgotnościowej.

Niepewność rozszerzoną pomiaru współczynnika strat dielektrycznych wyraża się wzorem:

$$U(\text{tg} \delta_{xp}) = k_p \cdot u(\text{tg} \delta_{xp}), \quad (10.10.4)$$

gdzie k_p jest współczynnikiem rozszerzenia.

Niepewność rozszerzoną na poziomie ufności 0,95 łatwiej można obliczyć ze wzoru uproszczonego:

$$U(\text{tg} \delta_x) = 1,15 \sqrt{\Delta_g^2 \text{tg} \delta + U^2(\Delta \text{tg} \delta_{xT}) + U^2(\Delta \text{tg} \delta_{xW})}. \quad (10.10.5)$$

W przedstawionym sposobie obliczania niepewności pomiaru współczynnika strat dielektrycznych $\text{tg} \delta$ nie uwzględniono pojemności rozproszonych i pojemności przyelektrodowych, bo ich wartości trudno jest ująć liczbowo. Stosując jednak odpowiednie ekranowanie i odpowiednio nanosząc elektrody, należy je tak zminimalizować, aby były pomijalnie małe.

10.11. Podsumowanie

Wyniki pomiarów powinny być podawane wraz z ich niepewnościami. W szacowaniu niepewności pomiarów trzeba uwzględnić wszystkie istotne składowe niepewności.

Pomiary należy tak wykonywać, ażeby składowe systematyczne błędów – zwłaszcza tych, dla których granice wartości trudno jest określić – miały pomijalnie mały udział. Do tej grupy błędów należą:

- błędy spowodowane wpływem elektrostatycznego ładunku przestrzennego i powierzchniowego, który znajduje się w próbce przed pomiarem rezystywności skrośnej i powierzchniowej,
- błędy spowodowane kontaktem elektrod z dielektrykiem podczas pomiarów rezystywności i przenikalności elektrycznej,
- błędy spowodowane pasożytniczymi sprzężeniami galwanicznymi i pojemnościowymi.

Niewyeliminowanie tych błędów i nieuwzględnienie ich w postaci niepewności pomiaru jest przyczyną nieprawdziwych wyników pomiarów.

Eliminowanie błędów systematycznych mierników wysokich rezystancji oraz mierników pojemności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych przez wprowa-

dzanie poprawek nie ma sensu. Zabieg taki byłby bardzo kosztowny, a tylko w niewielkim stopniu zmniejszałby niepewność pomiaru. Wpływ tych błędów na wynik pomiaru należy uwzględnić w postaci niepewności.

Należy zwrócić uwagę na wpływ środowiska otaczającego próbkę na wyniki pomiarów. Badając materiały dielektryczne, trzeba pamiętać, że ich temperatura i wilgotność mają znaczący wpływ na otrzymane wyniki. Nawet wtedy, gdy kondycjonowanie próbek i pomiary odbywają się w znormalizowanych warunkach, nie można pominąć wpływu środowiska na niepewność pomiarów, gdyż te znormalizowane warunki dopuszczają wahania temperatury otoczenia i jego wilgotności. Wówczas należy przyjąć zerowe wartości poprawek dla wpływu temperatury i wilgotności, ale także oszacować wynikające stąd granice prawdopodobnych zmian rezystywności skrośnej i powierzchniowej oraz przenikalności elektrycznej i współczynnika strat dielektrycznych. Granice te trzeba uznać za składowe niepewności.

Zgodnie z zaleceniami przewodnika wyrażenia niepewności pomiaru [15] najpierw powinno się obliczyć niepewność standardową (na poziomie ufności $p = 0,68$), a następnie rozszerzoną. Najczęściej niepewność rozszerzoną podaje się na poziomie ufności $p = 0,95$. Aby obliczyć niepewność rozszerzoną, trzeba znać wartość współczynnika rozszerzenia k_p . Jeżeli niepewność pomiaru ma rozkład zbliżony do normalnego, dla którego liczba stopni swobody wynosi co najmniej 20, to dla $p = 0,95$ można przyjąć współczynnik rozszerzenia $k_p = 2$. Jeżeli liczba stopni swobody jest mniejsza, to należy przyjąć, że współczynnik rozszerzenia jest równy kwantylowi rozkładu t -Studenta, który można odczytać z tabeli 10.1.1. Ten sposób obliczania niepewności pomiarów nazwano metodą klasyczną. Metoda ta wymaga bardzo pracochłonnych obliczeń.

W przypadku, gdy większościowy udział w niepewności mają składowe typu B, a liczba stopni swobody wynosi 8 lub więcej, można stosować uproszczoną metodę obliczania niepewności pomiaru na poziomie ufności $p = 0,95$, którą dokładnie opisano w tym rozdziale. Przedstawione przykłady szacowania niepewności na poziomie ufności 0,95 dowodzą, że metoda ta daje wyniki bardzo zbliżone do wyników metody klasycznej. Przemawia to za słusznością tej metody, która dodatkowo jest prostsza i mniej pracochłonna w praktycznym użyciu.

W przypadku wątpliwości, czy uproszczona metoda obliczania niepewności pomiaru zapewni poprawne wartości, gdy przeważają niepewności typu A, a liczba stopni swobody jest zbyt mała, należy stosować klasyczną metodę szacowania niepewności wyników pomiarów.

Literatura

- [1] Arendarski J., *Tolerancja wymiaru a niepewność pomiaru*, Materiały IV Sympozjum Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB „Wyposażenie pomiarowe i badawcze akredytowanych laboratoriów”, Cetniewo, 1998, s. 49–57.

- [2] Arendarski J., *Niepewność pomiarów*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, 2003.
- [3] Jaworski J.M., *Niedokładność, błąd, niepewność*, Dodatek do wydania polskiego: *Przewodnik wyrażania niepewności pomiarów*, Główny Urząd Miar, 1999.
- [4] Klaus-Jęcek B., Kuśmierk Z., *Wzorce wielkości elektrycznych i ocena niepewności pomiarów*, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź, 2000.
- [5] Lisowski M., *O pomiarach w akredytowanym laboratorium badawczym w świetle norm i przepisów*, Normalizacja, 1997, nr 11, s. 17–21.
- [6] Lisowski M., *Pomiary w akredytowanym laboratorium badawczym*, Materiały II Konferencji Naukowej „Postępy w elektrotechnologii”, Prace Naukowe Instytutu Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej nr 31, seria: Konferencje nr 8, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 1996, s. 231–234.
- [7] Lisowski M., *Szacowanie niepewności pomiarów rezystywności skrośnej i powierzchniowej elektrotechnicznych materiałów izolacyjnych*, Materiały IX Sympozjum Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB „Szacowanie niepewności pomiarów w laboratorium”, Zakopane, 2003, s. 91–100.
- [8] Lisowski M., Kacprzyk R., *Uncertainty evaluation problems in measurements of volume and surface resistivities*, Proceedings of the IMEKO-TC7 Symposium “Measurement Science of the Information Era”, Cracow, 2002, pp. 82–87.
- [9] Lisowski M., Murach G., *Szacowanie niepewności wyników pomiarów w badaniach międzylaboratoryjnych*, Materiały V Sympozjum POLLAB „Międzylaboratoryjne badania porównawcze”, Łeba, 1999, s. 141–153.
- [10] Skubis T., *Opracowanie wyników pomiarów. Przykłady*, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2003.
- [11] Turzeniecka D., *Podstawowe zagadnienia oceny niepewności*, PAK, 1998, nr 9, s. 327–332.
- [12] Turzeniecka D., *Ocena niepewności wyników pomiarów*, Wyd. Politechniki Poznańskiej, Poznań, 1997.
- [13] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*. International Organization for Standardization, 1995.
- [14] *Międzynarodowy słownik podstawowych i ogólnych terminów metrologii*, tłumaczenie polskie: Główny Urząd Miar, 1996.
- [15] *Wyrażenie niepewności pomiaru. Przewodnik*, tłumaczenie polskie: Główny Urząd Miar, 1999.
- [16] *Wyrażanie niepewności pomiaru przy wzorcowaniu*. Dokument EA-4/02, Europejska Współpraca w Dziedzinie Akredytacji. Tłumaczenie i wydanie: Główny Urząd Miar, Warszawa, 2001.
- [17] PN-EN-ISO/IEC 17025:2000 *Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących*.